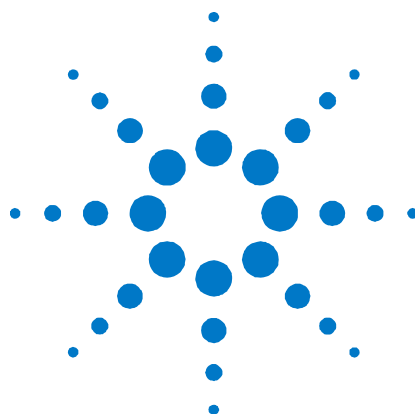




Mini Unidade de Dessorção Térmica Agilent 7667A

Instalação e Operação

Avisos

© Agilent Technologies, Inc.
2012

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

Código do manual

G4370-98030

Edição

Primeira revisão, janeiro de 2013
Impresso na China

Agilent Technologies (Shanghai)
Co., Ltd., No. 412 Yinglun Road,
Waigaoqiao Free Trade Zone,
Pudong New Area, Shanghai
Tel: (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 outro acordo por escrito com termos de garantia que cubram o material deste documento e sejam conflitantes com estes termos, devem prevalecer os termos de garantia do acordo em separado.

Avisos de segurança

CUIDADO

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

AVISO

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

Conteúdo

1. Introdução

- Introdução à Mini unidade de Dessorção Térmica 7667A 7
- Conheça melhor a Mini unidade de Dessorção Térmica 7
- Princípio de funcionamento da Mini unidade de Dessorção Térmica (Mini TD) 9
 - Gráfico do fluxo de trabalho da G4370A 10
 - Gráfico do fluxo de trabalho da G4370M 15

2. Instalação e Operação

- Preparação antes da Instalação 22
 - Peças requeridas para a instalação 22
 - Ferramentas requeridas para a instalação 26
 - Preparação e confirmação do local 26
 - Atualizar a versão do firmware do GC 26
- Instalar a G4370A 27
 - Preparar o instrumento 27
 - Instalar o tubo de aço inoxidável sem emenda na linha de transferência 28
 - Conectar a linha de transferência à entrada com/sem divisão do GC 7820A 31
 - Conectar os cabos e linhas de gás 33
 - Restaurar o GC 7820A às condições de funcionamento 33
- Instalar a G4370M 34
 - Preparar o instrumento 34
 - Instalar a G4370M no LTM GC/MSD 5975T 34
 - Conectar os cabos e linhas de gás 36
 - Restaurar o sistema do LTM GC/MSD 5975T às condições de funcionamento 37
- Substituir os tubos da Unidade de Dessorção 38
 - Instalar os tubos da unidade de dessorção 38
 - Remova os tubos da unidade de dessorção 40
- Diagrama esquemático da conexão com outros produtos Agilent com fase gasosa 41
- Operação do Painel de Controle da 7667A 42
 - Interruptor de energia e Indicadores de status 42
 - Tecla Run (Executar) 42
 - Tecla Menu, tecla Cancelar e Torre 43
 - Status 44
 - Criar um Método 45
 - Configurar o tipo de Gás Carreador 48

	Carregar/salvar um método	49
	Registro	50
3.	Primeiros Passos	
	Materiais necessários	52
	Condicionar o tubo de dessorção	52
	Definir o método de verificação	53
	Preparar a amostra de verificação	55
	Executar o método de verificação	56
	Preparar os resultados da verificação	56
4.	Guia de Operação do Software	
	Preparação antes de iniciar	58
	Operação do OpenLABChemStation C.01.05/Ezchrom A.04.05	58
	Iniciar o instrumento on-line	58
	Configuração do tipo do gás	59
	Configurações dos parâmetros	60
	Criar o método	63
	Salvar o método	64
	Executar o método	65
	Criar a Sequência	66
	Salvar a sequência	67
	Executar a sequência	67
	Operação do MassHunter	68
	Iniciar o instrumento on-line	68
	Configuração do tipo do gás	68
	Configurações dos parâmetros	69
	Criar/salvar o método	69
	Executar o método	69
	Criar a sequência	70
	Salvar a sequência	71
	Executar a sequência	71
	Informações sobre a Ajuda on-line	72
5.	Manutenção de Rotina	
	Lista de suprimentos	74
	Atualizar o firmware da Mini TD	74
	Substitua a unidade da agulha de injeção	75
	Instalar a unidade da agulha de injeção	75
	Remover a unidade da agulha de injeção	77
	Substituir o anel em “o” e o filtro	78
	Substituir a armadilha (para a G4370M)	81
	Remover da linha de transferência o tubo de aço inoxidável sem emenda (para a G4370A)	83

6. Solução de Problemas

Sintoma 1: Falha de início 85

Sintoma 2: O fluxo do gás carreador não atinge o ponto de ajuste ou é zero 85

Sintoma 3: O cromatograma não aparece 85

Sintoma 4: O cromatograma indica muitas impurezas 86

Sintoma 5: Vazamento de gás 86

Sintoma 6: Sobrecarga 86

Mensagens de erro 87

Apêndice



Introdução

Introdução à Mini unidade de Dessorção Térmica 7667A [7](#)

Conheça melhor a Mini unidade de Dessorção Térmica [7](#)

Princípio de funcionamento da Mini unidade de Dessorção Térmica (Mini TD) [9](#)

Gráfico do fluxo de trabalho da G4370A [10](#)

Gráfico do fluxo de trabalho da G4370M [15](#)

Esta seção ajudará o usuário a compreender o uso básico e o princípio de funcionamento da Mini unidade de dessorção térmica 7667A, bem como a faixa de uso de dois tipos diferentes de instrumentos.

Introdução à Mini unidade de Dessorção Térmica 7667A

A Mini unidade de dessorção térmica 7667A (daqui em diante chamada de “**Mini TD**”) é uma unidade de dessorção térmica de fase única, caracterizada pelo pequeno tamanho e baixo consumo de energia.

A 7667A inclui duas versões: **a versão básica** (G4370A) e **a versão aprimorada** (G4370M).

A versão básica (G4370A) não inclui a bomba de amostragem e é adequada para a amostragem offline. Ela é usada principalmente em conjunto com o GC 7820A.

A versão aprimorada (G4370M) vem com uma bomba de amostragem. Ela oferece suporte a aquisição automática de amostras de gás online e é usada principalmente em conjunto com o LTM GC/MSD 5975T.

Os modelos acima também podem ser usados em conjunto com outros produtos Agilent com fase gasosa por meio de uma interface com controlo remoto.

Conheça melhor a Mini unidade de Dessorção Térmica



Figura 1 Visão da versão básica da Mini unidade de dessorção térmica (G4370A)



Figura 2 Visão da versão aprimorada da Mini unidade de dessorção térmica (G4370M)

Princípio de funcionamento da Mini unidade de Dessorção Térmica (Mini TD)

A Mini TD tem três modos de operação: modo de amostragem, modo de dessorção e modo de condicionamento.

Modo de amostragem: disponível apenas na G4370M. O modo de amostragem integrou todos os processos, desde a amostragem até o processo posterior à dessorção, incluindo detecção de vazamento, amostragem on-line, purga a seco, dessorção, injeção e limpeza. No processo de amostragem, a bomba de amostragem incluída na unidade de dessorção extrai a amostra de gás para o tubo interno da Mini TD (G4370M), e alguns dos componentes da amostra são absorvidos no tubo de dessorção. *Para a versão básica G4370A, o status indicado da amostra é "offline".*

Modo de Dessorção: No modo de dessorção, a unidade de dessorção só realiza processos relacionados à dessorção, incluindo detecção de vazamento, amostragem on-line, purga a seco, dessorção, injeção e limpeza. O processo de amostragem on-line não está incluído.

Modo de Condicionamento: O condicionamento não faz parte do processo de dessorção de amostras. Após um longo período de operação ou após várias operações da amostra, o desempenho do tubo sorvente pode diminuir. O vapor de água e contaminantes residuais na unidade de dessorção térmica e no tubo de dessorção precisam ser removidos por um longo tempo de cozedura em alta temperatura, para que sejam restaurados a um melhor estado.

Gráfico do fluxo de trabalho da G4370A

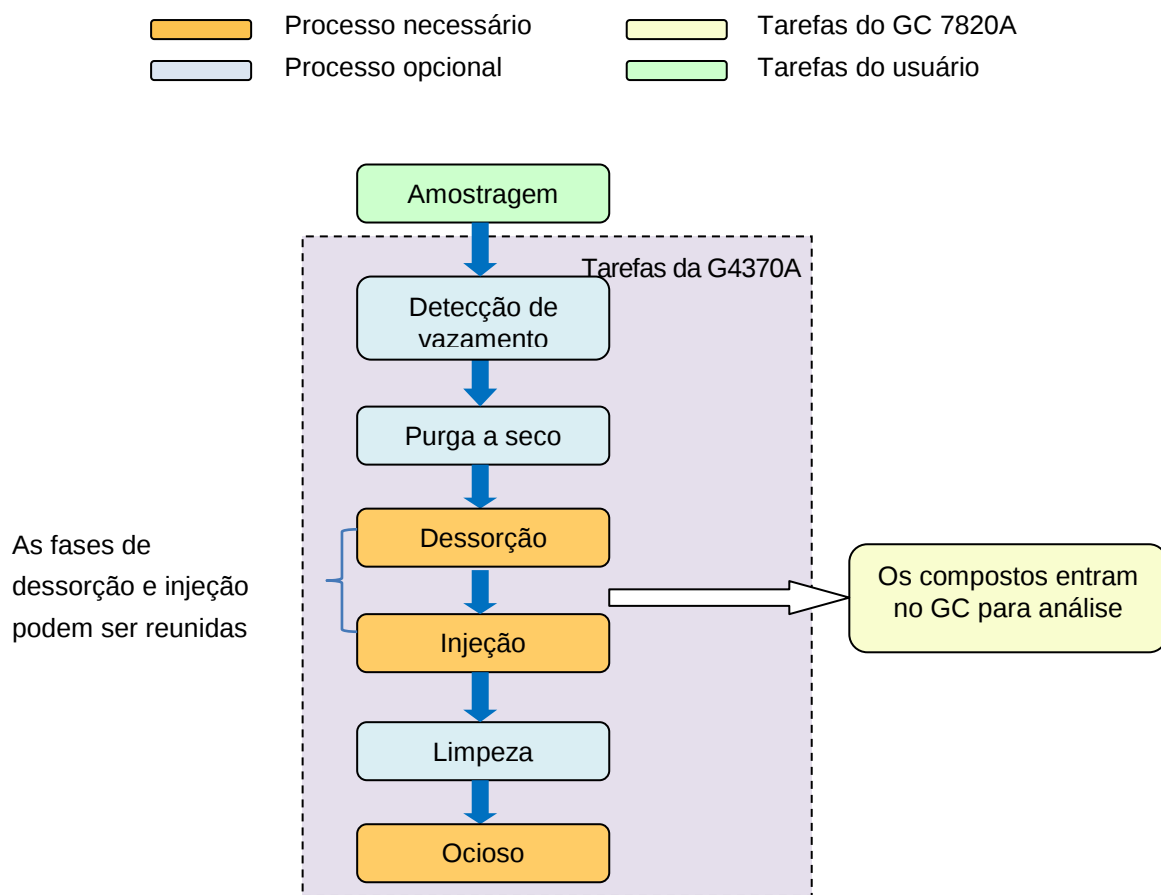


Figure 3 Work Flow Chart of G4370A

Detecção de vazamento. Na versão básica da G4370A, essa fase ocorre antes da fase de purga a seco.

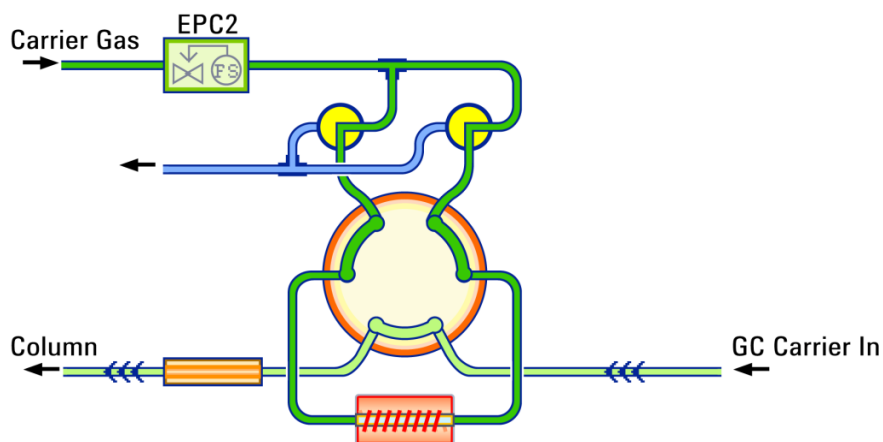


Figura 4 Diagrama esquemático da detecção de vazamento da **G4370A**

Fase de purga a seco: A fase de purga a seco começa após a conclusão da amostragem e da detecção de vazamentos (se a detecção de vazamentos estiver ligada). Nesse processo, o gás carreador será purgado para dentro do tubo, e o ar e a umidade no tubo serão purgados, assim o tubo de dessorção estará em um estado relativamente limpo antes da dessorção. Especifique os parâmetros, conforme necessário.

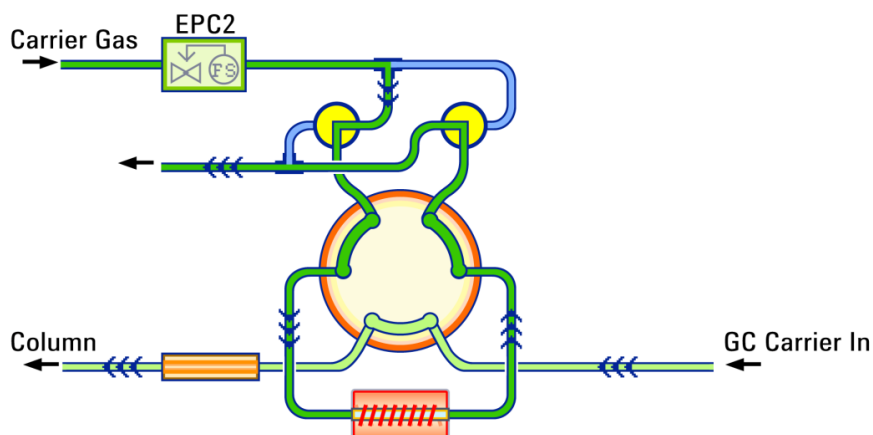


Figura 5 Diagrama esquemático da fase de purga a seco da **G4370A**

Fase de Dessorção e Injeção: O usuário pode optar por separar ou juntar o processo de dessorção e injeção, ativando/desativando os itens relacionados na interface do software ou no painel de controle local. Quando esses dois processos são separados: a unidade de dessorção aquece o tubo sorvente quando o fluxo carreador está se desligando. Nessa situação, os componentes-alvo serão dessorvidos e vedados dentro do tubo, aguardando a injeção. Na fase seguinte de injeção, o fluxo carreador pode levar a amostra para a entrada do GC com mais rapidez e facilidade. Uma vantagem importante é que a largura de pico dos componentes com menor ponto de ebulição será drasticamente reduzida, o que significa que a altura do pico e a sensibilidade aumentarão. Quando esses dois processos ocorrem juntos: o tubo começará a aquecer conforme a taxa de rampa predefinida, assim que a fase de injeção começar. Os componentes-alvo serão purgados imediatamente para dentro da entrada do GC, assim que forem dessorvidos. Esse método de dessorção terá influência positiva na redução de propagação para componentes-alvo com ponto de ebulição mais alto.

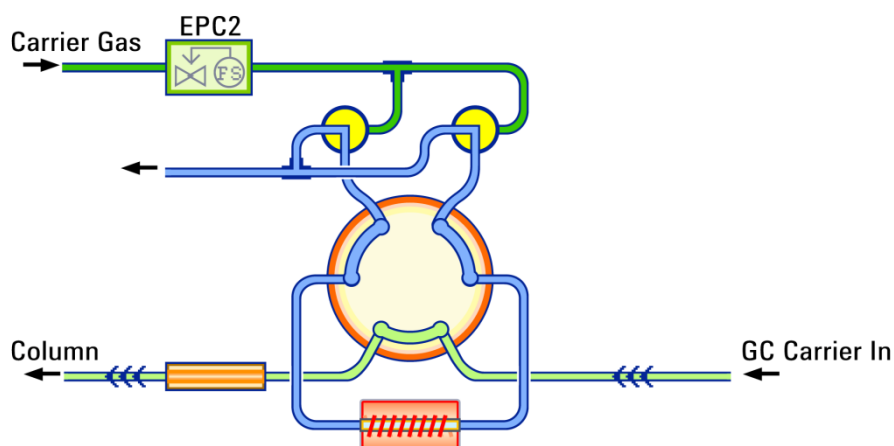


Figura 6 Diagrama esquemático da fase de dessorção da **G4370A**

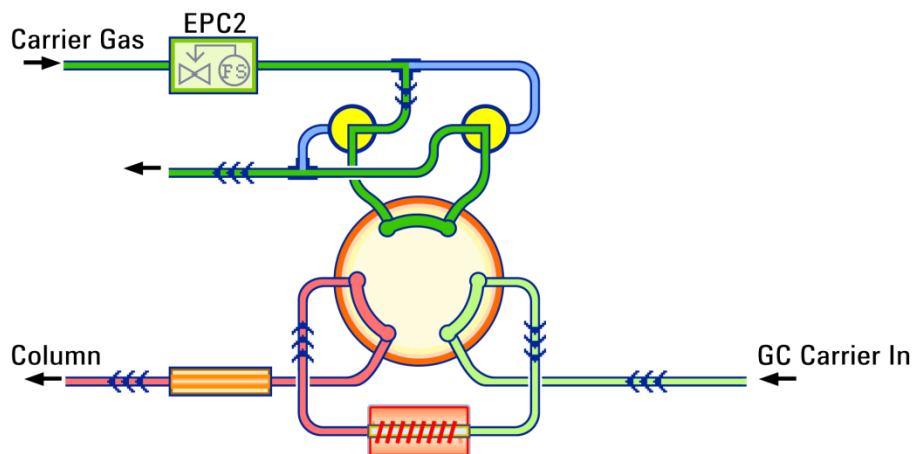


Figura 7 Diagrama esquemático da fase de dessorção da **G4370A**

Fase de limpeza: Após a fase de dessorção, ainda pode haver alguma amostra residual remanescente no tubo de dessorção. Para assegurar que o resíduo não afete a dessorção subsequente, o tubo de dessorção tem de ser limpo com temperatura elevada. Em comparação com a fase de dessorção, a fase de limpeza deve durar mais tempo (dois a quatro minutos) e deve ser realizada com maior fluxo (150 a 200 ml/min) e a uma temperatura muito elevada (320 °C aproximadamente, não excedendo a temperatura máxima que pode ser usada para o tubo de dessorção. Consulte as instruções do tubo de dessorção para obter informações específicas).

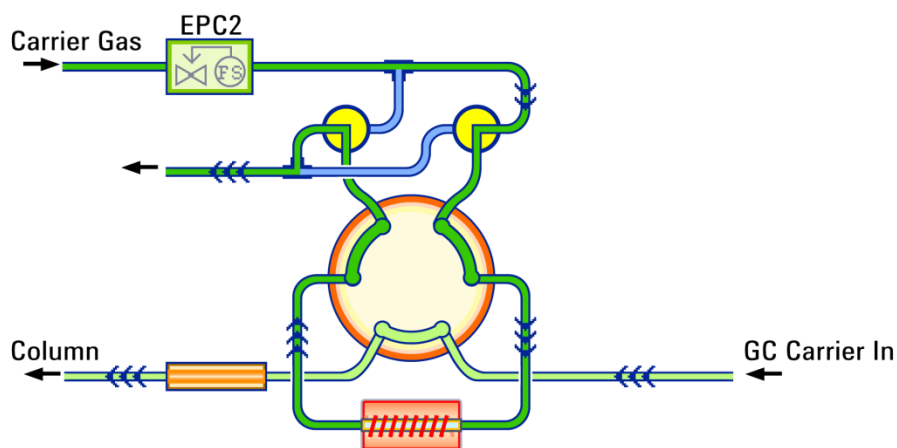


Figura 8 Diagrama esquemático da fase de dessorção da **G4370A**

Fase Ociosa.

