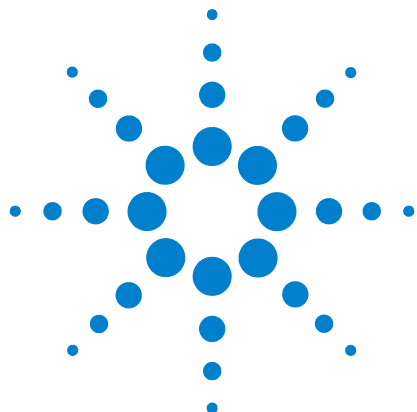




Série Agilent 7890 **Cromatógrafo a Gás**

Solução de problemas



Agilent Technologies

Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2013

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

G3430-99053

Edição

Segunda edição, dezembro de 2013
Primeira edição, Janeiro de 2013

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.

ADVERTÊNCIA

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.

Índice

1 Conceitos e Tarefas Gerais

Conceitos	10
Como solucionar problemas com este manual	10
A tecla [Status]	10
Condições de erro	11
Sistemas configurados para comunicações aprimoradas	12
Itens configuráveis que devem ser mantidos sempre atualizados	13
Configuração do injetor e do detector	13
Configuração da coluna	13
Configuração do Amostrador Automático de Líquidos	14
Configuração do gás	14
Para exibir os logs Run, Maintenance e Event	15
Registro de corridas	15
Registro de manutenção	15
Registro de eventos	15
Informações a serem obtidas antes de ligar para o serviço da Agilent	16

2 Sintomas do ALS e do detector

Erros no êmbolo	18
Procedimento	18
Frasco manipulado incorretamente pelo ALS (7693A)	19
Luz de alinhamento acesa na torre do injetor do 7693A/7650A	21
Frasco manipulado incorretamente pelo ALS (7683)	22
Luz de alinhamento acesa na torre do injetor do 7683B	25
A agulha da seringa entorta durante a introdução no injetor	26
O FID não passa no teste de corrente de fuga	27
Causas possíveis	27
Procedimento	27
O NPD falha no teste de vazamento de corrente	28
O FID falha no teste de linha de base	29

Para resolver problemas de baixa sensibilidade no FID	30
O FID não acende	31
O ignitor do FID não acende durante a sequência de ignição	32
Corrosão no coletor do FID e no plugue incandescente do ignitor	34
O FPD não acende	35
Falha no processo de ajuste do offset do NPD	37
A Pérola do NPD não acende	38
A temperatura do FPD ⁺ não fica pronta	39
Luz Not Ready piscando: Falha no hardware do detector/tensão do filamento do TCD	40
Desligamento do dispositivo (causado por falha)	41

3 Sintomas cromatográficos

Não é possível reproduzir os tempos de retenção	45
Não é possível reproduzir as áreas dos picos	46
Contaminação ou Carryover	47
Isole a fonte	47
Verifique as causas possíveis — todas as combinações de injetor e detector	47
Picos maiores do que o esperado	50
Picos não exibidos/Sem picos	51
Aumento da Linha de Base Durante uma Programação de Temperatura do Forno	53
Baixa resolução de pico	54
Pico com Calda	55
Pico com cauda do NPD	57
Ponto de Ebulição do Pico ou Baixa Discriminação de Peso Molecular	58
Para qualquer operação do injetor em modo com divisão com qualquer detector	58
Para qualquer operação de injetor em modo sem divisão com qualquer detector	58
Decomposição de amostra no injetor/Picos ausentes	59
Pico frontal	60
Detector com ruído, incluindo Wander, Drift e Spikes na linha de base	61
Linha de base com ruído	61

Wander e Drift da linha de base	64
Spikes na linha de base	65
Ruído e sensibilidade no detector de captura de elétron de microcélula (uECD)	67
Avaliação do sinal exibido	68
Sensibilidade	69
Contaminação (linha de base alta)	70
Área ou altura de pico baixo (baixa sensibilidade)	71
Para resolver problemas de baixa sensibilidade no FID	72
A chama do FID se apaga durante uma corrida e tenta acender novamente	74
Saída de linha de base do FID acima de 20 pA	76
Saída de linha de base do FID no máximo (~8 milhões)	77
A chama do FPD se apaga durante uma corrida e tenta acender novamente	78
Quenching/Repetibilidade de FPD	79
A saída do FPD é muito alta ou muito baixa	80
Áreas de pico pequenas do FPD	81
Largura de pico grande do FPD em meia altura	82
Saída alta de linha de base do FPD, > 20 pA	83
Quenching de solvente do NPD	84
Resposta baixa do NPD	85
Saída de linha de base do NPD > 8 milhões	87
O processo de ajuste do offset do NPD não funciona corretamente	88
Seletividade baixa do NPD	89
Picos negativos vistos com o TCD	90
A linha de base do TCD registra rastros de pico com ruído senoidal amortecido (linha de base oscilante)	91
Os picos do TCD apresentam queda negativa na cauda	92

4 Sintomas da falta de prontidão do GC

O GC nunca fica pronto	94
O fluxo nunca fica pronto	95
A temperatura do forno nunca diminui / diminui muito lentamente	96
O forno nunca aquece	97
A temperatura nunca está pronta	98

Não é possível definir um fluxo ou pressão	99
Um gás não atinge o fluxo ou a pressão do ponto de ajuste	100
Um gás excede um ponto de ajuste de pressão ou fluxo	101
O fluxo ou a pressão do injetor flutuam	102
Não é possível manter a pressão tão baixa quanto o ponto de ajuste em um injetor com divisor	103
O fluxo da coluna medida não é igual ao fluxo exibido	104
O FID não acende	105
O ignitor do FID não fica incandescente durante a sequência de ignição	106
Os fluxos de gás auxiliar (Makeup) e hidrogênio medidos no FID ou no NPD estão muito abaixo do ponto de ajuste	108
Falha no processo de ajuste do offset do NPD	109
O FPD não acende	110
A válvula não está pronta	112
Válvulas externas	112
Válvulas de amostragem de gás	112
Válvula de multiposição	112
Luz Not Ready piscando: Falha no hardware do detector/tensão do filamento do TCD	113

5 Sintomas de desligamento

Desligamento de coluna	116
Desligamentos de hidrogênio	118
Hidrogênio utilizado em injetores e fluxos de gases auxiliares	118
Sensor de hidrogênio	119
Desligamentos de ar do detector	120
Desligamento do MS 7890B	121
Limpar um desligamento do MS	122
Depois de resolver o desligamento do MS	122
Desligamentos térmicos	123

6 Sintomas na ativação e na comunicação do GC

O GC não liga	126
O PC não consegue se comunicar com o GC	127
O GC não consegue se comunicar com um MS ou HS configurado	129
O GC não se recupera após uma atualização de firmware	130

O GC liga, mas para durante a inicialização (autoteste) 131

7 Verificação de vazamento

Dicas para a verificação Leak Check 134

Para verificar se há vazamentos externos 135

Para verificar se há vazamentos no GC 137

Vazamentos nas conexões de fluxo capilar 139

Para realizar uma verificação Leak Check no injetor 140

Para definir limites de aviso para o Leak Check 142

Para desativar um limite de aviso para o Leak Check do injetor 143

Para verificar se há vazamentos em um injetor com/sem divisor 144

Não é possível atingir o ponto de ajuste da pressão 144

Baixa sensibilidade ou repetibilidade ruim 145

Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão SS 146

Para realizar um teste de queda de pressão do injetor SS no teclado do GC 146

Para corrigir vazamentos em um injetor com/sem divisor 151

Para verificar se há vazamentos em um injetor multimodo 152

Não é possível atingir o ponto de ajuste da pressão 152

Baixa sensibilidade ou repetibilidade ruim 153

Para realizar um teste de queda de pressão de MMI 154

Para realizar um teste de queda de pressão do injetor multimodo 154

Para corrigir vazamentos em um injetor multimodo 158

Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão PP 159

Para realizar um teste de queda de pressão do injetor PP 159

Para corrigir vazamentos em um injetor para colunas empacotadas 163

Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão COC 164

Para realizar um teste de queda de pressão COC 164

Para corrigir vazamentos em injetores On-Column 168

Para realizar um teste de queda de pressão no PTV 169

Para realizar um teste de queda de pressão no PTV 169

Para corrigir vazamentos nos injetores do PTV 173

Para realizar um teste de queda de pressão na VI 174

Para realizar um teste de queda de pressão na VI 174

Para preparar a VI para um Leak Check de sistema fechado 178

Para corrigir vazamentos na interface de voláteis 179

8 Tarefas de solução de problemas

Para medir um fluxo na coluna	182
Medição de fluxo na coluna para FID, TCD, uECD e FPD	182
Medição do fluxo de coluna NPD	184
Para medir o fluxo da tubulação de saída do divisor ou de purga do septo	186
Para medir um fluxo do detector	188
Medição de fluxo de FID, TCD, uECD e FPD	188
Medição dos fluxos de NPD	191
Para realizar o autoteste do GC	193
Para verificar ou monitorar a backpressure da tubulação de saída do divisor	194
Para definir um limite de aviso para a verificação do filtro do injetor.	195
Para desativar um limite de aviso para a verificação do filtro do injetor	196
Para executar a verificação do filtro do injetor	197
Para realizar um teste de restrição da tubulação de saída do divisor do SS	199
Para verificar se há contaminação na tubulação de saída do divisor	200
Para ajustar o lit offset do FID	202
Para verificar se a chama do FID está acesa	203
Para verificar a função do ignitor do FID durante a sequência de ignição	204
Para medir o vazamento de corrente do FID	205
Para medir a saída de linha de base do FID	206
Para isolar a causa do ruído do FID	207
Para medir o vazamento de corrente no NPD	208
Para verificar se um jet do FID está obstruído	209
Para verificar se um jet de NPD está obstruído	210
Para verificar se a pérola do NPD está acesa	211
Para verificar se a chama do FPD está acesa	212
Para ajustar o lit offset do FPD	213
Quando é hora de trocar os purificadores (filtros) de gás	214
Para ignorar o estado de prontidão de um dispositivo	215
Para usar o cronômetro	216



1

Conceitos e Tarefas Gerais

Conceitos 10

Itens configuráveis que devem ser mantidos sempre atualizados 13

Para exibir os logs Run, Maintenance e Event 15

Para exibir os logs Run, Maintenance e Event 15

Informações a serem obtidas antes de ligar para o serviço da Agilent 16



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.

Embora este manual descreva a solução de problemas para GCs série 7890 em geral, durante a descrição do uso do teclado do GC e dos recursos do firmware, este manual supõe um GC 7890B usando firmware B.02.01. Os recursos específicos de apenas um dos modelos (7890A ou 7890B) são identificados.

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]**).

Sistemas configurados para comunicações aprimoradas

Quando configurados com outros instrumentos que suportam comunicações aprimoradas, como o MSD 5977, o MS Triplo Quadripolar 7000C e o Amostrador headspace 7697, o GC 7890B e os instrumentos configurados interagem diretamente uns com os outros. Além de simplesmente enviarem comandos para iniciar corridas e informações gerais de status (pronto e não pronto), os instrumentos alteram suas configurações com base no status um do outro. Por exemplo:

- Um desligamento do GC pode fazer com que o MSD se desligue ou se proteja.
- Iniciar o Vent no MS provoca alterações no GC para que ele ofereça suporte ao processo de vent.
- Um desligamento do MS pode fazer com que o GC altere suas próprias configurações para se proteger e proteger o MS.
- A perda de comunicação entre os instrumentos pode provocar alterações em um ou em ambos os instrumentos.
- O ciclo de suspensão/despertar do GC dispara o ciclo de suspensão/despertar do MS e do HS (se disponível).
- Um amostrador headspace configurado determina seu tempo com base no método carregado do GC.

Por conta dessa interação, sempre confira as exibições de todos os instrumentos e do sistema de dados para conhecer o status completo do sistema. Em geral, a exibição do GC apresentará mensagens de status do instrumento configurado, bem como suas próprias mensagens.

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.

Se o acessório opcional de Leitor de código de barras G3494A ou G3494B estiver presente (7890B somente), você pode digitalizar diretamente dados de peças (informações sobre a coluna, o liner e a seringa do ALS) no GC sem ter que digitá-los no GC usando o teclado.

Configuração do injetor e do detector

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

Liners: A conduta apropriada do tipo de Liner varia dependendo do tipo de injetor 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).

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

Tipo de Pérola NPD: Sempre configure o tipo de Pérola NPD. Um tipo incorreto pode provocar desempenho ruim ou falha prematura da Pérola.

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 divisão incorretas ou alteradas, mudanças no tempo de retenção e desvios de pico.

Configuração do Amostrador Automático de Líquidos

Mantenha atualizada a configuração do Amostrador Automático de Líquidos (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 frascos de solvente e descarte.

Configuração do gás

ADVERTÊNCIA

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 os logs Run, Maintenance e Event

O GC mantém registros 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.

Registro de corridas

Para cada corrida, o log de operações registra desvios do método planejado. O log é sobrescrito no início de cada corrida. As informações do log de corridas 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 corridas contém entradas, o LED **Run Log** acende.

Registro de manutenção

O registro 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.

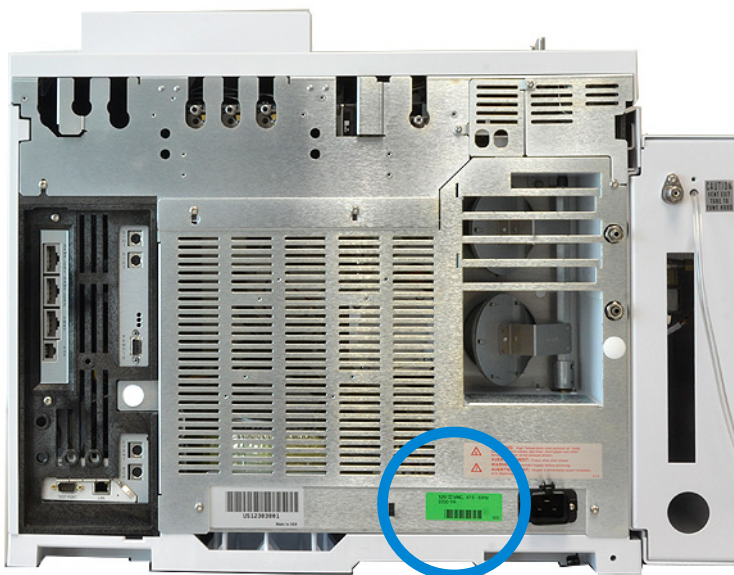
Registro de eventos

O log de eventos registra eventos como desligamentos, avisos, falhas e mudanças no estado do GC (corrida iniciada, corrida 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 / injetores instalados 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 embaixo do teclado, no canto inferior direito do GC.
 - Revisão do firmware do GC (pressione [**Status**] e, em seguida, [**Clear**])
 - 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	18
Frasco manipulado incorretamente pelo ALS (7693A)	19
Luz de alinhamento acesa na torre do injetor do 7693A/7650A	21
Frasco manipulado incorretamente pelo ALS (7683)	22
Luz de alinhamento acesa na torre do injetor do 7683B	25
A agulha da seringa entorta durante a introdução no injetor	26
O FID não passa no teste de corrente de fuga	27
O NPD falha no teste de vazamento de corrente	28
O FID falha no teste de linha de base	29
Para resolver problemas de baixa sensibilidade no FID	30
O FID não acende	31
O ignitor do FID não acende durante a sequência de ignição	32
Corrosão no coletor do FID e no plugue incandescente do ignitor	34
O FPD não acende	35
Falha no processo de ajuste do offset do NPD	37
A Pérola do NPD não acende	38
A temperatura do FPD ⁺ não fica pronta	39
Luz Not Ready piscando: Falha no hardware do detector/tensão do filamento do TCD	40
Desligamento do dispositivo (causado por falha)	41



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 firme ao motor que movimenta o êmbolo.
- O solenoide do êmbolo está emperrando.
- O Encoder do motor do êmbolo está inoperante.
- O mecanismo de movimentação 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 resistência na movimentação do êmbolo. Substitua a seringa, se necessário ([7693A](#), [7650A](#), [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)

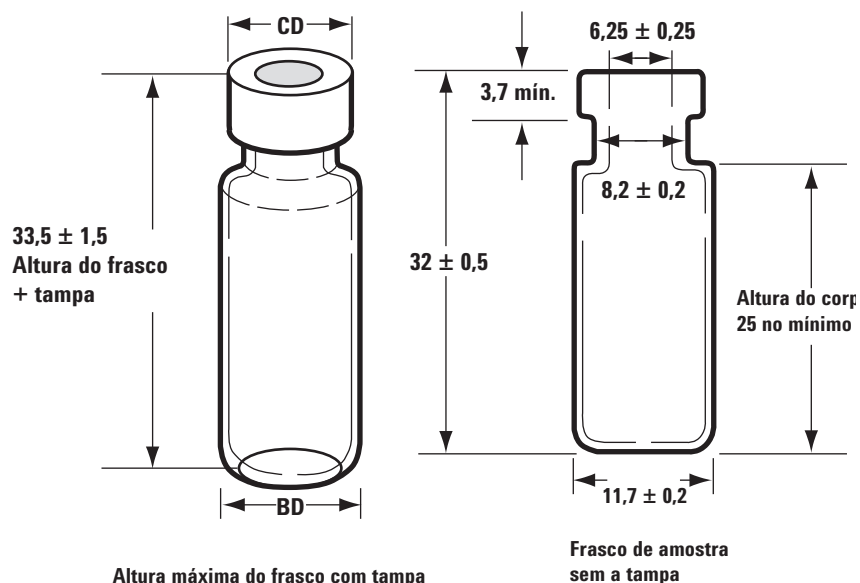
Consulte a [documentação de operação do amostrador](#) para obter mais informações.

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

- Verifique se há dobras ou rugas no bloqueio, 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 inserts de microfrascos que serão utilizados com o sistema 7693A ALS. Essas dimensões não substituem um conjunto completo de especificações.

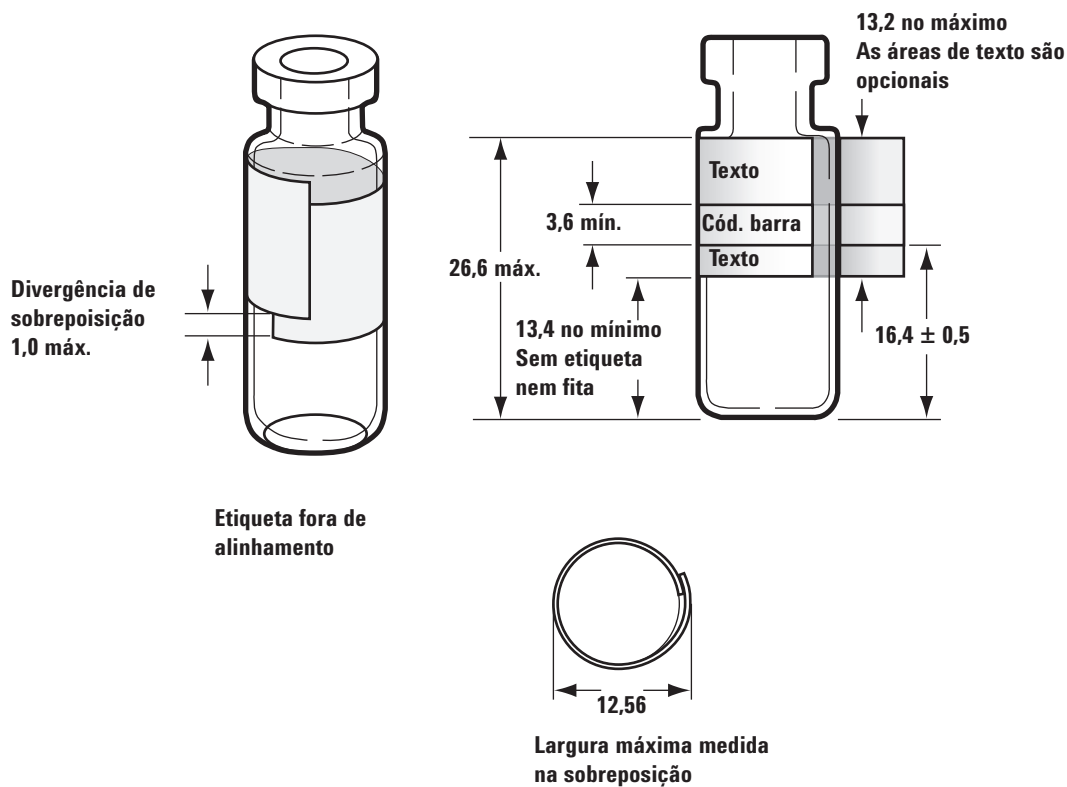
Diâmetro do corpo (BD) = $11,7 \pm 0,2$
 Diâmetro da tampa (CD) = BD $\times 1,03$ máximo
 Todas as dimensões em milímetros



- Verifique se a torre de amostragem 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.

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 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/7650A

Se a luz do modo de alinhamento estiver acesa, primeiro verifique se a torre está adequadamente instalada. Depois, siga o procedimento de alinhamento conforme descrito no manual [Instalação, operação e manutenção do amostrador de líquidos automático 7693A](#) ou no manual [Instalação, operação e manutenção do amostrador de líquidos automático 7650A](#).

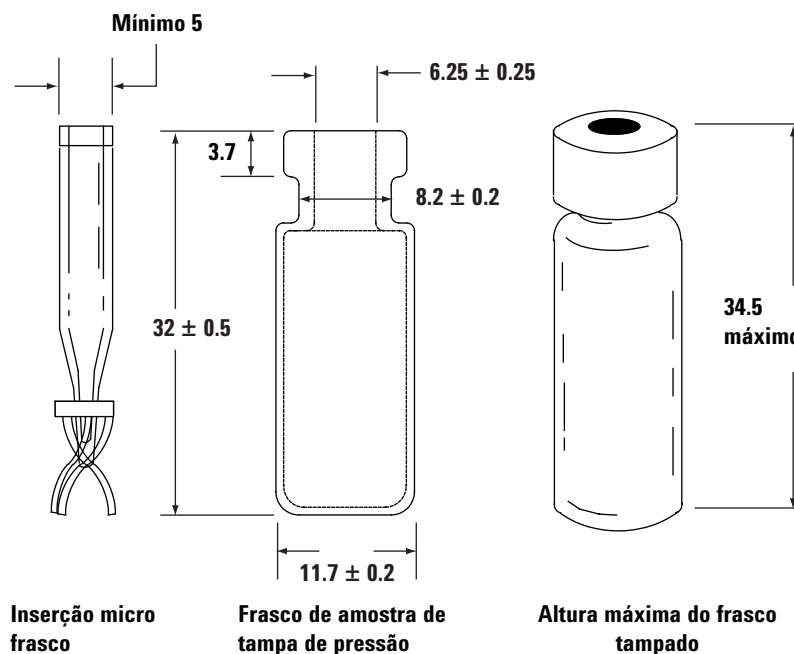
Frasco manipulado incorretamente pelo ALS (7683)

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 no bloqueio, 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 frasco deve ser $8,2 \pm 0,2$ mm. O amostrador e a bandeja usam frascos de amostra de vidro transparentes ou âmbar com bloqueios franzidos, ou frascos com bloqueios 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 inserts de microfrascos que serão utilizadas com o amostrador. Essas dimensões não substituem um conjunto completo de especificações.

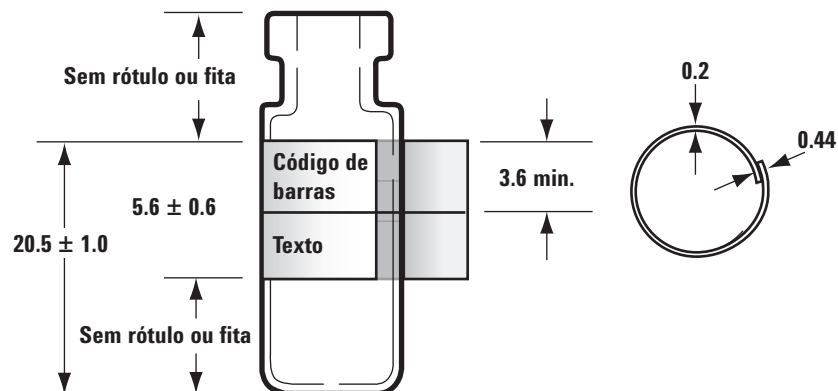


Todas as dimensões são milímetros

- Verifique se a torre de amostragem 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 são 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 automático de líquidos Agilent 7683B](#) para mais informações.

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

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

A agulha da seringa entorta durante a introdução no injetor

ADVERTÊNCIA

Ao solucionar problemas com o amostrador, 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 automático de líquidos 7683A](#)

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

[Instalação, operação e manutenção do amostrador automático de líquidos 7650A](#)

- Verifique se a porca do septo do GC não está apertada demais.
- Confira se a seringa está instalada corretamente no mecanismo da seringa.
- Confira se o suporte e a guia da seringa estão limpos. Remova eventuais resíduos ou depósitos no septo. Instale um novo conjunto de suporte da agulha (7683) ou um pé do suporte da agulha (7693A ou 7650A), se necessário.
- Ao usar injetores On-Column, verifique se o insert correto para a seringa foi instalado. Veja [Para verificar o tamanho da agulha em relação à coluna no injetor COC](#) para mais informações.
- Confira se a seringa correta está sendo usada. O comprimento combinado do corpo 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 o bloqueio do frasco está instalado corretamente. Consulte a documentação do amostrador.

O FID não passa no teste de corrente de fuga

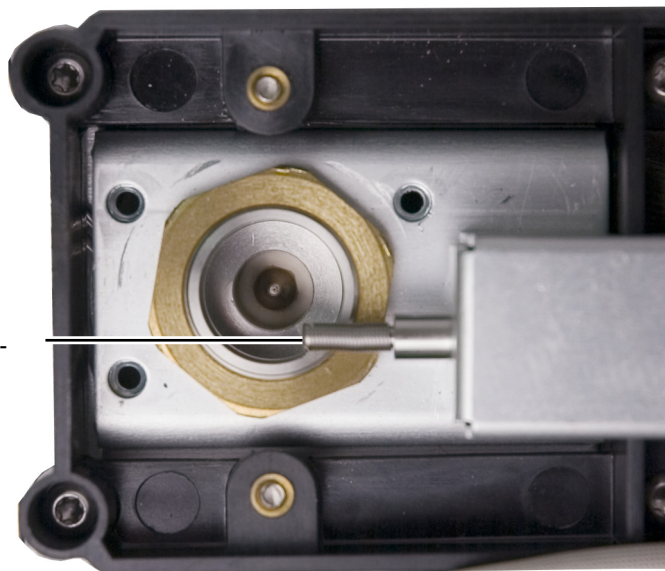
Causas possíveis

Falhas no teste de vazamento de corrente costumam 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 PTFE (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 inter-
conexão FID

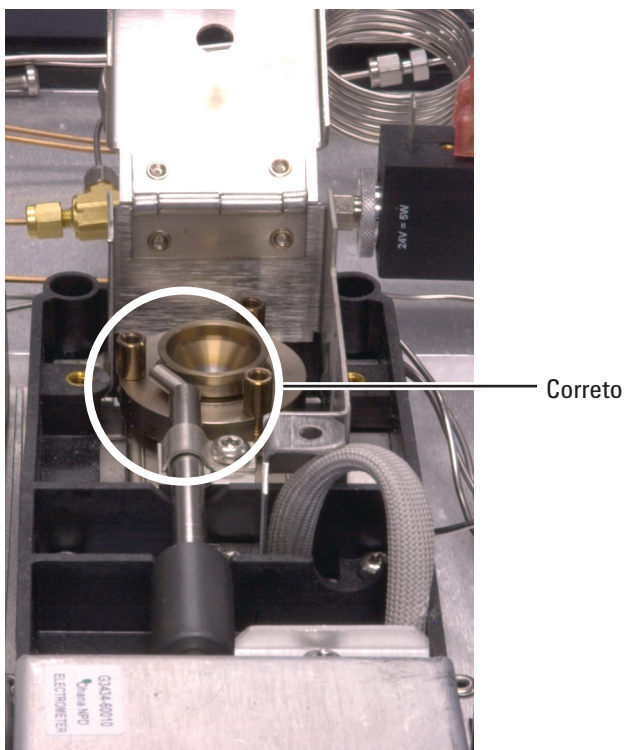


0 NPD falha no teste de vazamento de corrente

Falhas no teste de vazamento de corrente costumam 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 da Pérola como 0,0 V. Desligue o ajuste de offset Observe a saída (Vazamento de corrente).
- 3 Remova a pérola e armazene-a 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 falha 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 falhar no teste de linha de base:

- Verifique a [pureza e a qualidade](#) do gás.
- Substitua filtros químicos que estejam sujos/gastos.
- [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 $\leq 2,0$ 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 ignitor do FID fica incandescente durante a sequência de ignição. (Consulte [Para verificar a função do ignitor 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 o [Guia de preparação do local do GC, GC/MS 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 a vazão de hidrogênio e diminua ou desligue a vazão de gás de makeup (auxiliar) até que a ignição ocorra, depois reduza-as conforme os valores do método. Experimente até encontrar os melhores valores.

O aumento da vazão de hidrogênio e a diminuição da vazão do gás auxiliar facilitam a ignição do FID. Se ele se acender sob essas condições modificadas, então a causa pode ter sido um jet parcialmente obstruído, um ignitor fraco, ou algum vazamento na conexão da coluna.

- Confira se há um jet obstruído ou parcialmente obstruído. (Consulte [Para verificar se o jet do FID está obstruído](#)).
- Meça 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 razão entre hidrogênio e 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 gás auxiliar.
- Se a análise permitir, substitua o nitrogênio por hélio como auxiliar.

O ignitor do FID não acende durante a sequência de ignição

ADVERTÊNCIA

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 ignitor pela chaminé do FID. O pequeno orifício deve se iluminar durante a sequência de ignição.

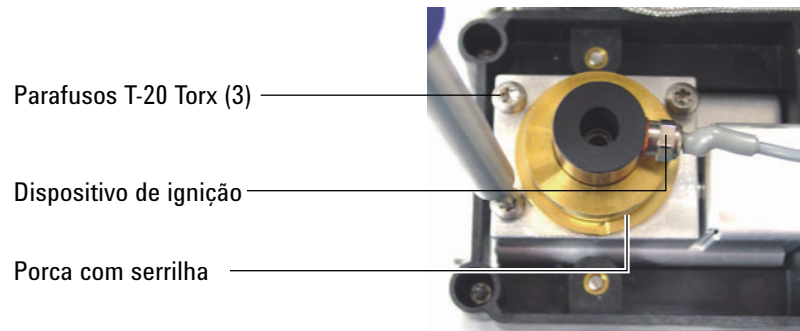


Se o teste falhar, confira estas causas possíveis:

- O ignitor pode estar com defeito; substitua o ignitor (Consulte [Para realizar a manutenção no conjunto do coletor do FID](#)).
- A temperatura do detector está definida como $< 150^{\circ}\text{C}$. A Agilent recomenda a operação do FID a $> 300^{\circ}\text{C}$.
- O ignitor não está bem conectado ao aterramento:
 - o ignitor deve estar fortemente aparafusado no conjunto de castelo do FID.
 - Os três parafusos Torx T-20 que fixam o conjunto do coletor precisam ser apertados.

- A porca de latão serrilhada que fixa o conjunto do 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 ignitor

Ao realizar a manutenção do FID, a Agilent recomenda a inspeção do coletor e do plugue incandescente do ignitor 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 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 ($> 150\text{ }^{\circ}\text{C}$).
- Confira se as taxas de fluxo do FPD correspondem ao tipo de filtro instalado no FPD. A razão entre hidrogênio e 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
Arraste (hidrogênio, hélio, nitrogênio, argônio)		
Colunas empacotadas	10 a 60	10 a 60
Colunas capilares	1 a 5	1 a 5
Gases do detector		
Hidrogênio	60	60
Ar	60	60
Arraste + Auxiliar (Makeup)	60	60

Tabela 2 Fluxos do FPD recomendados

	Fluxos do modo de enxofre, mL/min	Fluxos do modo de fósforo, mL/min
Arraste (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
Arraste + Auxiliar (Makeup)	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 ignitor 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 (7890A) ou a 400 mL/min (7890B) durante a tentativa de acendimento da chama. Do contrário, não há pressão de suprimento de ar suficiente.
- Verifique as taxas de fluxo da coluna e de gás auxiliar (Makeup).
- 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 sifonar, 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 acesa 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.
- Sob determinadas condições de operação, a chama acende com mais facilidade quando o tubo de ventilação é removido. Depois de acender a chama, reinstale o tubo de ventilação.
- O modo de enxofre pode ser particularmente difícil de acender (FPD somente, não FPD⁺). 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 dos cabos ao acoplamento e a conexão do acoplamento ao plugue do ignitor, aperte as conexões do ignitor.

Falha no processo de ajuste do offset do NPD

- Inspecione o jet, ele pode estar obstruído. (Consulte [Para verificar se o jet do NPD está obstruído.](#))
- Faça a medição dos fluxos do detector. (Consulte [Para medir um fluxo do detector](#)). Se os fluxos de hidrogênio ou auxiliar (Makeup) forem iguais a zero ou muito inferiores ao fluxo exibido, suspeite de um jet obstruído.
- Verifique as condições da pérola. [Substitua-o](#) se isso for necessário.
- Verifique se as configurações de fluxo estão corretas. Consulte [Fluxos, temperaturas e informações da pérola.](#)
- Pode haver um grande vazamento no sistema se o processo continuar falhando. 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.

A Pérola do NPD não acende

- Defina o tempo de equilíbrio em 0.0.
- Verifique se as configurações de fluxo estão corretas e apropriadas. Consulte [Fluxos, temperaturas e informações da pérola](#).
- Pode haver um grande vazamento no sistema se o processo continuar falhando. 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 da pérola.
- Verifique as condições da pérola. [Substitua-o](#) se isso for necessário.
- Inspeccione o jet, ele pode estar obstruído. (Consulte [Para verificar se o jet do NPD está obstruído](#).)
- Faça a medição dos fluxos do detector. (Consulte [Para medir um fluxo do detector](#)). Se os fluxos de hidrogênio ou auxiliar (Makeup) forem iguais a zero ou muito inferiores ao fluxo exibido, suspeite de um jet obstruído.

A temperatura do FPD⁺ não fica pronta

Se a temperatura do bloco de emissão do FPD⁺ não ficar pronta:

- Confira a temperatura do forno. Se a temperatura do forno ficar alta (acima de 325 °C) por um longo período, defina a temperatura do bloco de emissão no valor mais alto (165 °C).
- Verifique a temperatura da linha de transferência. Se a linha de transferência estiver definida com uma temperatura muito alta (quase 400 °C), defina a temperatura do bloco de emissão em pelo menos 150 °C.

Luz Not Ready piscando: Falha no hardware do detector/tensão do filamento do TCD

Se o filamento do TCD estiver aberto, o LED Not Ready vai piscar e o GC não vai ficar pronto.

- 1 Pressione [**Status**]. Se aparecer no visor **Front detector hardware fault** ou (**Back** ou **Aux detector hardware fault**), o problema pode estar no filamento do TCD.
- 2 Pressione [**Front Det**] (ou [**Back Det**] ou [**Aux Det #**]).
- 3 Em GCs com firmware B.02.02 ou superior, o visor exibirá **TCD Open Filament** para um filamento aberto ou **TCD Bridge Voltage** para um filamento em curto.

Em GCs com firmware anteriores: Se aparecer no visor **Fault: TCD Filament Voltage**, vá até o ponto de ajuste **Filament**. Se o ponto de ajuste ficar piscando em **Off**, o problema é um filamento aberto do TCD.

- 4 Desligue e ligue o GC.
- 5 Pressione [**Front Det**] (ou [**Back Det**] ou [**Aux Det #**]).
- 6 Vá até **Filament** e pressione [**Off/No**] para desabilitar o filamento do TCD. Entre em contato com o serviço da Agilent.

Para continuar usando o GC sem o TCD:

- 1 Desligue todos os parâmetros do TCD. Salve o método.
- 2 Reconfigure o GC para usar outro detector. Mova a coluna e defina outros parâmetros, conforme necessário.

Desligamento do dispositivo (causado por falha)

Por padrão, o GC monitora o status de todos os dispositivos configurados (injetores, 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 corrida. Um exemplo importante é quando um aquecedor de detector ou injetor está com defeito. Normalmente, essa falha impede o GC de estar pronto e iniciar uma corrida. O GC pode ser configurado para ignorar o problema, de modo que o outro injetor ou detector possa ser usado até que o dispositivo seja consertado.

Nem todos os dispositivos podem ser ignorados. O estado de prontidão de injetores, 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 amostragem ou um amostrador automático de líquidos.

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 reproduzir os tempos de retenção	45
Não é possível reproduzir as áreas dos picos	46
Contaminação ou Carryover	47
Picos maiores do que o esperado	50
Picos não exibidos/Sem picos	51
Aumento da Linha de Base Durante uma Programação de Temperatura do Forno	53
Baixa resolução de pico	54
Pico com Calda	55
Ponto de Ebulição do Pico ou Baixa Discriminação de Peso Molecular	58
Decomposição de amostra no injetor/Picos ausentes	59
Pico frontal	60
Detector com ruído, incluindo Wander, Drift e Spikes na linha de base	61
Ruído e sensibilidade no detector de captura de elétron de microcélula (uECD)	67
Área ou altura de pico baixo (baixa sensibilidade)	71
A chama do FID se apaga durante uma corrida e tenta acender novamente	74
Saída de linha de base do FID acima de 20 pA	76
Saída de linha de base do FID no máximo (~8 milhões)	77
A chama do FPD se apaga durante uma corrida e tenta acender novamente	78
Quenching/Repetibilidade de FPD	79
A saída do FPD é muito alta ou muito baixa	80
Áreas de pico pequenas do FPD	81
Largura de pico grande do FPD em meia altura	82
Saída alta de linha de base do FPD, > 20 pA	83
Quenching de solvente do NPD	84
Resposta baixa do NPD	85
Saída de linha de base do NPD > 8 milhões	87
O processo de ajuste do offset do NPD não funciona corretamente	88
Seletividade baixa do NPD	89
Picos negativos vistos com o TCD	90



3 Sintomas cromatográficos

A linha de base do TCD registra rastros de pico com ruído senoidal amortecido (linha de base oscilante) [91](#)

Os picos do TCD apresentam queda negativa na cauda [92](#)

Não é possível reproduzir os tempos de retenção

- Substitua o septo.
- Verifique se há vazamentos no injetor, no liner (se for o caso) e na conexão da coluna. (Consulte [“Verificação de vazamento”](#).)
 - Para realizar uma verificação Leak Check no injetor
 - Para corrigir vazamentos em um injetor com/sem divisor
 - Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão PP
 - Para verificar se há vazamentos em um injetor multimodo
 - Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão COC
 - Para realizar um teste de queda de pressão no PTV
 - Para realizar um teste de queda de pressão na VI
- Verifique se há pressão suficiente no suprimento de gás de arraste. A pressão fornecida ao GC deve ser pelo menos 40 kPa (10 psi) maior do que a pressão máxima do injetor exigida na temperatura final do forno.
- Execute replicatas de padrões conhecidos para averiguar o problema.
- Verifique se o tipo correto de liner está sendo usado para a amostra injetada (Consulte [Escolha do liner correto do injetor](#)).
- Leve em consideração se esta é a primeira corrida. (o GC já se estabilizou?).
- Se estiver usando FID ou NPD e os tempos de retenção aumentarem (drift), confira se há contaminação do jet ou troque o jet.
 - Para substituir um jet do FID
 - Para verificar se um jet do FID está obstruído
 - Para manutenção do coletor do NPD, dos isoladores de cerâmica e do jet
 - Para verificar se um jet de NPD está obstruído

Não é possível reproduzir as áreas dos picos

Verifique a operação da seringa do ALS. (Consulte a seção Solução de problemas do manual do usuário da amostra: [7693A](#), [7650A](#), [7683B](#).)

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

Para um injetor multimodo ou com/sem divisor no modo com divisor, verifique também:

- uma restrição anormal na tubulação de saída do divisor
Consulte:
 - [Para executar a verificação do filtro do injetor](#)
 - [Para realizar um teste de restrição da tubulação de saída do divisor SS](#).
- Para solucionar pequenos vazamentos em injetores multimodo com/sem divisão, consulte [Para verificar se há vazamentos em um injetor com/sem divisor](#) ou [Para verificar se há vazamentos em um injetor multimodo](#).

Contaminação ou Carryover

Se seu injetor tiver contaminação ou picos inesperados, faça o seguinte.

Isole a fonte

- 1 Realize uma corrida em branco com 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 corrida em branco (remova a seringa do injetor e inicie uma corrida). Se a contaminação desaparecer, o problema está na seringa.
- 3 Remova a coluna do detector e bloqueie as conexões do detector. Realize outra corrida em branco. Se a contaminação desaparecer, o problema está no injetor ou na coluna. Se a contaminação permanecer, o problema está no detector.

Verifique as causas possíveis — todas as combinações de injetor e detector

Injetor, 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 do injetor: Substitua todas as partes consumíveis e faça bakeout do injetor.
- Verifique se há carryover de amostras de corridas anteriores. Faça várias corridas 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 bloqueando a linha de purga. Para injetores SS, MMI, PTV e PP: Defina o fluxo de purga para pelo menos 3 mL/m, para manter o septo limpo. Para injetores COC, defina o fluxo de purga do septo a pelo menos 15 mL/min. Meça o fluxo. Consulte [“Para medir um fluxo na coluna”](#).

- Verifique todos os indicadores e datas dos filtros de gás.
- Verifique a [pureza](#) do gás. Faça replicatas de corridas: várias com um intervalo curto entre elas, depois, várias com um intervalo grande. Se os picos de contaminação forem maiores nas corridas feitas com o intervalo maior, poderá haver contaminação no gás a contaminação tem mais tempo para se depositar dentro da coluna e do liner.
- Confira se há contaminação nas conexões e na tubulação do suprimento de gás.
- Se suspeitar de contaminação no injetor, realize o procedimento de bakeout ([SS](#), [MMI](#), [PP](#), [COC](#), [PTV](#), [VI](#)).
- Verifique o funcionamento dos injetores. Limpe o injetor e troque as peças contaminadas do injetor.
 - [Para limpar o injetor com divisor/sem divisor](#)
 - [Para limpar o injetor para coluna empacotada.](#)
 - [Para limpar o injetor On-Column](#)
 - [Para limpar o compartimento sem septo do injetor PTV](#)
 - [Para limpar o injetor multimodo](#)
 - [Para limpar o encaixe do septo na unidade do septo do injetor PTV](#)
 - [Para limpar a VI](#)
- Verifique o nível de solvente nos frascos de lavagem do ALS.
- Substitua a seringa do ALS, se necessário ([7693A](#), [7683](#)).
- Verifique o volume da injeção de amostra. Verifique se o ALS está injetando amostra suficiente no injetor. 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 contaminantes, [remova](#) a extensão da coluna contaminada próximo ao injetor, [inverta a posição e faça 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 corrida anterior.
- Verifique se há contaminação na coluna. Amostras de alta densidade molecular que contenham resíduos podem fazer com que a seringa, o liner do injetor ou os primeiros poucos centímetros da coluna sejam contaminados.
- Instale um sistema de Backflush para colunas da Agilent.

Detector, suprimento de gás detector

- Verifique todos os indicadores e datas dos filtros de gás.
- Verifique a pureza do gás. Faça replicatas de corridas: várias com um intervalo curto entre elas, depois, várias com um intervalo grande. Se os picos de contaminação forem maiores nas corridas feitas com o intervalo maior, poderá haver contaminação no gás a contaminação tem mais tempo para se depositar dentro da coluna e do liner.
- Confira se há contaminação nas conexões e na tubulação do suprimento de gás.
- 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 jet
 - Manutenção do FID

Picos maiores do que o esperado

- Confira as dimensões configuradas de cada coluna em relação às dimensões reais 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 a partir de injeção manual ou injeção automática mais lenta mostram níveis maiores de materiais de menor peso molecular quando comparados a materiais com maior peso molecular, pois os voláteis vaporizam para fora da agulha mais rápido do que materiais mais densos.
- Verifique as tampas dos frascos. Tampas mal apertadas podem causar perda seletiva de materiais mais leves de uma amostra. A tampa do frasco não deve girar facilmente, se instalada adequadamente.
- Verifique o tamanho de seringa configurada. Alguns tamanhos de seringa são especificados em meia capacidade. Se o volume máximo da seringa for marcado em meia capacidade no corpo da seringa, e não no topo da mesma, 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 mecanismo do êmbolo do ALS está firme no êmbolo da seringa.
 - Confira se a seringa está instalada corretamente e se aspira 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 aspira a amostra.
- Verifique se o detector em uso foi associado a um sinal.
- Verifique se a coluna está instalada corretamente.
- Certifique-se de que a coluna não esteja obstruída (Consulte [“Para medir um fluxo na 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 do 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 ALS 7683B, use os quadrantes da bandeja para aquecer a amostra. Para o ALS 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 3](#).

Tabela 3 Solução de problemas com o detector

Detector	Solução
FID, FPD	• Verifique se o eletrômetro está ligado. • Verifique se a chama ainda está acesa.
TCD	• Verifique se o filamento está ligado. • Certifique-se de que o gás auxiliar não esteja configurado como zero. (O filamento não irá se ativar com um fluxo zero de gás de referência.)

Aumento da Linha de Base Durante uma Programação de Temperatura do Forno

- Verifique se há sangramento na coluna.
- Verifique se há vazamento ou oxigênio no suprimento de gás de arraste. O oxigênio pode danificar as colunas capilares de fase vedada (bonded).
- Verifique o indicador ou a data do filtro de oxigênio do suprimento de gás.
- Faça corridas em branco de solvente para avaliar a linha de base sem a amostra.
- Realize corridas em branco sem injeção (remova a seringa do injetor e inicie uma corrida) para avaliar a linha de base sem solvente.
- Verifique se há contaminação (Consulte [Contaminação ou Carryover](#).)
- 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.

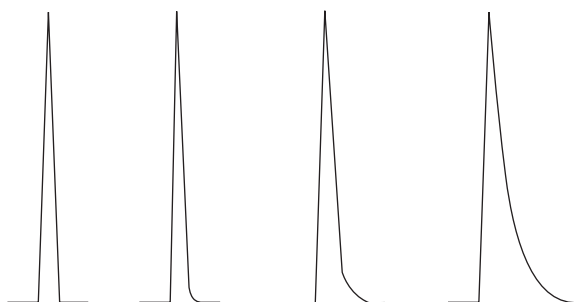
Baixa resolução de pico

- Defina o fluxo da coluna como velocidade linear ideal.
- Instale e use peças consumíveis inertes no injetor (por exemplo, um liner).
- Realize a manutenção da coluna: [Faça bakeout](#) dos contaminantes, [remova](#) a extensão da coluna contaminada próximo ao injetor, [inverta a posição e faça o bakeout](#) da coluna, conforme a necessidade.
- Verifique a [instalação](#) da coluna nas duas extremidades.
- Escolha uma coluna de resolução maior.

Pico com Cauda

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

- Quais picos estão com cauda?
- As caudas dos picos são componentes ativos, todos são compostos 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 m a 1 m do início da coluna.
 - Para fases seladas (bonded) e de vínculo cruzado (cross Link) passe solvente através da coluna.
 - Verifique se há contaminação no injetor. A cauda, às vezes, aumenta com a retenção de compostos. Limpe o injetor e troque as peças contaminadas do injetor. ([Consulte o Manual de manutenção da série 7890](#)).
- 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 do início da coluna.
 - Substitua a coluna.
- Verifique se a coluna foi cortada e instalada corretamente.
 - Corte novamente e **reinstale a coluna** no injetor e troque as anilhas. Faça um corte limpo e reto, usando uma ferramenta confiável.
 - Confirme se a instalação está livre de vazamentos. Se houver um vazamento no encaixe da coluna, haverá mais cauda para os primeiros picos eluídos. ([Consulte “Verificação de vazamento”](#).)

- Considere o tipo de adaptador, liner e selos de vedação do injetor em uso. Um desses (ou todos) pode estar contaminado ou ativo.
 - Use um liner novo, desativado. Isso afeta somente componentes ativos.
 - Limpe ou troque o selo do injetor.
- Verifique se há partículas sólidas nos adaptadores (caso instalados) e no liner. Se houver partículas sólidas visíveis, limpe ou troque.
- Para injeção capilar sem divisão, considere a compatibilidade entre o solvente e a coluna.
 - Use um solvente diferente. Isso irá ajudar nos casos em que houver mais cauda para os primeiros picos eluídos ou aqueles mais próximos da frente do solvente.
 - Use um gap (coluna sem fase) 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 do injetor.
 - Se a temperatura estiver muito alta, a cauda é geralmente pior para os primeiros eluentes. Reduza a temperatura do injetor em 50 °C.
 - Se a temperatura estiver muito baixa, a cauda geralmente aumenta com a retenção. Aumente a temperatura do injetor em 50 °C.
- Verifique se há volume morto no sistema. Verifique se a [instalação](#) da coluna está correta nas duas extremidades.
 - Se o pico com cauda 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 injetor pode criar áreas de volume morto.
- Inspecione eventuais linhas de transferência em busca de pontos frios. Pontos frios causam cauda que geralmente aumenta com o tempo de retenção.

Pico com cauda do NPD

Para NPD, faça o seguinte:

- Verifique se o tipo correto de pérola está sendo usado para a amostra sendo corrida. Se você estiver analisando fósforo, instale uma pérola preta. Pérolas brancas podem gerar picos com cauda quando fósforo estiver sendo analisado.
- Verifique se o [jet](#) correto está instalado. Use um jet maior.
- [Substitua](#) os isoladores de cerâmica.

Ponto de Ebulição do Pico ou Baixa Discriminação de Peso Molecular

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

- Verifique se há contaminação no injetor. Limpe e troque o liner caso necessário. Substitua todas as peças consumíveis do injetor. Consulte o [Manual de manutenção](#).
- Ajuste a temperatura do injetor.
- Corra padrões com um método conhecido para determinar o desempenho esperado.

Para qualquer operação do injetor em modo com divisão com qualquer detector

- Verifique o tipo de Liner. Use um Liner otimizado para análise com divisão—um que contenha lã de vidro ou outra área de superfície para permitir a vaporização completa da amostra.
- Aumente a temperatura do injetor e verifique se o compartimento de isolamento está instalado e contém isolamento.
- Verifique o corte da coluna e a instalação no injetor. Consulte o tópico sobre [SS](#), [MMI](#), [PTV](#) e [VI](#).

Para qualquer operação de injetor em modo sem divisão com qualquer detector

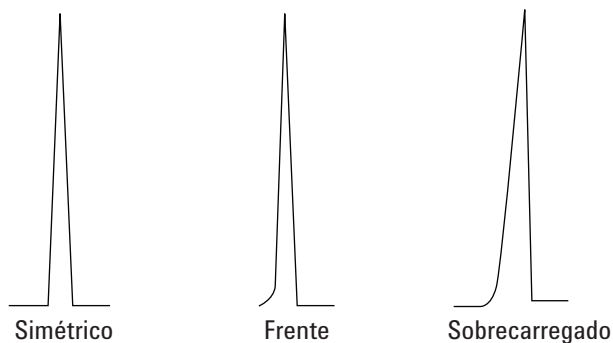
- Verifique se há vazamentos no injetor. (Consulte [“Verificação de vazamento”](#).)
- Verifique o tipo de Liner. Use um liner otimizado para análise sem divisor (desativado, volume grande).
- Verifique se a temperatura inicial do forno é menor do que o ponto de ebulição do solvente.
- Verifique o corte da coluna e a instalação no injetor. Consulte o tópico sobre [SS](#), [MMI](#), [PTV](#) e [VI](#).
- Verifique se o volume do vapor do solvente não ultrapassa a capacidade do liner.
- Verifique se o tempo de espera da purga é apropriado. (Volume do liner/fluxo da coluna)

Decomposição de amostra no injetor/Picos ausentes

- Reduza a temperatura do injetor.
- Verifique se há ar ou água no gás de arraste; verifique a pureza do gás e a funcionalidade dos filtros.
- Verifique se o liner é apropriado para a amostra em execução.
- Realize a [manutenção](#) completa do injetor: Substitua todas as partes consumíveis e faça bakeout do injetor.
- Instale um liner desativado (se usar um liner).
- Verifique se há vazamentos no septo, no liner e nas conexões da coluna. (Consulte “[Verificação de vazamento](#)”.)
- Instale um Liner de conexão direta da Agilent.
- Use um método de pressão pulsada para uma transferência mais rápida de amostras para a coluna.
- Faça bakeout do injetor. Consulte:
 - [Para fazer bakeout de contaminantes do injetor Com/Sem Divisão](#)
 - [Para fazer bakeout de contaminantes do injetor Multimodo](#)
 - [Para fazer bakeout de contaminantes do injetor para Colunas Empacotadas](#)
 - [Para fazer bakeout de contaminantes do injetor COC](#)
 - [Para fazer bakeout de contaminantes do injetor PTV](#)
 - [Para fazer bakeout de contaminantes do injetor VI](#)
- Limpe o injetor. Consulte:
 - [Para limpar o injetor com divisor/sem divisor](#)
 - [Para limpar o injetor multimodo](#)
 - [Para limpar o injetor para coluna empacotada.](#)
 - [Para limpar a o injetor COC](#)
 - [Para limpar o compartimento sem septo do injetor PTV](#)
 - [Para limpar o encaixe do septo na unidade do septo do injetor PTV](#)
 - [Para limpar a VI](#)

Pico frontal

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



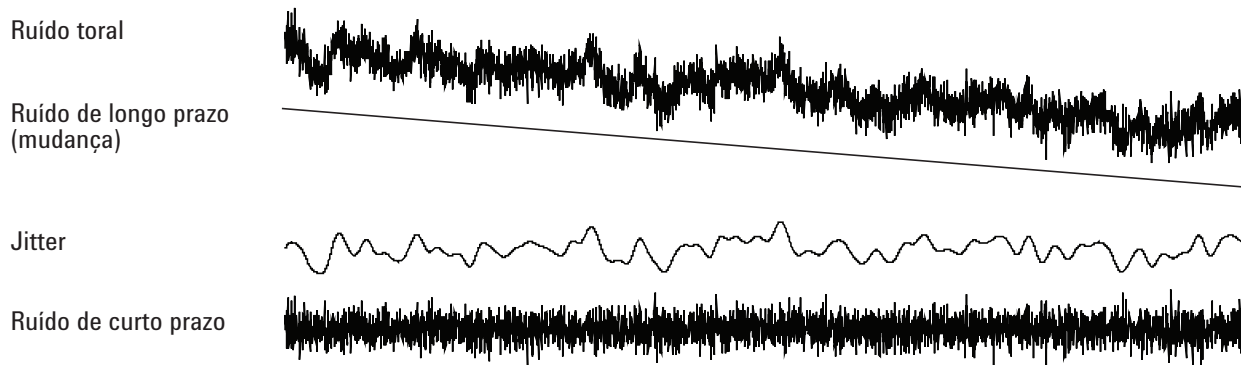
Se ocorrer pico frontal ou sobrecarregado, experimente estes procedimentos:

- 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 no injetor.
- 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 divisão, considere a solubilidade do composto no solvente de injeção.
 - Mude o solvente.
 - Use uma coluna sem fase (Retention GAP).
- Verifique a pureza do solvente da amostra. Para solventes com grandes diferenças de polaridade ou pontos de ebulição, uma mistura de solventes pode causar picos frontais. Mude o solvente da amostra.