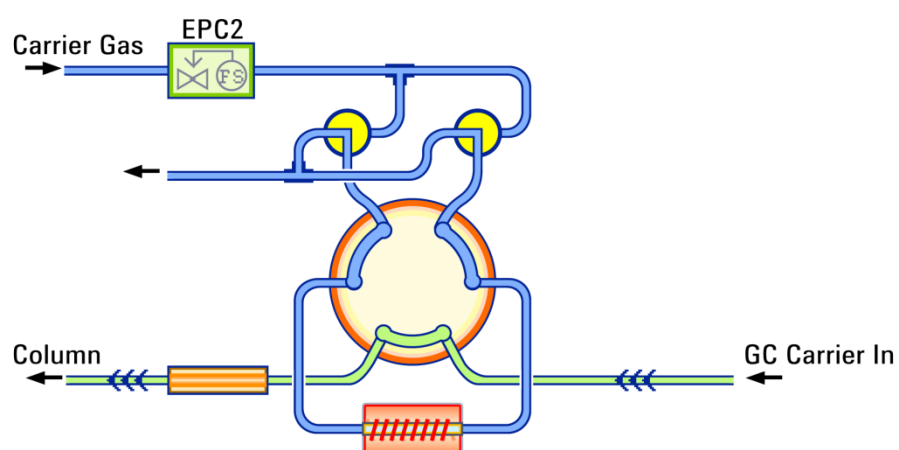


Figura 9 Diagrama esquemático da fase ociosa da **G4370A**

Gráfico do fluxo de trabalho da G4370M

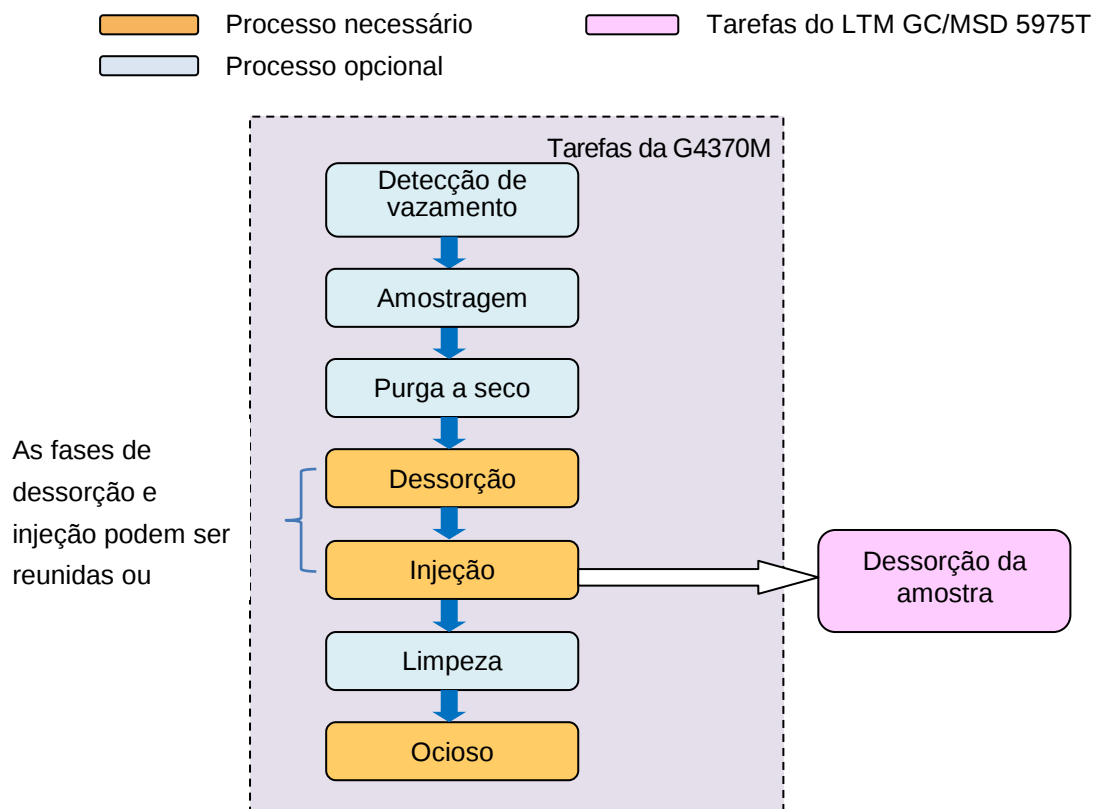


Figura 10 Gráfico do fluxo de trabalho da G4370M

Detecção de vazamento. Na versão aprimorada G4370M, essa fase ocorre antes da fase de amostragem.

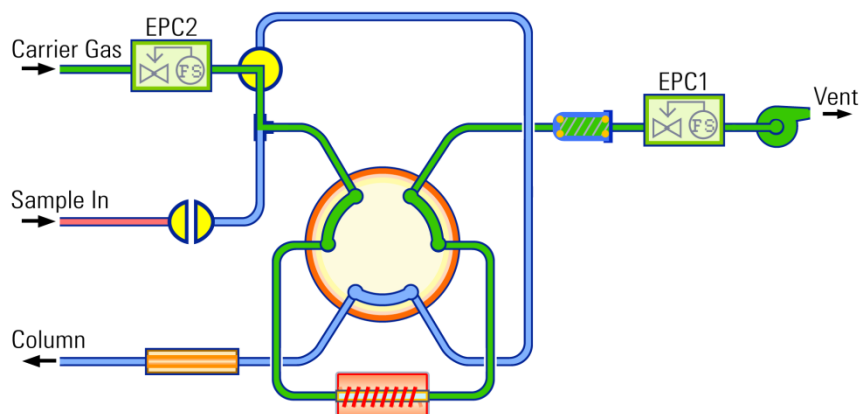


Figura 11 Diagrama esquemático da detecção de vazamentos da G4370M

Etapa de Amostragem: A amostragem é o primeiro estado no fluxo de trabalho da Mini unidade de dessorção térmica. Na amostragem, a bomba integrada bombeia a amostra de gás para dentro do tubo e os componentes-alvo são absorvidos pelo tubo. Os parâmetros da amostragem são usados para controlar a duração da amostragem e a velocidade da amostragem. Esses parâmetros devem ser definidos com base nas propriedades e na quantidade da amostra a ser processada.

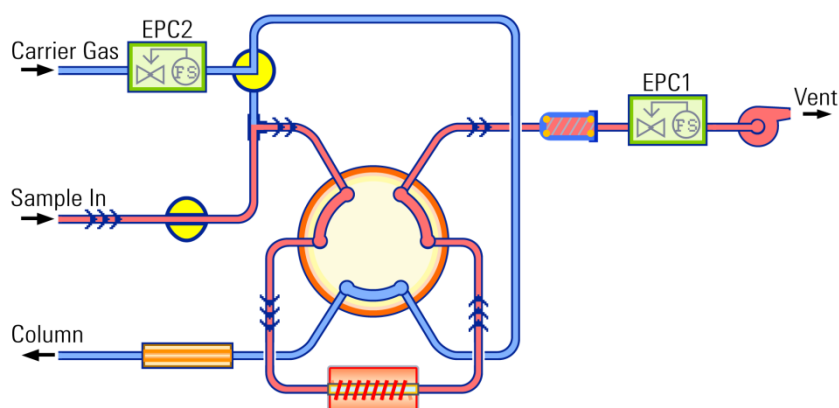


Figura 12 Diagrama esquemático da fase de amostragem da G4370M

Fase de purga a seco: A fase de purga a seco começa após a conclusão da amostragem e da detecção de vazamentos (se a detecção de vazamentos estiver ligada). Nesse processo, o gás carreador será purgado para dentro do tubo, e o ar e a umidade no tubo serão purgados, assim o tubo de dessorção estará em um estado relativamente limpo antes da dessorção. Especifique os parâmetros, conforme necessário.

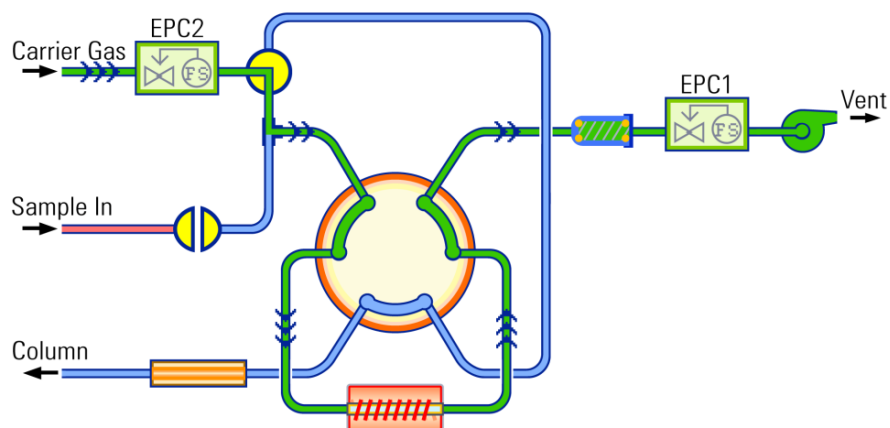


Figura 13 Diagrama esquemático da etapa de purga a seco da G4370M

Fase de Dessorção e Injeção: O usuário pode optar por separar ou juntar o processo de dessorção e injeção, ativando/desativando os itens relacionados na interface do software ou no painel de controle local. Quando esses dois processos são separados: a unidade de dessorção aquece o tubo sorvente quando o fluxo carreador está se desligando. Nessa situação, os componentes-alvo serão dessorvidos e vedados dentro do tubo, aguardando a injeção. Na fase seguinte de injeção, o fluxo carreador pode levar a amostra para a entrada do GC com mais rapidez e facilidade. Uma vantagem importante é que a largura de pico dos componentes com menor ponto de ebulição será drasticamente reduzida, o que significa que a altura do pico e a sensibilidade aumentarão. Quando esses dois processos ocorrem juntos: o tubo começará a aquecer conforme a taxa de rampa predefinida, assim que a fase de injeção começar. Os componentes-alvo serão purgados imediatamente para dentro da entrada do GC, assim que forem dessorvidos. Esse método de dessorção terá influência positiva na redução de propagação para componentes-alvo com ponto de ebulição mais alto.

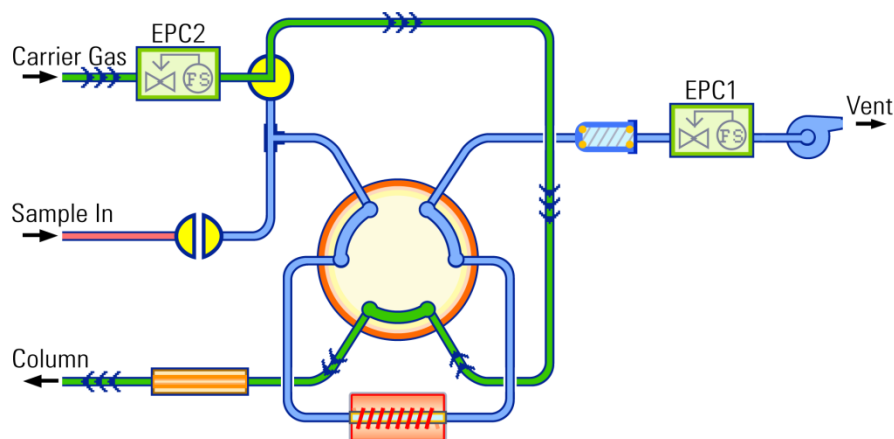


Figura 14
G4370M

Diagrama esquemático da fase de dessorção da

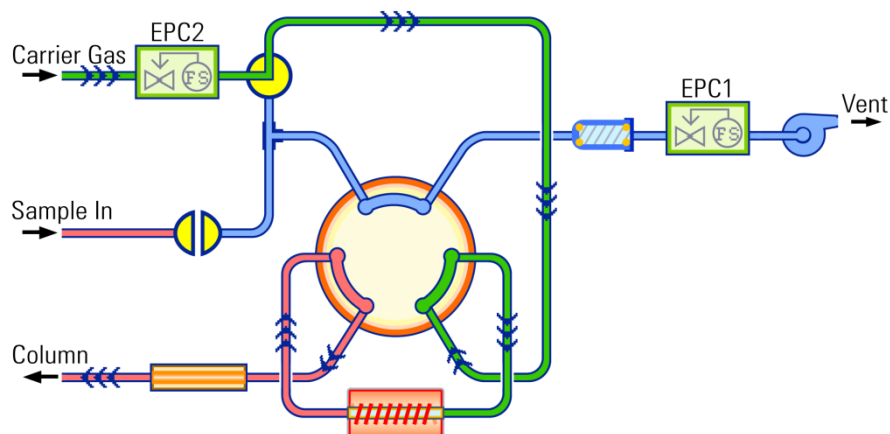


Figura 15

Diagrama esquemático da fase ociosa da **G4370M**

Fase de limpeza: Após a fase de dessorção, ainda pode haver alguma amostra residual remanescente no tubo de dessorção. Para assegurar que o resíduo não afete a dessorção subsequente, o tubo de dessorção tem de ser limpo com temperatura elevada. Em comparação com a fase de dessorção, a fase de limpeza deve durar mais tempo (dois a quatro minutos) e deve ser realizada com maior fluxo (150 a 200 ml/min) e a uma temperatura muito elevada (320 °C aproximadamente, não excedendo a temperatura máxima que pode ser usada para o tubo de dessorção. Consulte as instruções do tubo de dessorção para obter informações específicas.)

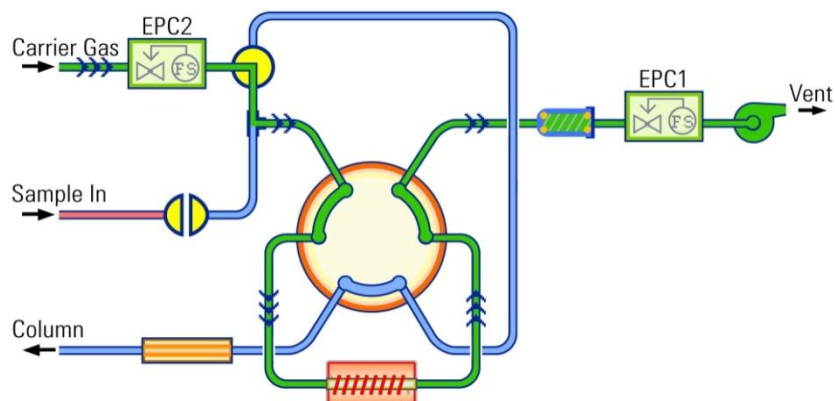


Figura 16 Diagrama das válvulas da fase de limpeza da **G4370M**

Fase ociosa

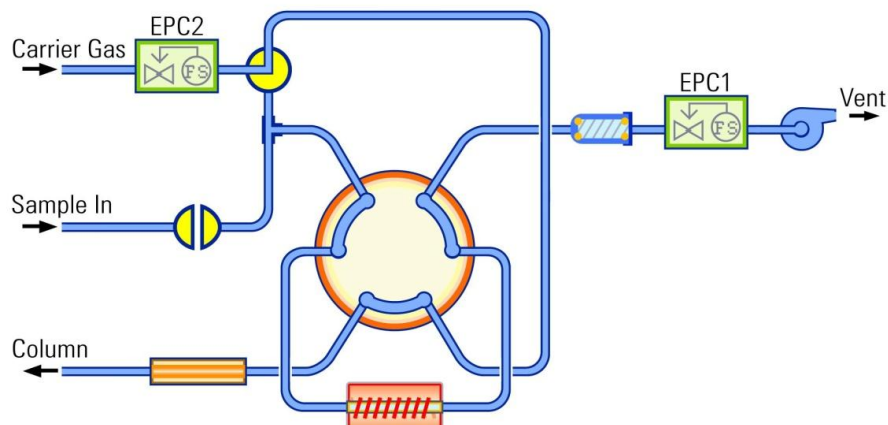


Figura 17 Diagrama das válvulas da fase ociosa da **G4370M**

Modo de sobreposição da amostra: A G4370M oferece suporte à **execução de sequências**. Em circunstâncias normais, a sequência é executada em ordem, isto é, a próxima dessorção não começa até que a dessorção atual esteja completamente terminada e até que a Mini TD e o GC tenham sido restaurados aos estados pronto e ocioso. No modo de sobreposição de amostra, a Mini TD começa a se preparar para a próxima dessorção de amostra enquanto a análise atual do GC ainda está em andamento.

Quando o ciclo de funcionamento do GC é mais longo que aquele da Mini TD, o modo de sobreposição de amostra pode melhorar significativamente a eficiência da utilização da unidade de dessorção.



2

Instalação e Operação

Preparação antes da Instalação	22
Peças requeridas para a instalação	22
Ferramentas requeridas para a instalação	26
Preparação e confirmação do local	26
Atualizar a versão do firmware do GC	26
Instalar a G4370A	27
Preparar o instrumento	27
Instalar o tubo de aço inoxidável sem emenda na linha de transferência	28
Conectar a linha de transferência à entrada com/sem divisão do GC 7820A	31
Conectar os cabos e linhas de gás	32
Restaurar o GC 7820A às condições de funcionamento	33
Instalar a G4370M	34
Preparar o instrumento	34
Instalar a G4370M no LTM GC/MSD 5975T	34
Conectar os cabos e linhas de gás	36
Restaurar o sistema do LTM GC/MSD 5975T às condições de funcionamento	37
Substituir os tubos da Unidade de Dessorção	38
Instalar os tubos da unidade de dessorção	38
Remova os tubos da unidade de dessorção	40
Diagrama esquemático da conexão com outros produtos Agilent com fase gasosa	41
Operação do Painel de Controle da 7667A	42
Interruptor de energia e Indicadores de status	42
Tecla Run (Executar)	42
Tecla Menu, tecla Cancelar e Torre	43
Status	44
Criar um Método	45
Configurar o tipo de Gás Carreador	48
Carregar/salvar um método	49
Registro	50



O processo de instalação da 7667A depende dos componentes do sistema adquiridos e do tipo de instrumento usado em conjunto com a Mini TD. Siga as etapas relativas ao GC e à Mini TD nesta seção.

Preparação antes da Instalação

Peças requeridas para a instalação

Tabela 1 Kit de remessa da G4370A

Descrição	Código	Quantidade
Unidade do tubo de aço inoxidável	G4370-60000	1 cada
Unidade de suporte da linha de transferência	G3504-60620	1 cada
Anel em "O"; diâm. int. 9,24 mm (0,364 pol.)	0905-1819	1 pc.
Discos filtros PTFE; marcas 6,3 mm TD; pc. 10	MKI-U-DISK3	1 pc.
Seringa 10uL; ponta chanfrada FN	5190-1483	1 cada
Chave de fenda Torx T10	51820-3466	1 cada
Chave de boca dupla fixa, 3/16*1/4 pol.	8710-2697	1 cada
Cortador de tubulação	G4350-20120	1 cada
Tubulação união SS 1/16 pol.	0100-0124	1 cada
Tampa de aço inoxidável, 1/16 pol.	0100-0050	1 cada
Tubocarreador com tampa	G1544-20150	1 cada
Porca de aço inoxidável, 1/16 pol.	0100-0053	1 cada
Conjunto de virolas SST de 1/16 pol.	0100-1490	1 cada
Ferramenta para reparo de tubos	G4372-20048	1 cada
Virola de coleta	G4372-20049	1 cada
Anel em "O"; diâm. int. 6,07 mm (0,239 pol.)	0905-1820	2 pc.
Porca retenção septo p/ linha transferência	G3452-60835	1 cada

Tabela 2 Kit de remessa da G4370M

Descrição	Código	Quantidade
Anel em "O"; diâm. int. 6,07 mm (0,239 pol.)	0905-1820	2 pc.
Anel em "O"; diâm. int. 9,24 mm (0,364 pol.)	0905-1819	1 pc.
Discos filtros PTFE; marcas 6,3 mm TD; pc. 10	MKI-U-DISK3	1 pc.
Seringa 10uL; ponta chanfrada FN	5190-1483	1 cada
Chave de fenda Torx T10	51820-3466	1 cada
Chave de boca dupla fixa, 3/16*1/4 pol.	8710-2697	1 cada
CONJ. PARAFUSO MÁQUINA M4*12MM	0515-0382	2 cada
Conj. agulhainjeção	G4372-60015	1 cada

Pé	G4370-20600	2 cada
Polo de instalação	G4370-20456	1 cada
Conj. polo instalação	G4370-60020	1 cada
PARAFUSO MÁQUINA M4*10MM	0515-1269	4 cada
Cortador de tubulação	G4350-20120	1 cada
Ferramenta para reparo de tubos	G4372-20048	1 cada
Ferrulho	G4372-20049	1 cada

Tabela 3 Outros acessórios fornecidos

Descrição	Código	Quantidade
Conjunto da tubulação da bobina de cobre 1/8" DE x 250 cm	G1530-61100	1 cada
Amostras de verificação	18710-60170	1 cada
Adaptador de alimentação 7667	0950-5534	1 cada
Cabo RS-232 para ALS	G4370-61207	1 cada
Cabo remoto de APG	G4370-61208	1 cada
DVD de utilitário	G4600-64006	1 cada



Adaptador de alimentação 7667A (cód. 0950-5534)



Cabo RS-232 para ALS (cód. G4370-61207)



Cabo APG remoto (cód. G4370-61208)



Anel em "O" 2-010 (na bolsa de vedação cód. 0905-1820)

Anel em "O" 2-012 (na bolsa de vedação cód. 0905-1819)



Discos de filtro PTFE (MKI-U-DISK3)

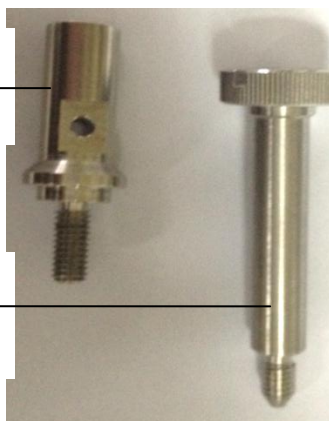
Peças de instalação para a G4370A



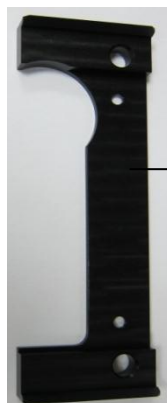
Peças de instalação para a G4370M

Polo de instalação
(Cód. G4370-20456)

Conj. polo instalação
(Cód. G4370-60020)



Pé
(Cód. G4370-20600)



Injector Conj. Agulha (cód.G4372-60015)

Ferramentas requeridas para a instalação

- Chave de fenda T-10 (cód. 5182-3466).
- Chave de boca 1/4-3/16 (cód. 8710-2679).
- Cortador de tubulação (cód. G4350-20120).
- Cortador de tubulação de precisão (para a G4370A, cód. 5190-1442, preparado pela CE).
- Chave de fenda T-20 (cód. 5182-3465. Suprimento do usuário).
- Lâmina de corte de colunapara a G4370A, cód. 5181-7487. Suprimento do usuário

Preparação e confirmação do local

Verifique e assegure que o local de instalação tenha sido preparado de acordo com os requisitos do Manual de preparação do local. As bancadas apropriadas, fonte de alimentação e tomadas, suprimento de gás, armadilhas e as ferramentas necessárias estão prontos.

Atualizar a versão do firmware do GC

A Mini TD requer que a revisão do firmware do GC 7820A seja [A.01.12.004](#) ou posterior, e que a revisão do firmware do LTM GC/MSD 5975T seja [A.03.04.004](#) ou posterior. Se a revisão de firmware utilizada pelo usuário for anterior às revisões acima, atualize o firmware para a versão mais recente (o usuário pode baixar a versão mais recente do firmware no site da Agilent (www.agilent.com/chem) ou entre em contato com o representante de venda local da Agilent).

Instalar a G4370A

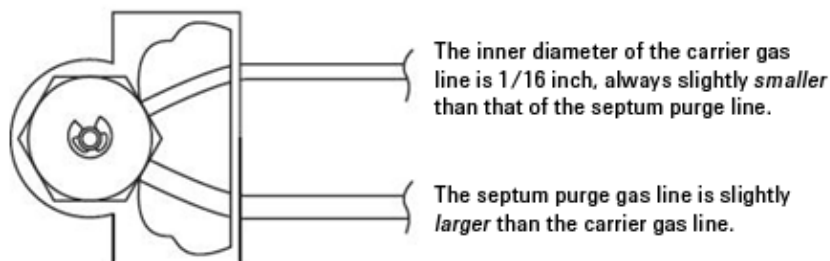
Preparar o instrumento

Este procedimento descreve como preparar o GC **Agilent 7820A** para a instalação da G4370A.

AVISO

A entrada do GC 7820A pode estar quente e causar queimaduras. Resfrie a entrada à temperatura ambiente antes de iniciar o trabalho.

1. Defina a temperatura da entrada do GC, do detector e do forno à **temperatura ambiente**.
2. Feche todos os suprimentos de gás.
3. Remova o poste de montagem frontal do amostrador automático e do injetor.
4. Localize a linha de gás carreador da entrada. A linha de gás carreador da entrada é um tubo de aço inoxidável de 1/16 pol. que vai do módulo EPC de entrada até a entrada, em geral ao lado da tampa do carreador da entrada, sobre o forno. Para a entrada com/sem divisor, existe também uma linha de ventilação de purga do septo de aço inoxidável. A linha de ventilação de purga do septo tem diâmetro maior e vai até a ventilação de purga do septo no módulo EPC..

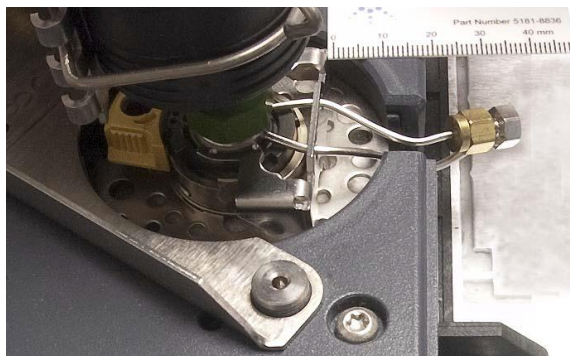


5. Usando o cortador da tubulação de precisão, corte a linha de gás carreador que leva até a entrada cerca de 3 a 5 cm da cabeça do septo.

CUIDADO

Corte o tubo tão impecavelmente quanto possível. Muito cuidado para evitar torção no tubo. Evite deformar o tubo. O corte não deve ter borda chanfrada ou ângulo.

6. Encaixe a linha do carreador de entrada na cabeça do septo usando a porca Swagelok de 1/16 de polegada (cód. 0100-0053), virolas (cód. 0100-1490) e a unidade da tampa (cód. 0100-0050) fornecidas no kit de remessa.



7. Instale a metade macho de uma união de 1/16 de polegada (cód. 0100-0124) na extremidade aberta da tubulação de gás carreador que sai do módulo EPC de entrada.

NOTA

Depois de concluído, você deve conseguir remontar o caminho original do fluxo carreador, tirando a tampa do plugue e depois conectando as duas extremidades da tubulação.

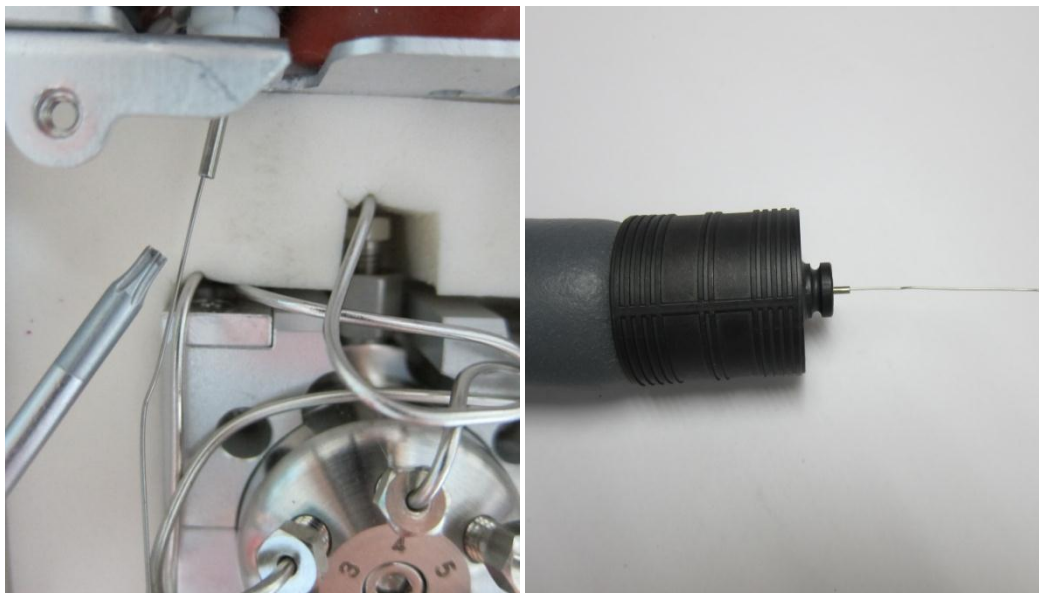
8. Use a outra metade da união Swagelok de 1/16 de polegada para conectar a tubulação do gás carreador, do módulo EPC (preparado na etapa 5) à extremidade menor (1/16 de polegada) da tubulação dilatada de aço inoxidável.
9. Use a porta Swagelok de 1/16 de polegada (cód. 0100-0053) e a virola (cód. 0100-1490) para conectar a outra extremidade da tubulação de aço inoxidável de 1/16 de polegada na interface de gás carreador de 1/16 de polegada da G4370A.
10. Verifique se há vazamento na entrada frontal. Consulte «[Solução de problemas do GC 7820A](#)».

Instalar o tubo de aço inoxidável sem emenda na linha de transferência

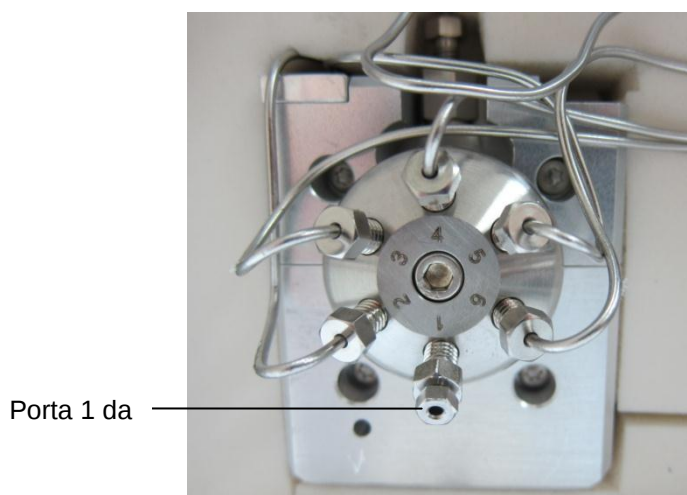
1. Resfrie a zona de aquecimento da G4370A até a temperatura ambiente. Remova os três parafusos, conforme exibido na ilustração, e remova a tampa da caixa da válvulas e o algodão de isolamento.



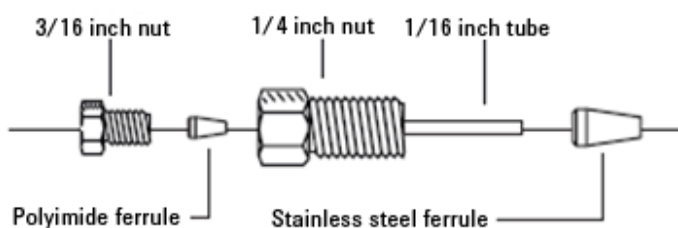
2. Desbloqueie o tubo de aço inoxidável sem emenda em aproximadamente 1 metro de extensão (G4370-20039). Com cuidado, passe o encanamento da extremidade ao lado da válvula de seis portas através da linha de transferência, até que saia 6 cm aproximadamente de perto da outra extremidade.



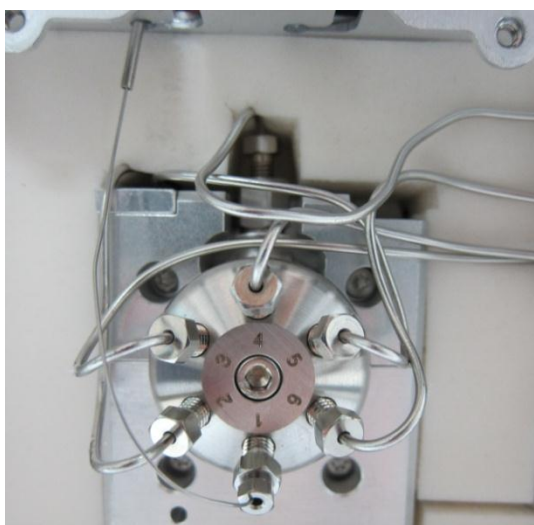
3. Use a chave de boca de 1/4 de polegada para remover o plugue de 1/16 de polegada da porta 1 da válvula (veja a imagem abaixo). Guarde o plugue para uso futuro.



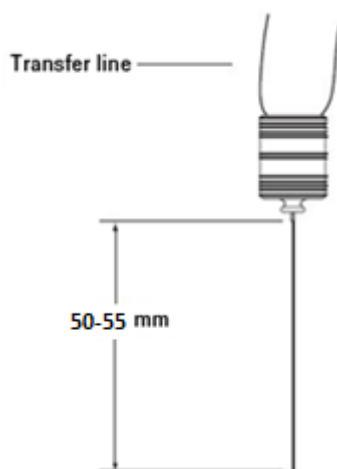
4. Monte o tubo de aço inoxidável sem emenda de acordo com a figura.



5. Instale o tubo de aço inoxidável sem emenda na válvula 1 da porta. Aperte-o com a mão e depois com a chave de boca de 1/4-3/16.



6. Retire o tubo de aço inoxidável sem emenda da extremidade de entrada da linha de transferência e faça com que o tubo de aço inoxidável retenha um comprimento adequado na extremidade da porta da válvula.
7. Use um cortador de coluna (cód. 5181-7487) para aparar o tubo de aço inoxidável sem emenda na extremidade de entrada do GC, e deixe-o de 50 a 55 mm para fora da linha de transferência.



Conectar a linha de transferência à entrada com/sem divisão do GC 7820A

CUIDADO

Use luvas limpas e sem fiapos para evitar que as peças sejam manchadas por secreções de poeira e pele.

1. Coloque a **G4370A** no **lado esquerdo** do GC 7820A.
2. Abra a tampa superior do GC.
3. Coloque o suporte na unidade da linha de transferência na tampa do gás carreador da entrada frontal. Os dois orifícios de posicionamento no suporte se alinham às posições de montagem do injetor frontal e do pino de calibração, respectivamente. Veja a figura abaixo.

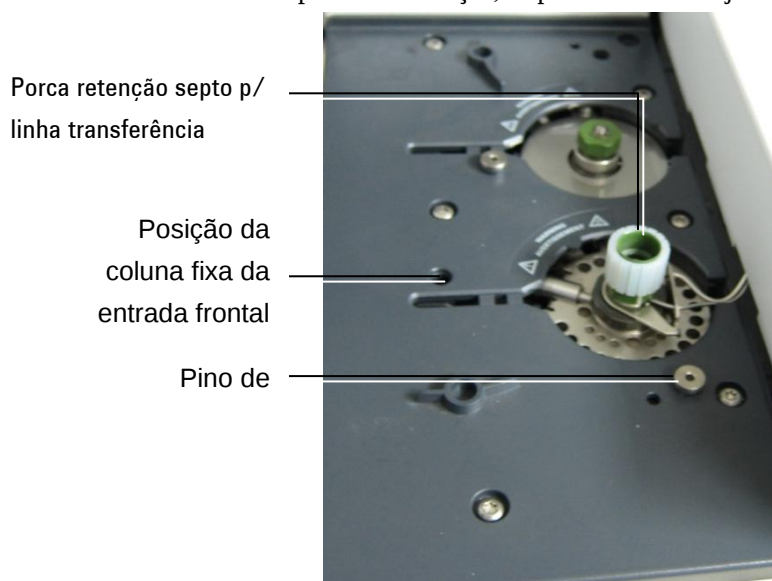


Figura 18 Posição de instalação do suporte. A figura mostra a tampa do gás carreador da entrada do 7820A

4. Localize os parafusos serrilhados (na unidade do suporte da linha de transferência) fornecidos no kit que acompanha a Mini TD.
5. Insira o parafuso serrilhado na posição de montagem do injetor frontal e aperte com as mãos.
6. Insira a ponta da linha de transferência na entrada.
7. A linha de transferência deve ser fixada depois de instalada.
8. Instale o clipe de retenção no suporte. Ajuste a posição do clipe de modo que suporte a linha de transferência na posição mais alta possível, acima do GC, conforme exibido na **Figura 19**.

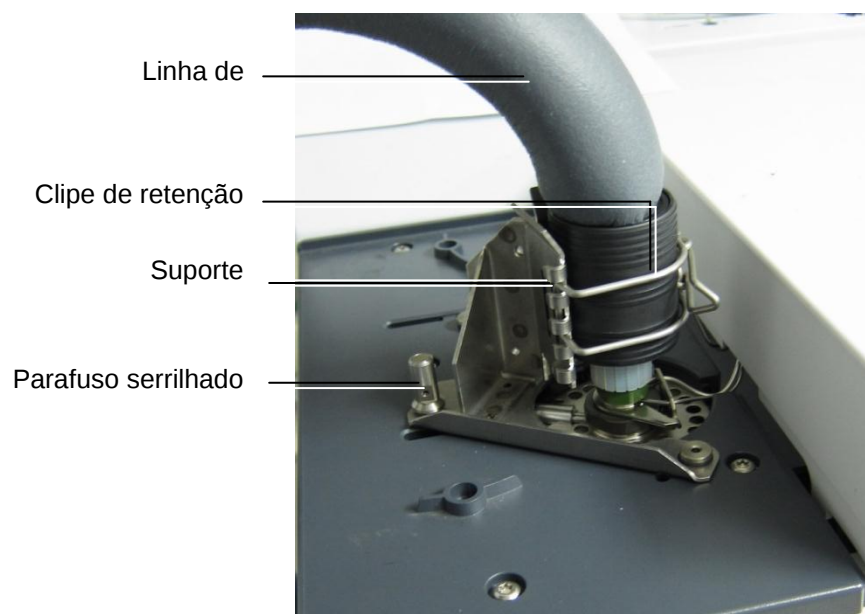


Figura 19 Linha de transferência instalada na entrada do 7820A

Conectar os cabos e linhas de gás

1. Conecte o cabo de alimentação do adaptador da 7667A (cód. 0950-5534) na tomada da **G4370A**.
2. Conecte o cabo RS-232 do ALS (G4370-61207) à porta serial da **G4370A** e ao módulo de controle do ALS do GC 7820A (porta frontal).
3. Conecte a linha de gás de acordo com a Figura 20.

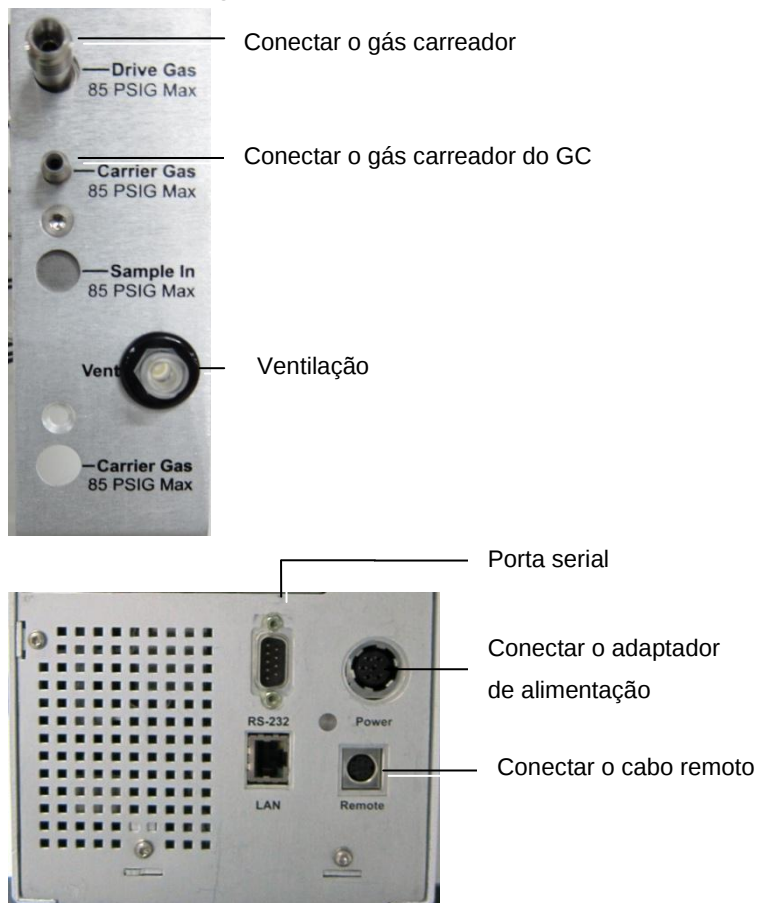


Figura 20 Diagrama esquemático da interface do cabo e da linha de gás da G4370A

AVISO

A pressão do suprimento de gás carreador da Mini TD deve ser maior que 60 psi, e menor que 85 psi.

Restaurar o GC 7820A às condições de funcionamento

1. Ligue o suprimento de gás.
2. Restaure a entrada e a temperatura do forno às condições de funcionamento.

Instalar a G4370M

Preparar o instrumento

Esse procedimento descreve como preparar o Agilent **LTM GC/MSD 5975T** para a instalação da **G4370M**.

AVISO

A entrada do LTM GC/MSD 5975T pode estar quente e causar queimaduras. Resfrie a entrada à temperatura ambiente antes de iniciar o trabalho.

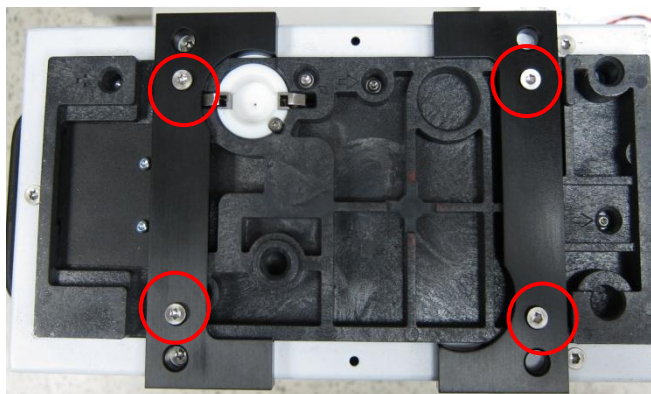
CUIDADO

Não instale a **G4370M** no poste de montagem do amostrador automático, caso contrário a Mini TD será danificada. Remova o poste de montagem do amostrador automático.

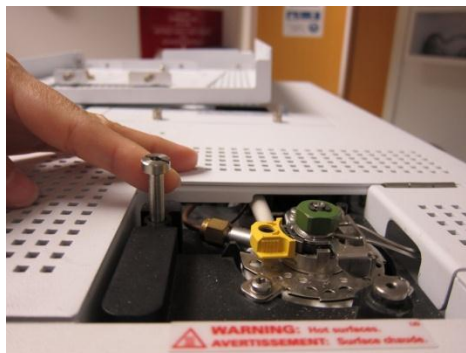
1. Resfrie a entrada e o forno à temperatura ambiente.
2. Feche todos os suprimentos de gás.
3. Se o LTM GC/MSD 5975T for equipado com um amostrador automático, remova o amostrador automático e o poste de montagem.

Instalar a G4370M no LTM GC/MSD 5975T

1. Coloque o pé (cód. G4370-20600) na base da G4370M, e fixe os quatro parafusos marcados em vermelho.



2. Insira a coluna fixa 1 na posição de montagem do injetor (ALS) e aperte-a com a mão.



3. Abra a tampa lateral, coloque o conjunto do suporte inferior (cód. G4370-60650) na entrada do 5975T e siga as etapas 1-2, conforme exibido abaixo.

- 2 Insira a coluna fixa 2 na posição de coluna fixa e aperte-a com as mãos.
- 1 Fixe a unidade do suporte com parafusos M4*12*2.

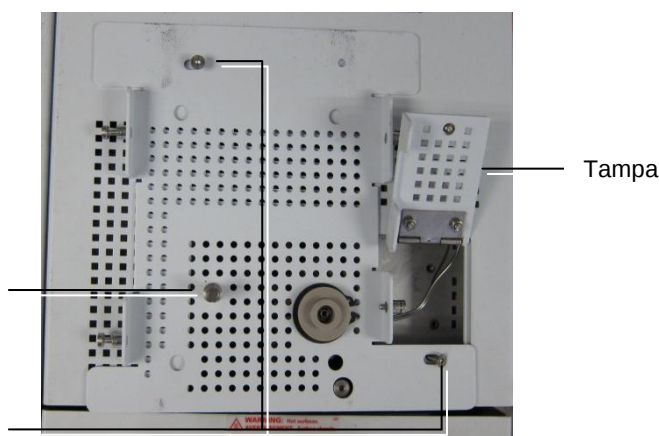


Figura 21 Posições dos parafusos fixos. Essa figura deve ser substituída por uma com a G4370M instalada.

4. Coloque a **G4370M** no suporte e aperte com as mãos os dois parafusos de fixação de cada lado.



Figura 22 Posições dos parafusos fixos na Mini TD

Conectar os cabos e linhas de gás

1. Conecte o cabo de alimentação do adaptador da 7667A (cód. 0950-5534) na tomada da **G4370M**.
2. Conecte os cabos do injetor automático RS232 na interface RS 232 da **G4370M** e o módulo de controle do ALS 5975T, respectivamente.
3. Conecte a linha de gás de acordo com a **Figura 23**.