Detector com ruído, incluindo Wander, Drift e Spikes na linha de base

O ruído deve ser medido em condições “normais” de operação, com uma coluna conectada e gás de arraste ligado. Ruído ou Drift no eletrômetro do FID (chama desligada), 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 Wander e Drift.

O Wander é aleatório na direção, mas em frequência mais baixa do que o ruído eletrônico de curto prazo. O ruído de longo prazo (Drift) é uma alteração monotônica no sinal em um período longo comparado ao Wander 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/altura 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 um sinal alto 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 no injetor. Consulte:
 - [Para fazer bakeout de contaminantes do injetor Com/Sem Divisão](#)
 - [Para fazer bakeout de contaminantes no injetor MMI](#)
 - [Para fazer bakeout de contaminantes do injetor para Colunas Empacotadas](#)
 - [Para fazer bakeout de contaminantes do injetor COC](#)
 - [Para fazer bakeout de contaminantes do injetor PTV](#)
 - [Para fazer bakeout de contaminantes do injetor VI](#)

O bakeout pode reduzir o sangramento do septo e outros contaminantes. Novos septos podem contribuir com ruído através de sangramento de material de peso molecular menor. Se o ruído diminuir quando a temperatura do injetor 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 de arraste e dos detectores. Se um cilindro 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 os filtros, passar para o cilindro antigo pode apresentar poucas melhoras, até que os filtros sejam trocados ou regenerados. Esse problema é mais comum com o nitrogênio como gás de arraste. Trabalhe apenas com fornecedores de gás confiáveis.

- No caso do TCD, verifique as flutuações da pressão do 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. Desligar 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](#)).
- Inspeção o detector para ver se há contaminação. Substitua as peças, conforme necessário. ([Consulte o Manual de manutenção da série 7890](#)).
- Inspeção a coluna e o injetor para ver se há contaminação.
- Inspeção o jet do FID ou NPD para ver se há contaminação.
 - [Para verificar se um jet do FID está obstruído](#)
 - [Para substituir um jet do FID](#)
 - [Para verificar se um jet de NPD está obstruído](#)
 - [Para manutenção do coletor do NPD, dos isoladores de cerâmica e do jet](#)
- 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, os spikes 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 clorados 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 o sangramento de uma coluna de sílica é queimado na chama. Para minimizar isso, use colunas de cargas baixa, 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.

Wander e Drift da linha de base

O wander e o Drift 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 wander 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 corrida para corrida, mas a sensibilidade é reduzida. Se for na extremidade do injetor, a sensibilidade será reduzida e os tempos de retenção aumentam.

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

O Drift da linha de base geralmente ocorre durante a programação da temperatura. Para corrigir o Drift 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 (drift para cima) ou muito grande (drift para baixo).

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

Spikes na linha de base

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

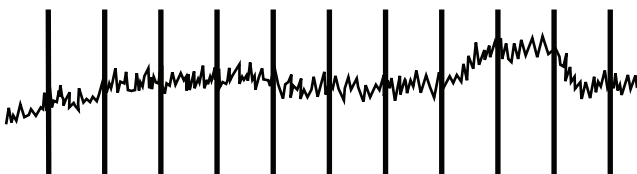


Figura 1 Spikes cíclicos

Os spikes cíclicos podem ser causados por:

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

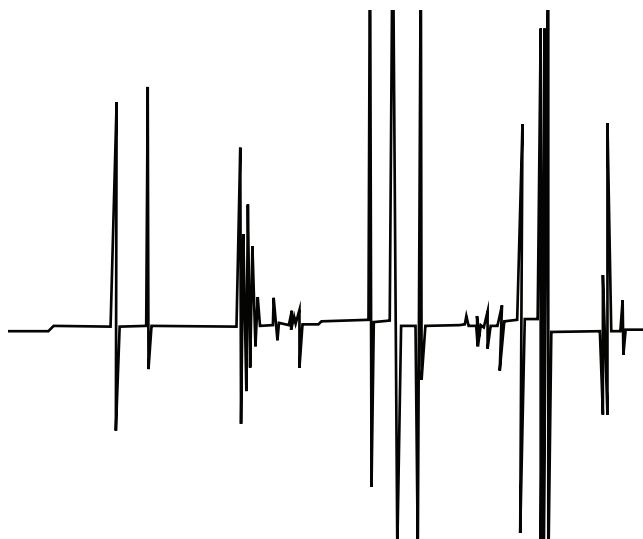


Figura 2 Spikes aleatórios

Os Spikes 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 spikes 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 empacotada está selada 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 empacotada, fará isso. Isso pode acontecer com qualquer detector, mas o detector de chama é particularmente suscetível a isso, por causa do diâmetro estreito do jet.
- Verifique a instalação da coluna empacotada. A base do jet 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 jet está correto. Consulte:
 - [Selecionar um jet do FID](#)
 - [Para substituir um jet do FID](#)
 - [Selecionar um jet NPD](#)
 - [Para manutenção do coletor do NPD, dos isoladores de cerâmica e do jet](#)
- Verifique se a temperatura do detector não está muito baixa. Consulte:
 - [Condições iniciais recomendadas para novos métodos FID](#)
 - [Selecionar fluxos de referência e auxiliar \(Makeup\) 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.

ADVERTÊNCIA

Para evitar contaminação prejudicial da área com material radioativo, a tubulação 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 na tela frontal 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 de arraste e detectores, manutenção de injetores e colunas 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 por último uma célula ECD com defeito.

Consulte também:

[“Avaliação do sinal exibido”](#)

[“Sensibilidade”](#)

Avaliação do sinal exibido

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 de arraste e detector, assim como os fluxos e a aplicação. Isso pode variar conforme a situação, mas, como regra geral, os valores a seguir se aplicam (Tabela 4). A Figura 3 mostra os estágios do ciclo de vida típicos do uECD.

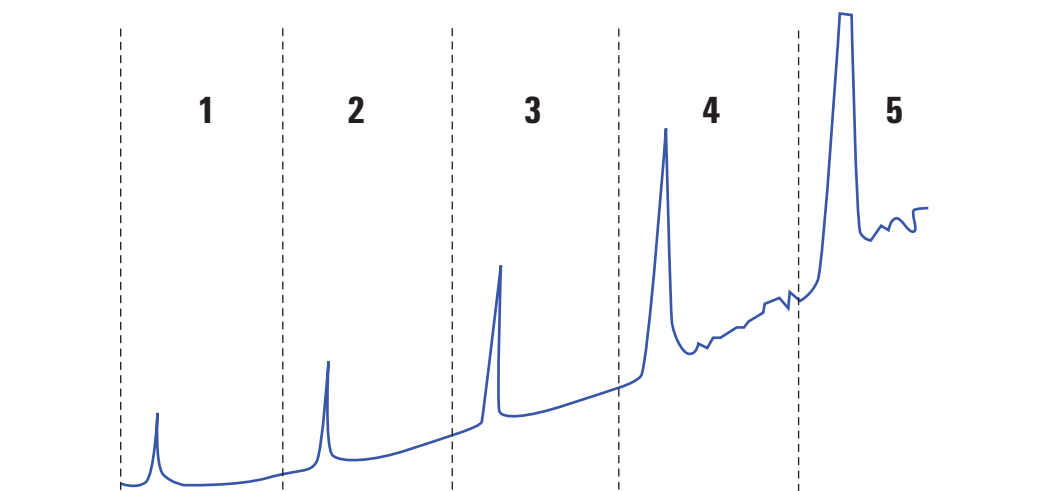
Tabela 4 Avaliação do sinal uECD

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 recomendações para 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 um injetor nunca utilizado, use um septo de sangramento baixo. Certifique-se de condicionar o novo septo antes de usá-lo em um injetor, por várias horas, com um fluxo de arraste de 1 a 5 mL/min.

Estágios do ciclo de vida ECD típico:**Estágio 1: Célula Nova**

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

Estágio 2: 6 meses – 1 ano

Fundo = 180 Hz. Maior resposta.

Estágio 3: 1–2 anos

Fundo = 350 Hz. Maior resposta, ruído aumentando, S/N menor.

Estágio 4: 2–4 anos

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

Estágio 5: 4–10 anos

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 o injetor ou a coluna. Considere o seguinte:

- 1 Se você usar um injetor 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 do injetor. 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 Inspeção o liner de mistura no adaptador do gás auxiliar (Makeup). Basta um pouco de contaminação de grafite ou amostra para reduzir a sensibilidade. Consulte [Para substituir liner de mistura de sílica fundida do uECD e instalar o adaptador de gás auxiliar \(Makeup\)](#).

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 de arraste e detectores, filtros de gás e a coluna.
- Inspeção o liner de mistura no adaptador do gás auxiliar (Makeup). Basta um pouco de grafite para contaminar os resultados. Consulte [Para substituir liner de mistura de sílica fundida do uECD e instalar o adaptador de gás auxiliar \(Makeup\)](#).
- Se a linha de base do detector for > 500 Hz, independentemente 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 um injetor em modo com divisão, verifique a taxa de divisão.
- Verifique se há vazamentos. (Consulte [“Verificação de vazamento”](#)). Para solucionar pequenos vazamentos em injetores multimodo com/sem divisão, consulte [Para verificar se há vazamentos em um injetor com/sem divisor](#) ou [Para corrigir vazamentos em um injetor multimodo](#).
- Verifique se há contaminação no injetor. (Consulte [“Contaminação ou Carryover”](#).)
- 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 contaminantes, [remova](#) a extensão da coluna contaminada próximo ao injetor, [inverta a posição e faça o bakeout](#) da coluna, conforme a necessidade.
- Verifique se o tipo de Liner 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 exibido pelo GC, verifique se há contaminação e restrições, como um jet obstruído. Consulte:

- [Para medir um fluxo do detector](#)
- [Para verificar se um jet do FID está obstruído](#)
- [Para verificar se um jet de NPD está obstruído](#)
- Verifique a [pureza](#) do gás de suprimento.
- Verifique todos os indicadores e datas dos filtros.
- 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 configurada. Alguns tamanhos de seringa são especificados em meia capacidade. Se o volume máximo da seringa for marcado em meia capacidade no corpo da seringa, e não no topo da mesma, digite **o dobro** do volume que consta no rótulo ao configurar o tamanho da seringa.

- Se a queda na área ou na altura do pico 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 **jet** correto está instalado.
- Verifique se o jet está sujo.
- Verifique se há peças do detector contaminadas.
 - Para realizar a manutenção do conjunto do coletor do FID
 - Para verificar se um jet do FID está obstruído

Ao utilizar um uECD:

- Substitua o liner de mistura de sílica fundida.
- Substitua e reinstale a coluna.
- **Limpe** o adaptador de gás auxiliar (Makeup).

Ao utilizar um NPD:

- Verifique se há contaminação no detector.
- Substitua os isoladores de cerâmica.
- Substitua a Pérola.

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 auxiliar (Makeup)

Para resolver problemas de baixa sensibilidade no FID

Em uso normal, o FID pode desenvolver depósitos no coletor, isoladores, jet, 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 jet (geralmente, sílica branca do sangramento da coluna ou fuligem de carbono preta). Esses depósitos reduzem a sensibilidade e causam ruídos e spikes. Os jets precisam de limpeza ou troca periódica. O procedimento a seguir verifica as causas de baixa sensibilidade de acordo com a frequência em que ocorrem.

Para perda de sensibilidade associada a ruídos, Wander e Drift, consulte também “[Detector com ruído, incluindo Wander, Drift e Spikes na linha de base](#)”.

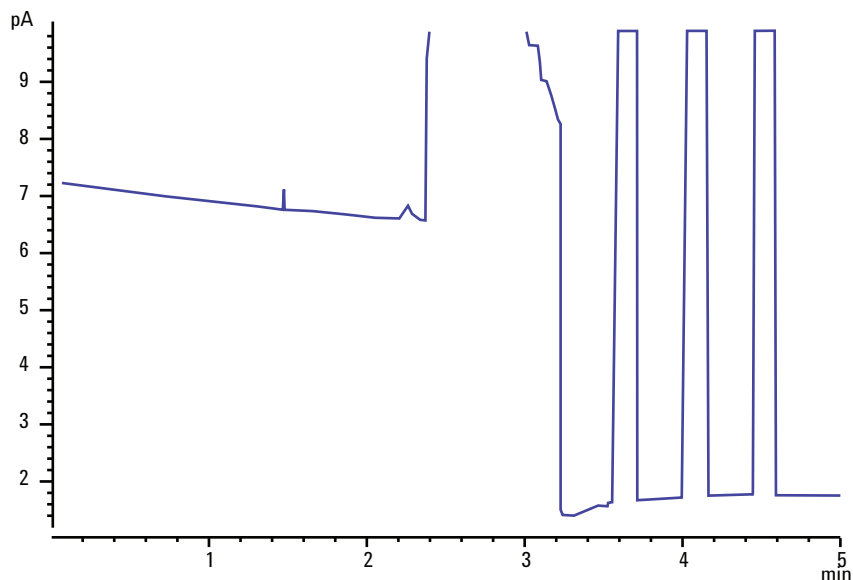
- 1 Verifique as configurações de fluxo do detector. Consulte [Condições iniciais recomendadas para novos métodos FID](#).

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

- 2 Faça a medição das taxas de fluxo reais do detector. Consulte “[Para medir um fluxo do detector](#)”. Se os fluxos reais de hidrogênio, gás auxiliar e das colunas capilares forem menores do que o mostrado, o jet está sendo obstruído. Consulte “[Para verificar se um jet do FID está obstruído](#)”. Substitua o jet.
- 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 do jet e depois removida 1–2 mm (id de coluna > 100 µm).
- 4 Verifique os parâmetros do injetor que controlam o vent, como taxa de divisão e tempo de atraso da purga sem divisão. Certifique-se de que amostra não esteja sendo ventilada inadvertidamente.
- 5 Faça a manutenção do injetor (troque todas as partes consumíveis) e faça o teste de pressão no injetor, 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 do conjunto do coletor do FID](#)

A chama do FID se apaga durante uma corrida 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 do **Lit Offset**, 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 corrida, faça o seguinte:

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

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

- Verifique se a configuração **Lit offset** do FID é apropriada para a corrida (geralmente < 2,0 pA).
- Verifique se a chama não foi extinta por água ou um pico aromático.

- Confira se há um jet parcialmente obstruído. Meça os fluxos de hidrogênio, ar e auxiliar (makeup) no detector (Consulte “[Para medir um fluxo do detector](#)”). Substitua o jet, se 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 do jet e depois removida 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 de arraste e detector. Consulte o [Guia de preparação do local do GC, GC/MS 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 de arraste 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 dos filtros do suprimento de gás e certifique-se de que os filtros 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 de fuga do FID é $< 2,0$ pA. (Consulte [“Para medir o vazamento de corrente do FID”](#).)

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 $>300\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 3 Verifique se há carbonização no detector, devido à injeção de solventes aromáticos ou com cloro. Para evitar esse problema, opere o detector a $>300\text{ }^{\circ}\text{C}$. **Remonte** e instale o coletor e opere o detector usando fluxos de ar e hidrogênio mais altos (o ar deve estar a 450 mL/min; o hidrogênio a 35 mL/min).

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

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

- Verifique se há vazamentos no sistema do GC, especialmente na conexão da coluna do detector (Consulte [“Verificação de vazamento”](#).)
- FPD⁺: Verifique se a temperatura da linha de transferência está definida em ≥ 200 °C.
- FPD: Verifique se a temperatura do detector está definida 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 sifonar, 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 **Lit Offset** 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 do 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 chama se apagou. Como resultado, a corrida 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.

Quenching/Repetibilidade de FPD

O quenching 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 auto-quenching ocorre em altas concentrações da espécie heteroatômica. Algumas outras espécies (inativas) sem carga reabsorvem o fóton emitido, evitando que ele alcance o PMT.

Para resolver o quenching 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 estão otimizados para o filtro em uso. 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 uma divergência entre o filtro instalado e um conjunto específico de fluxos de gás, verifique a saída do sinal do FPD com a chama acesa:

- Se a saída for de 0,5 a 3,0, verifique se a chama está ACESA.
- Se a saída for 0, verifique se o eletrômetro está DESLIGADO ou se o cabo do sinal está desconectado.
- Se a saída for < 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 na coluna](#)
 - [Para medir um fluxo do 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 do detector](#)”.)
- Realize a [manutenção](#) completa do injetor: Substitua todas as partes consumíveis e faça bakeout do injetor.
- Realize a manutenção da coluna: [Faça bakeout](#) dos contaminantes, [remova](#) a extensão da coluna contaminada próximo ao injetor, [inverta a posição e faça 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 auxiliar (Makeup)

Largura de pico grande do FPD em meia altura

Se o FPD produzir picos anormalmente largos em meia altura do pico, faça o seguinte:

- Verifique o volume da injeção; reduza se for necessário.
- Verifique se o Liner 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 dos filtros.
- 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 do injetor: Substitua todas as partes consumíveis e faça bakeout do injetor.
- Realize a manutenção da coluna: **Faça bakeout** dos contaminantes conforme a necessidade.

Quenching de solvente do NPD

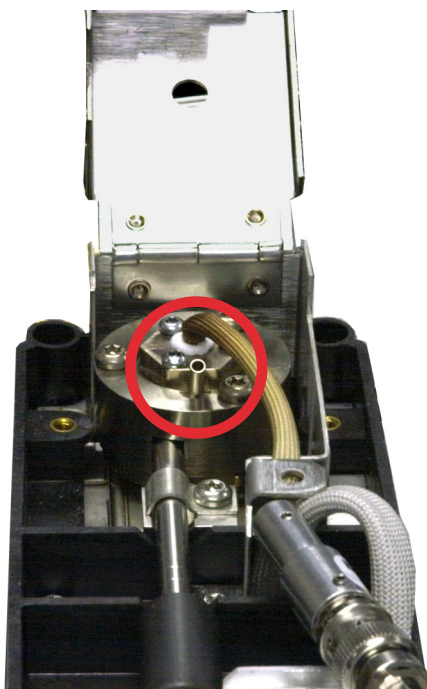
Se a linha de base não se recuperar após um pico de solvente, experimente o seguinte:

- Desligue / ligue o hidrogênio em volta do pico de solvente.
- Use o nitrogênio como gás auxiliar (Makeup).
- Defina o fluxo total da soma do gás de arraste mais o fluxo de gás auxiliar (Makeup) em menos de 10 mL/min.
- Aumente o fluxo de ar em 10 mL/min.
- Reduza a temperatura do detector em 325 °C.
- Implemente uma solução de eliminação de solvente Agilent Dean's Switch.

Resposta baixa do NPD

- Realize a [manutenção](#) completa do injetor: Substitua todas as partes consumíveis e faça bakeout do injetor.
- Realize a manutenção da coluna: [Faça bakeout](#) dos contaminantes 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 da pérola. Corra com o gás auxiliar (Makeup) a uma taxa de fluxo de 5 mL/min.
- Verifique se há hidrogênio vindo da fonte externa (cilindro). 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/min. Meça o fluxo de gás real do detector. (Consulte “[Para medir um fluxo do detector](#)”.)
- Confira se há um jet parcialmente obstruído. Consulte [Para verificar se um jet do FID está obstruído](#).
- Se o isolador de cerâmica superior estiver contaminado, um deslocamento maior (2 a 15 pA ou mais) irá acontecer quando a Pérola estiver desligada. Isso afeta diretamente a sensibilidade. [Substitua](#) o isolador de cerâmica.

- Verifique se a Pérola está ativada. Olhe pelo buraco de ventilação na tampa do detector para ver se a pérola está incandescente (cor laranja). Se a Pérola não estiver brilhando, verifique o sinal do plano de fundo do detector. Reduza a tensão da pérola para zero, para estabelecer um nível de referência. Depois, procure um aumento brusco agudo na saída, conforme a tensão da pérola aumenta, o que indica que a ignição ocorreu. Se 4 V estiverem sendo fornecidos para a pérola, mas ela não estiver acendendo, a pérola estará provavelmente queimada. Substitua a Pérola.



- **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 o corpo do detector.
Desmonte o coletor e os isoladores e reinstale.

O processo de ajuste do offset do NPD não funciona corretamente

- Inspecione o jet, ele pode estar obstruído. (Consulte [Para verificar se o jet do NPD está obstruído.](#))
- Faça a medição dos fluxos do detector. (Consulte [Para medir um fluxo do detector](#)). Se os fluxos de hidrogênio ou auxiliar (Makeup) forem iguais a zero ou muito inferiores ao fluxo exibido, suspeite de um jet obstruído.
- Verifique as condições da pérola. [Substitua-o](#) se isso for necessário.
- Verifique se as configurações de fluxo estão corretas. Consulte [Fluxos, temperaturas e informações da pérola.](#)
- Pode haver um grande vazamento no sistema se o processo continuar falhando. 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

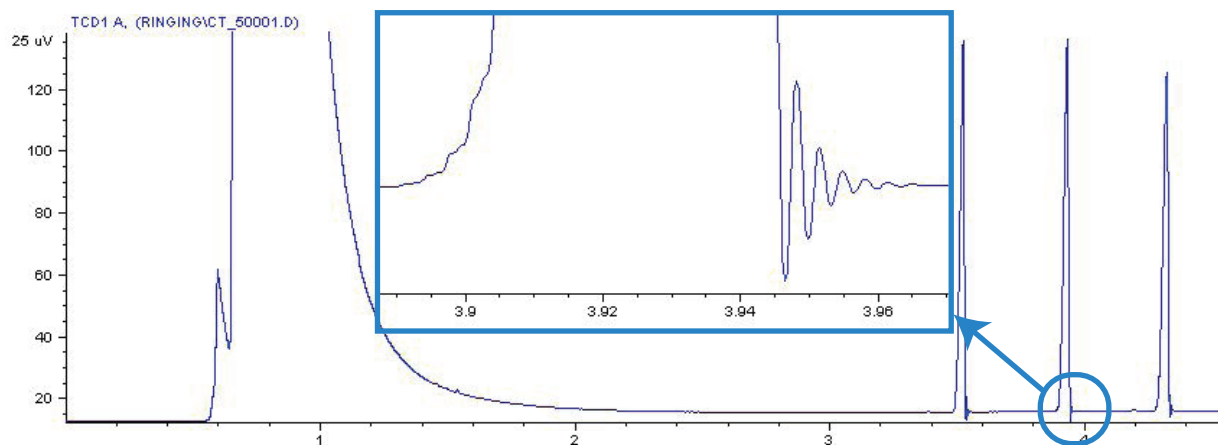
(Resposta alta do hidrocarboneto em relação ao nitrogênio ou fósforo.)

- Verifique se o fluxo de hidrogênio está correto ($< 3 \text{ mL/min}$).
- Inspecione a pérola; ela pode estar defeituosa ou gasta.
- Verifique se a tensão da pérola está correta.
- [Substitua](#) o coletor e os isoladores.

Picos negativos vistos com o TCD

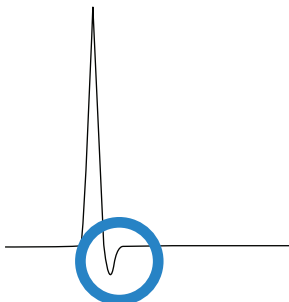
- Verifique se o tipo de gás correto está sendo usado.
- Verifique se há vazamento no sistema, especialmente na conexão da coluna do detector (Consulte “[Verificação de vazamentos](#)”).
- Considere a condutividade térmica dos analitos relativos ao arraste.
- Verifique as configurações de fluxo e faça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

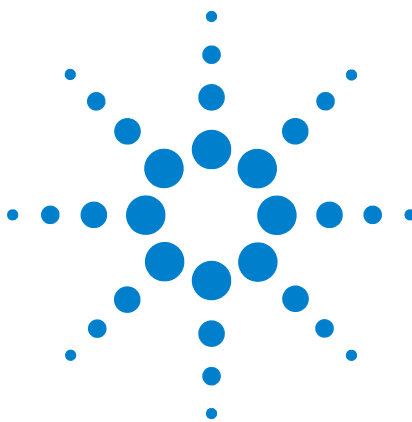


Taxa de dados errada selecionada no sistema de dados.
Para o TCD, a taxa de dados deve ser ≤ 5 Hz.