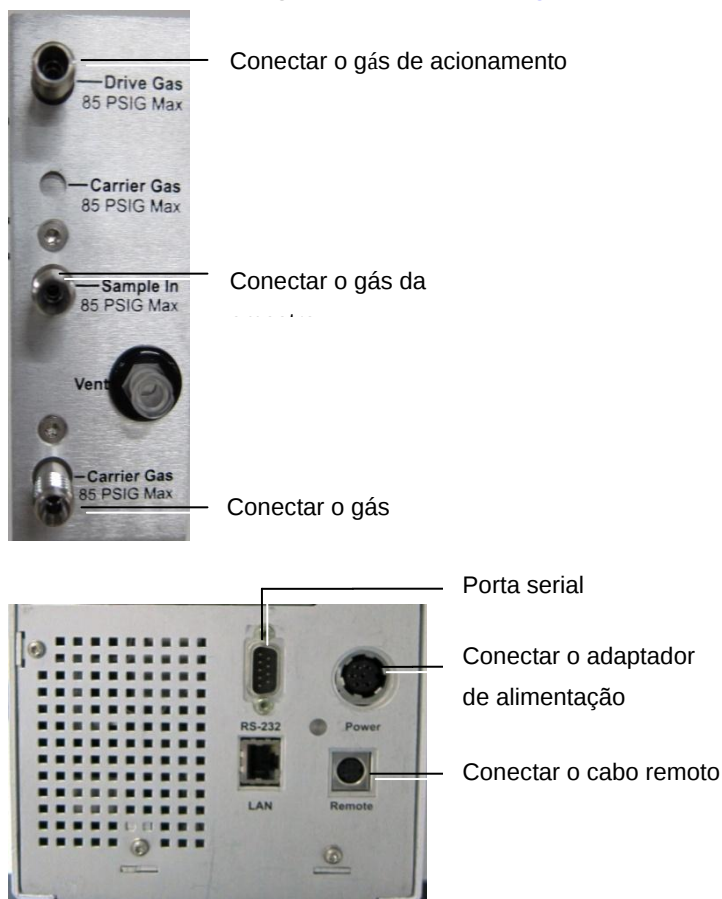


Figura 23 Diagrama esquemático da interface de cabo e linha de gás

AVISO

A pressão do suprimento de gás carreador da Mini TD deve ser maior do que 20 psi acima da pressão de entrada usada no método do GC.

A pressão do gás de acionamento é de cerca de 50 psi

CUIDADO

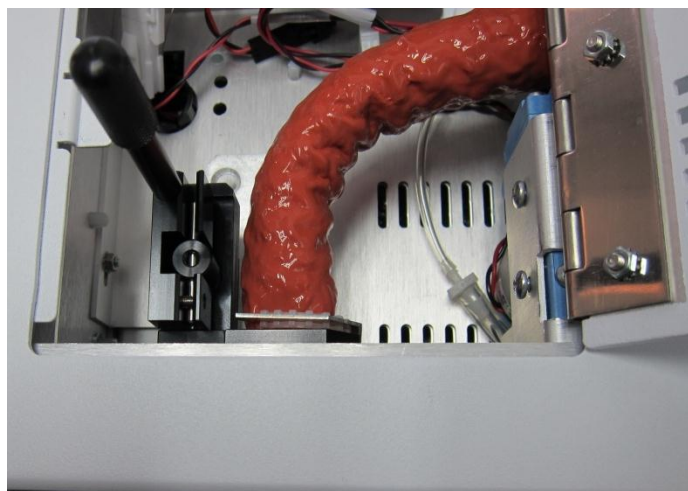
Quando for conectar a unidade de dessorção ao suprimento do gás de amostra, o comprimento e o diâmetro interno da tubulação terão efeito sobre a taxa máxima do fluxo de amostragem. A Agilent recomenda o uso de tubos com diâmetro interno menor que 1/8 de polegada e comprimento menor que 10 metros. Caso contrário, a taxa de fluxo de amostragem pode não atender às especificações publicadas pela Agilent.

CUIDADO

Se o gás de amostra for pressurizado, confira se a pressão do gás de amostra está regulada com pressão estável. Caso contrário, isso terá uma influência negativa na repetibilidade da amostragem

Restaurar o sistema do LTM GC/MSD 5975T às condições de funcionamento

1. Abra a porta direita da **G4370M**.
2. Gire a alavanca de bloqueio para a posição vertical, desbloqueie o controle deslizante de injeção, e empurre o controle deslizante de injeção para a posição de injeção baixa.

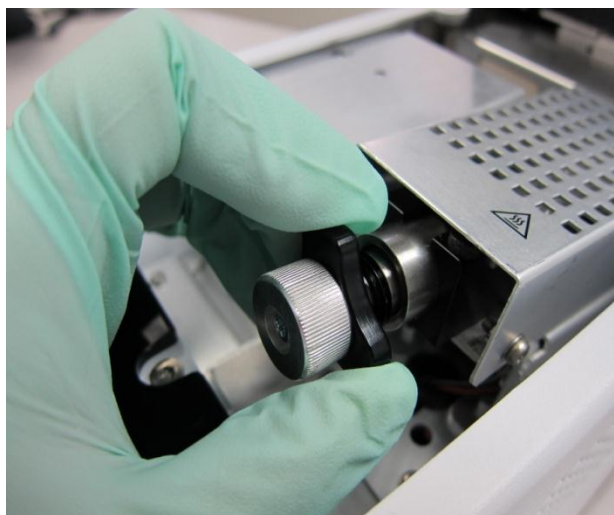


3. Gire a alavanca de bloqueio de volta para a posição travada.
4. Feche a porta lateral. A instalação da G4370M está concluída.
5. Ligue o suprimento de gás.
6. Restaure a entrada e a temperatura do forno do LTM GC/MSD 5975T às condições de funcionamento.

Substituir os tubos da Unidade de Dessorção

Instalar os tubos da unidade de dessorção

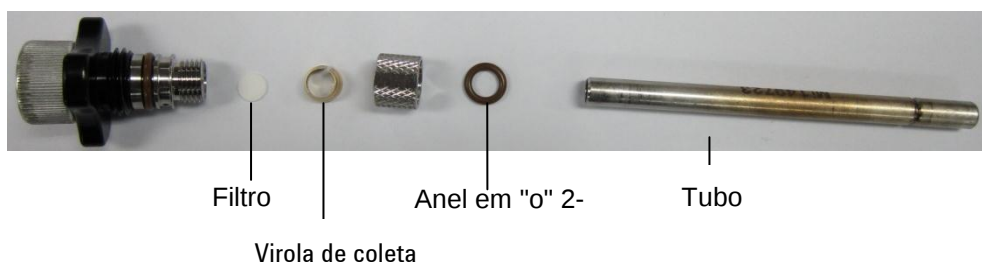
1. Abra a tampa superior da unidade de dessorção, solte a porca triangular no sentido anti-horário e remova o conjunto do tubo de dessorção.



2. Remova a porca de bloqueio do tubo de dessorção. 30°



3. Retire o tubo de dessorção, o anel em “o” de vedação do tubo de dessorção (código: 0905-1014) e o filtro (código: MKI-U-DISK3) do kit de ferramentas fornecido.



4. Instale o tubo de dessorção de acordo com a ordem na figura:
 - Confira se o filtro já está na alça do tubo, depois gire a porca de bloqueio do tubo de dessorção, sem apertá-la.
 - Ajuste o anel em “o” de vedação em torno da extremidade frontal do tubo de dessorção.
 - Insira a extremidade frontal do tubo de dessorção na porca de bloqueio. Aperte a porca de bloqueio com as mãos ou com a ferramenta para reparo de tubos (código G4372-20048). O tubo não pode ser puxado para fora.



1



2



3



4

5. Insira as peças do tubo de dessorção na unidade de dessorção e aperte a porca triangular com as mãos.

Remova os tubos da unidade de dessorção

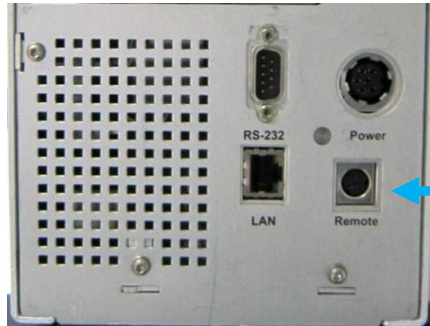
AVISO

Cuidado! A temperatura do tubo pode estar quente o suficiente para causar queimaduras. Resfrie a temperatura até à temperatura ambiente e use luvas resistentes ao calor durante a operação.

1. Abra a tampa superior da unidade de dessorção, gire a porca triangular no sentido anti-horário para afrouxar, e puxe as peças do tubo de dessorção.
2. Solte a porca de bloqueio do tubo de dessorção em 30 graus e retire o tubo de dessorção.



Diagrama esquemático da conexão com outros produtos Agilent com fase gasosa



Painel traseiro da 7667A



Painel traseiro do Agilent GC



Cabo APG remoto (cód. G4370-61208)

Operação do Painel de Controle da 7667A

Interruptor de energia e Indicadores de status



Figura 24 Diagrama esquemático do Painel de controle

O estado atual da Mini TD aparece nos indicadores de status:

- Verde indica execução.
- Amarelo indica que a Mini TD está no estado Não Pronto (veja a figura).
- Vermelho indica que há erros ou perigos potenciais ocorridos na Mini TD.
- Os indicadores de status apagados indicam o estado de pronto.

Tecla Run (Executar)

Essa tecla é usada para a preparação anterior à dessorção de amostragem, para executar o método e interromper a execução.



PrepRun (Rodada de preparação)	Pressione essa tecla para iniciar a preparação antes da dessorção de amostragem.
Start (Iniciar)	Pressione essa tecla para iniciar o processo de dessorção.
Stop (Parar)	Pressione essa tecla para terminar o método de execução.

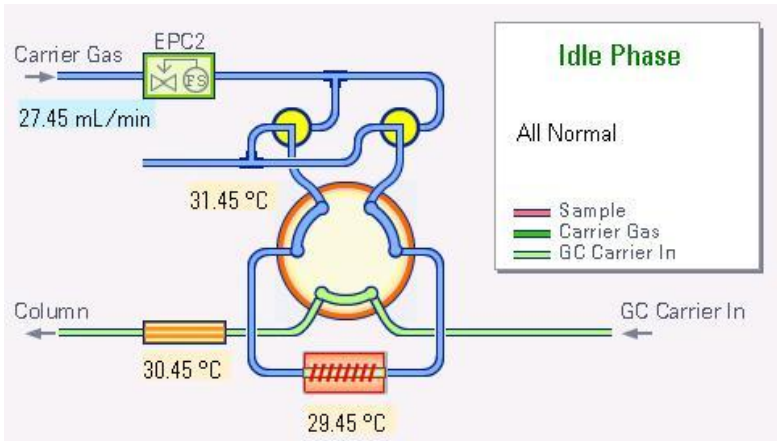
Tecla Menu, tecla Cancelar e Torre



Menu	Pressione para acessar o menu principal.
Cancel (Cancelar)	Pressione para retornar a um menu anterior ou cancelar uma função durante um método.
Dial/Enter	Gire o disco para selecionar ou alterar as configurações dos parâmetros do método. Pressione Enter para confirmar seleções ou configurações.

Status

Há duas páginas de status diferentes no painel de controle: uma é fluxograma, e a outra é uma tabela de status.



Fluxograma

Mini TD Status - Idle			
Item	Actual	Status/Setpoint	
Tube temp	0.0	0.0	
Valve box	0.0	0.0	
Transfer line	0.0	0.0	
Sample flow	0.0	0.0	
Carrier flow	0.0	0.0	

Tabela de status

Criar um Método

Esta seção lista os parâmetros de método, com uma breve descrição de cada um deles.

Tabela 4 Lista dos parâmetros de configuração da Mini TD

Parâmetros	Escala	Descrição
Selecionar modo de operação	Modo de amostragem on-line Modo de dessorção Modo de condicionamento	Selecionar o modo de operação, conforme necessário
Amostragem		
Habilitar bomba	☒ /□	Habilitar/desabilitar bomba
Fluxo de amostragem	5-150 ml/min*	Especificar o fluxo de gás na amostragem
Tempo de amostragem	0-100 min	Especificar a duração da operação de amostragem
Tempo de pré-amostragem	0-100 min	Especificar o tempo de preparação da unidade de dessorção térmica antes da amostragem
Purga a seco		
Habilitar purga a seco	☒ /□	Habilitar/desabilitar a função
Fluxo de purga a seco	0-200 ml/min	Especificar o fluxo de gás na purga a seco
Tempo de purga a seco	0-100 min	Especificar a duração do processo de purga a seco
Dessorção		
Temperatura do tubo	☒ /□ <325 °C	Lig/Desl Especificar a temperatura inicial do tubo de dessorção
Fluxo do gás carreador	0-200 ml/min	Especificar o fluxo do gás carreador
Tempo de início de injeção	☒ /□ 0-100 min	Ligar/desligar a função de injeção Especificar a duração da injeção (unidade: minuto)
Rampa	0-500 °C/min	Especificar a taxa da rampa de temperatura da primeira ordem
Limpeza		
Ativar limpeza	☒ /□	Habilitar/desabilitar a função
Fluxo de limpeza	0-200 ml/min	Especificar o fluxo na limpeza da Mini TD
Tempo de limpeza	0-100 min	Especificar a duração da operação de limpeza
Temperatura da limpeza	<325 °C	Especificar a temperatura na limpeza da Mini TD
Geral		
Habilitar detecção de vazamento	☒ /□	Habilitar/desabilitar a função
Temperatura da linha de transferência	<200 °C	Especificar a temperatura da linha de transferência
Temperatura da caixa da válvula	<175 °C	Especificar a temperatura da caixa da válvula
Parâmetros de condicionamento		
Fluxo do condicionamento	0-200 ml/min	Especificar o fluxo de gás no condicionamento
Tempo de condicionamento	0-100 min	Especificar a duração do processo de condicionamento
Temperatura de condicionamento	<325 °C	Especificar a temperatura no condicionamento

* A escala do fluxo de amostragem é afetada pela pressão ambiente. A taxa máxima de fluxo de amostragem é menor em altas altitudes.

Para criar um método básico, acesse os parâmetros do método usando [Menu]. Para ver uma lista de parâmetros de método, consulte a Tabela 3.

1. Pressione [Menu]. O visor exibirá o modo de operação atual.

The screenshot shows the 'Mini TD Method & Configuration' window. At the top, 'Select Operation Mode:' is set to 'Online Sampling Mode' with a dropdown arrow and a 'Save/Load' button. Below this are tabs for 'Sampling', 'Dry Purging', 'Desorbing', 'Cleaning', 'General', and 'System'. The 'Sampling' tab is active, showing a checked 'Enable Pump' checkbox, 'Sampling Flow' set to '0.3 mL/min', and 'Sampling Time' set to '0.3 min'. At the bottom, it says 'Press [Dial] to select mode.' and shows the date/time '2012-11-08 12:59:59'.

2. Gire o disco até as opções do modo de operação e pressione Enter.

This screenshot is similar to the previous one, but the dropdown menu for 'Select Operation Mode:' is open, showing three options: 'Online Sampling Mode' (highlighted in blue), 'Desorbing Mode', and 'Conditioning Mode'. The rest of the interface remains the same.

3. Gire o disco para selecionar o modo de operação desejado e pressione Enter.
4. Gire o disco para alternar entre páginas diferentes e pressione Enter para entrar na página desejada.
5. Gire o disco para alternar entre diferentes parâmetros.
6. Quando aparecer a caixa de seleção, pressione Enter para ativá-la/desativá-la.
7. Quando a caixa de seleção estiver realçada,
 - a. pressione Enter para começar a editar o valor.
 - b. Gire o disco para alterar as configurações.
 - c. Pressione Enter para confirmar as novas configurações.

8. Pressione [Cancel] para retornar à seleção.
9. Depois, pressione [Cancel] para retornar à Seleção de modos e ao botão Load/Save (Carregar/Salvar).
10. Os parâmetros do método básico estão concluídos. Salve o método (consulte "Carregar/salvar o método").

The screenshot shows a software window titled "Mini TD Method & Configuration". At the top, there is a "Select Operation Mode:" dropdown menu set to "Online Sampling Mode" and a "Save/Load" button. Below this is a tabbed interface with tabs for "Sampling", "Dry Purging", "Desorbing", "Cleaning", "General", and "System". The "Sampling" tab is active. Inside this tab, there is a checked checkbox labeled "Enable Pump". Below the checkbox, there are two input fields: "Sampling Flow" with a value of "0.3" and units "mL/min", and "Sampling Time" with a value of "0.3" and units "min". At the bottom of the window, a status bar displays the text "Press [Dial] to select mode." on the left and the timestamp "2012-11-08 12:59:59" on the right.

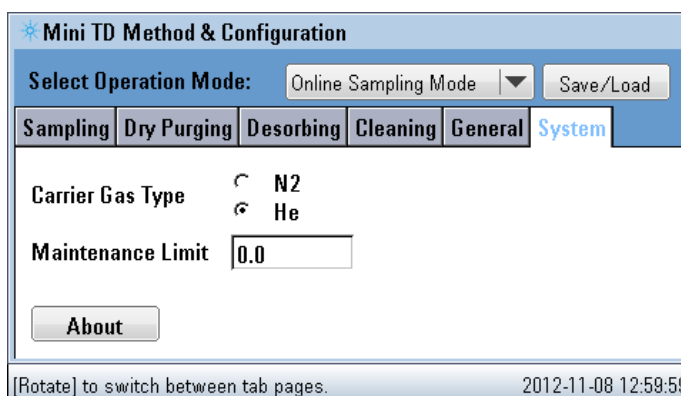
Configurar o tipo de Gás Carreador

AVISO

O tipo de gás carreador da Mini TD deve ser consistente com o tipo de gás carreador do GC.

Para configurar o tipo de gás carreador, acesse a página do sistema.

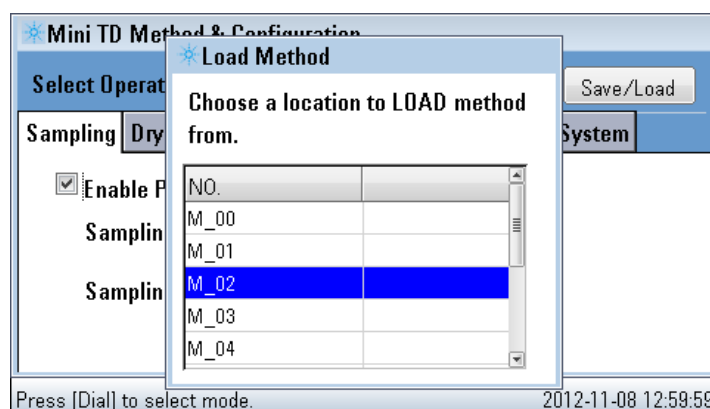
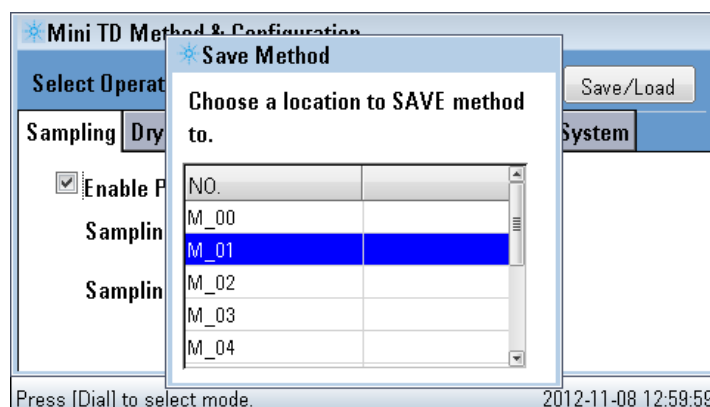
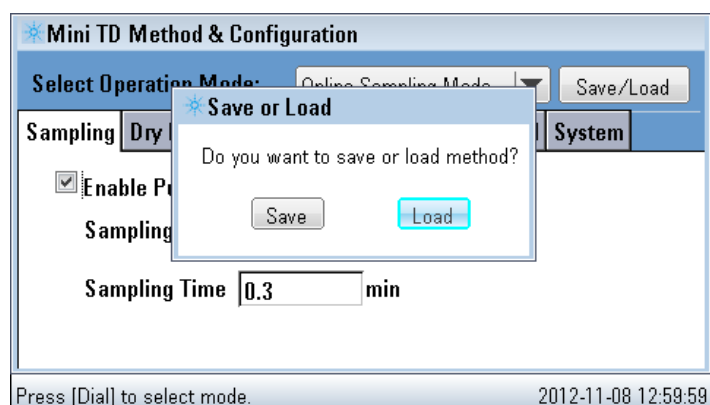
1. Pressione [Menu] duas vezes.
2. Gire o disco para selecionar a página "Sistema".
3. Pressione o disco para entrar na tabela de seleção Tipo do gás carreador.
4. Gire o disco para selecionar o Tipo do gás carreador desejado.
5. Pressione o disco para confirmar a seleção.



Carregar/salvar um método

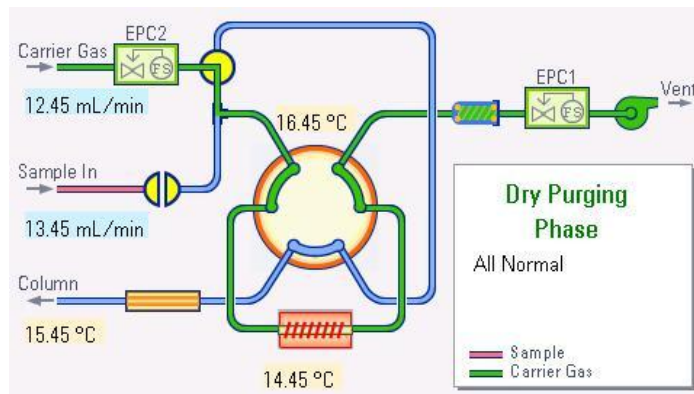
Para carregar/salvar um método:

1. Pressione [Menu].
2. Gire o disco até o botão Load/Save (Carregar/Salvar).
3. Pressione Enter. Quando solicitado, gire o disco para selecionar Salvar ou Carregar, e pressione Enter para abrir a janela de listas Carregar/Salvar.
4. Gire o disco para selecionar o número do compartimento no qual ou do qual você deseja salvar ou carregar o método.
5. Pressione Enter para confirmar a sua escolha.

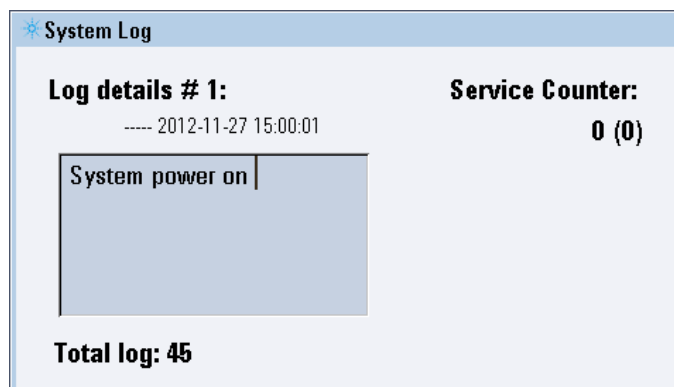


Registro

1. Para acessar o registro, pressione Enter duas vezes na página do fluxograma.



2. O visor indicará o número de entradas que o registro contém.



3. Gire o disco para selecionar informações de registro diferentes.
4. Pressione Enter para retornar à página do fluxograma.