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 fica pronto 94
- O fluxo nunca fica pronto 95
- A temperatura do forno nunca diminui / diminui muito lentamente 96
- O forno nunca aquece 97
- A temperatura nunca está pronta 98
- Não é possível definir um fluxo ou pressão 99
- Um gás não atinge o fluxo ou a pressão do ponto de ajuste 100
- Um gás excede um ponto de ajuste de pressão ou fluxo 101
- O fluxo ou a pressão do injetor flutuam 102
- Não é possível manter a pressão tão baixa quanto o ponto de ajuste em um injetor com divisor 103
- O fluxo da coluna medida não é igual ao fluxo exibido 104
- O FID não acende 105
- O ignitor do FID não fica incandescente durante a sequência de ignição 106
- Os fluxos de gás auxiliar (Makeup) e hidrogênio medidos no FID ou no NPD estão muito abaixo do ponto de ajuste 108
- Falha no processo de ajuste do offset do NPD 109
- O FPD não acende 110
- A válvula não está pronta 112
- Luz Not Ready piscando: Falha no hardware do detector/tensão do filamento do TCD 113

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 fica 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 o injetor para a injeção. Faça isto, por exemplo:
 - Para ativar a válvula de purga do injetor antes de uma injeção sem divisor
 - Para preparar para uma injeção pulsada
 - Para desligar a economia de gás

Para mais informações sobre o [**Prep Run**], consulte o [Guia do usuário avançado do GC Agilent 7890](#).

O fluxo nunca fica pronto

Se o fluxo de gás nunca está pronto, confira o seguinte:

- Verifique se o gás de suprimento entrega [pressão 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 instalado no GC.
- Verifique se há vazamentos na tubulação de gás e no GC (Consulte “[Verificação de vazamentos](#)”).

A temperatura do forno nunca diminui / diminui muito lentamente

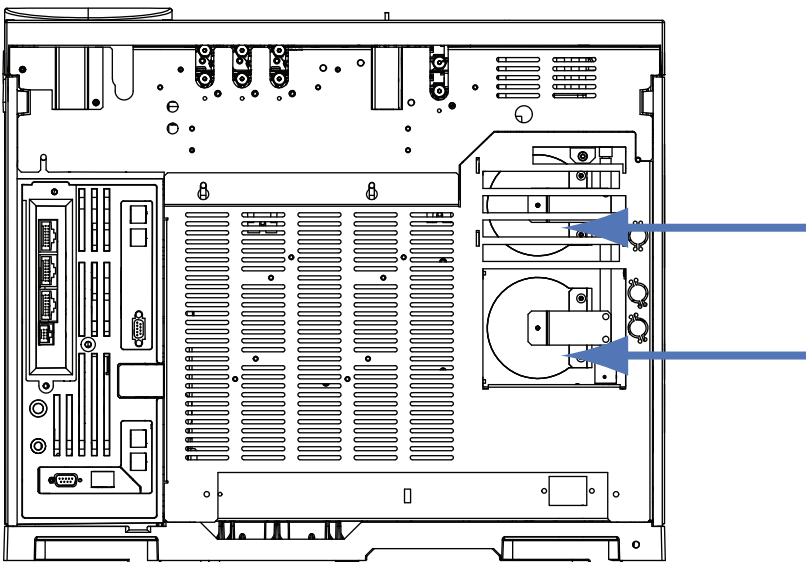
Se o forno não esfriar ou se esfriar muito lentamente:

ADVERTÊNCIA

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

- Verifique a operação dos Flaps do forno.
 - 1 Diminua a temperatura do forno em pelo menos 20 graus.
 - 2 Verifique se os Flaps do forno na parte de trás do GC estão **abertos**. Ouça para verificar se o ventilador está operando. A figura abaixo ilustra a localização dos dois Flaps do forno.

Se os Flaps não estiverem operando com perfeição, entre em contato com o serviço da Agilent.



Ao usar gás de resfriamento criogênico:

- Verifique se há gás de criogenia suficiente.
- Verifique se os limites de operação foram excedidos.

O forno nunca aquece

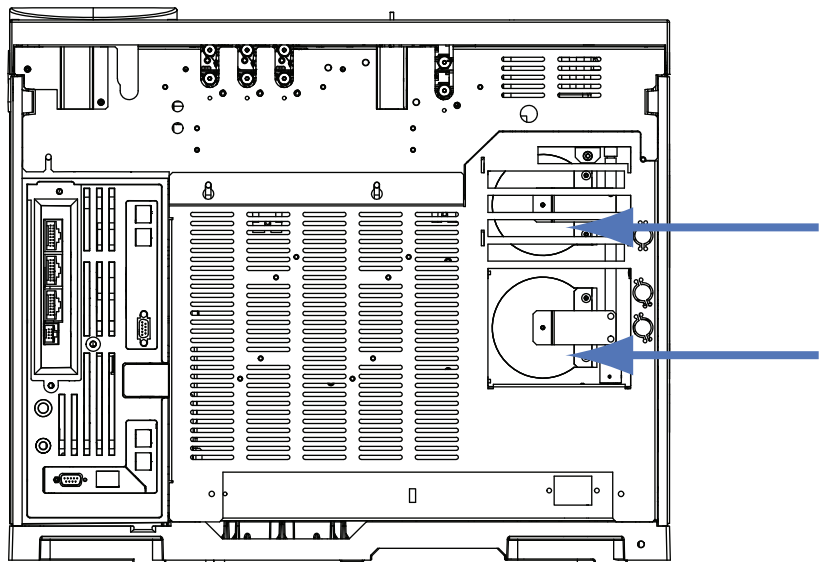
- Pressione [**Status**] para verificar erros a serem relatados à Agilent.

ADVERTÊNCIA

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

- Desligue e ligue o GC.
- Verifique a operação dos Flaps do forno.
 - 1 Aumente a temperatura do forno em pelo menos 20 graus.
 - 2 Verifique se os Flaps do forno na parte de trás do GC estão **fechadas**. A figura abaixo ilustra a localização dos dois Flaps do forno.

Se os Flaps estiverem presos em posição aberta ou se os Flaps estiverem fechados 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 compartimento de isolamento em um injetor ou no detector.
- Verifique se há uma diferença de temperatura muito grande entre o forno e o injetor ou o detector.
- Verifique se falta isolamento em volta do injetor ou do detector.
- Ao usar gás de resfriamento criogênico do injetor (COC, PTV ou MMI):
 - Verifique o nível do gás de resfriamento 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 injetor muito baixa, um injetor pode não alcançar a temperatura desejada.

Não é possível definir um fluxo ou pressão

Caso não consiga definir um fluxo ou pressão usando injetores com/sem divisor, MMI, PTV, VI ou On-Column, faça o seguinte:

- Verifique o modo de coluna.
- Confira se uma coluna capilar está configurada para o injetor correto.
- Verifique as dimensões da coluna configurada.
- Verifique se o fluxo está ligado.

Caso não consiga definir um fluxo ou pressão usando um injetor para coluna empacotada, faça o seguinte:

- Verifique o modo de coluna.
- Verifique se o fluxo está ligado.
- Verifique o modo do injetor. Ao usar o controle de fluxo do injetor, é possível definir apenas modos de controle de fluxo para colunas. Ao usar o controle de pressão do injetor, é possível definir a coluna para ambos os modos.

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

Se um injetor não atingir seu ponto de ajuste de pressão, ele é desligado em um período de tempo determinado pelo tipo de injetor. Faça o seguinte:

- Verifique se há pressão suficiente sendo entregue pelo suprimento de gás. A pressão de 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 então corrija-os. Não se esqueça de verificar a coluna—uma coluna quebrada é um vazamento muito grande.
- Para solucionar problemas no injetor multimodo ou com/sem divisor, consulte [“Para verificar se há vazamentos em um injetor multimodo”](#) ou [“Para verificar se há vazamentos em um injetor 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 na cabeça da coluna usada durante uma corrida.
- Verifique se a coluna foi instalada incorretamente.
- Verifique se há algum defeito no sensor de pressão do injetor ou do detector.

Se estiver usando um injetor com/sem divisor, injetor MMI, PTV ou interfaces de voláteis:

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

Um gás excede um ponto de ajuste de pressão ou fluxo

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

Ao usar um injetor com/sem divisor, injetor MMI, PTV ou interfaces de voláteis:

- Diminua a taxa de divisão.
- Substitua o filtro da tubulação de saída do divisor. Consulte o procedimento para o [SS](#), [MMI](#), [PTV](#) ou [VI](#).
- Verifique a existência de contaminação ou obstrução no filtro da tubulação de vent do divisor. Execute o teste de restrição da tubulação de saída do divisor nos utilitários de instrumento Agilent, se disponível, ou pelo painel frontal do GC. Consulte:
 - [Para verificar ou monitorar a backpressure da tubulação de saída do divisor](#)
 - [Para executar a verificação do filtro do injetor](#)
 - [Para verificar se há contaminação na tubulação de saída do divisor](#)
- Verifique se o liner correto foi selecionado (caso use liner). Consulte [Escolha do liner correto do injetor MMI](#) ou [Escolha o liner correto do injetor SS](#).
- Verifique se as configurações de pressão do método para os injetores SS estão acima das configurações mínimas viáveis disponíveis no GC. Consulte a [Tabela 4](#).
- Verifique se há contaminação no selo dourado (para injetor com/sem divisor). Consulte [Para substituir o selo dourado do injetor com/sem divisor](#).
- Para um injetor com/sem divisor, se estiver usando um liner que cause restrição, instale um [selo dourado de alto fluxo](#).

Ao usar um FID ou NPD:

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

Válvulas:

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

O fluxo ou a pressão do injetor flutuam

Uma flutuação na pressão do injetor causa variações na taxa de fluxo e nos tempos de retenção durante uma corrida. 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 entrega [pressão suficiente](#).
- Verifique se o regulador de pressão de fornecimento está funcionando corretamente. Sistemas com grande extensão de tubos de fornecimento podem requerer um regulador para redução de pressão 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 então corrija-os. Não se esqueça de verificar a coluna—uma coluna quebrada é um vazamento muito grande.
- Verifique se há grandes restrições no liner do injetor ou no filtro da tubulação de saída do divisor.
- Verifique se o liner correto está instalado. Alguns liners têm grandes quedas de pressão causadas pelo projeto ou empacotamento comprimido (lã de vidro).
- Verifique se houve alterações extremas na temperatura ambiente durante as corridas. Corrija o problema de temperatura do laboratório ou coloque o instrumento em um local mais adequado.
- Verifique se há restrições no headspace, no Purge and Trap e em qualquer outro dispositivo externo 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 um injetor com divisor

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 liner projetado para análise com divisão.
- O parâmetro de pressão do método (ou a pressão resultante de uma configuração de fluxo) é muito baixo para o tipo de gás de arraste. Consulte [Pressões mínimas de operação no modo de divisão do injetor com/sem divisor](#) ou [Pressões mínimas de operação no modo com divisão do injetor Multimodo](#), e a tabela abaixo.

	Fluxo da tubulação de saída do divisor (ml/min)			
	50–100	100–200	200–400	400–600
Gases de arraste hélio e hidrogênio				
Liner com divisor - 5183-4647, 19251-60540	2.5	3.5	4.5	6.0
Liner sem divisor - 5062-3587, 5181-8818	4.0	5.5	8.0	11.0
Gás de arraste nitrogênio				
Liner com divisor - 19251-60540, 5183-4647	3.0	4.0	—	—
Liner sem divisor - 5062-3587, 5181-8818	4.0	6.0	—	—

- Confira se há um liner obstruído.
- Verifique se há contaminação ou restrição na tubulação de saída do divisor. Consulte:
 - [Para realizar um teste de restrição da tubulação de saída do divisor SS.](#)
 - [Para verificar ou monitorar a backpressure da tubulação de saída do divisor](#)
 - [Para executar a verificação do filtro do injetor](#)
 - [Para verificar se há contaminação na tubulação de saída do divisor](#)
- Para injetor com/sem divisão, substitua o selo dourado. Consulte [Para substituir o selo dourado no injetor 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 corretos em 25 °C e 1 atmosfera.
- Verifique se as dimensões corretas da coluna estão precisamente configuradas, incluindo o comprimento atual removido da coluna.
- Uma coluna WCOT pequena (<15 m), id de 0,58 a 0,75 mm, está sendo utilizada com um injetor capilar com/sem divisor. O controlador de fluxo total está definido para uma taxa de fluxo alta, que cria certa pressão no injetor e causa fluxo na coluna até mesmo com uma pressão zero no ponto de ajuste. (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 tubulação de saída do divisor ou o filtro podem estar parcialmente obstruídos, criando uma pressão no injetor maior do que a pressão do ponto de ajuste. Verifique se há restrição na tubulação de saída do divisor. Consulte [Para executar a verificação do filtro do injetor](#).
- 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 o Lit Offset é $< 2,0$ 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 ignitor do FID fica incandescente durante a sequência de ignição. (Consulte [Para verificar a função do ignitor 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 o [Guia de preparação do local do GC, GC/MS 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 fluxo do hidrogênio e ar até que o acendimento ocorra; em seguida, reduza-as de acordo com os valores do método. Experimente até encontrar os melhores valores.
- Confira se há um jet obstruído ou parcialmente obstruído. (Consulte [Para verificar se o jet do FID está obstruído](#)).
- Meça 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 razão entre hidrogênio e 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 gás auxiliar.
- Se a análise permitir, substitua o nitrogênio por hélio como auxiliar.

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

ADVERTÊNCIA

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 ignitor pela chaminé do FID. O pequeno orifício deve se iluminar durante a sequência de ignição.

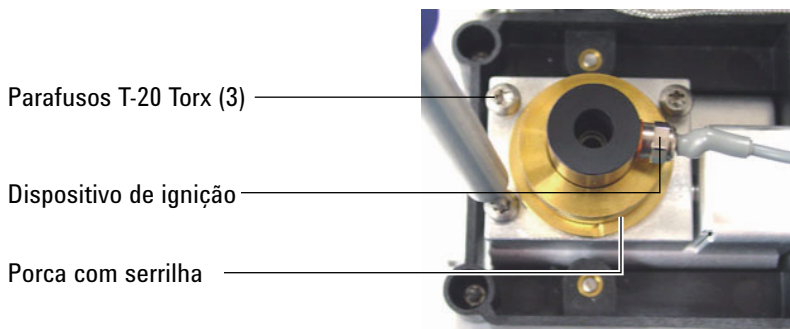


Se o teste falhar, confira estas causas possíveis:

- O ignitor pode estar com defeito; substitua o ignitor (Consulte [Para realizar a manutenção no conjunto do coletor do FID](#)).
- A temperatura do detector está definida como $< 150\text{ }^{\circ}\text{C}$. A Agilent recomenda a operação do FID a $> 300\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- O ignitor não está bem conectado ao aterramento:
 - o ignitor deve estar fortemente aparafusado no conjunto de castelo do FID.
 - Os três parafusos Torx T-20 que fixam o conjunto do coletor precisam ser apertados.

- A porca de latão serrilhada que fixa o conjunto do castelo do FID precisa ser apertada.

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



Os fluxos de gás auxiliar (Makeup) e hidrogênio medidos no FID ou no NPD estão muito abaixo do ponto de ajuste

- Verifique se há um jet obstruído ou parcialmente obstruído. Jets obstruídos criam backpressure. 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 jet do FID está obstruído”](#)

[“Para verificar se um jet do NPD está obstruído”](#)

- Verifique se há vazamentos na conexão da coluna, na base do detector.
- Substitua o jet do [FID](#) ou [NPD](#).

Falha no processo de ajuste do offset do NPD

- Inspecione o jet, ele pode estar obstruído.
(Consulte [Para verificar se o jet do NPD está obstruído.](#))
- Faça a medição dos fluxos do detector. (Consulte [Para medir um fluxo do detector](#)). Se os fluxos de hidrogênio ou auxiliar (Makeup) forem iguais a zero ou muito inferiores ao fluxo exibido, suspeite de um jet obstruído.
- Verifique as condições da pérola. [Substitua-o](#) se isso for necessário.
- Verifique se as configurações de fluxo estão corretas.
Consulte [Fluxos, temperaturas e informações da pérola.](#)
- Pode haver um grande vazamento no sistema se o processo continuar falhando. 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 razão entre hidrogênio e 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
Arraste (hidrogênio, hélio, nitrogênio, argônio)		
Colunas empacotadas	10 a 60	10 a 60
Colunas capilares	1 a 5	1 a 5
Gases do detector		
Hidrogênio	60	60
Ar	60	60
Arraste + Auxiliar (Makeup)	60	60

Tabela 6 Fluxos do FPD recomendados

	Fluxos do modo de enxofre, mL/min	Fluxos do modo de fósforo, mL/min
Arraste (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
Arraste + Auxiliar (Makeup)	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 ignitor 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 (7890A) ou a 400 mL/min (7890B) durante a tentativa de acendimento da chama. Do contrário, não há pressão de suprimento de ar suficiente.
- Verifique as taxas de fluxo da coluna e de gás auxiliar (Makeup).
- 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 sifonar, 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 acesa 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.
- Sob determinadas condições de operação, a chama acende com mais facilidade quando o tubo de ventilação é removido. Depois de acender a chama, reinstale o tubo de ventilação.
- O modo de enxofre pode ser particularmente difícil de acender (FPD somente, não FPD⁺). 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 dos cabos ao acoplamento e a conexão do acoplamento ao plugue do ignitor, aperte as conexões do ignitor.

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 na placa de potência 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 ter passado.

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 se a amostra for viscosa, o tempo de comutação pode ser muito curto para que a válvula seja comutada. Aumente o tempo de comutação.

Luz Not Ready piscando: Falha no hardware do detector/tensão do filamento do TCD

Se o filamento do TCD estiver aberto, o LED Not Ready vai piscar e o GC não vai ficar pronto.

- 1 Pressione [**Status**]. Se aparecer no visor **Front detector hardware fault** ou (**Back** ou **Aux detector hardware fault**), o problema pode estar no filamento do TCD.
- 2 Pressione [**Front Det**] (ou [**Back Det**] ou [**Aux Det #**]).
- 3 Em GCs com firmware B.02.02 ou superior, o visor exibirá **TCD Open Filament** para um filamento aberto ou **TCD Bridge Voltage** para um filamento em curto.

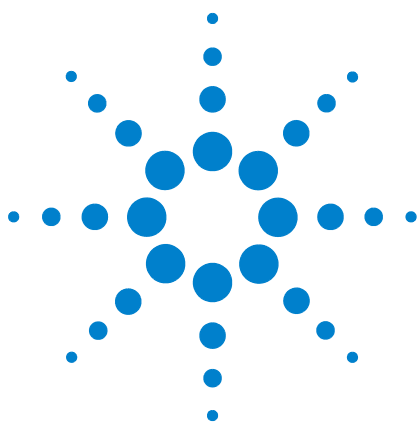
Em GCs com firmware anteriores: Se aparecer no visor **Fault: TCD Filament Voltage**, vá até o ponto de ajuste **Filament**. Se o ponto de ajuste ficar piscando em **Off**, o problema é um filamento aberto do TCD.

- 4 Desligue e ligue o GC.
- 5 Pressione [**Front Det**] (ou [**Back Det**] ou [**Aux Det #**]).
- 6 Vá até **Filament** e pressione [**Off/No**] para desabilitar o filamento do TCD. Entre em contato com o serviço da Agilent.

Para continuar usando o GC sem o TCD:

- 1 Desligue todos os parâmetros do TCD. Salve o método.
- 2 Reconfigure o GC para usar outro detector. Mova a coluna e defina outros parâmetros, conforme necessário.

4 Sintomas da falta de prontidão do GC



5 Sintomas de desligamento

- Desligamento de coluna [116](#)
- Desligamentos de hidrogênio [118](#)
- Desligamentos de ar do detector [120](#)
- Desligamento do MS 7890B [121](#)
- Desligamentos térmicos [123](#)



Desligamento de coluna

O GC monitora os fluxos de gás dos injetores e auxiliares. Se um gás de arraste (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 haja 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 os Flaps do forno, na parte de trás do forno com metade do curso.
- 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 um injetor 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 do TCD.
- Desliga o ignitor do FID ou FPD, e os fluxos de ar e gás combustível.
- Desliga a pérola do NPD e os fluxos de ar e gás combustível.
- 7890B: Comunica-se com o MS configurado, se estiver presente, para que o MS possa reagir ao evento de desligamento.

Para se recuperar desse estado.

- 1 Corrija a causa do desligamento. Verifique o fornecimento de gás de arraste. O GC requer um fornecimento de pressão de gás de 70 kPa (10 psi) maior do que a maior pressão usada na corrida. Consulte o [Guia de preparação do local do GC, GC/MS e ALS Agilent](#).
 - Verifique se a coluna está quebrada perto do injetor.
 - Verifique se há vazamentos.
 - Substitua o septo do injetor.
 - Substitua o O-ring do injetor.

- 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 o injetor frontal ficou sem gás de arraste, 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 do detector mesmo se o teclado estiver bloqueado por um sistema de dados.

Desligamentos de hidrogênio

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

Hidrogênio utilizado em injetores e fluxos de gases auxiliares

O GC monitora os fluxos de gás dos injetores 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 do gás de arraste para o injetor, fecha e desliga os controles de fluxo e pressão. Quando exibidos, esses parâmetros irão piscar como **Off**.
- Abre as válvulas da tubulação de saída do divisor nos injetores com/sem divisor e PTV.
- Desliga o aquecedor do forno, o ventilador e abre os Flaps 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 do TCD.
- Desliga o ignitor do FID ou FPD, e os fluxos de ar e gás combustível.
- Desliga a pérola do NPD e os fluxos de ar e gás combustível.
- Soa um alarme.
- 7890B: Comunica-se com um MS configurado, se estiver presente, para que o MS possa reagir ao evento de desligamento.

ADVERTÊNCIA

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 com um bloqueio ou 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 do injetor. Consulte o [Manual](#) de manutenção.
- Substitua o O-ring do injetor. 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 no [Guia de preparação do local do GC, GC/MS e ALS Agilent](#).
- Verifique se há vazamentos no sistema. Consulte [Verificação de vazamento](#).

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 o injetor frontal ficou sem gás de arraste, 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 do detector mesmo se o teclado estiver bloqueado por um sistema de dados.

Sensor de hidrogênio

Se equipado com o sensor de hidrogênio opcional, o GC realizará um desligamento de segurança do hidrogênio, caso o sensor detecte uma concentração de hidrogênio não queimado de cerca de 1 % no forno (cerca de 25 % do limite explosivo mais baixo para hidrogênio).

Desligamentos de ar do detector

Quando ar é usado na combustão do gás combustível (hidrogênio) de um detector, um suprimento de ar insuficiente pode causar o desligamento do canal de ar. Além disso, os fluxos de **ar** e **hidrogênio** do detector associado são **desligados**.

Para se recuperar desse estado.

- 1 Corrija a causa do desligamento. Verifique o suprimento de ar. O FID e o NPD requerem um fornecimento de pressão de gás de 380–690 kPa (55–100 psi). O FID e o FPD⁺ requerem um fornecimento de pressão de gás de 690–827 kPa (100–120 psi). Consulte o [Guia de preparação do local do GC, GC/MS e ALS Agilent](#).
- 2 Pressione a tecla do detector que iniciou o desligamento. Role até cada parâmetro pneumático que está piscando como **Off** e pressione [**On**] ou [**Off**].

Desligamento do MS 7890B

Se o 7890B receber um evento de desligamento ou perder a comunicação com um MS configurado, o GC reagirá com alterações do tipo:

- Desligar o forno da coluna.
- Definir baixas pressões/fluxos para o caminho do fluxo do MS.
- Desligar o fluxo de hidrogênio como gás de arraste, se estiver sendo usado.
- Abortar uma corrida atual.
- Desligar o aquecedor da linha de transferência do MS.
- Bloquear todas as alterações em pontos de ajuste.

As mudanças exatas dependem do evento que provocou o desligamento. Por exemplo, o GC pode reagir à perda de comunicação de forma diferente da que reagiria a uma falha na bomba de alto vácuo do MS.

Quando for solucionar problema de desligamento do MSD:

- 1 Confira todos os registros e eventos do GC, MS e sistema de dados. O GC provocará o desligamento do MS se:
 - O GC não conseguir manter o fluxo do gás de arraste para o MS.
 - O MS relatar um desligamento ou falha.
 - O GC e o MS perderem a comunicação entre si.
- 2 Verifique o status atual da comunicação.
 - a Pressione [**Aux Det #**].
 - b A configuração da **comunicação do MS** deve ser **Conectada**. Caso contrário, verifique os endereços IP do GC e do MS inseridos no GC, no MS e no PC. Todos os endereços IP do GC e do MS devem ser exatamente iguais nos três locais.
 - c Verifique as conexões de rede local do GC e do MS. O switch ou hub de rede local (LAN) estão funcionando?

Limpar um desligamento do MS

Diferentemente dos outros desligamentos, esse estado não pode ser eliminado desativando um ponto de ajuste (porque as alterações nos pontos de ajustes ficam bloqueadas). Em vez disso, limpe esse estado desativando as comunicações do GC para o MS.

- 1 Pressione [**Aux Det #**].
- 2 Role até **MS Communication**.
- 3 Pressione **Off/No**.

Se o GC tiver iniciado o desligamento, agora você poderá solucionar o problema e resolver a falha do GC.

Depois de resolver o desligamento do MS

Depois de resolver o problema do GS ou do MS, sempre restaure a comunicação do GC com o MS.

- 1 Pressione [**Aux Det #**].
- 2 Role até **MS Communication**.
- 3 Pressione **On/Yes**.

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).