Primeiros Passos

Materiais necessários [52](#)

Condicionar os tubos de dessorção [52](#)

Definir o método de verificação [53](#)

Preparar a amostra de verificação [55](#)

Executar o método de verificação [56](#)

Preparar os resultados da verificação [56](#)

Esta seção descreve como iniciar a mini unidade de dessorção térmica Agilent 7667A pela primeira vez e verificar o desempenho da [G4370A/G4370M](#) no sistema.

Execute apenas os procedimentos referentes à configuração do seu instrumento.

Materiais necessários

- Seringas 10 uL Cód. 5190-1483
- Amostras de verificação Cód. [18710-60170](#)
- Tubos de dessorção Cód. C-TBP1TC (veja detalhes no [Apêndice](#))

Condicionar o tubo de dessorção

Para assegurar que o tubo de dessorção funcione normalmente, o tubo de dessorção precisa ser condicionado antes da primeira execução de dessorção da amostra.

1. Instale os tubos de dessorção. (Consulte a seção “[Substituir os tubos de dessorção](#)” neste manual).
2. Defina os parâmetros de condicionamento no painel (consulte a Lista 5; quanto à operação específica, consulte “[Operação do painel de controle da 7667A](#)” neste manual). Ou carregue o método de condicionamento já salvo no sistema.
3. Pressione a tecla “**Start**” no painel de controle para iniciar a execução do método de condicionamento.

Tabela 5 Métodos de condicionamento recomendados para a Mini TD

Parâmetros	G4370A	G4370M
Selecionar modo de operação	Modo de condicionamento	Modo de condicionamento
Fluxo de condicionamento	50 ml/min	50 ml/min
Tempo de condicionamento	20 min	20 min
Temperatura de condicionamento	320 °C	320 °C
Temperatura da linha de transferência	150 °C	150 °C
Temperatura da caixa de válvulas	150 °C	150 °C
Tipo de gás carreador	Nitrogênio	Nitrogênio/Hélio

Definir o método de verificação

Use o **sistema de dados Agilent** (**OpenLABChemStation/EZChrom, MassHunter**) para definir o método de verificação. O **ChemStation** é usado como exemplo abaixo (consulte o **“Guia de operação do software”** neste manual para conhecer a operação específica).

1. Execute o OpenLABChemStation.
2. Na interface “MethodandRunControl” (Controle do método e da rodada), selecione **Instrument>EditAgilent 7820Aparameters** (Instrumento > Editar parâmetros do Agilent 7820A) para ir para a interface **“Setting method”** (Definir método).
3. Selecione **“Configuration” module** (Módulo de configuração) para ir para a interface de operação de seleção do tipo de gás. Selecione o tipo de gás carreador conectado.
4. Edite o método de verificação de acordo com a Lista 6 e a Lista 7.
5. Aplique o método ao instrumento.
6. Salve o método com um novo nome.

Tabela 6 Parâmetros do método de verificação da Mini TD

Parâmetros	G4370A	G4370M
Amostragem	Desl	Desl
Deteção de vazamento	Lig	Lig
Habilitarpurga a seco	Lig	Lig
Fluxo de purga a seco	50 ml/min	50 ml/min
Tempo de purga a seco	0.5 min	0.5 min
Dessorção	Desl	Desl
Temperaturainicial do tubo	40 °C	40 °C
Tempo inicial do tubo	0	0
Temperatura da rampa do tubo	500 °C	500 °C
Temperatura final do tubo	310 °C	310 °C
Tempo final do tubo	6 min	6 min
Limpeza	Lig	Lig
Fluxo de limpeza	200 ml/min	200 ml/min
Tempo de limpeza	8 min	8 min
Temperatura de limpeza	320 °C	320 °C
Temperatura da linha de transferência	180 °C	180 °C
Temperatura da caixa da válvula	175 °C	175 °C
Fluxo do gás carreador	Desl	30 ml/min

Tabela 7 Os parâmetros do método do GC 7820A / LTM GC/MSD 5975T

Forno	
Tempo de equilíbrio	0.5 min
Temperaturainicial	50 °C
Tempo inicial	0.5 min
Taxa1	20 °C
Temperatura final1	240 °C
Tempo final1	5
Entrada (com/sem divisor)	
Modo	Com divisor
Aquecedor	250 °C (Ligado)
Pressão	4,0691 psi
Taxa de divisão	40:1
Fluxodividido	32 ml/min
Fluxo total	33,252 ml/min
Economizador de gás carreador	Desl
Coluna 1 (19091J-413)	
Modo	Modo de fluxo constante
Fluxo	0,8 ml/min
Pressão	4,0691 psi
Velocidade média da linha	15,775 cm/s
Detector – FID	
Temperatura	300 °C
Fluxo de hidrogênio	30 ml/min
Fluxo de ar	400 ml/min
Modo	Fluxo de complementação constante
Fluxo de complementação	25 ml/min
MS ou MSD	
Retardo do solvente	5 min
Tempo de execução	15 min
Faixa de varredura	35 a 550
Método usado	Arquivo Atune
Pressão de entrada	82,8 kPa (12 psi)
Fluxo da coluna	1,1 ml/min

NOTA

A tabela lista as configurações do GC 7820A / LTM GC/MSD 5975T. Para outros tipos de GC , use as configurações similares.

Preparar a amostra de verificação

Prepare as amostras de verificação quando o instrumento estiver no estado pronto.

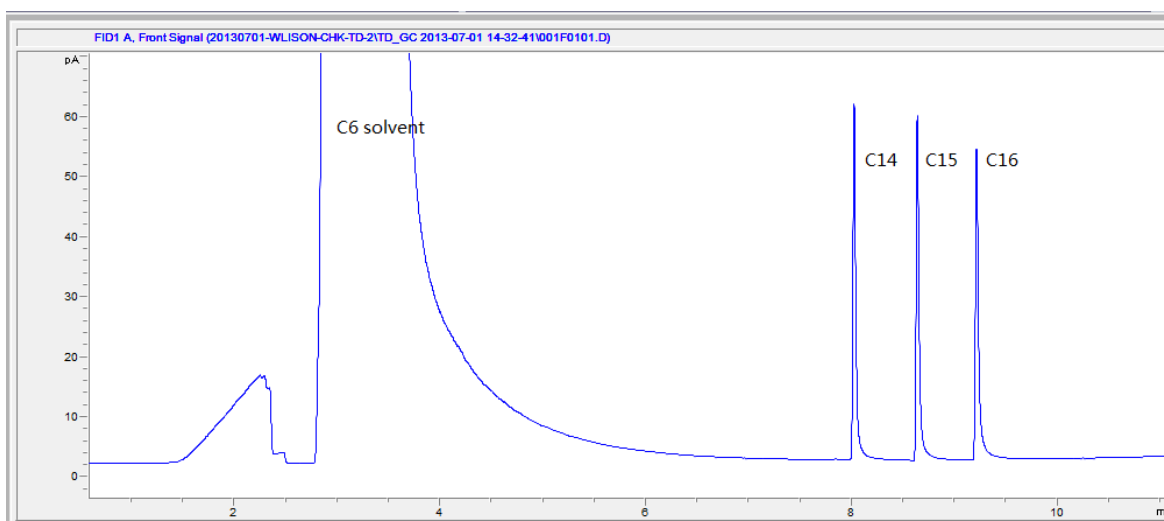
1. Retire a seringa e as amostras de verificação do kit de remessa.
2. Abra a tampa superior da unidade de dessorção, solte a porca triangular e remova o conjunto do tubo de dessorção.
3. Desconecte o tubo de dessorção da alça do tubo.
4. Use a seringa para retirar 1 ul da amostra de verificação.
5. Injete a amostra de verificação no tubo de dessorção, na extremidade entalhada.
6. Insira o tubo de dessorção na unidade de dessorção e aperte a porca triangular com as mãos.
7. Feche a tampa superior.

Executar o método de verificação

1. Selecione **RunControl>SampleInformation** (Controle da rodada > Informações da amostra) para ir para a interface “**SampleInformation**” (Informações da amostra).
2. Selecione o caminho para salvar o sinal de saída, o nome do arquivo de saída e o local do frasco (Frasco 1 é o local de injeção padrão da Mini TD, e não deve ser alterado).
3. Pressione o botão “**RuntheMethod**” (Executar o método) para iniciar a execução do método de verificação.
4. Ou pressione o botão “**Confirm**” (Confirmar) para fechar a caixa “**SampleInformation**” (Informações da amostra) e selecione **RunControl>RuntheMethod** (Controle da rodada > Executar o método) para executar o método de verificação.

Preparar os resultados da verificação

Quando a rodada terminar, compare o cromatograma resultante com os exemplos abaixo. Se a instalação estiver correta e o funcionamento estiver normal, o cromatograma resultante deve se parecer com o exemplo daqui.



Cromatograma de verificação



Guia de Operação do Software

Preparação antes de iniciar	58
Operação do OpenLABChemStation C.01.05/ Ezchrom A.04.05	58
Iniciar o instrumento on-line	58
Configuração do tipo do gás	59
Configurações dos parâmetros	60
Criar o método	63
Salvar o método	64
Executar o método	65
Criar a Sequência	66
Salvar a sequência	67
Executar a sequência	67
Operação do MassHunter	68
Iniciar o instrumento on-line	68
Configuração do tipo do gás	68
Configurações dos parâmetros	69
Criar/salvar o método	69
Executar o método	69
Criar a sequência	70
Salvar a sequência	71
Executar a sequência	71
Informações sobre a Ajuda on-line	72

Este guia descreve como usar o sistema de dados Agilent para controlar a Mini TD.

Preparação antes de iniciar

Este guia supõe que:

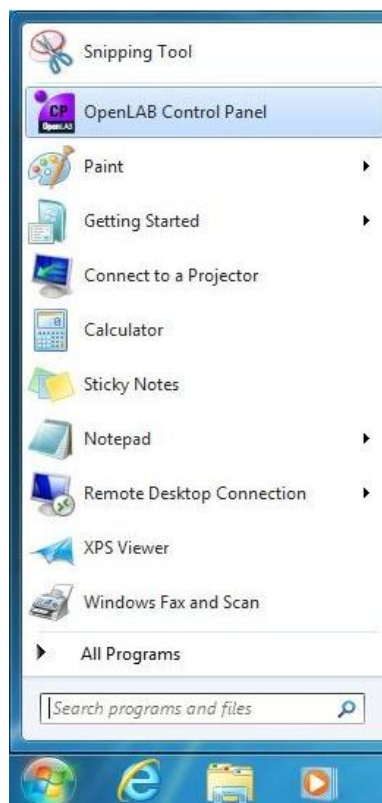
- A versão mais recente do sistema de dados Agilent (**OpenLabChemStation C.01.05/Mass Hunter B.07.00**) foi instalada.
- O GC 7820A / LTM GC/MSD 5975T está configurado como instrumento on-line.
- O GC 7820 / LTM GC/MSD 5975T e a Mini TD estão prontos.

Operação do OpenLABChemStation C.01.05/Ezchrom

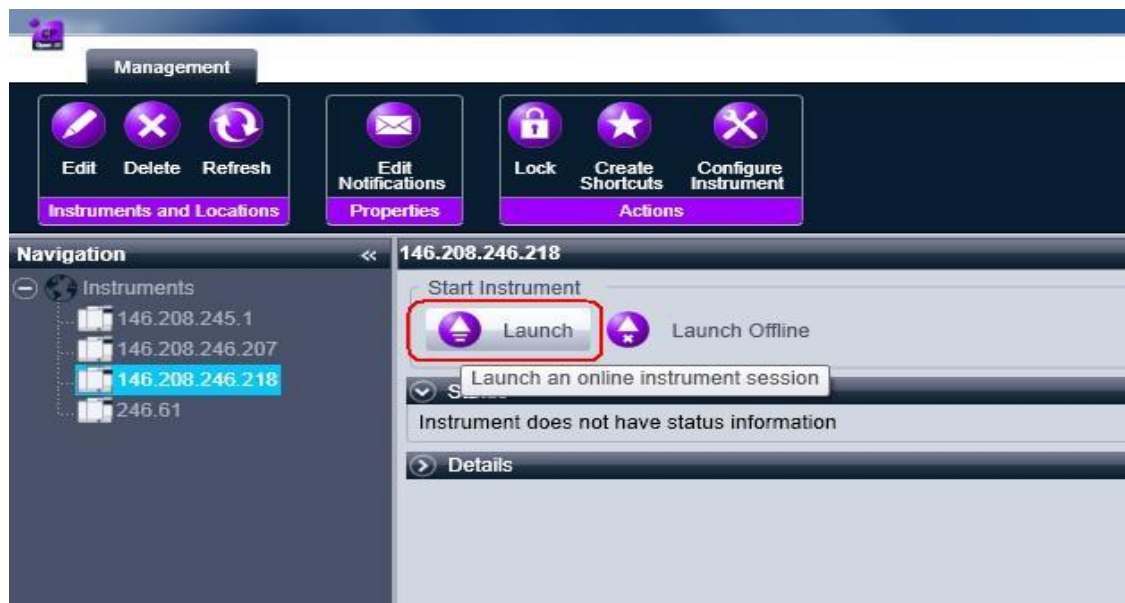
A.04.05

Iniciar o instrumento on-line

1. No menu “**Start** (Iniciar), clique no ícone “**OpenLAB**”.

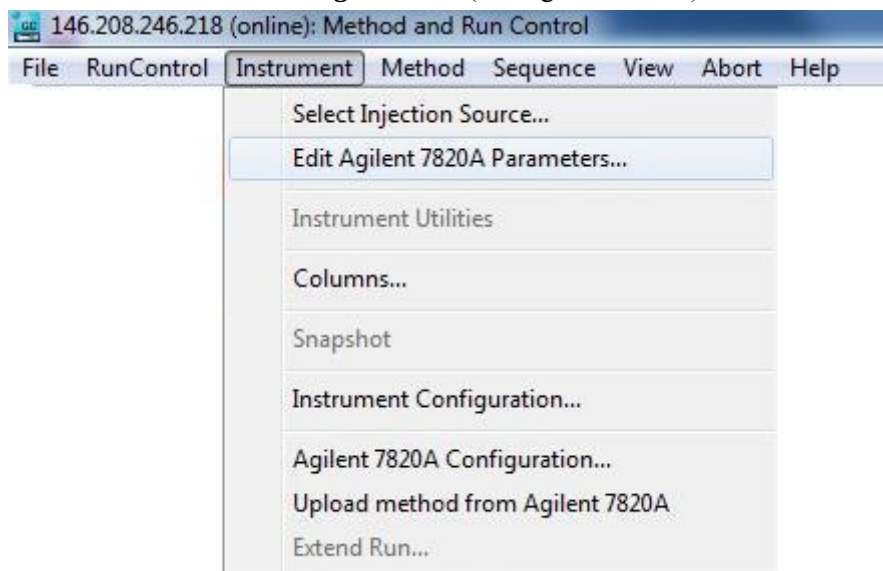


- Na caixa “**OpenLABControlPanel**” (Painel de controle do OpenLAB), pressione o botão “**Launch**” (Abrir) para abrir o **ChemStation**.

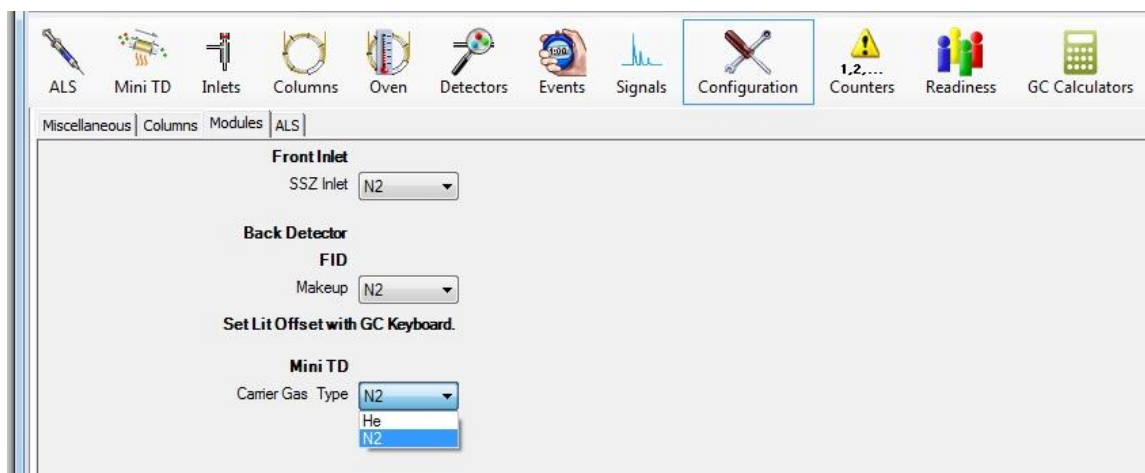


Configuração do tipo do gás

- Selecione “**Instrument > Edit Agilent 7820 Parameters...**” (Instrumento > Editar parâmetros do Agilent 7820...) para ir para a interface “**Setting Method**” (Configurar método).



- Na interface “**Setting Method**” (Configurar método), selecione “**Configuration**” module (Módulo de configuração) para ir para a interface de seleção do tipo de gás. As opções nitrogênio e hélio estão disponíveis.



AVISO

O tipo de gás carreador da **Mini TD** deve ser consistente com o do GC.

Configurações dos parâmetros

- Selecione “**Instrument > Edit Agilent 7820 Parameters...**” (Instrumento > Editar parâmetros do Agilent 7820...) para ir para a interface “**Setting Method**” (Configurar método).
- Clique no ícone  para ir para a interface de configuração dos parâmetros da Mini TD.
- A Mini unidade de dessorção térmica 7667A tem três modos de operação e o usuário pode escolher o modo de operação apropriado com base na sua aplicação.



Figura 25 Menu suspenso OperationMode (Modo de operação)

One Stage Thermal Desorber [Model Number: G4370M]

Select Operation Mode: **Online Sampling Mode**

☐ Enable Sample Overlap ☒ Enable Leak Detection

Sampling

Setpoint Actual

Sampling Flow: 50 mL/min 0 mL/min

Sampling Time: 1 min

PreSampling Time: 0 min

☒ Enable Pump

Dry Purging

☒ Enable Dry Purge

Setpoint Actual

Dry Purge Flow: 100 mL/min 0 mL/min

Dry Purge Time: 1 min

Desorbing

Setpoint Actual

☒ Tube Temp: 55 °C 55 °C

☒ Carrier Flow: 30 mL/min 30 mL/min

☒ Injection Start Time: 1 min

	Rate °C/min	Value °C	Hold Time min	Run Time min
► (Initial)		55	0	0
Ramp 1	600	310	1	1.425

Cleaning

☒ Enable Clean

Setpoint Actual

Cleaning Flow: 100 mL/min 0 mL/min

Cleaning Time: 4 min

Cleaning Temp: 320 °C 0 °C

General

Setpoint Actual

☒ TransferLine Temp: 150 °C 149.9 °C

☒ ValveBox Temp: 150 °C 155.4 °C

Figura 26 Interface do modo de amostragem on-line

One Stage Thermal Desorber [Model Number: G4370A]

Select Operation Mode: **Desorbing Mode**

☐ Enable Leak Detection

Dry Purging

☒ Enable Dry Purge

Setpoint Actual

Dry Purge Flow: 0 mL/min 0 mL/min

Dry Purge Time: 0 min

Desorbing

Setpoint Actual

☒ Tube Temp: 40 °C 40 °C

☒ Carrier Flow: 35.063 mL/min 0 mL/min

☒ Injection Start Time: 0 min

	Rate °C/min	Value °C	Hold Time min	Run Time min
► (Initial)		40	0	0
Ramp 1	1200	320	2	2.2333

Cleaning

☒ Enable Clean

Setpoint Actual

Cleaning Flow: 0 mL/min 0 mL/min

Cleaning Time: 0 min

Cleaning Temp: 0 °C 0 °C

General

Setpoint Actual

☒ TransferLine Temp: 0 °C 24.9 °C

☒ ValveBox Temp: 0 °C 37.4 °C

Figura 27 Interface do modo de dessorção

One Stage Thermal Desorber [Model Number: G4370A]

Select Operation Mode: **Conditioning Mode**

Conditioning

Setpoint Actual

Condition Flow: 50 mL/min 0

Condition Time: 30 min

Condition Temp: 300 °C 39.9 °C

General

Setpoint Actual

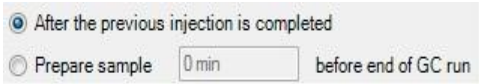
☒ TransferLine Temp: 0 °C 24.8 °C

☒ ValveBox Temp: 0 °C 36.8 °C

Figura 28 Interface do modo de condicionamento

4. A [Tabela 8](#) lista todos os parâmetros editáveis e o intervalo dos parâmetros.

Tabela 8 Lista dos parâmetros de configuração da Mini TD

Parâmetros	Escala	Descrição
Selecionar modo de operação	Modo de amostragem on-line Modo de dessorção Modo de condicionamento	Selecionar o modo de operação, conforme necessário
Habilitar sobreposição de amostras	☒ /□	Habilitar/desabilitar a função
	☒ /○ ☐ /○ 0-100 min	1. Inicie a próxima amostragem, após a conclusão da injeção atual (ou após a conclusão das operações de limpeza, se a limpeza for necessária). 2. Comece a preparar a amostra xx minutos antes da conclusão da execução do GC.
Habilitar detecção de vazamento	☒ /□	Habilitar/desabilitar a função
Amostragem		
Habilitar bomba	☒ /□	Habilitar/desabilitar bomba
Fluxo de amostragem	5-150 ml/min*	Especificar o fluxo de gás durante a amostragem
Tempo de amostragem	0-100 min	Especificar a duração da operação de amostragem
Tempo de pré-amostragem	0-100 min	Especificar o tempo de preparação antes da amostragem
Purga a seco		
Habilitar purga a seco	☒ /□	Habilitar/desabilitar a função
Fluxo de purga a seco	0-200 ml/min	Especificar o fluxo de gás durante a purga a seco
Tempo de purga a seco	5-100 min	Especificar a duração do processo de purga a seco

* A escala do fluxo de amostragem é afetada pela pressão ambiente. A taxa máxima de fluxo de amostragem é menor em altas altitudes.

Tabela 8 Lista dos parâmetros de configuração da Mini TD (continuação)

Limpeza		
Ativarlimpeza	☒ / ☐	Habilitar/desabilitaressafunção
Fluxo de limpeza	0-200 ml/min	Especificar o fluxo na limpeza da Mini TD
Tempo de limpeza	0-100 min	Especificar a duração da operação de limpeza
Temperatura da limpeza	$\leq 325^{\circ}\text{C}$	Especificar a temperatura na limpeza da Mini TD
Geral		
Temperatura da linha de transferência	$\leq 200^{\circ}\text{C}$	Especificar a temperatura da linha de transferência
Temperatura da caixa da válvula	$\leq 175^{\circ}\text{C}$	Especificar a temperatura da caixa da válvula
Dessorção		
Temperatura do tubo	☒ / ☐ $\leq 325^{\circ}\text{C}$	Lig/Desl Especificar a temperatura inicial do tubo de dessorção
Fluxo do gás carreador	0-200 ml/min	Especificar o fluxo do gás carreador
Tempo de início de injeção	☒ / ☐ 0-100 min	Ligar/desligar a função de injeção Especificar a duração da injeção (unidade: minuto)
Rampa	0-500 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$	Especificar a taxa da rampa de temperatura da primeira ordem
Parâmetros de condicionamento		
Fluxo do condicionamento	0-200 ml/min	Especificar o fluxo de gás no condicionamento
Tempo de condicionamento	0-100 min	Especificar a duração do processo de condicionamento
Temperatura de condicionamento	$<325^{\circ}\text{C}$	Especificar a temperatura no condicionamento

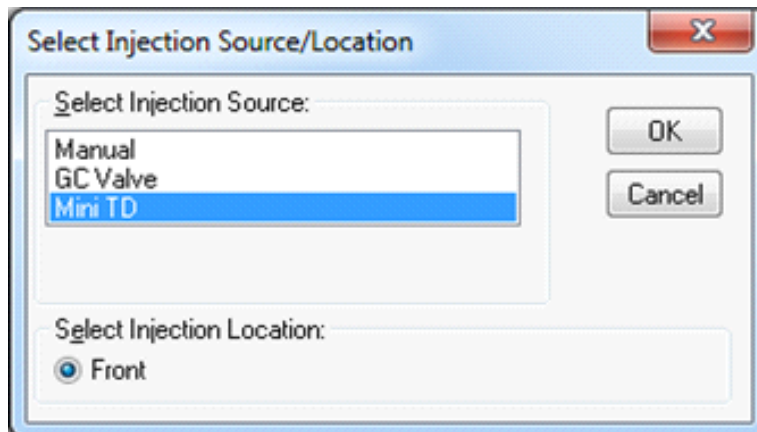
NOTA

A Mini unidade de dessorção térmica 7667A oferece suporte apenas à rampa da primeira ordem e a maior taxa de rampa é de 500 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$.

Criar o método

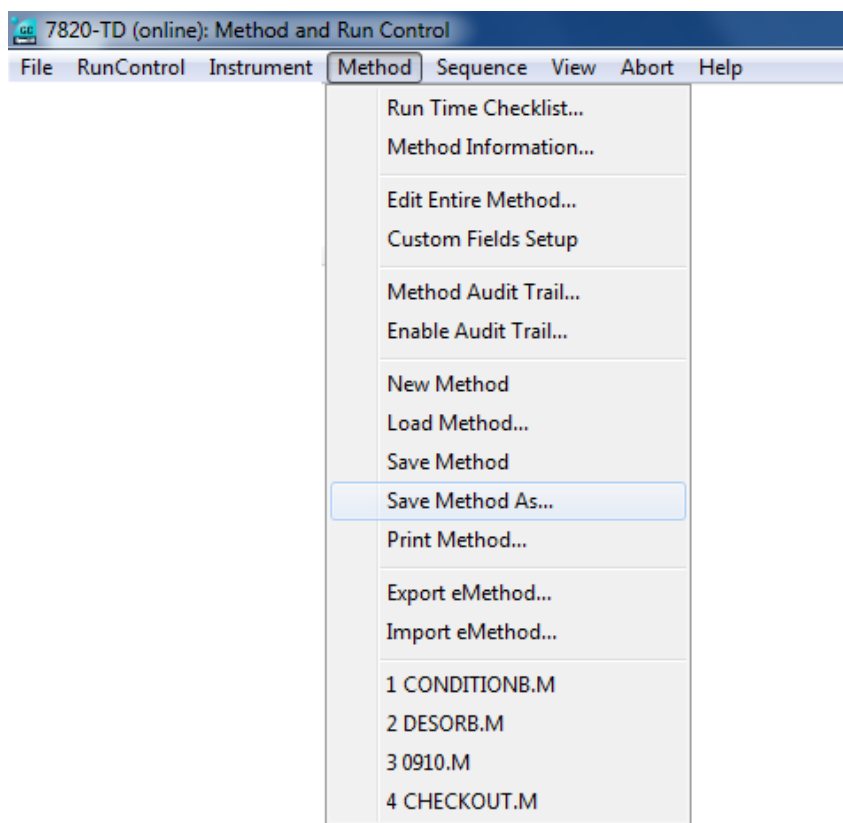
1. Selecione “**Instrument > Edit Agilent 7820 Parameters...**” (Instrumento > Editar parâmetros do Agilent 7820...) para ir para a interface “**Setting Method**” (Configurar método).
2. Clique no ícone  para ir para a interface de configuração dos parâmetros da Mini TD.
3. Selecione o modo de funcionamento, conforme necessário.
4. Insira/altere outros parâmetros, conforme necessário. Consulte “[Definição de parâmetros](#)”, acima.
5. Pressione o botão “**Apply**” (Aplicar) para aplicar o método à Mini TD.

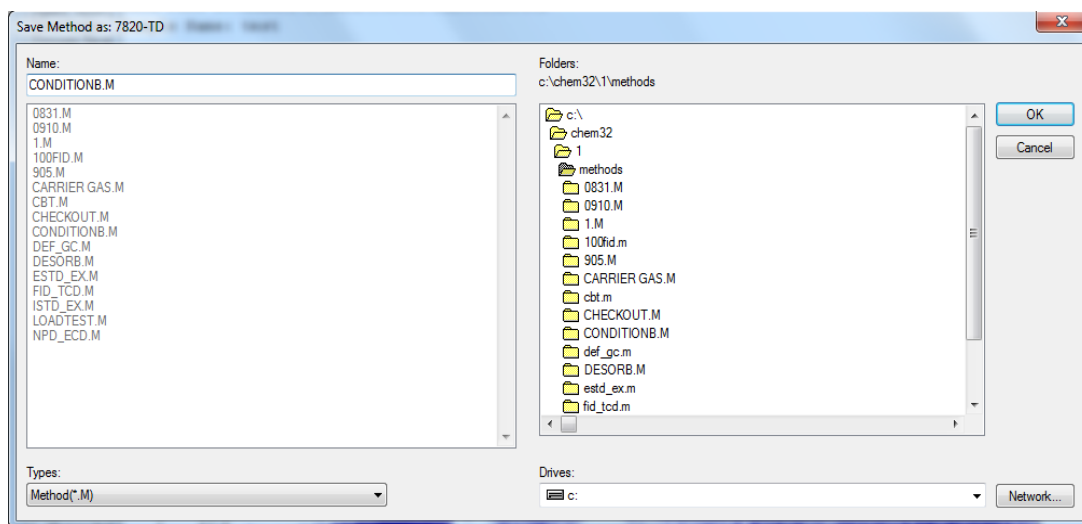
6. Edite os parâmetros do GC 7820 (consulte o Manual do GC 7820A).
7. Selecione **Instrument>SelectInjectionSource** (Instrumento > Selecionar fonte de injeção) para abrir a caixa de diálogo “**SelectInjectionSource**” (Selecionar fonte de injeção); selecione “Mini TD” como fonte de injeção.



Salvar o método

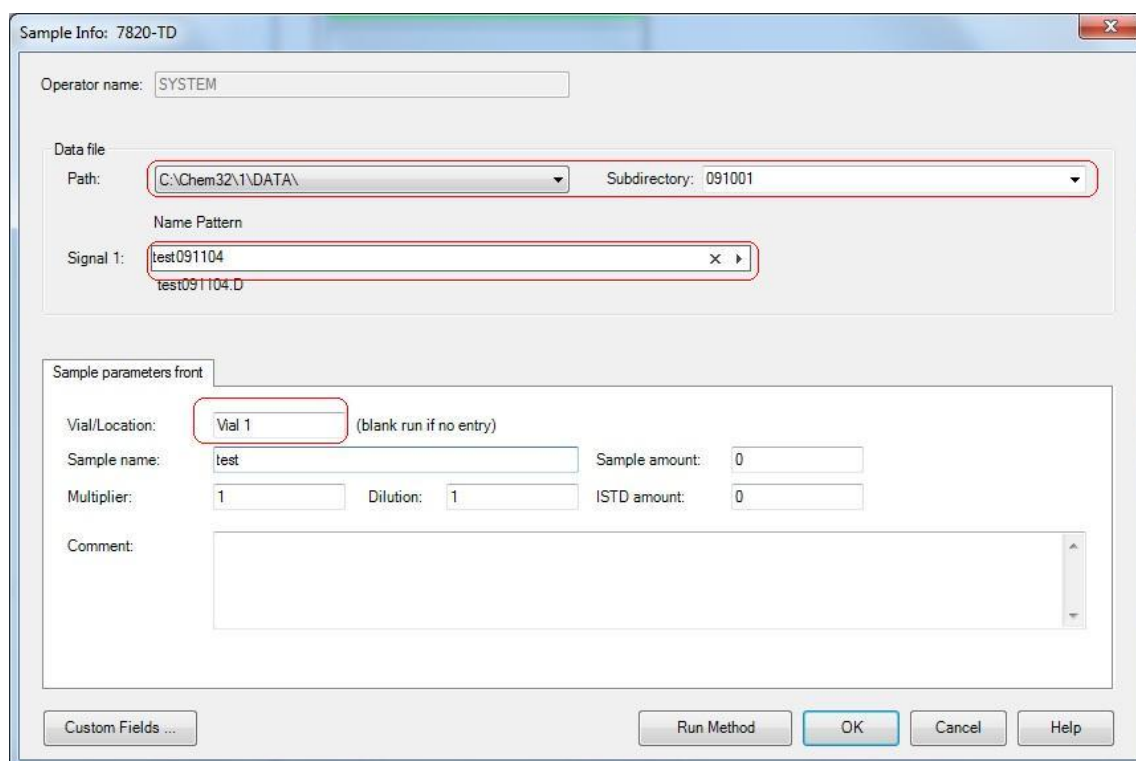
Selecione “**Method>SaveMethod As...**” (Método > Salvar método como...) para abrir a caixa de diálogo “**SaveMethod As**” (Salvar método como). Digite um novo nome de arquivo e pressione o botão “**OK**” para salvar o método atual. Enquanto isso, o método é aplicado ao sistema GC-Mini TD que você conectou.





Executar o método

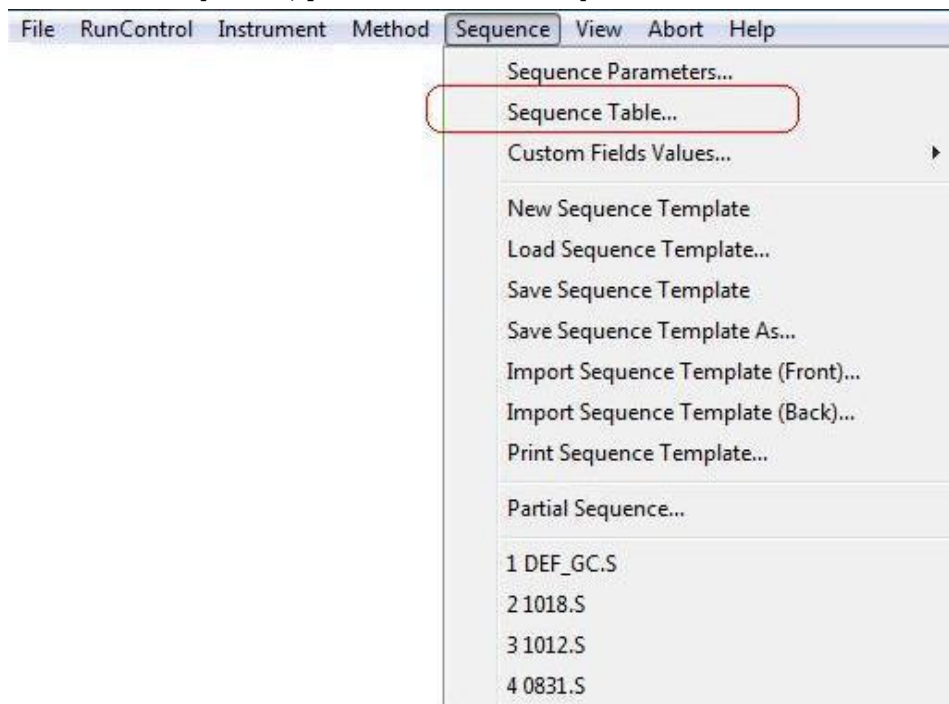
1. Selecione **“RunControl>SampleInformation”** (Controle da rodada > Informações da amostra) para abrir a caixa **“SampleInformation”** (Informações da amostra). Depois, selecione o caminho para salvar o sinal de saída, o nome do arquivo de saída e a posição do frasco (Frasco 1 é a posição padrão da Mini TD).



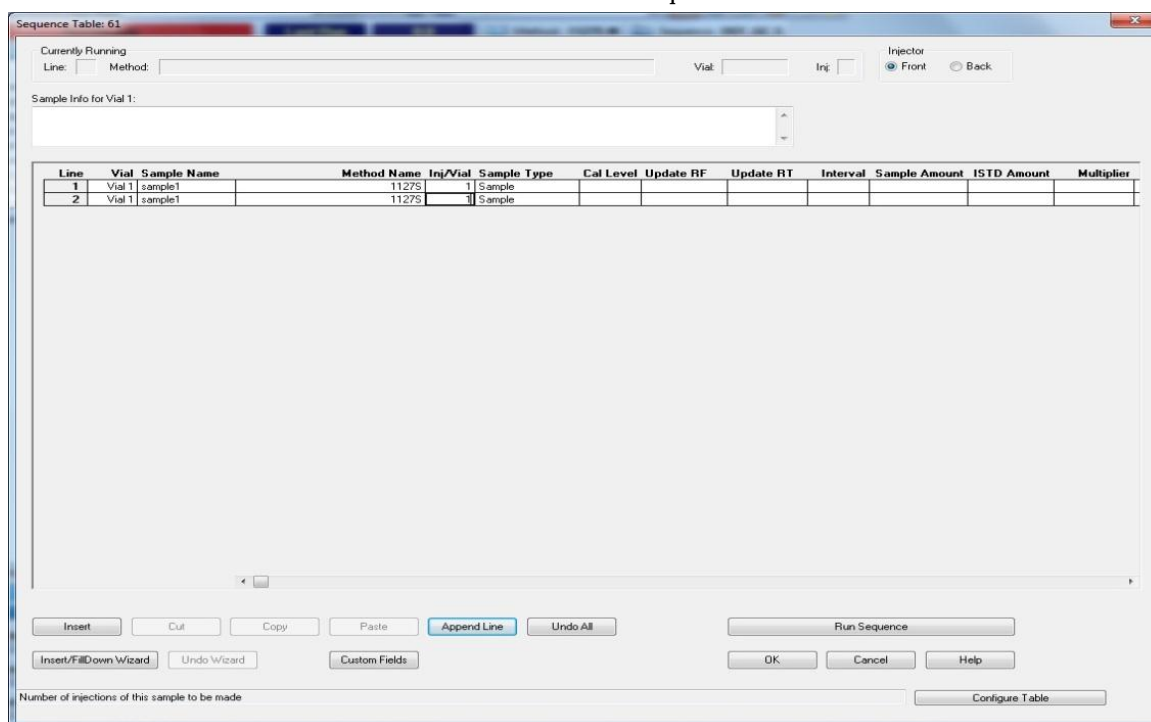
2. Pressione o botão **“RunMethod”** (Rodar método) para começar a rodar o método, ou pressione o botão **“OK”** para fechar a caixa **“SampleInformation”** (Informações da amostra). Depois, selecione **“RunControl>RunMethod”** (Controle da rodada > Executar o método) para iniciar a execução do método.

Criar a Sequência

1. Selecione “**Sequence>SequenceTable**” (Sequência > Tabela de sequências) para abrir a tabela de sequências.

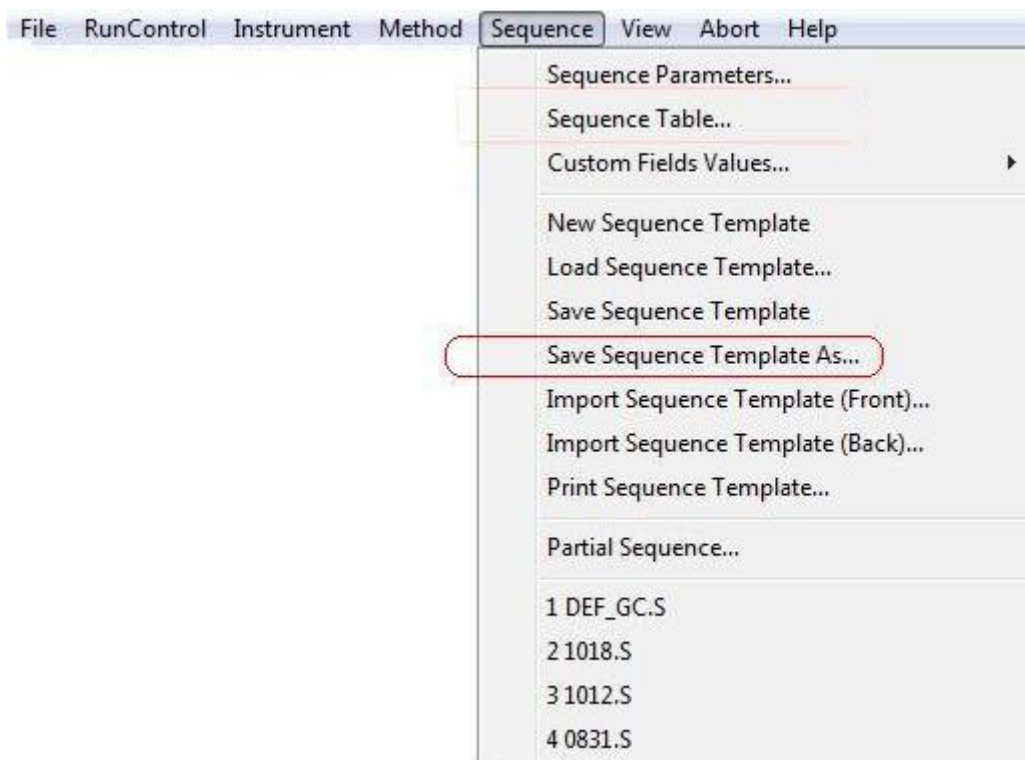


2. Na tabela de sequências, insira a posição do frasco (Frasco 1), o nome do método e o nome do arquivo de dados.



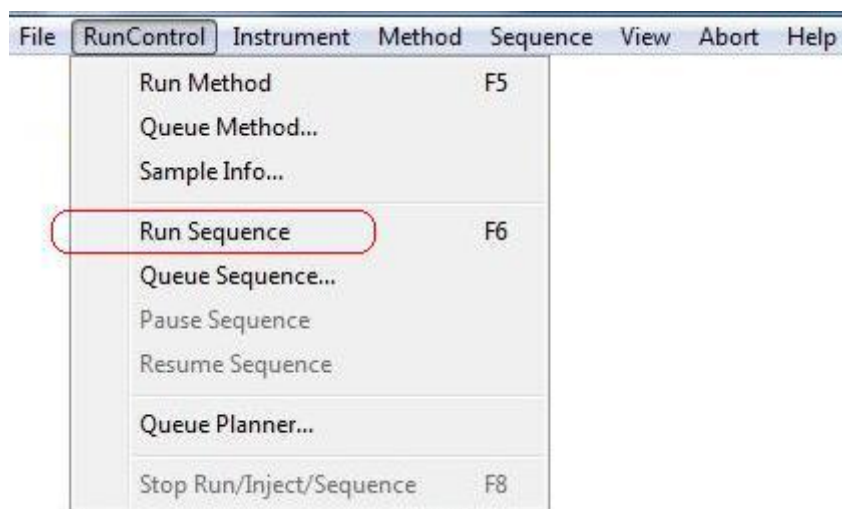
Salvar a sequência

1. Selecione “**Sequence>SaveSequenceTable As...**” (Sequência > Salvar a tabela de sequências como...) para salvar a sequência.



Executar a sequência

1. Selecione “**RunControl>RuntheSequence**” (Controle da rodada > Executar a sequência) para começar a executar a sequência atual.



Operação do MassHunter

Iniciar o instrumento on-line

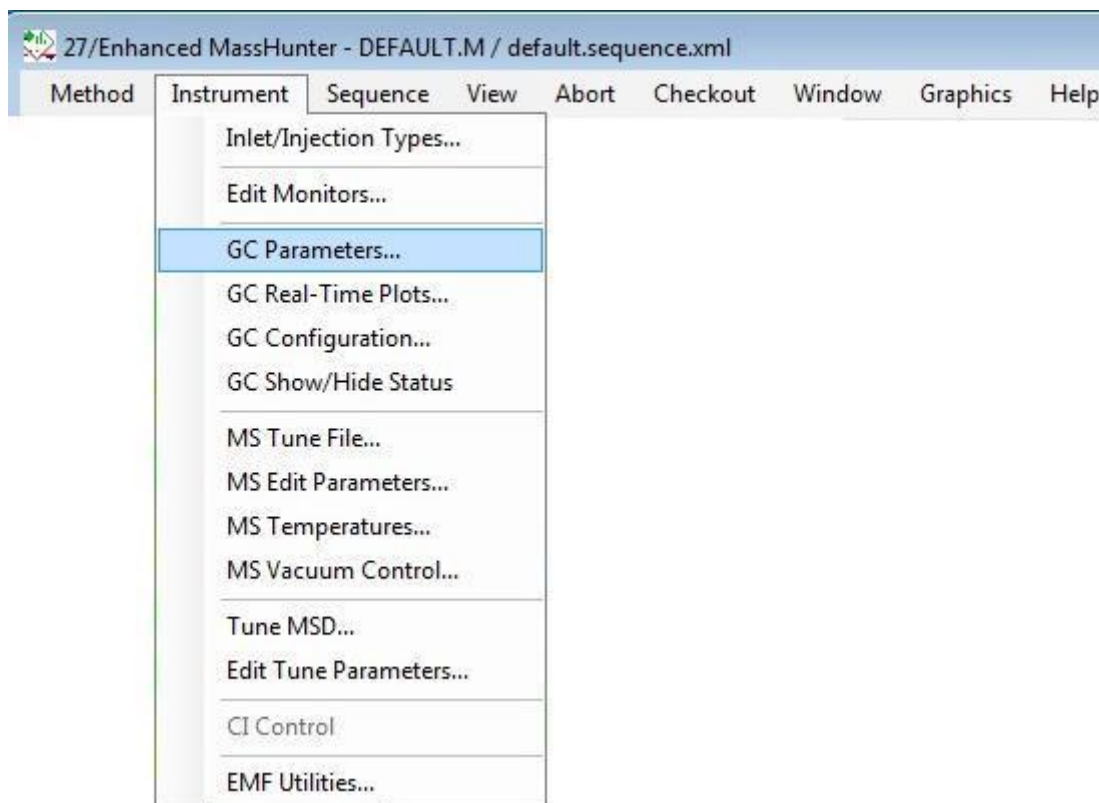
1. Na “área de trabalho”, clique no ícone do instrumento on-line para entrar na interface principal do



“MassHunter”.