Diversos fatores poderiam causar esse erro:

- Um problema com o fornecimento elétrico do instrumento.
- Um defeito na zona de controle eletrônica.
- 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 [126](#)
- O PC não consegue se comunicar com o GC [127](#)
- O GC não consegue se comunicar com um MS ou HS configurado [129](#)
- O GC não se recupera após uma atualização de firmware [130](#)
- O GC liga, mas para durante a inicialização (autoteste) [131](#)



O GC não liga

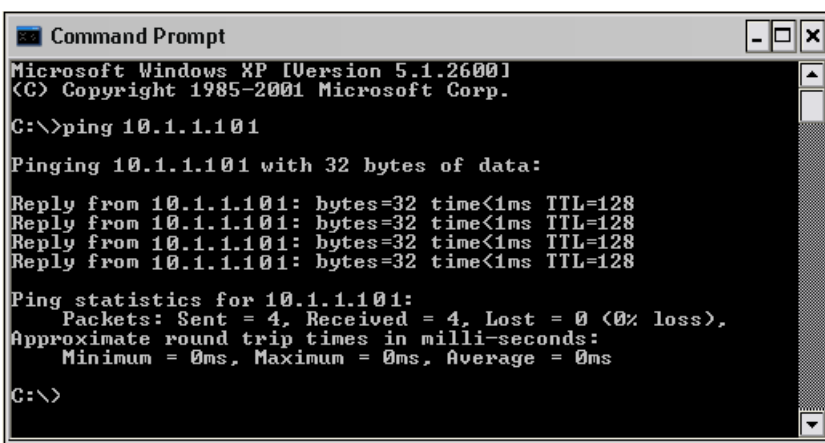
Se o GC não ligar:

- Verifique o cabo de alimentação.
- Verifique se está faltando energia 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
Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128
Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128
Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128

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

C:\>
  
```

Se o teste de ping for aprovado, 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 não for aprovado, 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 um hub ou switch (ou seja, ao conectar-se à LAN de um local), NÃO use um cabo cruzado (crossover).

O GC não consegue se comunicar com um MS ou HS configurado

- 1 Primeiro, verifique se a comunicação do GC com o MS (ou do GC com o HS) está habilitada.

No MS:

- a Pressione [**Aux Det #**].
- b Role até **MS Communication**.

No HS:

- a Pressione [**Front Injector**] ou [**Back Injector**], conforme apropriado.
- b Role até **Comunicação do HS**.

Se a entrada **Comunicação do MS/Comunicação do HS** for **Off**, pressione [**On/Yes**].

Se a entrada for **Connecting**, mas a conexão não ocorrer, prossiga com a solução de problemas.

- 2 Verifique se o endereço IP do GC está inserido corretamente, ou corrija-o, se for preciso. Vá até **Options > Communications**.
- 3 Verifique se o endereço IP do MS ou HS está inserido corretamente no GC. Em **Options > Communications**, acesse **Mass Spec.**, **Fr. Headspace** ou **Bk. Headspace** para ver o endereço IP atual. Compare essa entrada com o endereço IP mostrado no visor do MS ou HS.
- 4 Se estiver usando um MS, use o teclado dele para conferir os endereços IP do MS e do GC inseridos no MS. Eles devem ser exatamente iguais aos inseridos no GC.
- 5 Se estiver usando um HS, use o teclado dele para verificar os endereços IP do HS e do GC inseridos no HS. Eles devem ser exatamente iguais ao inserido no GC.
- 6 Se os endereços estiverem corretos tanto no GC quanto no MS ou HS, **dê um ping** em cada instrumento usando um computador na mesma rede local. (Consulte [“O PC não consegue se comunicar com o GC”](#) para obter mais informações sobre o comando **ping** do computador.)
- 7 Se estiver usando um sistema de dados Agilent, confira os endereços IP do GC, do HS e do MS inseridos no software do sistema de dados. Mais uma vez, eles precisam ser exatamente iguais aos valores inseridos em cada instrumento.

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. Anote as 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 Versão X.XX

IP = 10. 1. 1.101

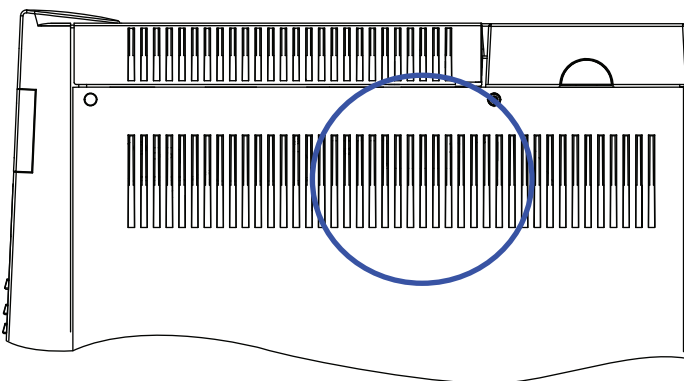
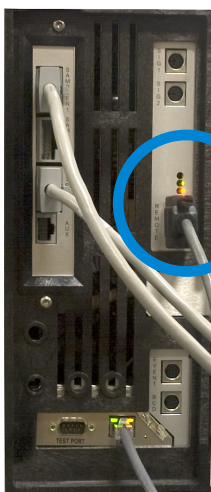
Se essa tela aparecer, significa que já é possível se comunicar com o GC. Recarregue o firmware.

- 4 Se o GC não inicializar e mostrar uma 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 (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](#)”).



GC mais antigo: LEDs visíveis pelo painel lateral.



7 Verificação de vazamento

- Dicas para a verificação Leak Check 134
- Para verificar se há vazamentos externos 135
- Para verificar se há vazamentos no GC 137
- Vazamentos nas conexões de fluxo capilar 139
- Para realizar uma verificação Leak Check no injetor 140
- Para verificar se há vazamentos em um injetor com/sem divisor 144
- Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão SS 146
- Para corrigir vazamentos em um injetor com/sem divisor 151
- Para verificar se há vazamentos em um injetor multimodo 152
- Para realizar um teste de queda de pressão de MMI 154
- Para corrigir vazamentos em um injetor multimodo 158
- Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão PP 159
- Para corrigir vazamentos em um injetor para colunas empacotadas 163
- Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão COC 164
- Para corrigir vazamentos em injetores On-Column 168
- Para realizar um teste de queda de pressão no PTV 169
- Para corrigir vazamentos nos injetores do PTV 173
- Para realizar um teste de queda de pressão na VI 174
- Para preparar a VI para um Leak Check de sistema fechado 178
- Para corrigir vazamentos na interface de voláteis 179



Dicas para a verificação Leak Check

Ao verificar se há vazamentos, considere o sistema em duas partes: pontos de vazamento externos e pontos de vazamento no 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 no GC** incluem injetores, detectores, conexões de coluna, conexões de válvulas e conexões entre módulos de fluxo e injetores/detectores.

ADVERTÊNCIA

O hidrogênio (H₂) é inflamável e representa risco de explosão quando misturado ao ar em um espaço fechado (por exemplo, em um medidor de fluxo). Purgue os medidores de fluxo com gás inerte conforme a necessidade. Sempre meça os gases individualmente. Sempre desligue os detectores para impedir a autoignição de chamas/pérolas.

ADVERTÊNCIA

Pode haver presença de gases de amostra perigosos.

1 Reúna o seguinte:

- Detector de vazamento eletrônico capaz de detectar o tipo de gás
- Chaves de 7/16-polegadas, 9/16-polegadas e 1/4-polegada para apertar as conexões de coluna e Swagelok

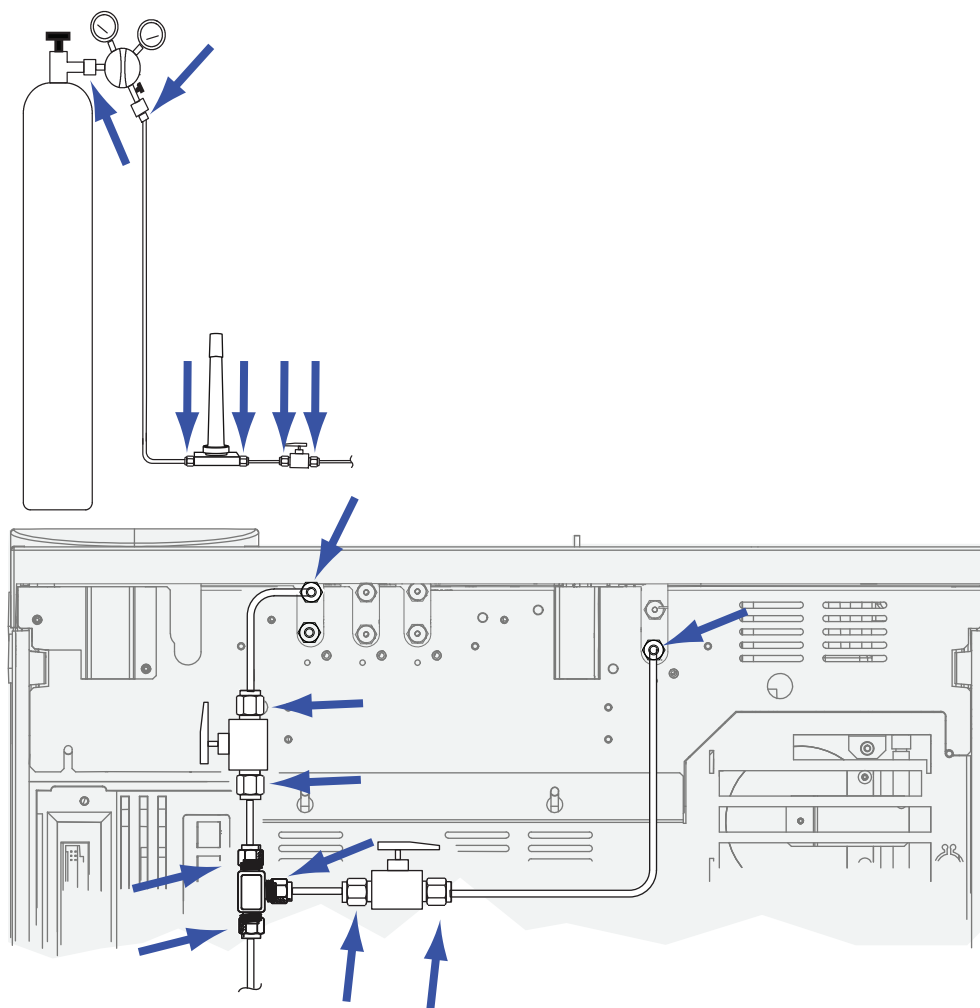
2 Verifique se há pontos de vazamento em potencial em todas as manutenções realizadas recentemente.

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 filtros ou cilindros de suprimento.

Para verificar se há vazamentos externos

Verifique se há vazamentos nestas conexões:



- Conexões / Válvulas na cabeça do cilindro
- Conexão do cilindro de gás
- Conexões do regulador
- Filtros
- Válvulas de interrupção
- Conexões-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 10 minutos. Se houver uma queda de pressão maior que 7 kPa (1 psi), há um vazamento nas conexões externas.

Para verificar se há vazamentos no GC

Verifique se há vazamentos nestas conexões:

- Septo do injetor, conexão do septo, liner, filtro da tubulação de saída do divisor, tubulação de saída do divisor e conexões de ventilação da purga.
- Conexões de colunas aos injetores, detectores, válvulas, Splitters e uniões.
- Conexões dos módulos de fluxo aos injetores, 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 nas conexões entre o injetor e a coluna, no septo, no liner, no filtro da tubulação de saída do divisor etc. Consulte [“Para realizar uma verificação Leak Check no injetor”](#). 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 o Agilent Instrument Utilities, também é possível usá-lo para executar remotamente uma verificação Leak Check no injetor(para determinados tipos de injetores).

Se o injetor passar na verificação Leak Check, mas você suspeitar que ainda há vazamento no injetor, é possível usar o Instrument Utilities para executar um teste de queda de pressão para a maioria dos injetores. (Também é possível executar um teste de queda de pressão manual em qualquer injetor.) Qualquer injetor que passar no teste de queda de pressão pode ser considerado 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 no PTV](#)
- [Para preparar a VI para um Leak Check de sistema fechado](#)

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

- [Para verificar se há vazamentos em um injetor com/sem divisor](#)

7 Verificação de vazamento

- Para verificar se há vazamentos em um injetor 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 Leak Check no injetor

O GC oferece Leak Check em tempo real e integrado para todos os injetores. Essa verificação é mais útil para localizar vazamentos no injetor durante e após a manutenção da injetor. Embora não seja tão meticuloso ou sensível quanto um teste de pressão completo do injetor, ele é realizado normalmente com a coluna instalada e configurada e oferece uma rápida garantia de que o injetor esteja razoavelmente livre de vazamentos.

A Agilent recomenda que a verificação seja executada antes e durante a manutenção do injetor, para que seja possível notar se o vazamento no injetor 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.

O Leak Check do injetor encontra vazamentos nestes locais:

- Conexão entre o injetor e a coluna
- Selo dourado (se for o caso)
- Câmara do filtro da tubulação de saída do divisor (se for o caso)
- Porca do septo e septo (se for o caso)
- Tubulação soldada da porca 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 4](#):

```

      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 o Leak Check no injetor 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 diferente no injetor.
 - 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 uma backpressure 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 arraste através do injetor. A leitura de **Col** mostra o fluxo através da coluna.
 - A taxa de vazamento aproximada é **TotalFlow – Col**, em mL/min.
 - Considere o injetor 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 -O-ring do liner 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 um injetor 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 não for aprovado:
 - [Substitua](#) o septo
 - [Reinstale a coluna no injetor](#)
 - [Substitua o Liner e o -O-ring do liner](#)
 - Abra o filtro da tubulação de saída do divisor e verifique a instalação do O-ring. [Substitua](#) o filtro da ventilação de saída do divisor, se necessário.

Se teste for aprovado, mas você ainda suspeitar de que haja vazamento no injetor, 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 queda de pressão do injetor PP](#)
- [Para realizar um teste de queda de pressão no PTV](#)

- Para realizar um teste de queda de pressão na VI

Para definir limites de aviso para o Leak Check

O GC fornece dois alertas relacionados ao Leak Check do injetor:

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

Você pode determinar resultados razoáveis para a verificação de vazamentos no injetor, e depois configurar o GC para entrar em status Not Ready ou para definir o indicador Service Due caso a verificação Leak Check falhe. Para definir um ou ambos os limites:

- 1 Quando o injetor for considerado livre de vazamento, execute a verificação Leak Check do injetor (presuma que o injetor 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, um 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 o Leak Check do injetor

- 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 um injetor com/sem divisor

Esse procedimento descreve como verificar a presença de vazamentos e corrigi-los no injetor com/sem divisor. Siga os procedimentos abaixo com base nos sintomas do injetor.

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 do injetor frontal (ou traseiro) não está pronta. O GC se desligará em aproximadamente 5,5 minutos, caso o injetor 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 o [Guia de preparação do local do GC, GC/MSD e ALS](#)), e se não há vazamentos no fornecimento de gás (consulte [Para verificar se há vazamentos externos](#)). O injetor requer 70 kPa (10 psi) acima da pressão mais alta usada no método.
 - 120 psi, no máximo, para injetores de 0–100 psi
 - 170 psi, no máximo, para injetores de 0–150 psi
- 2 Verifique a configuração de fluxo total. O fluxo total deve ser alto o suficiente para manter a pressão no injetor durante toda a corrida. As colunas capilares Wide Bore requerem taxas de fluxo maiores. Normalmente, 50 mL/min é suficiente. Para aumentar o fluxo total:
 - Aumente a taxa de divisão se estiver no modo com divisão
 - Aumente o fluxo de purga se estiver no modo sem divisão
- 3 Coloque seu polegar (ou um septo) sobre a exaustão da tubulação de saída do divisor. Se a pressão no injetor 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 Leak Check do injetor. Consulte [“Para verificar se há vazamentos externos”](#). O fluxo total oferece uma indicação da extensão do vazamento. Monitore o fluxo total enquanto verifica/aperta as conexões:
 - Porca do septo
 - Coluna
 - Filtro da tubulação de saída do divisor/O-rings
 - Liner/-O-ring

- Selo dourado
- Conexão entre a tubulação de saída do divisor com o corpo do injetor
- Conexões de bloqueio de fluxo no controlador 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 no injetor 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 do injetor. Consulte [“Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão SS”](#). Se o teste for aprovado, considere que o injetor está livre de vazamentos e verifique outras causas possíveis de baixa sensibilidade ou repetibilidade ruim.
- 2 Se o teste de queda de pressão não for aprovado, faça o Leak Check do injetor. Consulte [“Para verificar se há vazamentos externos”](#). Monitore o fluxo total enquanto verifica/aperta as conexões:
 - Porca do septo
 - Coluna
 - Filtro da tubulação de saída do divisor
 - Liner/-O-Ring
 - Selo dourado
 - Conexão entre a tubulação de saída do divisor com o corpo do injetor
 - Conexões de bloqueio de fluxo no controlador de fluxo.
- 3 Se o Leak Check do injetor (prep run) não tiver resolvido o problema, o vazamento pode ser muito pequeno para ser detectado por meio desse teste. Use um detector de vazamentos 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 do injetor com/sem divisor no Agilent Instrument Utilities para determinar se o injetor está vazando. Abra o software, selecione o GC e execute o teste para o injetor. Consulte [Para verificar se há vazamentos externos](#) e [Para realizar um teste de restrição da tubulação de saída do divisor do SS](#).

Se o software Instrument Utilities não estiver disponível, consulte o procedimento abaixo.

Se o teste falhar:

- Consulte [“Para verificar se há vazamentos em um injetor com/sem divisor”](#).
- Verifique a porca "cega" da coluna e a conexão de bloqueio da purga do septo.

Para realizar um teste de queda de pressão do injetor SS no teclado do GC

O teste de queda de pressão verifica se há vazamento desde o módulo do fluxo do injetor até a conexão da coluna.

Depois de fazer a manutenção, primeiro verifique se há vazamento em áreas acessíveis externamente.

Consulte [“Para verificar se há vazamentos externos”](#).

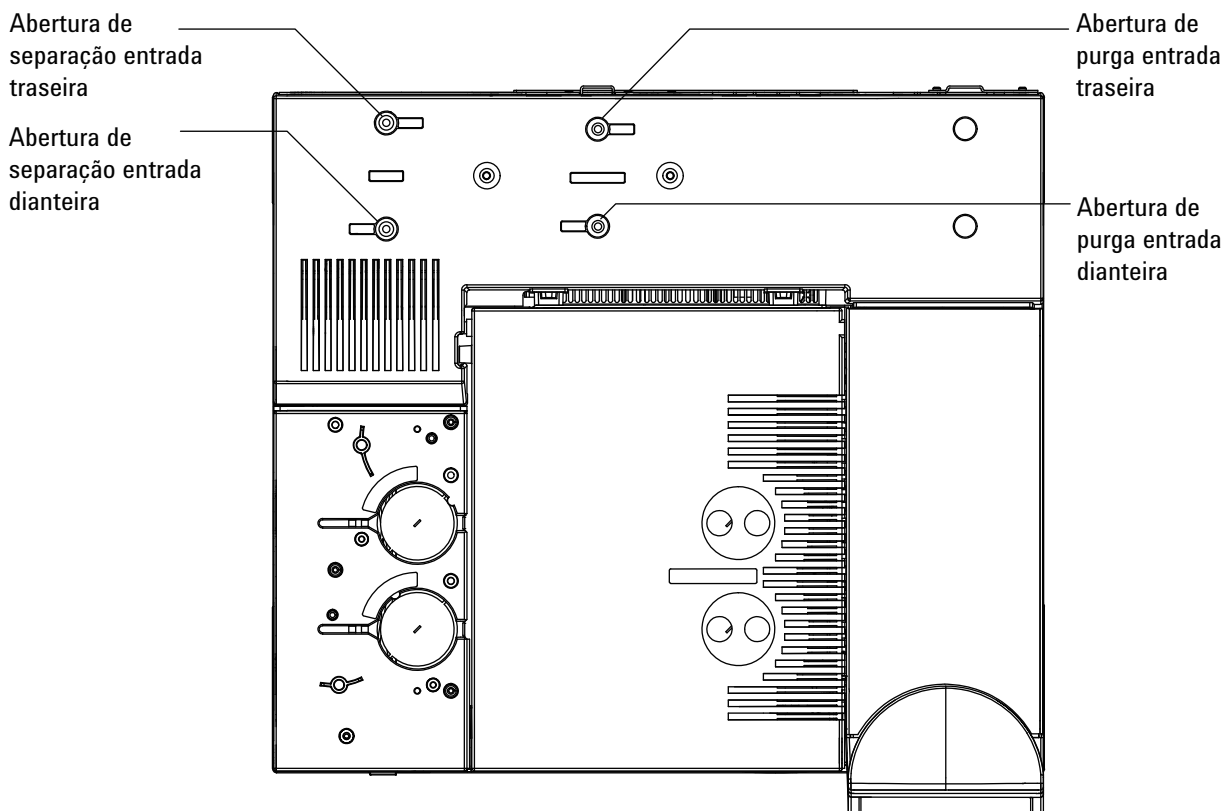
Se você sabe que existe vazamento, verifique primeiro as conexões do injetor acessíveis externamente, em especial conexões que tenham passado recentemente por manutenção, como a porca do septo, o adaptador de coluna, a conexão de coluna etc.

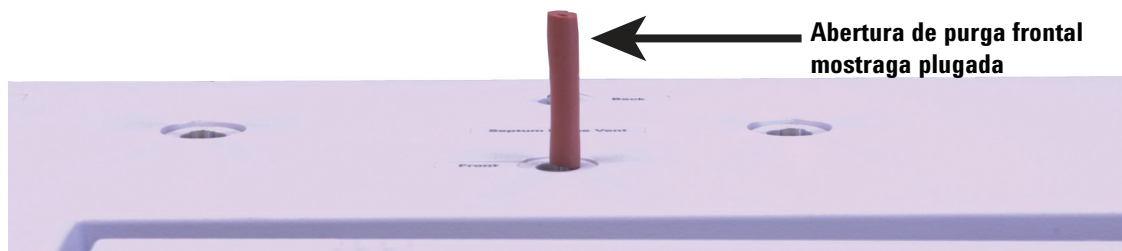
O teste de vazamento de queda de pressão descrito abaixo requer que a coluna seja removida e que a conexão entre a coluna e o injetor seja bloqueada. Esse teste consegue ou não encontrar os seguintes tipos de vazamento:

O teste consegue encontrar vazamentos em:	O teste não consegue encontrar vazamentos em:
septo	conexão da coluna
porca do septo	conexões entre o cilindro de gás e o módulo de controle de pressão.
selo do O-ring do-Liner	tubos e conexões em uma linha de transferência conectada ao injetor
Washer do selo dourado e conexões de redução.	vazamentos internos em um módulo de EPC (válvula de purga do septo)
corpo do injetor	
válvula da tubulação de saída do divisor no módulo de controle	
válvula de purga do septo no módulo de controle	
filtro e tubulação de saída do divisor	
tubulação da purga do septo	
selos da tubulação entre o módulo do injetor de fluxo e o corpo do injetor	

- Obtenha o seguinte (consulte [Consumíveis e peças do injetor com divisor/sem divisor](#)):
 - Anilha "cega"
 - Chave de boca de 1/4 de polegada
 - Luvas resistentes ao calor (se o injetor estiver quente)
 - Porca da coluna
 - Septo novo
 - O-ring
 - Plugue do detector ECD/TCD (no. peça 5060-9055)
- Carregue o [método de manutenção do injetor](#) e espere até que o GC esteja pronto.
- Remova a coluna, se estiver instalada.
- Encaixe a conexão da coluna com uma porca de coluna e uma anilha "cega".
- Remova o septo antigo e substitua-o por um novo. Consulte [Para substituir o septo do injetor com divisor/sem divisor](#).

- 6 Inspeccione o O-ring e substitua-o se estiver rígido, quebradiço ou rachado. Consulte [Para substituir o liner e O-ring do injetor com divisor/sem divisor](#).
- 7 Defina o injetor como **Modo com divisão (Split)**.
- 8 Configure a coluna como **Injetor: Unspecified**.
- 9 Defina a temperatura do injetor em 70 °C.
- 10 Defina **Total flow** em 60 mL/min.
- 11 Insira um ponto de ajuste de pressão de 25 psi (172 kPa). Certifique-se de que a pressão fornecida para o GC seja de pelo menos 10 psi (70 kPa) mais alta que a pressão do injetor.
- 12 Se não for possível atingir a pressão, significa que há um vazamento grande ou a pressão de suprimento está baixa demais.
- 13 Defina o fluxo de **Septum purge** em 3,0 mL/min.
- 14 Aguarde até que a temperatura do injetor se estabilize. Alterações de temperatura podem invalidar o teste.
- 15 Vede a conexão da purga do septo com o mesmo plugue usado no detector ECD/TCD.





- 16 No teclado, pressione [**Service Mode**]. Selecione **Diagnostics > Front or Back Inlet > Pneumatics Control > Septum Purge control**.
- 17 Vá até **Constant duty cycle** e insira **50**. Aguarde 10 segundos.
- 18 Pressione [**Front Inlet**] ou [**Back Inlet**]. Vá até **Pressure** e pressione **Off/No**.
- 19 Desligue rapidamente o fornecimento de gás de arraste no regulador, se possível. O objetivo é evitar que qualquer pressão residual das linhas de fornecimento vaze *para dentro* do sistema fechado e faça a pressão aumentar e mascarar vazamentos. (Esses vazamentos através do módulo EPC geralmente não causam impacto nas corridas.) Se a configuração não incluir válvulas de interrupção da linha de gás até o GC ou se a alteração da pressão de fornecimento não for prática, ignore esta etapa. Se houver um volume relativamente grande nos tubos de alimentação que vão até o GC, considere se pode haver ou não um vazamento *dentro* do sistema ao avaliar os resultados dos testes.
- 20 Monitore a pressão por 10 minutos. Use o cronômetro, pressionando [**Time**] e [**Enter**].

Em GCs sem nenhum dispositivo instalado no caminho do fluxo de arraste:

Uma queda de pressão de menos de 0,5 psig (0,05 psi/min ou menos; 3,4 kPa ou 0,34 kPa/min) é aceitável.

Se a pressão cair bem mais rápido do que a taxa aceitável, consulte [“Para corrigir vazamentos em um injetor com/sem divisor”](#). Teste novamente.

Em GCs com Amostrador Headspace 7697A:

Uma queda de pressão de menos de 1.7 psig (0.17 psi/min ou menos; 11.7 kPa ou 1.17 kPa/min) é aceitável. Se o 7697A for aprovado em todos os testes de vazamento (restrição, queda de pressão e cross port), e se o teste de queda de pressão do injetor do GC for aprovado sem o 7697A instalado, verifique o caminho do fluxo do gás de arraste do 7697A. Consulte a documentação do Amostrador Headspace.

Em GCs com Amostrador Headspace G1888:

Uma queda de pressão de menos de 2 psig em cinco minutos (0,4 psi/min ou menos; 13,8 kPa ou 2,76 kPa/min) é aceitável quando se usa um frasco de amostra de 1 cc.

Em todos os GCs:

Observe que o tamanho do liner tem impacto sobre a queda de pressão. Um injetor com um liner de volume menor não tolera uma taxa de vazamento tão grande quanto um injetor com um liner de volume maior.

- 21** Depois que o injetor for aprovado no teste, restaure o GC à condição de operação.
- Restaure as pressões de fonte.
 - Remova as porcas "cegas"/plugues.
 - Recoloque a coluna.
 - Restaure a configuração correta de coluna.
 - Carregue o método de operação.

Para corrigir vazamentos em um injetor com/sem divisor

Se um injetor não for aprovado no teste de queda de pressão, verifique o seguinte:

- Verifique as porcas "cegas"/plugues usados no teste. Confira se cada um está corretamente instalado e apertado.
- Se você tiver feito o teste de vazamento depois de ter feito a manutenção, confira a instalação correta das peças manipuladas durante a manutenção.
- Confira se a porca do septo está apertada.
- Verifique o septo. Substitua-o, caso esteja velho ou danificado.
- Confira a instalação do insert.
- Confira o liner e o O-ring do liner. Consulte [Para substituir o liner e o O-ring do injetor com divisor/sem divisor](#).
- Se você tiver alterado o selo dourado, verifique a instalação correta. Consulte [Para substituir o selo dourado no injetor com/sem divisor](#).
- Certifique-se de que a temperatura do injetor tenha permanecido constante durante o teste.