Configuração do tipo do gás

1. Selecione “**Instrument> GC Parameters...**” (Instrumento > Parâmetros do GC) para ir para a interface “**Edit GC Parameters**” (Editar parâmetros do GC).



2. Na interface “**Edit GC Parameters**” (Editar parâmetros do GC), selecione “**Configurationmodule**” (Módulo de configuração) para ir para a interface de seleção do tipo de gás.
3. O tipo de gás selecionável é Hélio.

Configurações dos parâmetros

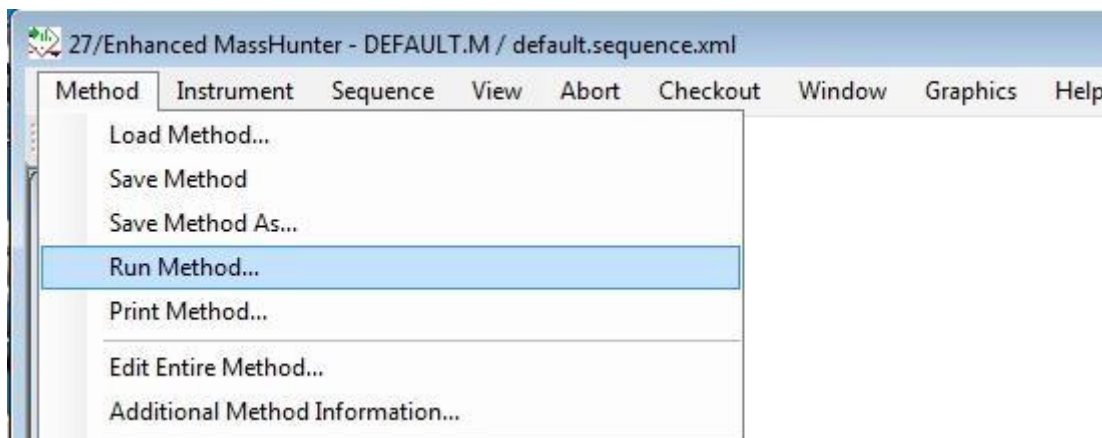
1. Selecione “**Instrument> GC Parameters**” (Instrumento > Parâmetros do GC) para ir para a interface “**Edit GC Parameters**” (Editar parâmetros do GC) e insira os parâmetros do GC. (As etapas de operação específicas são as mesmas do “**ChemStation**”).
2. Selecione “**Instrument> MS Parameters**” (Instrumento > Parâmetros do MS) para ir para a interface “**Edit MS Parameters**” (Editar parâmetros do MS) e insira os parâmetros do MS.

Criar/salvar o método

As etapas operacionais do método Criar/Salvar são as mesmas do “**ChemStation**”.

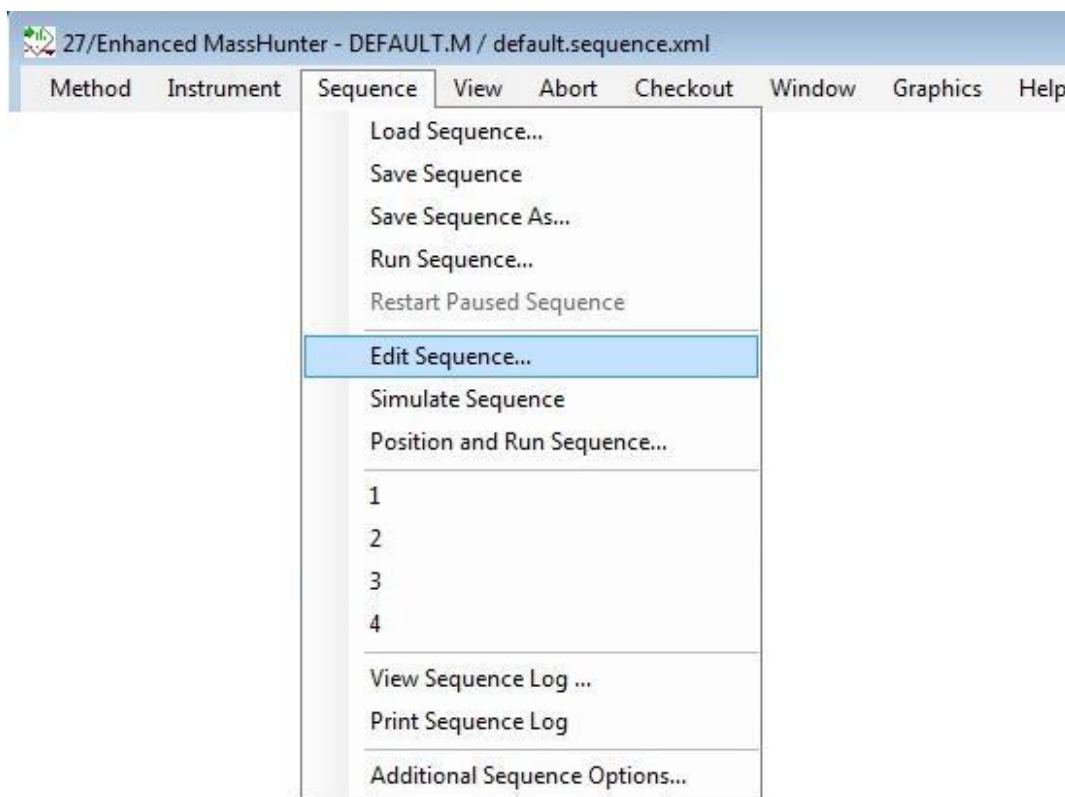
Executar o método

Selecione “**Method>RuntheMethod**” (Método > Executar o método) para iniciar a execução do método atual.

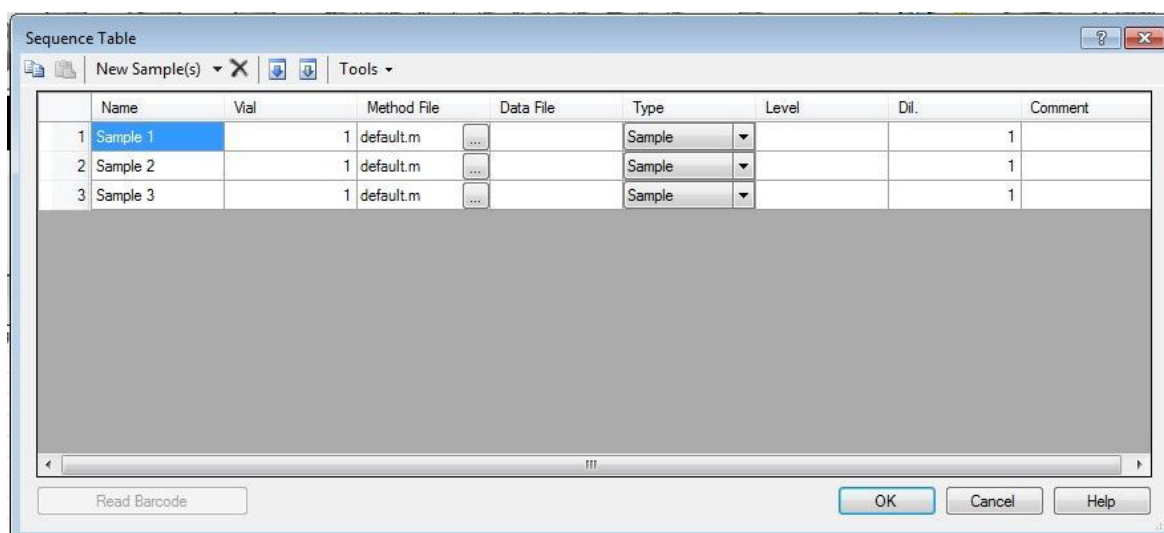


Criar a sequência

1. Selecione “**Sequence>EditSequence**” (Sequência > Editar sequência) para abrir a “**SequenceTable**” (Tabela de sequências).

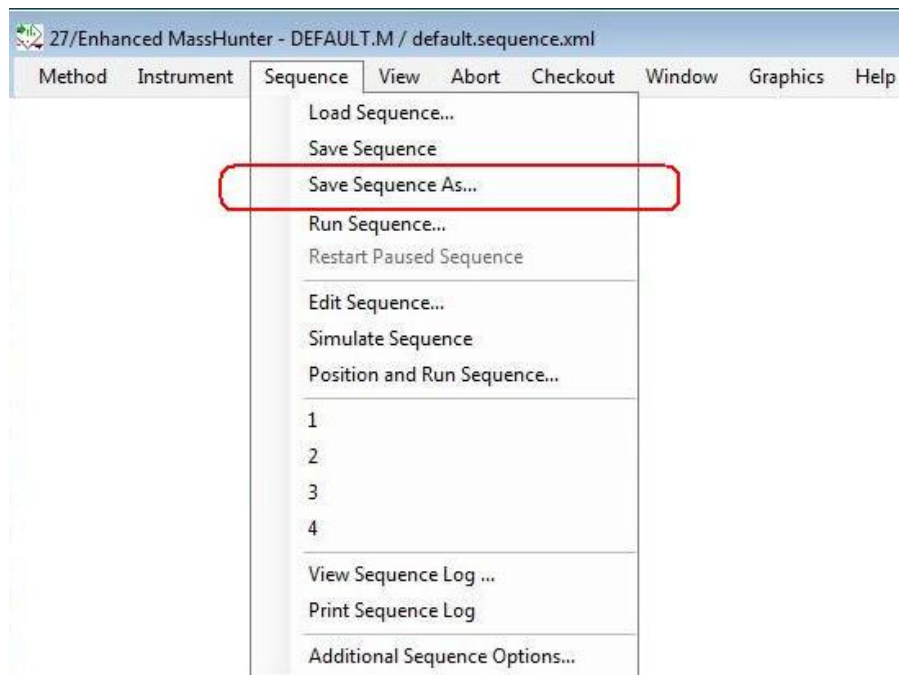


2. Na “**tabela de sequências**”, insira a posição do frasco (Frasco 1), o nome do método e o nome do arquivo de dados.



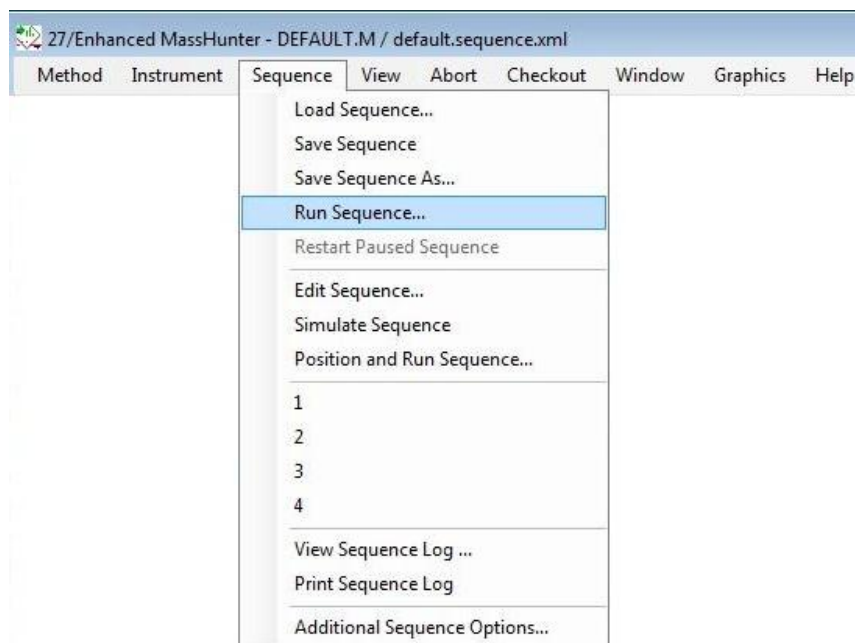
Salvar a sequência

1. Selecione “**Sequence>SaveSequenceTable As...**” (Sequência > Salvar a tabela de sequências como...) para salvar a sequência atual.



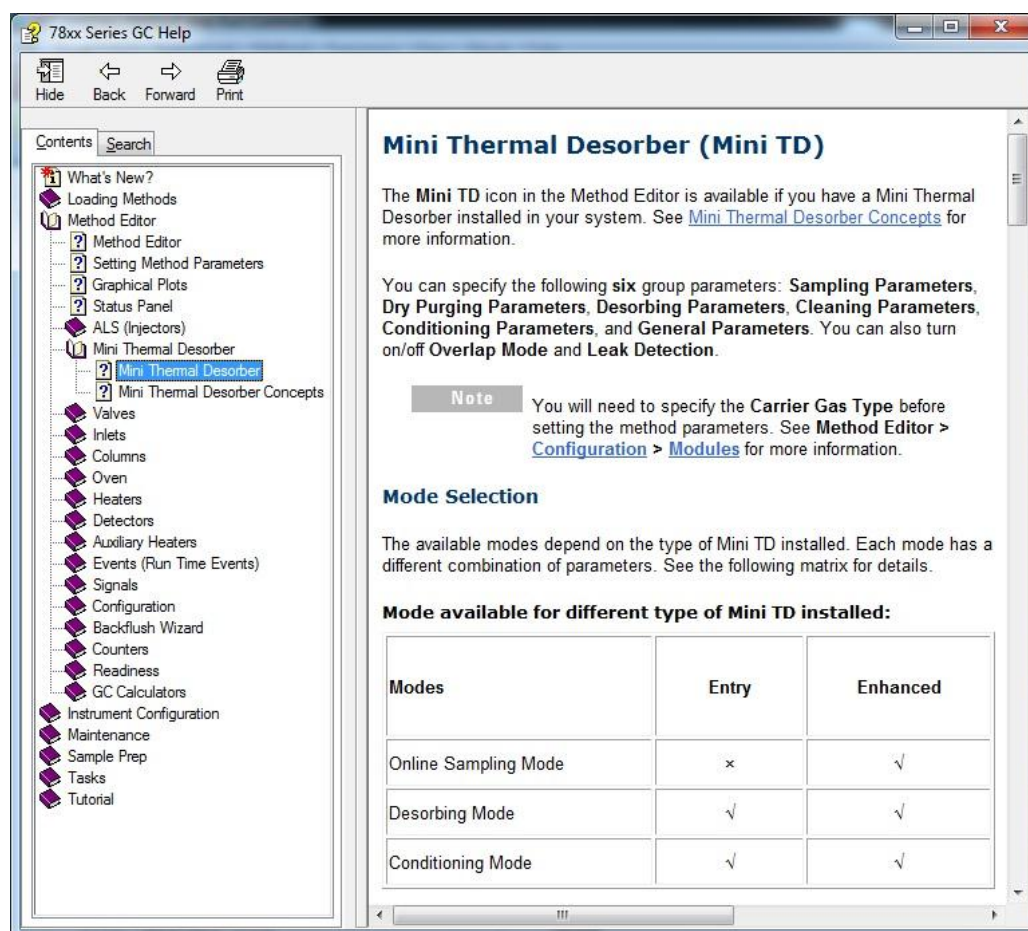
Executar a sequência

1. Selecione “**Sequence>RuntheSequence**” (Sequência > Executar a sequência) para executar a sequência atual.



Informações sobre a Ajuda on-line

O software da Agilent integrado com a Mini TD inclui um abrangente sistema de ajuda on-line com informações detalhadas e tarefas comuns sobre como usar o software.





5

Manutenção de Rotina

Lista de Suprimentos [74](#)

Atualizar o firmware da Mini TD [74](#)

Substitua a unidade da agulha de injeção [75](#)

Instalar a unidade da agulha de injeção
[75](#)

Remover a unidade da agulha de injeção
[77](#)

Substituir o anel em “o” e o filtro [78](#)

Substituir a armadilha (para a G4370M) [81](#)

Remover da linha de transferência o tubo de
aço inoxidável sem emenda (para a G4370A)
[83](#)

As informações contidas nesta seção ajudarão você a utilizar corretamente a Mini TD e a garantir que o sistema da Mini unidade de dessorção térmica 7667A funcione com desempenho total.

Os intervalos de manutenção da [G4370A/G4370M](#) variam de acordo com a frequência de utilização do instrumento.



Lista de Suprimentos

Tabela 9 lista vários suprimentos que acompanham a 7667A. Para conhecer as peças e os suprimentos mais recentes, visite o site da Agilent: www.agilent.com/chem.

Tabela 9 Suprimentos

Suprimentos	Código da Agilent
Tubo de dessorção	C-TBP1TC
Anel em “o” de vedação do tubo de dessorção	0905-1014
Anelem “o” grande	0905-1788
Unidade da agulha de injeção	G4372-60015
Membrana do filtro	MKI-U-DISK3
Armadilha	G1544-80500

Atualizar o firmware da Mini TD

Use o **Agilent Instrument Update Utility** para atualizar o firmware da Mini TD. Os usuários podem baixar a última revisão do firmware no site da Agilent (www.agilent.com/chem) ou contatar os representantes de venda locais da Agilent.

Substitua a unidade da agulha de injeção

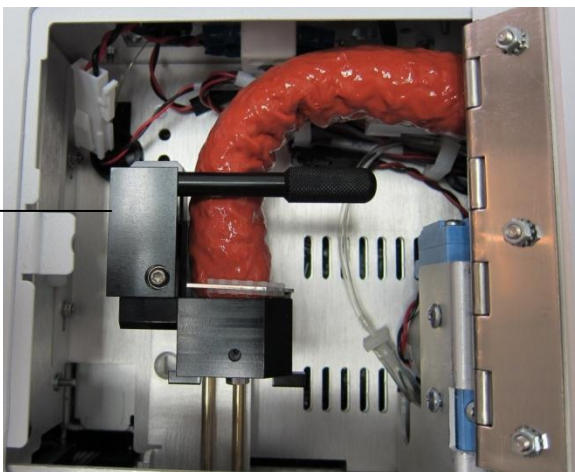
Instalar a unidade da agulha de injeção

1. Coloque a G4370M nivelada na bancada com a porta lateral voltada para cima e abra a porta lateral.



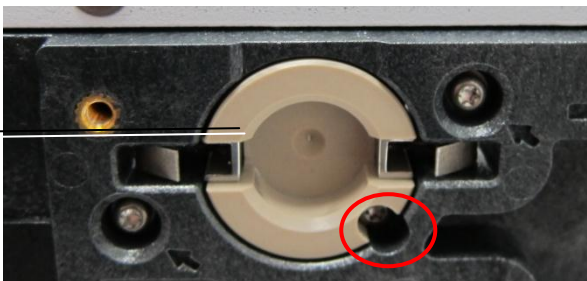
2. Confirme se o controle deslizante de injeção está no nível alto bloqueado.

Nível alto bloqueado

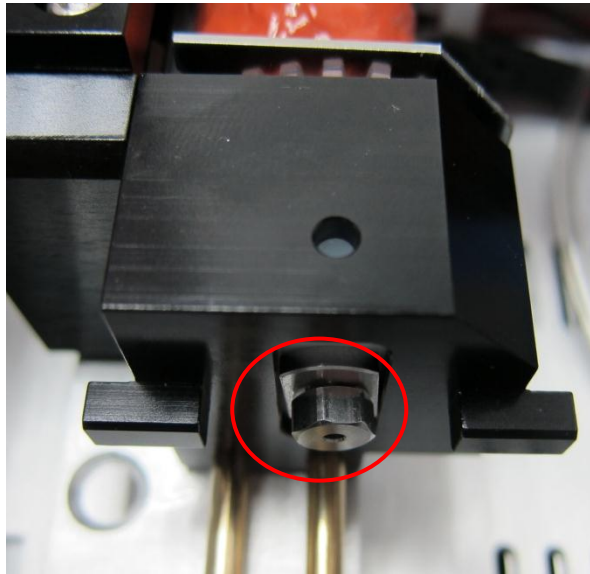


3. Use a chave de fenda T10 para remover o parafuso, conforme exibido na ilustração.

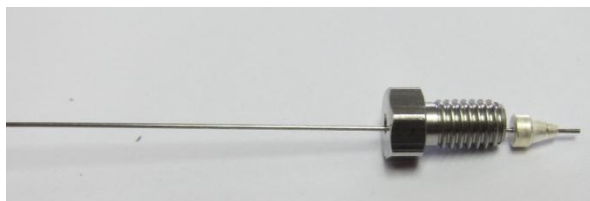
Adaptador da entrada



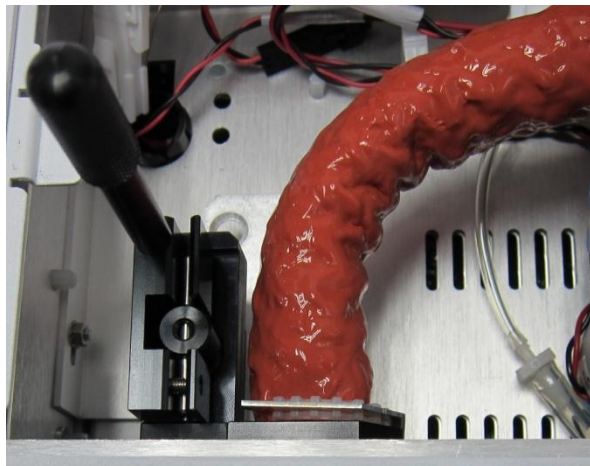
4. Empurre o adaptador da entrada para fora.
5. Use uma chave inglesa de 1/4 de polegada para remover a porca de bloqueio.