Se esses itens não resolverem o problema, entre em contato com a Agilent para manutenção.

Para verificar se há vazamentos em um injetor multimodo

Esse procedimento descreve como verificar a presença de vazamentos e corrigi-los no injetor multimodo. Siga os procedimentos abaixo com base nos sintomas do injetor.

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 do injetor frontal (ou traseiro) não está pronta. O GC se desligará em aproximadamente 5,5 minutos, caso o injetor 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 o [Guia de preparação do local do GC, GC/MSD e ALS](#)), e se não há vazamentos no fornecimento de gás (consulte [Para verificar se há vazamentos externos](#)). O injetor requer 70 kPa (10 psi) acima da pressão mais alta usada no método.
 - 120 psi, no máximo, para injetores de 0-100 psi
 - 170 psi, no máximo, para injetores de 0-150 psi
- 2 Verifique a configuração de fluxo total. O fluxo total deve ser alto o suficiente para manter a pressão no injetor durante toda a corrida. As colunas capilares Wide Bore requerem taxas de fluxo maiores. Normalmente, 50 mL/min é suficiente. Para aumentar o fluxo total:
 - Aumente a taxa de divisão se estiver no modo com divisão
 - Aumente o fluxo de purga se estiver no modo sem divisão
- 3 Coloque seu polegar (ou um septo) sobre a exaustão da tubulação de saída do divisor. Se a pressão no injetor 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 o Leak Check do injetor. Consulte [“Para verificar se há vazamentos externos”](#). O fluxo total oferece uma indicação da dimensão do vazamento. Monitore o fluxo total enquanto verifica/aperta as conexões:
 - Porca do septo
 - Coluna

- Filtro da tubulação de saída do divisor/O-rings
- Liner/-O-ring
- Conexão entre a tubulação de saída do divisor com o corpo do injetor
- Conexões de bloqueio de fluxo no controlador 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 no injetor 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 do injetor. Se o teste for aprovado, considere que o injetor 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 o injetor no modo com divisão (Split). 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 do injetor. Se o fluxo total for muito maior do que 6 mL/min, verifique/aperte as seguintes conexões:
 - Porca do septo
 - Coluna
 - Filtro da tubulação de saída do divisor
 - Liner/-O-Ring
 - Conexão entre a tubulação de saída do divisor com o corpo do injetor
 - Conexões de bloqueio de fluxo no controlador de fluxo.

Se o problema persistir, o vazamento pode ser pequeno.

- 3 Use um detector de vazamentos 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 do injetor multimodo no Agilent Instrument Utilities para determinar se o injetor está vazando. Abra o software, selecione o GC e execute o teste para o injetor.

Se o software Instrument Utilities não estiver disponível, consulte o procedimento abaixo.

Se o teste falhar:

- Verifique a porca "cega" da coluna e a conexão de bloqueio da purga do septo.
- Verifique a cabeça do septo. Aperte-a, se necessário.
- Substitua o septo, se necessário.
- Inspeção e reinstale o liner, caso esteja vazando.
- Ajuste o filtro da tubulação de saída do divisor, se necessário, ou instale um novo cartucho e O-rings.
- Aperte a conexão da tubulação de saída do divisor do injetor.

Para realizar um teste de queda de pressão do injetor multimodo

O teste de queda de pressão verifica se há vazamento desde o módulo do fluxo do injetor até a conexão da coluna.

Depois de fazer a manutenção, primeiro verifique se há vazamento em áreas acessíveis externamente.

Consulte [“Para verificar se há vazamentos externos”](#).

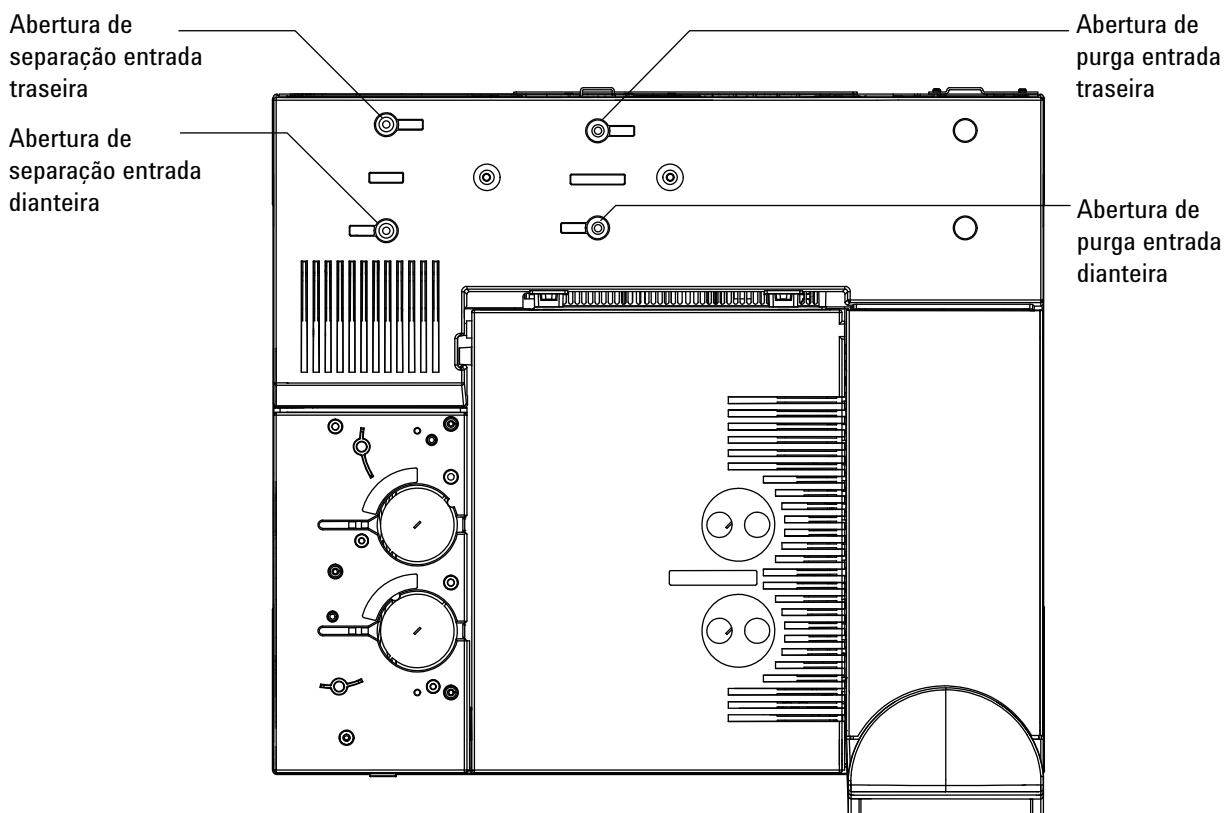
Se você sabe que existe vazamento, verifique primeiro as conexões do injetor acessíveis externamente, em especial conexões que tenham passado recentemente por manutenção, como a porca do septo, o adaptador de coluna, a conexão de coluna etc.

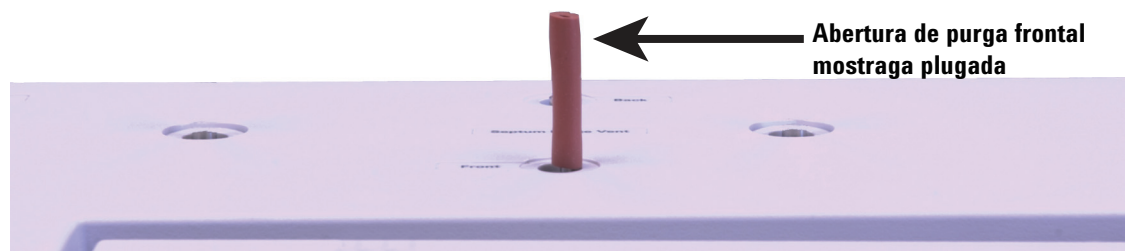
O teste de vazamento de queda de pressão descrito abaixo requer que a coluna seja removida e que a conexão entre a coluna e o injetor seja bloqueada. Esse teste consegue ou não encontrar os seguintes tipos de vazamento:

O teste consegue encontrar vazamentos em:	O teste não consegue encontrar vazamentos em:
septo	conexão da coluna
porca do septo	conexões entre o cilindro de gás e o módulo de controle de pressão.
selo do O-ring do-Liner	tubos e conexões em uma linha de transferência conectada ao injetor
corpo do injetor	
válvula da tubulação de saída do divisor no módulo de controle	
válvula de purga do septo no módulo de controle	
filtro e tubulação de saída do divisor	
tubulação da purga do septo	
selos da tubulação entre o módulo do injetor de fluxo e o corpo do injetor	

- 1 Obtenha o seguinte (consulte [Consumíveis e peças do injetor multimodo](#)):
 - Anilha "cega"
 - Chave de boca de 1/4 de polegada
 - Luvas resistentes ao calor (se o injetor estiver quente)
 - Porca da coluna
 - Septo novo
 - O-ring
 - Plugue do detector ECD/TCD (no. peça 5060-9055)
- 2 Carregue o [método de manutenção do injetor](#) e espere até que o GC esteja pronto.
- 3 Remova a coluna, se estiver instalada.
- 4 Encaixe a conexão da coluna com uma porca de coluna e uma anilha "cega".
- 5 Remova o septo antigo e substitua-o por um novo. Consulte [Para substituir o septo no injetor multimodo](#).
- 6 Inspeção o O-ring e substitua-o se estiver rígido, quebradiço ou rachado. Consulte [Para substituir o liner e o O-ring no injetor multimodo](#).
- 7 Defina o injetor como **Modo com divisão (Split)**.

- 8 Configure a coluna como **Injetor: Unspecified**.
- 9 Defina a temperatura do injetor em 70 °C.
- 10 Defina **Total flow** em 60 mL/min.
- 11 Insira um ponto de ajuste de pressão de 25 psi (172 kPa).
Certifique-se de que a pressão fornecida para o GC seja de pelo menos 10 psi (70 kPa) mais alta que a pressão do injetor.
- 12 Se não for possível atingir a pressão, significa que há um vazamento grande ou a pressão de fornecimento de gás está baixa demais.
- 13 Defina o fluxo de **Septum purge** em 3,0 mL/min.
- 14 Aguarde até que a temperatura do injetor se estabilize.
Alterações de temperatura podem invalidar o teste.
- 15 Vede a conexão da purga do septo com o mesmo plugue usado no detector ECD/TCD.





- 16 No teclado, pressione [**Service Mode**]. Selecione **Diagnostics > Front or Back Inlet > Pneumatics Control > Septum Purge control**.
- 17 Vá até **Constant duty cycle** e insira **50**. Aguarde 10 segundos.
- 18 Pressione [**Front or Back Inlet**]. Vá até **Pressure** e pressione **Off/No**.
- 19 Desligue rapidamente o fornecimento de gás de arraste no regulador, se possível. O objetivo é evitar que qualquer pressão residual das linhas de fornecimento vaze *para dentro* do sistema fechado e faça a pressão aumentar e mascarar vazamentos. (Esses vazamentos através do módulo EPC geralmente não causam impacto nas corridas.) Se a configuração não incluir válvulas de interrupção da linha de gás até o GC ou se a alteração da pressão de fornecimento não for prática, ignore esta etapa. Se houver um volume relativamente grande nos tubos de alimentação que vão até o GC, considere se pode haver ou não um vazamento *dentro* do sistema ao avaliar os resultados dos testes.
- 20 Monitore a pressão por 10 minutos. Use o cronômetro, pressionando [**Time**] e [**Enter**].

Uma queda de pressão de menos de 0,5 psig (0,05 psi/min ou menos; 3,4 kPa ou 0,34 kPa/min) é aceitável.

Se a pressão cair bem mais rápido do que a taxa aceitável, consulte [“Para corrigir vazamentos em um injetor multimodo”](#). Teste novamente.

Observe que o tamanho do liner tem impacto sobre a queda de pressão. Um injetor com um liner de volume menor não tolera uma taxa de vazamento tão grande quanto um injetor com um liner de volume maior.

- 21 Depois que o injetor for aprovado no teste, restaure o GC à condição de operação.
 - Remova as porcas "cegas"/plugues.
 - Recoloque a coluna.
 - Restaure a configuração correta de coluna.
 - Carregue o método de operação.

Para corrigir vazamentos em um injetor multimodo

Se um injetor não for aprovado no teste de queda de pressão, verifique o seguinte:

- Verifique as porcas "cegas"/plugues usados no teste. Confira se cada um está corretamente instalado e apertado.
- Se você tiver feito o teste de vazamento depois de ter feito a manutenção, confira a instalação correta das peças manipuladas durante a manutenção.
- Confira se a porca do septo está apertada. Consulte [Para substituir o septo do injetor multimodo](#).
- Verifique o septo. Substitua-o, caso esteja velho ou danificado.
- Confira a instalação do insert.
- Confira o liner e o O-ring do liner. Consulte [Para substituir o liner e o O-ring no injetor multimodo](#).
- Certifique-se de que a temperatura do injetor tenha permanecido constante durante o teste.

Se esses itens não resolverem o problema, entre em contato com a Agilent para manutenção.

Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão PP

Use o teste de queda de pressão para injetores de Colunas Empacotas no Agilent Instrument Utilities para determinar se o injetor está vazando. Abra o software, selecione o GC e execute o teste para o injetor.

Se o software Instrument Utilities não estiver disponível, consulte o procedimento abaixo.

Se o teste falhar:

- Aperte a porca do septo/Merlin.
- [Substitua](#) o septo ou microsselo Merlin.
- Aperte a tubulação soldada superior. [Substitua](#) o liner
- [Substitua](#) o O-ring e aperte a conexão do adaptador de coluna. [Reinstale-o](#), se necessário.
- Verifique a porca "cega" de colunas e a vedação da purga do septo.

Para realizar um teste de queda de pressão do injetor PP

O teste de queda de pressão verifica se há vazamento desde o módulo do fluxo do injetor até a conexão da coluna.

Depois de fazer a manutenção, primeiro verifique se há vazamento em áreas acessíveis externamente.

Consulte [“Para verificar se há vazamentos externos”](#).

Se você sabe que existe vazamento, verifique primeiro as conexões do injetor acessíveis externamente, em especial conexões que tenham passado recentemente por manutenção, como a porca do septo, o adaptador de coluna, a conexão de coluna etc.

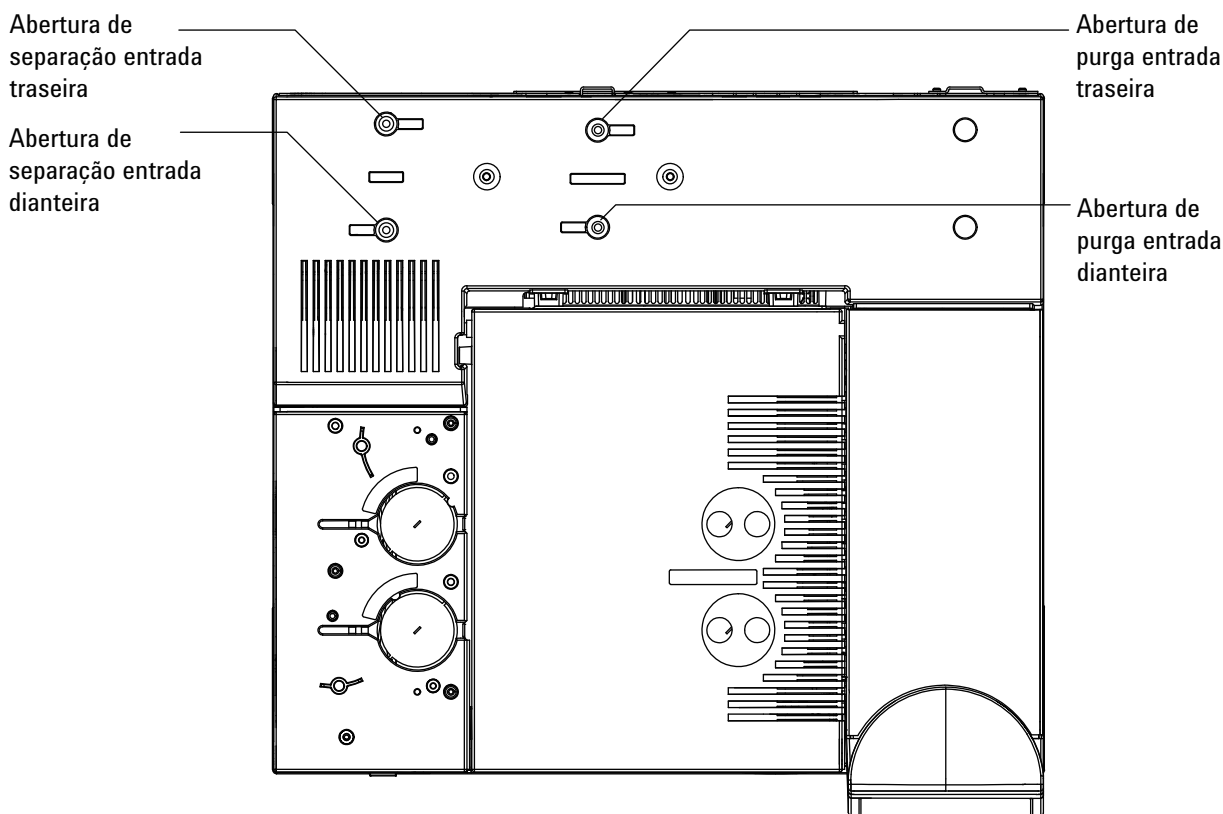
O teste de vazamento de queda de pressão descrito abaixo requer que a coluna seja removida e que a conexão entre a coluna e o injetor seja bloqueada. Esse teste consegue ou não encontrar os seguintes tipos de vazamento:

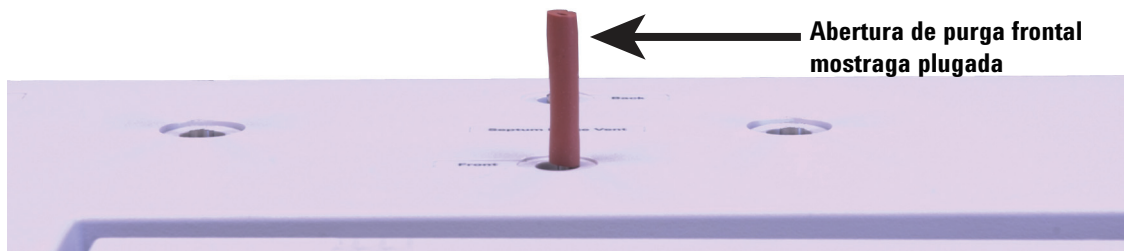
O teste consegue encontrar vazamentos em:	O teste não consegue encontrar vazamentos em:
septo	conexão da coluna
porca do septo	conexões entre o cilindro de gás e o módulo de controle de pressão.
selo do O-ring -do insert de vidro	

O teste consegue encontrar vazamentos em:	O teste não consegue encontrar vazamentos em:
adaptador e anilha	
corpo do injetor	
tubulação superior soldada	
selos da tubulação entre o módulo do injetor de fluxo e o corpo do injetor	

- Reúna os seguintes itens (consulte [Consumíveis e peças do injetor para colunas empacotadas](#)):
 - Anilha "cega"
 - Chave de boca de 1/4-pol.
 - Chave de boca de 7/16 de polegada
 - Luvas resistentes ao calor (se o injetor estiver quente)
 - Chave de boca de 9/16 de polegada
 - Porcas "cegas" Swagelok de 1/8 e 1/4 de polegada
 - Plugue do detector ECD/TCD (no. peça 5060-9055)
- Carregue o [método de manutenção do injetor](#) e espere até que o GC esteja pronto.
- Defina o fluxo total em 40 mL/min e purgue o injetor por cerca de um minuto.
- Remova a coluna, se estiver instalada.
- Encaixe a conexão da coluna.
 - Se o adaptador da coluna capilar estiver instalado, use uma porca de coluna e uma anilha "cega"
 - Se um adaptador de coluna empacotada de 1/8-polegada estiver instalado, use uma porca "cega" Swagelok de 1/8-polegada (5180-4121).
 - Se um adaptador de coluna empacotada de 1/4-polegada estiver instalado, use uma porca "cega" Swagelok de 1/4-polegada (5180-4120)
- Remova o septo antigo e substitua-o por um novo. Consulte [Para substituir o septo no injetor para colunas empacotadas](#).
- Inspecione o O-ring e substitua-o se estiver rígido, quebradiço ou rachado. Consulte [Para substituir o O-ring no injetor para colunas empacotadas](#).

- 8 Se não estiver certo sobre a qualidade da anilha do adaptador, substitua-a. Consulte [Para substituir o insert de vidro em um injetor PP](#).
- 9 Configure, mas não instale, uma coluna capilar para colocar o injetor no modo de controle de pressão.
- 10 Defina a temperatura do injetor em 100 °C.
- 11 Insira um ponto de ajuste de pressão de 25 psi (172 kPa). Certifique-se de que a pressão fornecida para o GC seja de pelo menos 10 psi (70 kPa) mais alta que a pressão do injetor.
- 12 Se não for possível atingir a pressão, significa que há um vazamento grande ou a pressão de fornecimento de gás está baixa demais.
- 13 Defina o fluxo de **Septum purge** em 3,0 mL/min.
- 14 Aguarde até que a temperatura do injetor se estabilize. Alterações de temperatura podem invalidar o teste.
- 15 Vede a conexão da purga do septo com o mesmo plugue usado no detector ECD/TCD.





- 16 No teclado, pressione **[Service Mode]**. Selecione **Diagnostics > Front or Back Inlet > Pneumatics Control > Septum Purge control**.
- 17 Vá até **Constant duty cycle** e insira **50**. Aguarde 10 segundos.
- 18 Pressione **[Front or Back Inlet]**. Vá até **Pressure** e pressione **Off/No**.
- 19 Desligue rapidamente o fornecimento de gás de arraste no regulador, se possível. O objetivo é evitar que qualquer pressão residual das linhas de fornecimento vaze *para dentro* do sistema fechado e faça a pressão aumentar e mascarar vazamentos. (Esses vazamentos através do módulo EPC geralmente não causam impacto nas corridas.) Se a configuração não incluir válvulas de interrupção da linha de gás até o GC ou se a alteração da pressão de fornecimento não for prática, ignore esta etapa. Se houver um volume relativamente grande nos tubos de alimentação que vão até o GC, considere se pode haver ou não um vazamento *dentro* do sistema ao avaliar os resultados dos testes.
- 20 Monitore a pressão por 10 minutos. Use o cronômetro, pressionando **[Time]** e **[Enter]**.

Uma queda de pressão de menos de 0.7 psig (0.07 psi/min ou menos; 4.8 kPa ou 0.48 kPa/min) é aceitável.

Se a pressão cair bem mais rápido do que a taxa aceitável, consulte [“Para corrigir vazamentos em um injetor para colunas empacotadas”](#). Teste novamente.
- 21 Depois que o injetor for aprovado no teste, restaure o GC à condição de operação.
- 22 Remova as porcas "cegas"/plugues.
 - Restaure as pressões de fonte.
 - Recoloque a coluna.
 - Restaure a configuração correta de coluna.
 - Carregue o método de operação.

Para corrigir vazamentos em um injetor para colunas empacotadas

Se um injetor não for aprovado no teste de queda de pressão, verifique o seguinte:

- Verifique as porcas "cegas"/plugues usados no teste. Confira se cada um está corretamente instalado e apertado.
- Se você tiver feito o teste de vazamento depois de ter feito a manutenção, confira a instalação correta das peças manipuladas durante a manutenção.
- Confira se a porca do septo está apertada. Consulte [Para substituir o septo no injetor para colunas empacotadas](#). Consulte [Para substituir o septo no injetor para colunas empacotadas](#).
- Verifique o septo. Substitua-o, caso esteja velho ou danificado.
- Verifique se a tubulação superior soldada está instalada com firmeza.
- Substitua o O-ring. Consulte [Para substituir o O-ring no injetor para colunas empacotadas](#). Verifique também o insert de vidro. Consulte [Para substituir o insert de vidro em um injetor PP](#).
- Substitua a anilha de vedação do adaptador.
- Certifique-se de que a temperatura do injetor tenha permanecido constante durante o teste.

Se esses itens não resolverem o problema, entre em contato com a Agilent para manutenção.

Para realizar um teste de vazamento de queda de pressão COC

Use o teste de queda de pressão do Agilent Instrument Utilities para injetores On-Column para determinar se o injetor está vazando. Abra o software, selecione o GC e execute o teste para o injetor.

Se o software Instrument Utilities não estiver disponível, consulte o procedimento abaixo.

Se o teste falhar:

- Verifique a porca "cega" de colunas e a vedação da purga do septo.
- Aperte a porca do septo.
- [Substitua](#) o septo, se necessário.

Para realizar um teste de queda de pressão COC

O teste de queda de pressão verifica se há vazamento desde o módulo do fluxo do injetor até a conexão da coluna.

Depois de fazer a manutenção, primeiro verifique se há vazamento em áreas acessíveis externamente.

Consulte [“Para verificar se há vazamentos externos”](#).

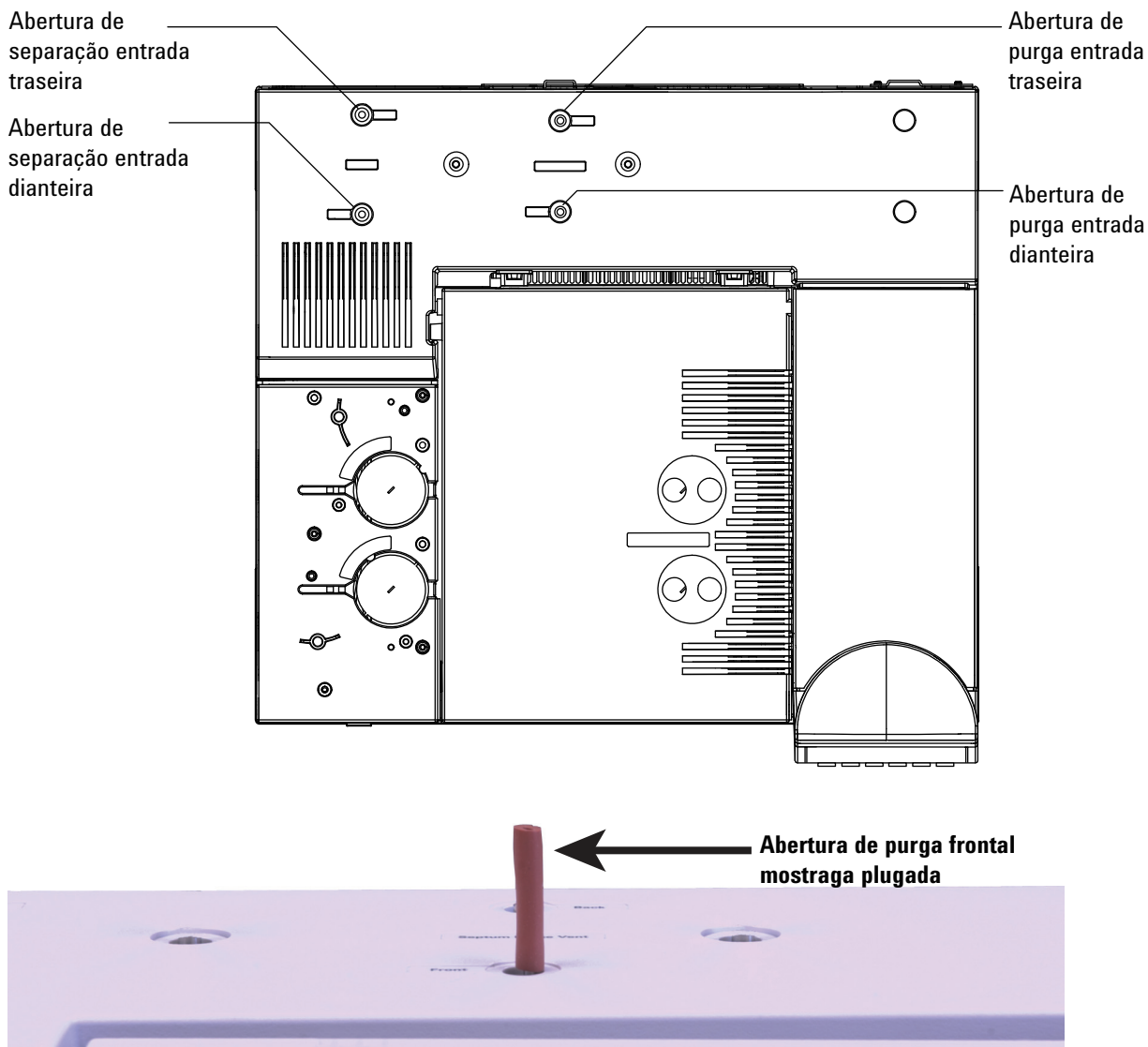
Se você sabe que existe vazamento, verifique primeiro as conexões do injetor acessíveis externamente, em especial conexões que tenham passado recentemente por manutenção, como a porca do septo, o adaptador de coluna, a conexão de coluna etc. Consulte [“Para verificar se há vazamentos externos”](#).

O teste de vazamento de queda de pressão descrito abaixo requer que a coluna seja removida e que a conexão entre a coluna e o injetor seja bloqueada. Esse teste consegue ou não encontrar os seguintes tipos de vazamento:

O teste consegue encontrar vazamentos em:	O teste não consegue encontrar vazamentos em:
septo	conexão da coluna
porca do septo ou torre de resfriamento	conexões entre o cilindro de gás e o módulo de controle de pressão.
selos da tubulação entre o módulo do injetor de fluxo e o corpo do injetor	
corpo do injetor	

- 1 Obtenha o seguinte (consulte [Consumíveis e peças do injetor COC](#)):
 - Anilha "cega"
 - Chave de boca de 1/4 de polegada
 - Luvas resistentes ao calor (se o injetor estiver quente)
 - Porca da coluna
 - Septo novo
 - Plugue do detector ECD/TCD (no. peça 5060-9055)
- 2 Carregue o [método de manutenção do injetor](#) e espere até que o GC esteja pronto.
- 3 Remova a coluna, se estiver instalada.
- 4 Encaixe a conexão da coluna com uma porca de coluna e uma anilha "cega".
- 5 Remova o septo antigo e substitua-o por um novo. Consulte [Para substituir o septo no injetor COC](#).
- 6 Insira um ponto de ajuste de pressão de 25 psi (172 kPa). Certifique-se de que a pressão fornecida para o GC seja de pelo menos 10 psi (70 kPa) mais alta que a pressão do injetor.
- 7 Aguarde cinco minutos para a pressão se equilibrar. Se não for possível atingir a pressão, significa que há um vazamento grande ou a pressão de fornecimento de gás está baixa demais.
- 8 Defina o fluxo de **Septum purge** em 3,0 mL/min.
- 9 Aguarde até que a temperatura do injetor se estabilize. Alterações de temperatura podem invalidar o teste.

- 10 Vede a conexão da purga do septo com o mesmo plugue usado no detector ECD/TCD.



- 11 No teclado, pressione **[Service Mode]**. Selecione **Diagnostics > Front or Back Inlet > Pneumatics Control > Septum Purge control**.
- 12 Vá até **Constant duty cycle** e insira **50**. Aguarde 10 segundos.
- 13 Pressione **[Front or Back Inlet]**. Vá até **Pressure** e pressione **Off/No**.
- 14 Desligue rapidamente o fornecimento de gás de arraste no regulador, se possível. O objetivo é evitar que qualquer pressão residual das linhas de fornecimento vaze *para dentro* do sistema fechado e faça a pressão aumentar e mascarar vazamentos. (Esses vazamentos através do módulo

EPC geralmente não causam impacto nas corridas.)

Se a configuração não incluir válvulas de interrupção da linha de gás até o GC ou se a alteração da pressão de fornecimento não for prática, ignore esta etapa. Se houver um volume relativamente grande nos tubos de alimentação que vão até o GC, considere se pode haver ou não um vazamento *dentro* do sistema ao avaliar os resultados dos testes.

- 15** Monitore a pressão por 10 minutos. Use o cronômetro, pressionando [Time] e [Enter].

Uma queda de pressão de menos de 1.0 psig (0.1 psi/min ou menos; 6.9 kPa ou 0.69 kPa/min) é aceitável.

Se a pressão cair bem mais rápido do que a taxa aceitável, consulte [“Para corrigir vazamentos em injetores On-Column”](#). Teste novamente.

- 16** Depois que o injetor for aprovado no teste, restaure o GC à condição de operação.
- Restaure as pressões de fonte.
 - Remova as porcas "cegas"/plugues.
 - Recoloque a coluna.
 - Restaure a configuração correta de coluna.
 - Carregue o método de operação.

Para corrigir vazamentos em injetores On-Column

Se um injetor não for aprovado no teste de queda de pressão, verifique o seguinte:

- Verifique as porcas "cegas"/plugues usados no teste. Confira se cada um está corretamente instalado e apertado.
- Se você tiver feito o teste de vazamento depois de ter feito a manutenção, confira a instalação correta das peças manipuladas durante a manutenção.
- Verifique se a porca do septo ou a torre de resfriamento estão apertadas. Consulte [Para substituir a porca do septo ou a torre de resfriamento e o septo no injetor COC](#).
- Verifique o septo. Substitua-o, caso esteja velho ou danificado.
- Certifique-se de que a temperatura do injetor tenha permanecido constante durante o teste.

Se esses itens não resolverem o problema, entre em contato com a Agilent para manutenção.

Para realizar um teste de queda de pressão no PTV

Veja o procedimento abaixo.

Se o teste falhar:

- Verifique a porca "cega" da coluna e a conexão de bloqueio da purga do septo.
- Verifique a cabeça do septo. Aperte-a, se necessário.
- [Substitua](#) o septo, se necessário.
- Se estiver utilizando uma conexão sem septo, ajuste-a. [Remonte](#), se necessário.
- Inspecione e [reinstale](#) o liner, caso esteja vazando.
- [Substitua](#) o adaptador do injetor, caso esteja vazando.
- Ajuste o filtro da tubulação de saída do divisor, se necessário, ou [instale](#) um novo cartucho e O-rings.
- Aperte a conexão da tubulação de saída do divisor do injetor.

Para realizar um teste de queda de pressão no PTV

O teste de queda de pressão verifica se há vazamento desde o módulo do fluxo do injetor até a conexão da coluna.

Depois de fazer a manutenção, primeiro verifique se há vazamento em áreas acessíveis externamente.

Consulte [“Para verificar se há vazamentos externos”](#).

Se você sabe que existe vazamento, verifique primeiro as conexões do injetor acessíveis externamente, em especial conexões que tenham passado recentemente por manutenção, como a porca do septo, o adaptador de coluna, a conexão de coluna etc.

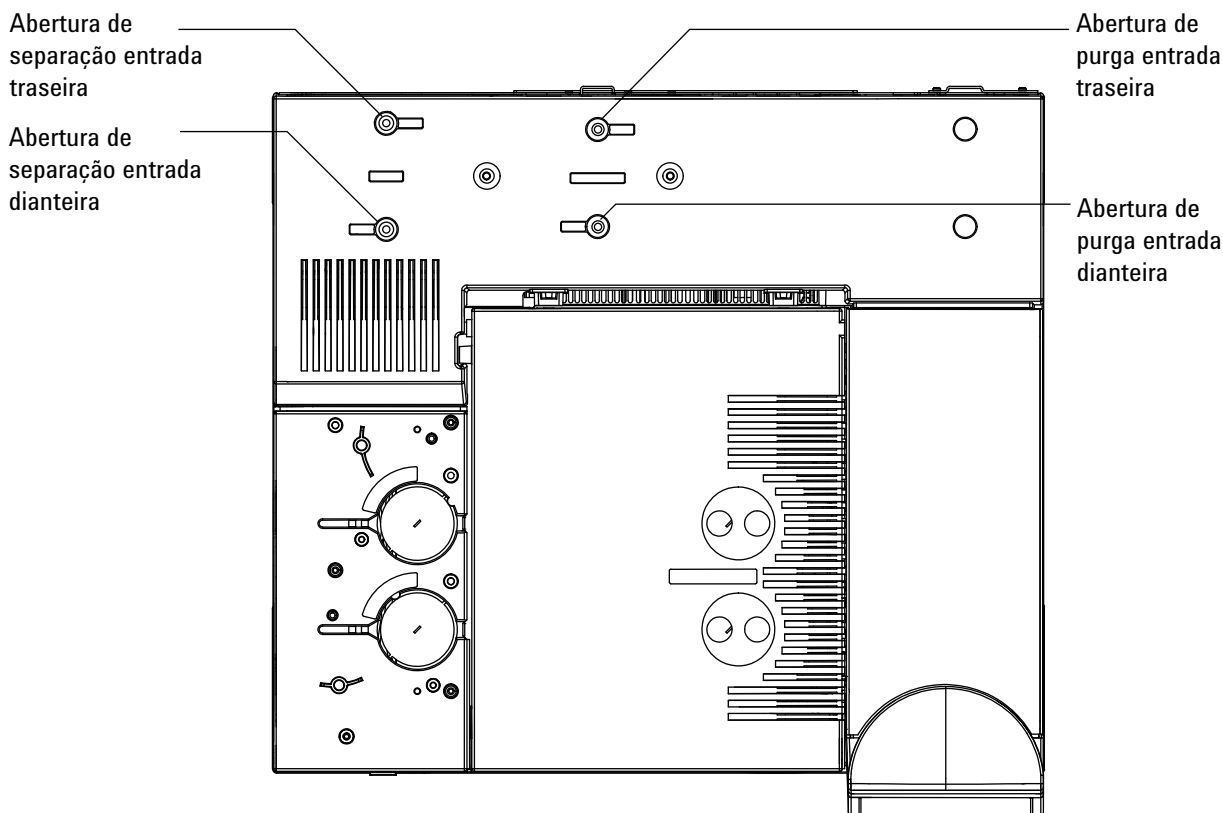
O teste de vazamento de queda de pressão descrito abaixo requer que a coluna seja removida e que a conexão entre a coluna e o injetor seja bloqueada. Esse teste consegue ou não encontrar os seguintes tipos de vazamento:

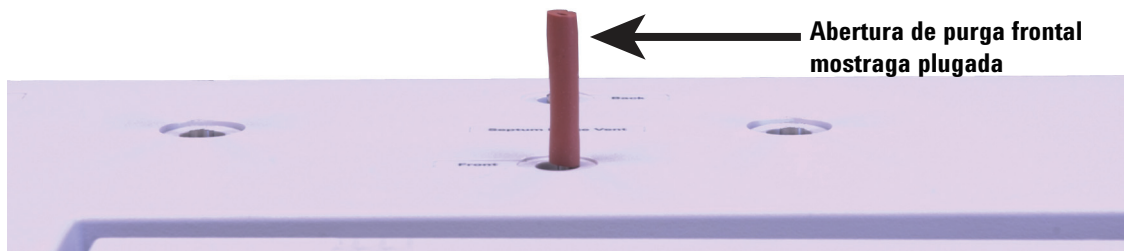
O teste consegue encontrar vazamentos em:	O teste não consegue encontrar vazamentos em:
septo	conexão da coluna
porca do septo	conexões entre o cilindro de gás e o módulo de controle de pressão.
selo do O-ring do-Liner	tubos e conexões em uma linha de transferência conectada ao injetor
Washer do selo dourado e conexões de redução.	
corpo do injetor	
válvula da tubulação de saída do divisor no módulo de controle	
válvula de purga do septo no módulo de controle	
filtro e tubulação de saída do divisor	
tubulação da purga do septo	
selos da tubulação entre o módulo do injetor de fluxo e o corpo do injetor	

- Obtenha o seguinte (consulte [Consumíveis e peças do injetor do PTV](#))
 - Anilha "cega"
 - Chave de boca de 1/4 de polegada
 - Luvas resistentes ao calor (se o injetor estiver quente)
 - Porca da coluna
 - Septo novo
 - Nova anilha Graphpak 3D e liner
 - Plugue do detector ECD/TCD (no. peça 5060-9055)
- Carregue o [método de manutenção do injetor](#) e espere até que o GC esteja pronto.
- Remova a coluna, se estiver instalada.
- Encaixe a conexão da coluna com uma porca de coluna e uma anilha "cega".
- Se estiver usando a conexão com septo e desconhecer a qualidade do septo (ou microsselo) e da anilha GRAPHPACK-3D no liner de vidro, substitua-os agora.

Consulte [Para substituir o septo no injetor do PTV](#) e [Para substituir o liner no injetor do PTV](#).

- 6 Defina o injetor como **Modo com divisão (Split)**.
- 7 Configure a coluna com comprimento 0.
- 8 Defina a temperatura do injetor em 100 °C.
- 9 Defina **Total flow** em 60 mL/min.
- 10 Insira um ponto de ajuste de pressão de 25 psi (172 kPa).
Certifique-se de que a pressão fornecida para o GC seja de pelo menos 10 psi (70 kPa) mais alta que a pressão do injetor.
- 11 Se não for possível atingir a pressão, significa que há um vazamento grande ou a pressão de fornecimento de gás está baixa demais.
- 12 Defina o fluxo de **Septum purge** em 3,0 mL/min.
- 13 Aguarde até que a temperatura do injetor se estabilize.
Alterações de temperatura podem invalidar o teste.
- 14 Vede a conexão da purga do septo com o mesmo plugue usado no detector ECD/TCD.





- 15 No teclado, pressione [**Service Mode**]. Selecione **Diagnostics > Front or Back Inlet > Pneumatics Control > Septum Purge control**.
- 16 Vá até **Constant duty cycle** e insira **50**. Aguarde 10 segundos.
- 17 Pressione [**Front or Back Inlet**]. Vá até **Pressure** e pressione **Off/No**.
- 18 Desligue rapidamente o fornecimento de gás de arraste no regulador, se possível. O objetivo é evitar que qualquer pressão residual das linhas de fornecimento vaze *para dentro* do sistema fechado e faça a pressão aumentar e mascarar vazamentos. (Esses vazamentos através do módulo EPC geralmente não causam impacto nas corridas.) Se a configuração não incluir válvulas de interrupção da linha de gás até o GC ou se a alteração da pressão de fornecimento não for prática, ignore esta etapa. Se houver um volume relativamente grande nos tubos de alimentação que vão até o GC, considere se pode haver ou não um vazamento *dentro* do sistema ao avaliar os resultados dos testes.
- 19 Monitore a pressão por 10 minutos. Use o cronômetro, pressionando [**Time**] e [**Enter**].
 Uma queda de pressão de menos de 0,5 psig (0,05 psi/min ou menos; 3,4 kPa ou 0,34 kPa/min) é aceitável.
 Se a pressão cair bem mais rápido do que a taxa aceitável, consulte [“Para corrigir vazamentos nos injetores do PTV”](#).
 Teste novamente.
 Observe que o tamanho do liner tem impacto sobre a queda de pressão. Um injetor com um liner de volume menor não tolera uma taxa de vazamento tão grande quanto um injetor com um liner de volume maior.
- 20 Depois que o injetor for aprovado no teste, restaure o GC à condição de operação.
 - Restaure as pressões de fonte.
 - Remova as porcas "cegas"/plugues.
 - Recoloque a coluna.
 - Restaure a configuração correta de coluna.
 - Carregue o método de operação.

Para corrigir vazamentos nos injetores do PTV

Se um injetor não for aprovado no teste de queda de pressão, verifique o seguinte:

- Verifique as porcas "cegas"/plugues usados no teste. Confira se cada um está corretamente instalado e apertado.
- Se você tiver feito o teste de vazamento depois de ter feito a manutenção, confira a instalação correta das peças manipuladas durante a manutenção.
- Se estiver usando uma conexão de septo, verifique se a porca do septo está apertada. Consulte [Para substituir o septo no injetor do PTV](#).
- Se estiver usando uma conexão de septo, verifique o septo. Substitua-o, caso esteja velho ou danificado.
- Verifique se o conjunto com (ou sem) septo está instalado com firmeza.
- Substitua o liner e a anilha Graphpak 3D. Consulte [Para substituir o liner no injetor do PTV](#).
- Verifique o selo do adaptador Graphpak em relação ao corpo do injetor. Substitua o selo prateado e reinstale o adaptador, se necessário. Consulte [Para substituir o adaptador do injetor para o injetor do PTV](#).
- Se estiver usando conexão sem septo, veja se há vazamento em torno da tampa guia. Substitua a anilha de PTFE na tampa guia. Consulte [Para substituir a anilha de PTFE em um injetor do PTV](#).
- Verifique se há vazamento no filtro da tubulação de saída do divisor. Aperte conforme necessário. Substitua o filtro da tubulação de saída do divisor e os -O-rings. Consulte [Para substituir o filtro na tubulação de saída do divisor do injetor do PTV](#).
- Certifique-se de que a temperatura do injetor tenha permanecido constante durante o teste.

Se esses itens não resolverem o problema, entre em contato com a Agilent para manutenção.

Para realizar um teste de queda de pressão na VI

Veja o procedimento abaixo.

Para obter informações sobre como fazer o teste de queda de pressão para a VI, consulte a documentação de usuário do GC.

Se o teste falhar:

- Verifique a porca "cega" da coluna e a conexão de bloqueio da purga do septo.
- Aperte as conexões pneumáticas na interface dos voláteis. Instale novos selos, se necessário.
- Ajuste o filtro da tubulação de saída do divisor, se necessário, ou [instale](#) um novo cartucho e O-rings.
- Ajuste o filtro da tubulação de saída do divisor, se necessário, ou [instale](#) um novo cartucho e O-rings.
- Use um detector de vazamentos eletrônico para verificar a tubulação desde a interface até o módulo de fluxo.
- Use um detector de vazamentos eletrônico para verificar se há vazamento no módulo de fluxo.

Para realizar um teste de queda de pressão na VI

O teste de queda de pressão verifica se há vazamento desde o módulo do fluxo do injetor até a conexão da coluna.

Primeiro teste a VI com um sistema de amostragem instalado. Se o sistema não for aprovado no teste de vazamento, isole a VI do amostrador, conforme descrito em [“Para preparar a VI para um Leak Check de sistema fechado”](#) na página 178.

Depois de fazer a manutenção, primeiro verifique se há vazamento em áreas acessíveis externamente.

Consulte [“Para verificar se há vazamentos externos”](#).

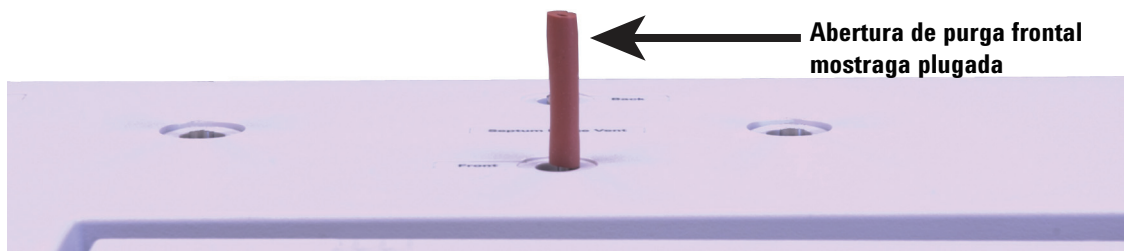
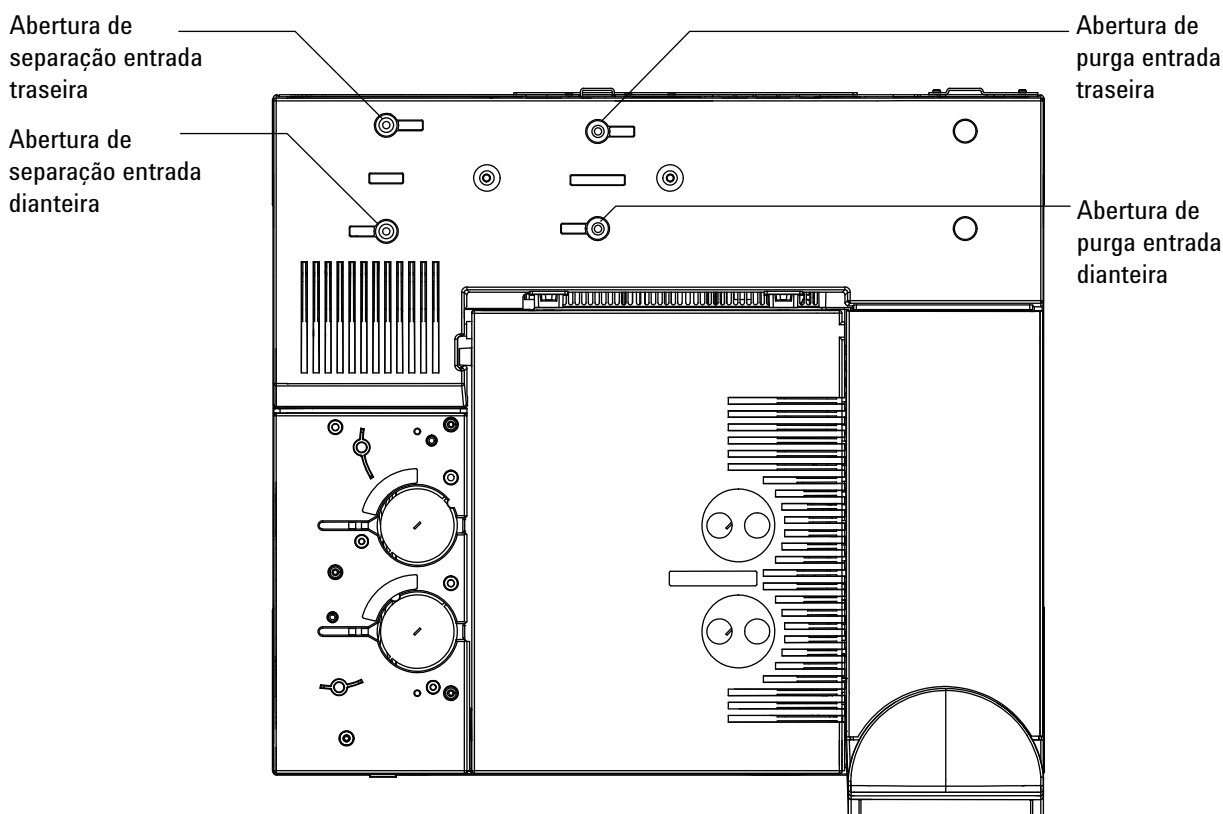
Se você sabe que existe vazamento, verifique primeiro as conexões do injetor acessíveis externamente, em especial conexões que tenham passado recentemente por manutenção, como a conexão de coluna, a tubulação de saída do divisor etc.

O teste de vazamento de queda de pressão descrito abaixo requer que a coluna seja removida e que a conexão entre a coluna e o injetor seja bloqueada. Esse teste consegue ou não encontrar os seguintes tipos de vazamento:

O teste consegue encontrar vazamentos em:	O teste não consegue encontrar vazamentos em:
conexão do amostrador	conexão da coluna
conexão da linha de sensor de pressão até a interface	conexões entre o cilindro de gás e o módulo de controle de pressão.
conexão da tubulação de saída do divisor até a interface	tubos e conexões em uma linha de transferência conectada ao injetor
o caminho inteiro de fluxo de amostra do amostrador conectado	
válvula da tubulação de saída do divisor no módulo de controle	
válvula de purga do septo no módulo de controle	
filtro e tubulação de saída do divisor	

- 1 Reúna os seguintes itens (consulte [Consumíveis e peças para VI](#)):
 - Anilha "cega"
 - Chave de boca de 1/4 de polegada
 - Luvas resistentes ao calor (se o injetor estiver quente)
 - Porca de coluna longa
 - Plugue do detector ECD/TCD (no. peça 5060-9055)
- 2 Carregue o [método de manutenção do injetor](#) e espere até que o GC esteja pronto.
- 3 Remova a coluna, se estiver instalada.
- 4 Encaixe a conexão da coluna com uma porca de coluna e uma anilha "cega".
- 5 Defina o injetor como **Modo com divisão (Split)**.
- 6 Configure a coluna com comprimento 0.
- 7 Defina a temperatura do injetor em 100 °C.
- 8 Defina **Total flow** em 60 mL/min.
- 9 Insira um ponto de ajuste de pressão de 25 psi (172 kPa). Certifique-se de que a pressão fornecida para o GC seja de pelo menos 10 psi (70 kPa) mais alta que a pressão do injetor.
- 10 Se não for possível atingir a pressão, significa que há um vazamento grande ou a pressão de suprimento está baixa demais.

- 11 Defina o fluxo de **Septum purge** em 3,0 mL/min.
- 12 Aguarde até que a temperatura do injetor se estabilize. Alterações de temperatura podem invalidar o teste.
- 13 Vede a conexão da purga do septo com o mesmo plugue usado no detector ECD/TCD.



- 14 No teclado, pressione [**Service Mode**]. Selecione **Diagnostics > Front or Back Inlet > Pneumatics Control > Septum Purge control**.
- 15 Vá até **Constant duty cycle** e insira **50**. Aguarde 10 segundos.
- 16 Pressione [**Front or Back Inlet**]. Vá até **Pressure** e pressione **Off/No**.
- 17 Desligue rapidamente o fornecimento de gás de arraste no regulador, se possível. O objetivo é evitar que qualquer

pressão residual das linhas de fornecimento vaze *para dentro* do sistema fechado e faça a pressão aumentar e mascarar vazamentos. (Esses vazamentos através do módulo EPC geralmente não causam impacto nas corridas.) Se a configuração não incluir válvulas de interrupção da linha de gás até o GC ou se a alteração da pressão de fornecimento não for prática, ignore esta etapa. Se houver um volume relativamente grande nos tubos de alimentação que vão até o GC, considere se pode haver ou não um vazamento *dentro* do sistema ao avaliar os resultados dos testes.

- 18** Monitore a pressão por 10 a 15 minutos. Use o cronômetro, pressionando [Time] e [Enter].

A pressão deve cair cerca de 1 psi (6,9 kPa) durante os primeiros 1 ou 2 minutos. Após uma queda de pressão inicial de cerca de 1 psi, a pressão não deve cair mais do que 0,03 psi/min (0,21 kPa/min).

Se a queda de pressão for de 0,03 psi/min ou menos, você pode considerar que não há vazamento no sistema de amostrador de gás da interface.

Se a pressão cair mais rápido do que a taxa aceitável, você deve verificar separadamente a interface e os sistemas do amostrador, para descobrir a fonte do vazamento. Consulte [“Para preparar a VI para um Leak Check de sistema fechado”](#) para criar um sistema fechado de fluxo, depois volte para essa seção e siga as etapas 10 a 16.

Se você encontrar algum vazamento na interface, consulte [“Para corrigir vazamentos na interface de voláteis”](#).

Se não houver vazamento na interface, verifique a pressão do dispositivo de amostragem. Consulte o manual de operação do amostrador para obter instruções.

- 19** Depois que a VI for aprovada no teste, restaure o GC à condição de operação.
- Restaure as pressões de fonte.
 - Remova as porcas "cegas"/plugues.
 - Se necessário, reconecte o dispositivo de amostragem.
 - Recoloque a coluna.
 - Restaure a configuração correta de coluna.
 - Carregue o método de operação.

Para preparar a VI para um Leak Check de sistema fechado

Para realizar o Leak Check na interface, independentemente do dispositivo de amostragem de gás, você deve desconectar o amostrador da interface para isolar do amostrador o sistema de fluxo da interface.

ADVERTÊNCIA

Cuidado! O forno e/ou o injetor podem estar muito quentes e causar queimaduras. Se um deles estiver quente, use luvas resistentes ao calor para proteger as mãos.

- 1 Reúna o seguinte:
 - Porca de 1/16 de polegada para linha de transferência
 - Anilha para linha de transferência
 - Luvas resistentes ao calor (se o injetor estiver quente)
- 2 Desconecte da interface a linha de transferência.
- 3 Desconecte do amostrador a linha de arraste.
- 4 Prepare a extremidade da linha de arraste usando uma porca macho de 1/16 de polegada e uma anilha.
- 5 Conecte a linha de arraste à interface de onde você removeu a linha de transferência e aperte a porca com os dedos. Aperte mais 1/4 a 1/2 volta com uma chave de 1/4 de polegada.
- 6 Volte para “[Para realizar um teste de queda de pressão na VI](#)” e repita as etapas 9 a 16.

Para corrigir vazamentos na interface de voláteis

Se um injetor não for aprovado no teste de queda de pressão, verifique o seguinte:

- As tampas e os plugues usados no teste. Confira se cada um está corretamente instalado e apertado.
- Se você tiver feito o teste de vazamento depois de ter feito a manutenção, confira a instalação correta das peças manipuladas durante a manutenção.
- As conexões da tubulação de saída do divisor e do sensor de pressão na interface.
- A conexão do amostrador à interface.
- O amostrador.

Se esses itens não resolverem o problema, entre em contato com a Agilent para manutenção.



8

Tarefas de solução de problemas

- Para medir um fluxo na coluna 182
- Para medir o fluxo da tubulação de saída do divisor ou de purga do septo 186
- Para medir um fluxo do detector 188
- Para realizar o autoteste do GC 193
- Para verificar ou monitorar a backpressure da tubulação de saída do divisor 194
- Para executar a verificação do filtro do injetor 197
- Para realizar um teste de restrição da tubulação de saída do divisor do SS 199
- Para verificar se há contaminação na tubulação de saída do divisor 200
- Para ajustar o lit offset do FID 202
- Para verificar se a chama do FID está acesa 203
- Para verificar a função do ignitor do FID durante a sequência de ignição 204
- Para medir o vazamento de corrente do FID 205
- Para medir a saída de linha de base do FID 206
- Para isolar a causa do ruído do FID 207
- Para medir o vazamento de corrente no NPD 208
- Para verificar se um jet do FID está obstruído 209
- Para verificar se um jet de NPD está obstruído 210
- Para verificar se a pérola do NPD está acesa 211
- Para verificar se a chama do FPD está acesa 212
- Para ajustar o lit offset do FPD 213
- Quando é hora de trocar os purificadores (filtros) de gás 214
- Para ignorar o estado de prontidão de um dispositivo 215
- Para usar o cronômetro 216



Para medir um fluxo na coluna

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

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

ADVERTÊNCIA

O hidrogênio (H₂) é inflamável e representa risco de explosão quando misturado ao ar em um espaço fechado (por exemplo, em um medidor de fluxo). Purgue os medidores de fluxo com gás inerte conforme a necessidade. Sempre meça os gases individualmente. Sempre desligue os detectores para impedir a autoignição de chamas/pérolas.

ADVERTÊNCIA

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 apropriado para medidores de fluxo/fluxímetro (encontrado no kit que acompanha o GC).
 - Fluxímetro 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 fluxímetro varia de acordo com o modelo. Modifique o adaptador para a tubulação do fluxímetro conforme a necessidade.

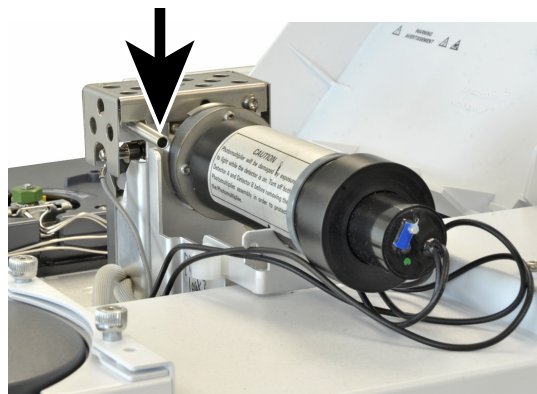
Um tubo adaptador de borracha de 1/8 de polegada se conecta diretamente a uma ventilação de exaustão de TCD, ou uECD.



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 O-ring 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 fluxímetro 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 fluxímetro.



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

Medição do fluxo de coluna NPD

1 Reúna o seguinte:

- Ferramenta adaptadora de fluxímetro NPD (G1534-60640)



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

2 Defina a tensão da Pérola em 0.0 V.

3 Esfrie o NPD para 100 °C.

ADVERTÊNCIA

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 a pérola** e guarde-a com cuidado até a reinstalação.

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

- 6 Anexe o insert de medição de fluxo à ferramenta adaptadora de fluxímetro para NPD.



- 7 Posicione a tubulação do fluxímetro sobre o insert de medição de fluxo para começar a medir fluxos.

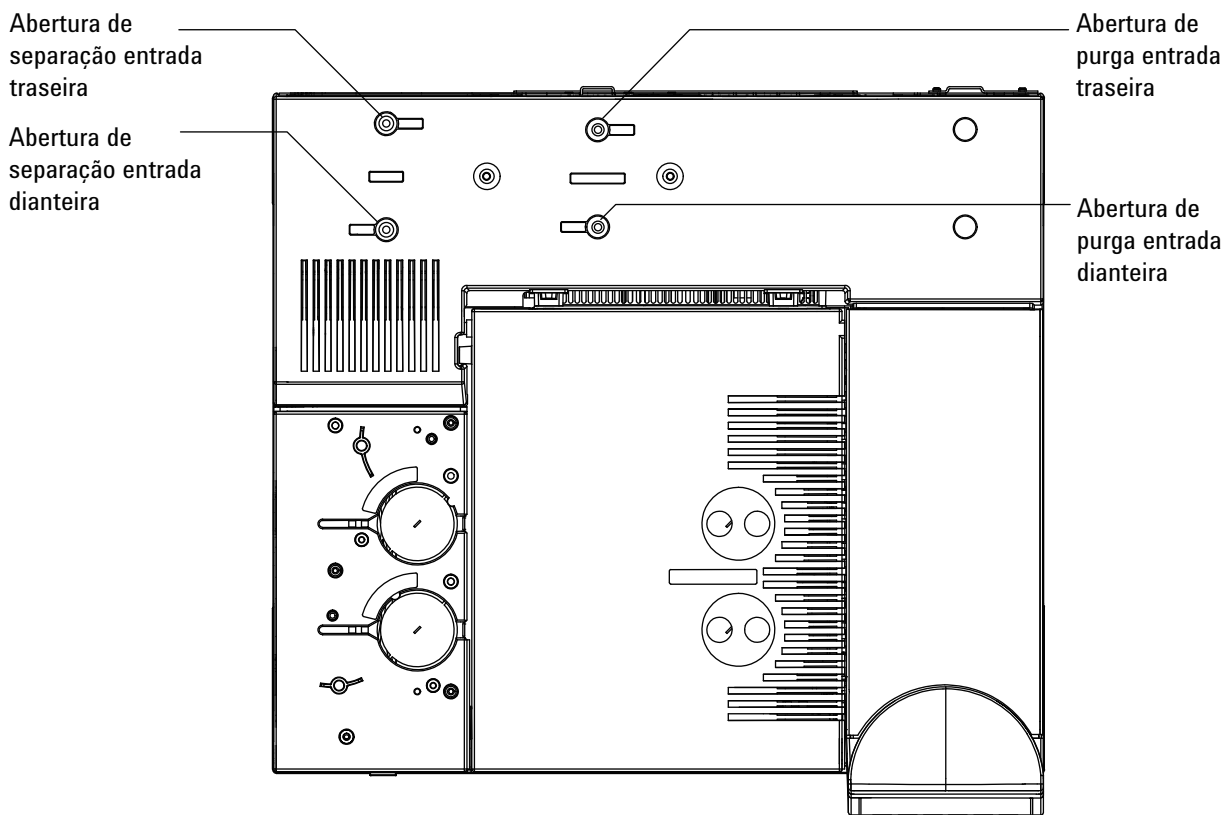
Para medir o fluxo da tubulação de saída do divisor ou de purga do septo

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

ADVERTÊNCIA

O hidrogênio (H₂) é inflamável e representa risco de explosão quando misturado ao ar em um espaço fechado (por exemplo, em um medidor de fluxo). Purgue os medidores de fluxo com gás inerte conforme a necessidade. Sempre meça os gases individualmente. Sempre desligue os detectores para impedir a autoignição de chamas/pérolas.

Os fluxos da tubulação de saída do divisor ou de purga do septo saem pelo módulo pneumático na parte superior traseira do GC. Veja a figura abaixo.



Para medir o fluxo da tubulação de saída do divisor ou de purga do septo, anexe o fluxímetro ao tubo apropriado. Remova a tampa pneumática do GC para acessar os exaustores dos injetores posteriores.

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



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

Para medir um fluxo do 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)
- Jet obstruído(FID, NPD).
- Vazamento na câmara do queimador, na vedação da janela ou na vedação do ignitor (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

ADVERTÊNCIA

O hidrogênio (H₂) é inflamável e representa risco de explosão quando misturado ao ar em um espaço fechado (por exemplo, em um medidor de fluxo). Purgue os medidores de fluxo com gás inerte conforme a necessidade. Sempre meça os gases individualmente. Sempre desligue os detectores para impedir a autoignição de chamas/pérolas.

1 Reúna o seguinte:

- Tubo adaptador apropriado para medidores de fluxo/fluxímetro (encontrado no kit que acompanha o GC).
- Fluxímetro 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 fluxímetro varia de acordo com o modelo. Modifique o adaptador para a tubulação do fluxímetro 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 O-ring é pressionado para dentro da ventilação de exaustão do detector. Gire e empurre o adaptador durante a inserção para garantir uma boa vedação.



8 Tarefas de solução de problemas

Para o FPD, remova a tubulação de plástico do exaustor do FPD e conecte o fluxímetro 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 fluxímetro.



- 8 Conecte o fluxímetro ao adaptador do fluxímetro.
- 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 fluxímetro NPD (G1534-60640)



- Insert de medição de fluxo (19301-60660)
 - Fluxímetro eletrônico calibrado para as taxas de gás e fluxo de interesse.
- 2 Defina a tensão da Pérola em 0.0 V.
 - 3 Esfrie o NPD para 100 °C.

ADVERTÊNCIA

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 a pérola** e guarde-a com cuidado até a reinstalação.
- 5 Insira a ferramenta adaptadora de fluxímetro NPD no coletor NPD.

- 6** Anexe o insert de medição de fluxo à ferramenta adaptadora de fluxímetro para NPD.



- 7** Posicione a tubulação do fluxímetro sobre o insert 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 7890B GC
B.xx.xx [xxx]

Power on successful

Para verificar ou monitorar a backpressure da tubulação de saída do divisor

A Agilent oferece um teste integrado que mede a backpressure no filtro da tubulação de saída do divisor e na linha para os injetores com/sem divisor, multimodo, PTV e VI. O teste mede a pressão desenvolvida no caminho do fluxo da tubulação de saída do divisor a uma taxa de fluxo específica, selecionada pelo usuário. Essa taxa de fluxo pode ser o ponto de ajuste de **fluxo com divisor** 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 backpressure esperada na tubulação de saída do divisor. Depois você pode tornar a executar o teste periodicamente para determinar se o filtro precisa ou não ser substituído antes que tenha impacto sobre sua cromatografia.

A pressão medida pelo teste depende:

- Do liner 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 liner
- Contaminação no selo dourado (apenas para injetores com/sem divisor)
- Restrições na linha da tubulação de saída do divisor, como contaminação com amostra condensada no filtro e na linha de tubulação de saída do divisor.

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 da cabeça da coluna desejada, isso significa que até mesmo uma pequena quantidade de restrição na tubulação de saída do divisor pode fazer o GC não ficar em estado de prontidão (Ready). Você pode querer instalar um liner diferente, ou ajustar o método (para liner sem divisor, tente reinstalar o liner primeiro. Os liners sem divisor criam mais backpressure do que liners com divisor, e com isso pequenas variações na orientação podem fazer diferença em pressões baixas na cabeça da coluna).

Para definir um limite de aviso para a verificação do filtro do injetor.

Para usar a verificação do filtro do injetor para monitorar o filtro da tubulação de saída do divisor:

- 1 Substitua o filtro da tubulação de saída do divisor se ele tiver sido usado para muitas injeções de amostras. Certifique-se de que o GC esteja limpo:
 - Substitua o hardware da entrada caso necessário.
 - Verifique se a tubulação de saída do divisor está livre de contaminação ou restrições.
- 2 Execute a verificação do filtro do injetor. Consulte [“Para executar a verificação do filtro do injetor”](#).
- 3 Observe a pressão. Essa leitura é a backpressure esperada de um sistema limpo com o liner instalado.
- 4 Determine um limite prático de backpressure para a tubulação de saída do divisor.

Use o GC normalmente. Torne a executar a verificação do filtro do injetor periodicamente. O filtro da tubulação de saída do divisor precisa ser trocado quando:

- Há problemas cromatográficos relacionados a uma restrição na tubulação de saída do divisor, geralmente uma baixa repetibilidade da área no modo dividido (Split), ou
- A pressão de teste relatada se aproxima do ou excede o ponto de ajuste de pressão da cabeça da coluna do método.

Execute a verificação do filtro do injetor e observe a pressão. Troque o filtro da tubulação de saída do divisor.

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

Agora que você sabe quando o filtro precisa ser trocado, 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 medida exceder o limite, ative o indicador Service Due.
- **Fault if pressure check:** Se a pressão medida exceder o limite, deixa-se 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 o filtro da tubulação de saída do divisor.

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 do filtro do injetor

- 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 do filtro do injetor

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 do filtro do injetor 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 este teste é de 400 ml/min para hélio ou hidrogênio como gás de arraste ou 150 ml/min para nitrogênio como gás de arraste, porém é possível encontrar outros valores mais apropriados para 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**, em que x.xx é a pressão atual.

Se o injetor não puder alcançar o ponto de ajuste de teste, verifique se há vazamento (no injetor, no filtro da tubulação de saída do divisor ou na linha da tubulação de saída do divisor), ou baixa pressão do gás de alimentação.

- 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 backpressure da tubulação de saída do divisor”](#).

Pressões típicas para um caminho de fluxo com divisor limpo são:

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

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

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 um injetor com divisor](#).

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 da tubulação de saída do divisor do SS

Use o teste de restrição da tubulação de saída do divisor no Agilent Instrument Utilities para determinar uma restrição anormal no caminho do fluxo da tubulação de saída do divisor. Abra o software, selecione o GC e execute o teste para o injetor. (Como alternativa, consulte [“Para executar a verificação do filtro do injetor”](#).)

Se o teste falhar:

- Considere se a configuração excede as [pressões mínimas viáveis](#) que podem ser obtidas pelo GC. Consulte também a [Tabela 4](#).
- Considere o liner usado. A Agilent [recomenda](#) um liner de queda de pressão baixa para análises divididas, número da peça 5183-4647.
- [Substitua](#) o filtro da tubulação de saída do divisor.
- Inspecione e [substitua](#) o selo dourado. Se não estiver usando o liner "Pressure Drop", considere instalar um selo dourado de alto fluxo, 5182-9652.
- Verifique se há contaminação na tubulação de saída do divisor. Consulte [“Para verificar se há contaminação na tubulação de saída do divisor”](#).

Se o problema continuar, entre em contato com a Agilent para assistência técnica.

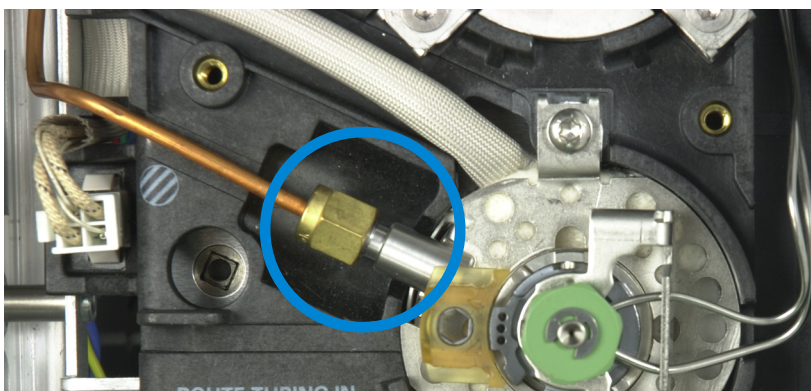
Para verificar se há contaminação na tubulação de saída do divisor

Esse procedimento se aplica a injetores multimodo e com/sem divisor.

ADVERTÊNCIA

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

- 1 Reúna o seguinte:
 - Chave de boca de 7/16-polegadas
 - Chave de boca, sextavada para troca de septo
 - Luvas resistentes ao calor, se o injetor estiver quente
 - Escovas de limpeza
- 2 Carregue o [método de manutenção do injetor](#) e espere até que o GC esteja pronto.
- 3 Afrouxe a porca Swagelok de 1/8 pol. que veda a linha da tubulação de saída do divisor de cobre até a porta de injeção.



- 4 Inspeção a linha de cobre do divisor de 1/8 de polegada em busca de amostra condensada. Esvazie ou substitua a linha da tubulação de saída de cobre do divisor.
- 5 Remova a conexão do septo.
- 6 Verifique bloqueios na conexão do tubo divisor na tubulação soldada. Limpe o tubo divisor com uma escova e um solvente apropriado.
- 7 Remonte o injetor com/sem divisor e execute o teste de restrição da tubulação de saída do divisor para verificar se há restrições no caminho do fluxo da tubulação de saída do

divisor. Se o injetor 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 ajustar o lit offset 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 Lit Offset deve ser de < 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.
- Inspeção o jet para ver se há contaminação.
- Verifique se o jet está instalado corretamente.
- Verifique todas as conexões da coluna em busca de vazamentos.

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

ADVERTÊNCIA

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 ignitor pela chaminé do FID. O pequeno orifício deve se iluminar durante a sequência de ignição.

Para medir o vazamento de corrente 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**], em seguida role 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 está estável em < 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 Wander, Drift e spikes 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 bloqueado (porca cega no lugar da coluna) e aceso, usando somente H₂/ar e gás auxiliar (Makeup) do detector. Se for aprovado, suspeite de que haja gás de arraste/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 gás auxiliar (Make up) para "Off". Se for aprovado, suspeite de que haja gás de contaminação no gás auxiliar / Make up.
- 3 Se o teste de ruído ainda não for aprovado, consulte [Para medir o vazamento de corrente do FID](#). Se o teste de vazamento falhar, substitua ou limpe o coletor e os isoladores de PTFE, 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 PTFE](#), a [interconexão](#) com mola e/ou todo o conjunto de [eletrômetro](#) do FID.
- 4 Se o teste de vazamento de corrente estiver OK, suspeite de que haja contaminação no jet ou contaminação no suprimentos dos gases do detector (H₂ ou ar), nos filtros ou na tubulação, principalmente se o background do detector quando aceso for > 20 pA.

Para medir o vazamento de corrente no 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 (vazamento de corrente) é estável e $< 1,0 \text{ pA}$.
- 5 A saída deve cair lentamente rumo a $0,0 \text{ pA}$ e deve se estabilizar em 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:

- Inspeccione o [jet](#) 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 jet](#)

Para verificar se um jet do FID está obstruído

A causa mais comum de problemas de ignição de FID é um jet obstruído ou parcialmente obstruído. Se o jet não estiver totalmente obstruído e a chama ainda se acender, um sintoma secundário estenderá os tempos de retenção de pico. A obstrução do jet é mais comum em colunas empacotadas ou de espessura de filme alta ou com grande sangramento além de aplicações em altas temperaturas. 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 do GC. Se o jet do FID se tornar obstruído, os fluxos do gás de arraste, H₂, e auxiliar (Makeup) serão menores do que os valores indicados pelo GC.

Para verificar se o jet de FID está obstruído:

- 1 Deixe a coluna instalada no FID. Se já tiver sido removida, bloqueie (porca "cega") a conexão do FID dentro do forno. (Deixar a coluna instalada determinará se a coluna está instalada muito alta no jet, obstruindo o orifício.)
- 2 Defina o fluxo de auxiliar (Makeup) em "Off". Confirme a leitura na tela do GC de 0,0 mL/min para o fluxo auxiliar (Makeup) 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 auxiliar (Makeup) "real"

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

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

Para verificar se um jet de NPD está obstruído

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

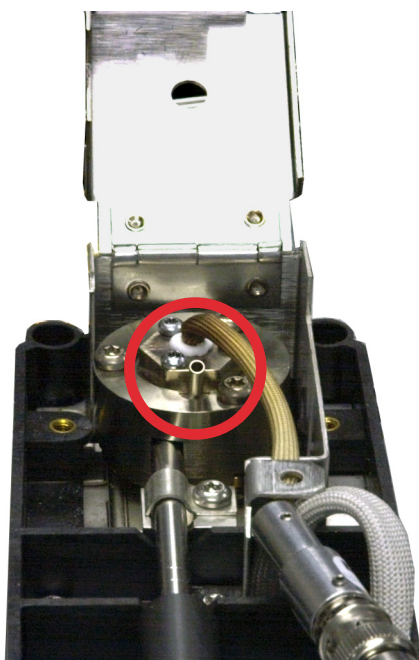
Para verificar um jet de NPD obstruído, meça os fluxos auxiliares (Makeup) e de hidrogênio reais. (Consulte [Medição dos fluxos de NPD](#).) Se os fluxos estiverem abaixo dos valores exibidos, [substitua](#) o jet.

Para verificar se a pérola do NPD está acesa

ADVERTÊNCIA

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

Para verificar se a pérola está acesa, olhe pelo orifício de ventilação na tampa do detector para ver se a pérola está incandescente (cor laranja).



A saída do NPD é selecionada pelo operador como parte do processo de ajuste do offset 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 lit offset 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 (filtros) de gás

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

A melhor maneira de saber quando é o momento certo de trocar um filtro é usar um filtro de indicação, que deve ser colocado após um filtro de alta capacidade. A Agilent recomenda o uso de filtros de indicação de vidro, como o sistema de filtro transparente de gás, com tubos transparentes que mostram uma nítida mudança de cor em resposta a contaminação. Essa mudança de cor diz ao analista que é o momento certo de trocar os filtros.

Se nenhum filtro de indicação for usado, é melhor seguir a recomendação do fabricante quanto à frequência de substituição. Normalmente, o fabricante especifica quantos cilindros de gás podem ser purificados com determinado filtro. Se desejar, é possível estimar quando se deve substituir o filtro 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, o 0,005% restante seja apenas oxigênio, será necessário ter 39 mL ou cerca de 56 mg de O₂ no cilindro. O filtro de oxigênio OT3 da Agilent, por exemplo, tem capacidade para 600 mg de O₂. Portanto, é necessário substituir o filtro OT3 a cada 10 cilindros. Essa é só uma estimativa superficial, sendo preferível trocar os filtros com bastante antecedência do que tarde demais.

Para ignorar o estado de prontidão de um dispositivo

Por padrão, o GC monitora o status de todos os dispositivos configurados (injetores, 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 corrida. Um exemplo importante é quando um aquecedor de detector ou injetor está com defeito. Normalmente, essa falha impede o GC de estar pronto e iniciar uma corrida. O GC pode ser configurado para ignorar o problema, de modo que o outro injetor ou detector possa ser usado até que o dispositivo seja consertado.

Nem todos os dispositivos podem ser ignorados. O estado de prontidão de injetores, 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 amostragem ou um amostrador automático de líquidos.

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**.



Para usar o cronômetro

No modo de cronômetro, aparece o tempo (para 0,1 segundo) e o tempo recíproco (para 0,01 min -1). Use o cronômetro quando for medir fluxos com um fluxímetro de bolha.

- 1** Pressione [**Time**] e vá até time = line.
- 2** Pressione [**Enter**] para iniciar o cronômetro.
- 3** Pressione [**Enter**] de novo para parar.
- 4** Pressione [**Clear**] para definir para zero.

Você pode acessar outras funções enquanto o cronômetro estiver rodando. Pressione [**Time**] de novo para exibir o cronômetro.