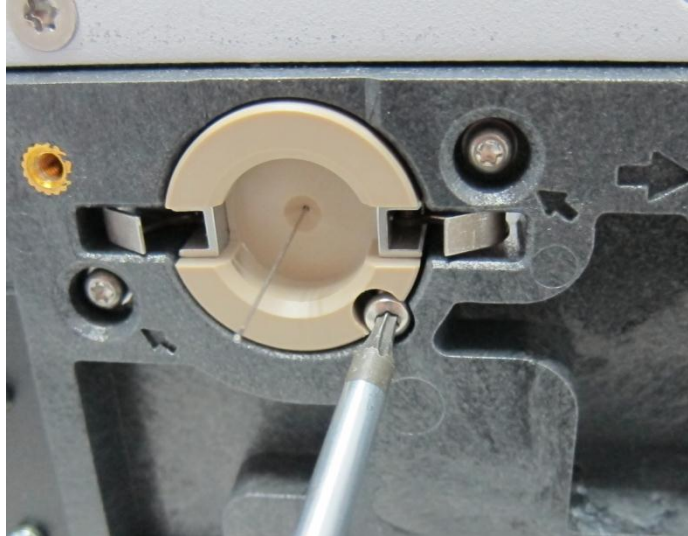
6. Insira a unidade da seringa de injeção (G4372-60015) na porca de bloqueio e aperte-a no controle deslizante de injeção com as mãos, depois, use a chave inglesa para reforçar.



7. Gire a alavanca de bloqueio para a posição vertical para desbloquear o controle deslizante de injeção. Empurre o controle deslizante de injeção para o nível de injeção baixo.



8. Instale o adaptador da entrada.



9. Empurre o controle deslizante de injeção para o nível elevado bloqueado e gire a alavanca de bloqueio para a posição de bloqueio.

Remover a unidade da agulha de injeção

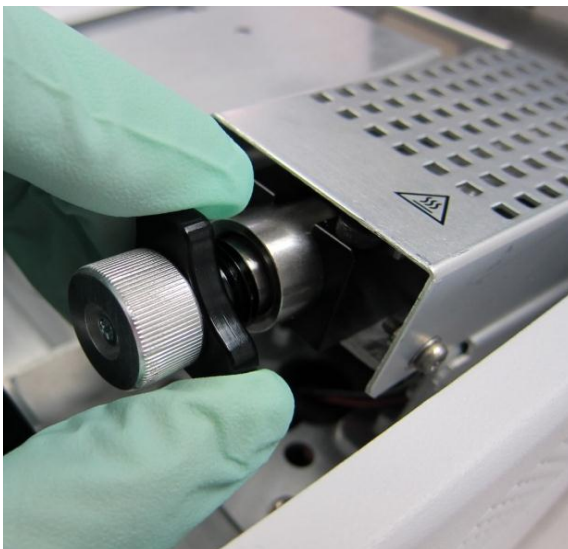
AVISO

Atenção! A linha de transferência pode estar quente e causar queimaduras. Resfrie-a à temperatura ambiente para evitar queimaduras.

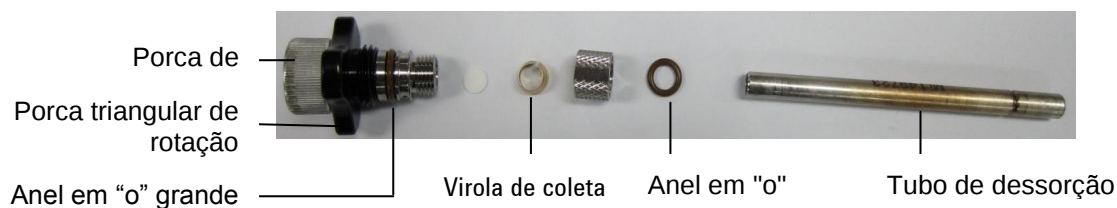
1. Resfrie a linha de transferência até a temperatura ambiente.
2. Abra a porta lateral e gire a alavanca de bloqueio para a posição vertical para desbloquear o controle deslizante de injeção.
3. Empurre o controle deslizante de injeção para o nível elevado bloqueado e gire a alavanca de bloqueio para a posição de bloqueio.
4. Feche a porta lateral.
5. Desligue a alimentação e o suprimento de gás. Remova todas as linhas de gás.
6. Remova a G4370M do 5975T e coloque-a deitada sobre a bancada.
7. Abra a porta lateral e remova o adaptador da entrada.
8. Afrouxe a porca de bloqueio e retire a unidade da seringa de injeção com as mãos.

Substituir o anel em “o” e o filtro

1. Abra a tampa superior.
2. Desaperte a porca triangular no sentido anti-horário e retire o conjunto do tubo de dessorção.



3. Remova a porca de bloqueio, puxe o tubo de dessorção e remova o anel em “o” e o filtro.



4. Substitua o anel em “o” e o filtro.
5. Se um anel em “o” maior não for necessário, ignore as etapas 6-9.
6. Use uma chave de fenda T-10 para remover o parafuso, conforme exibido na ilustração.



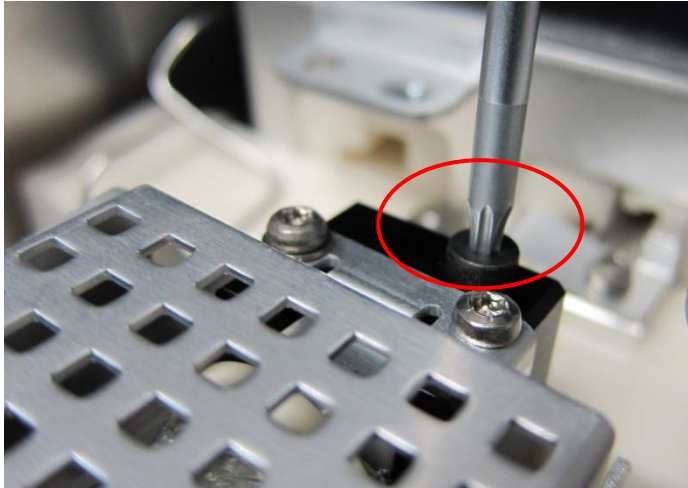
7. Retire a porca de bloqueio e a porca triangular de rotação.



8. Substitua por um anel em “o” maior.
9. Restaure o conjunto do tubo de dessorção.
10. Se o anel em “o” de vedação no lado da ranhura do tubo de dessorção precisar ser substituído, siga as etapas abaixo; caso contrário, ignore as etapas indicadas abaixo.
11. Use uma chave de fenda-10 T para remover a porca, conforme exibido na ilustração, e remova a tampa de isolamento de algodão e o isolamento de algodão.



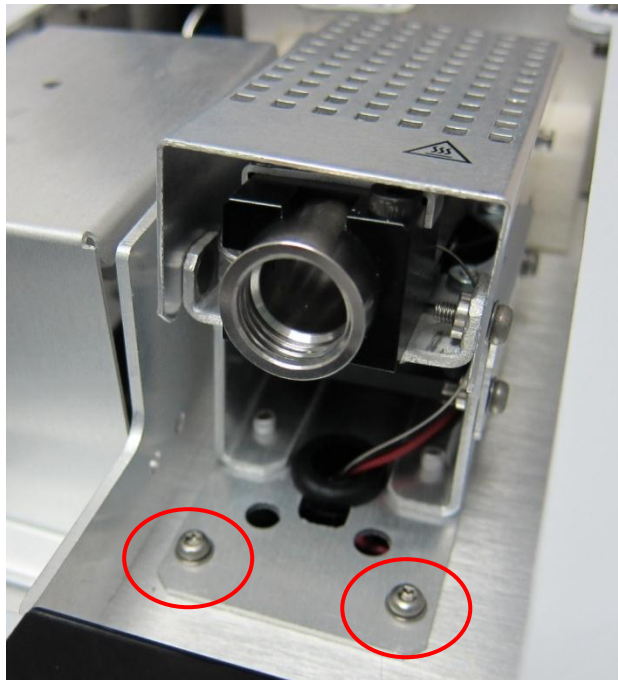
12. Afrouxe e retire o parafuso, conforme exibido na ilustração.



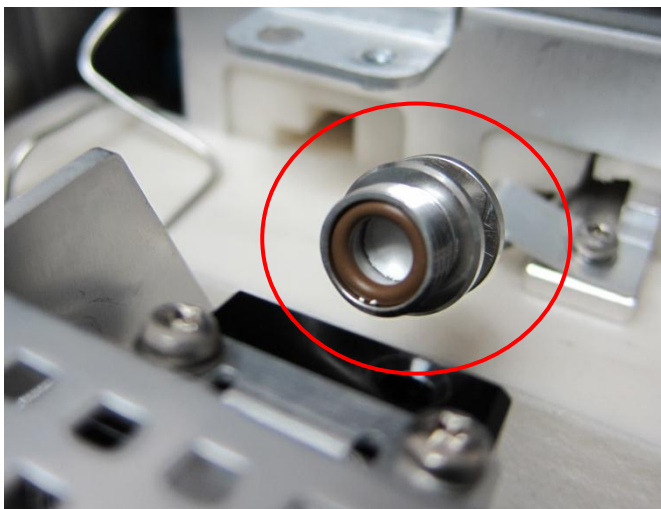
13. Use uma chave inglesa de 1/4 de polegada para remover as porcas, conforme exibido na ilustração.



14. Remova os parafusos, conforme exibido na ilustração.



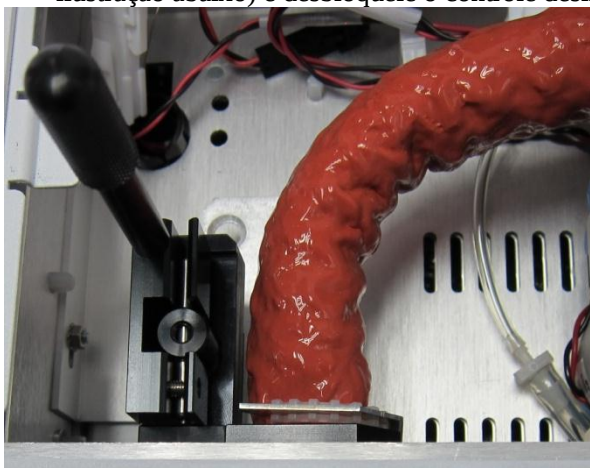
15. Empurre para trás o conjunto do tubo de aquecimento, e substitua o anel em “o” e o filtro, conforme exibido na ilustração.



16. Restaure o estado do aquecedor do tubo de dessorção.

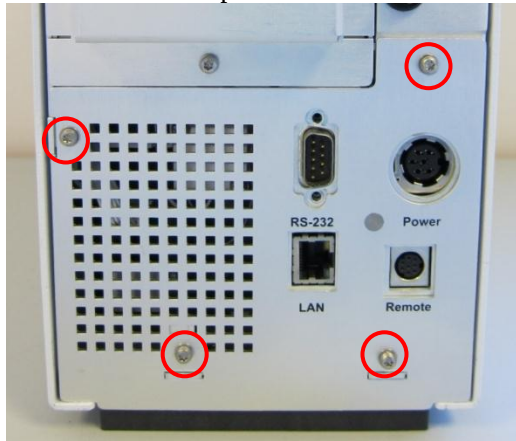
Substituir a armadilha (para a G4370M)

1. Desligue todas as temperaturas da zona de aquecimento.
2. Desligue a alimentação e desconecte da tomada.
3. Desligue o suprimento de gás e remova a linha de gás no instrumento.
4. Abra a porta lateral.
5. Gire a alavanca de bloqueio para a posição vertical (veja a ilustração abaixo) e desbloqueie o controle deslizante de injeção.

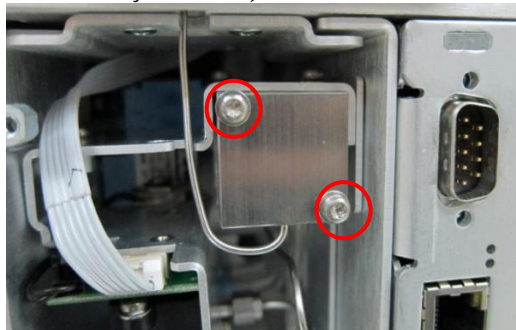


6. Empurre o controle deslizante de injeção para o nível elevado bloqueado e gire a alavanca de bloqueio para a posição de bloqueio.
7. Feche a porta lateral.
8. Remova a G4370M do 5975T.

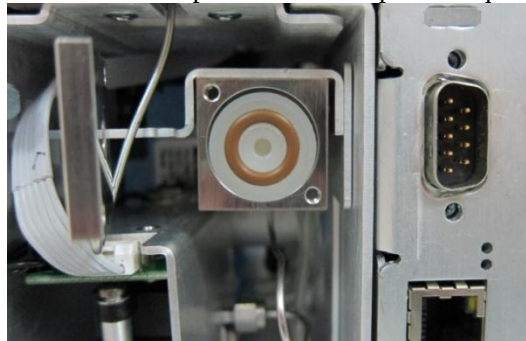
9. Coloque o instrumento na bancada. Veja a ilustração abaixo. Remova a tampa traseira do instrumento.



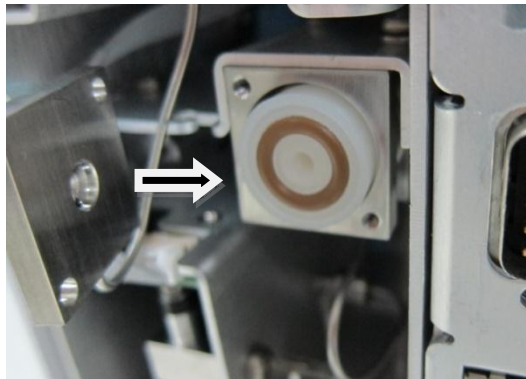
10. Remova os dois parafusos, conforme exibido na ilustração (veja a ilustração abaixo).



11. Mova a tampa da armadilha para a esquerda.



12. Remova a armadilha com a mão.



13. Insira uma nova armadilha (G1544-80500).
14. Restaure o instrumento ao estado original.

Remover da linha de transferência o tubo de aço inoxidável sem emenda (para a G4370A)

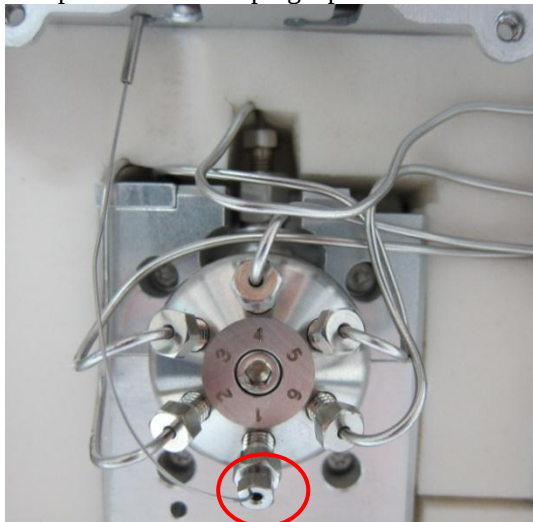
CUIDADO

Desconectar a linha de transferência pode interromper o fluxo de gás carreador do GC. Esfrie o forno de coluna do GC e a entrada conforme necessário para evitar danos na coluna.

AVISO

Atenção! O forno de coluna e a entrada podem estar quentes e causar queimaduras. Use luvas de proteção para evitar queimaduras.

1. Resfrie a zona de aquecimento da G4370A a uma temperatura de manuseio segura.
2. Remova a tampa da caixa de válvulas e tire o isolamento de algodão.
3. Remova o plugue de 1/16 de polegada da porta 1 da válvula de seis portas. Guarde o plugue para uso futuro.



4. Solte o grampo de retenção longo da linha de transferência no GC.
5. Puxe o tubo de aço inoxidável sem emenda da entrada.
6. Segure cuidadosamente a coluna de aço inoxidável sobre uma extremidade da entrada e puxe a coluna da linha de transferência.



6

Solução de Problemas

- Sintoma 1: Falha de início [85](#)
- Sintoma 2: O fluxo do gás carreador não atinge o ponto de ajuste ou é zero [85](#)
- Sintoma 3: O cromatograma não aparece [85](#)
- Sintoma 4: O cromatograma indica muitas impurezas [86](#)
- Sintoma 5: Vazamento de gás [86](#)
- Sintoma 6: Sobrecarga [86](#)
- Mensagens de erro [87](#)

Esta seção lida apenas com os problemas relacionados à Mini TD. No entanto, muitos dos sintomas descritos aqui podem também se originar de outros problemas, em particular a temperatura do GC e a estabilidade do suprimento de gás do GC.

Se você não conseguir corrigir o problema, entre em contato com o suporte da Agilent.



Sintoma 1: Falha de início

A 7667A não inicializa corretamente.

Causapossível	Operação
O cabo de alimentação não está conectado	Verifique se o cabo de alimentação está conectado.
O conector do adaptador de alimentação não está conectado	Verifique se o conector de 6 orifícios do adaptador de alimentação está conectado

Sintoma 2: O fluxo do gás carreador não atinge o ponto de ajuste ou é zero

Causapossível	Operação
O suprimento de gás não está conectado corretamente	Aperte a interface do gás carreador. A configuração do gás carreador deve ser consistente com a do tipo de gás real.
Pressão insuficiente causa suprimento irregular do gás carreador	Verifique a pressão do gás carreador de upstream, que deve ser superior a 60 psi (ou 0,4 Mpa)
Unidade da agulha de injeção entupida	Substitua a unidade da agulha de injeção

Sintoma 3: O cromatograma não aparece

Causapossível	Operação
Falha da cromatografia a gás	É recomendado desconectar a unidade de dessorção térmica, preparar a amostra de verificação padrão e observar se a amostra terá um pico
A unidade da agulha de injeção da Mini TD não está inserida na entrada do GC	Insira completamente a unidade da agulha de injeção na entrada de cromatografia a gás
O tubo de dessorção não está corretamente configurado no instrumento de dessorção térmica	Confira se o tubo da unidade de dessorção está instalado corretamente. Confira se o tubo da unidade de dessorção está com o sorvente correto. Confira se o gás acionador está conectado e pressurizado.
Falha da amostragem, o tipo de gás carreador não está configurado corretamente	Se você estiver usando a versão G4370M, certifique-se de que a amostra entre na entrada. Observe se o fluxo da amostra atinge o ponto de ajuste; se ele for muito baixo ou se for zero, reinicie o instrumento e reconfigure o tipo de gás carreador. Se você estiver usando a versão G4370A, certifique-se de que o processo de amostragem esteja correto
O tubo de dessorção vaza no ponto de conexão O fluxo de amostragem é normal, mas o fluxo na purga não atinge o ponto de ajuste ou é zero	Confirme se a porca triangular no conjunto do tubo de dessorção está apertada e, se isso não resolver, substitua o anel em "o"
O fluxo do gás carreador não atinge o ponto de ajuste	Verifique a pressão do gás carreador de upstream, que deve ser superior a 60 psi (ou 0,4 Mpa)

Sintoma 4: O cromatograma indica muitas impurezas

Causapossível	Operação
Há algumas impurezas residuais na coluna e no tubo de dessorção	Antes de testar a amostra, recomenda-se condicionar a coluna cromatográfica e o tubo de dessorção, e testar com uma rodada em branco, que pode ser de nitrogênio. Se a amostra em branco ainda tiver muitos picos mistos, veja se a entrada de cromatografia a gás está contaminada.
O liner e o septo estão contaminados	Substitua o liner e o septo

Sintoma 5: Vazamento de gás

O fluxo não atinge o ponto de ajuste ou é zero no processo de purga.

Causapossível	Operação
O tubo de dessorção não está apertado corretamente na unidade de dessorção térmica, ou o anel em "o" do tubo de dessorção precisa ser substituído	Recomenda-se apertar o tubo de dessorção ou substituir o anel em "o".

Sintoma 6: Sobrecarga

Resíduo sério é encontrado na rodada em branco após a injeção (a contaminação é maior que 1%).

Causapossível	Operação
A concentração de amostra é grande demais	Recomenda-se estender o tempo de limpeza para 10 min, aquecer o tubo de dessorção à temperatura máxima admissível, e definir o fluxo em 200 ml/min.
A amostra com ponto de ebulição alto entra na unidade de dessorção térmica	Verifique se a amostra contém componentes com ponto de ebulição alto. Essa unidade de dessorção térmica não é compatível com componentes que possuem pontos de fusão ou de ebulição maiores que de C16 n-alcanos. Se entrar qualquer material com alto ponto de ebulição (ponto de ebulição ou de fusão maior que de C16 n-alcanos), isso afetará o teste. A recomendação é substituir a caixa de válvulas e as soldas dos tubos. Entre em contato com o Atendimento ao cliente.

Mensagens de erro

A [Tabela 10](#) lista as mensagens de erro que a Mini TD informa (no registro da estação de trabalho e no painel de controle). Se a mensagem recebida não estiver listada abaixo, anote-a e repasse essa mensagem de erro para o suporte da Agilent.

Tabela 10 Mensagens de erro

Código de erro	Significado do código	Causa possível
0x0001	"Aquecedor Linha Transferência shutdown" (Desligamento do aquecedor da linha de transferência)	A linha de transferência está queimada
0x0002	"Sensor de aquecimento da linha de transferência aberto"	A linha de transferência está queimada ou o sensor está danificado
0x0004	"Módulo aquecedor shutdown" (Desligamento do aquecedor da caixa de válvula)	A caixa de válvula está queimada
0x0008	"Sensor aquecimento módulo válvula aberto"	A caixa de válvula está queimada ou o sensor está danificado
0x0010	"Tubo aquecimento shutdown" (Desligamento do aquecedor do tubo)	O fio de aquecimento está danificado
0x0020	"Tubo sensor aquecimento aberto" (Sensor aberto no aquecedor do tubo)	O fio de aquecimento está danificado ou o sensor está danificado
0x0040	"Fluxo Amostragem EPC shutdown" (Desligamento do EPC do fluxo de amostragem)	O canal de amostragem está obstruído
0x0080	"Fluxo Amostragem EPC não funcional" (EPC do fluxo de amostragem não funciona)	O canal de amostragem está obstruído
0x0400	"EPC Fluxo Gás Arraste shutdown" (Desligamento do EPC do fluxo carreador)	A pressão do gás carreador de upstream é insuficiente ou não há gás carreador; a configuração do gás carreador não é consistente com a linha de gás real
0x0800	"Fluxo Amostragem EPC não funcional" (EPC do fluxo de carreador não funciona)	A pressão do gás carreador de upstream é insuficiente ou não há gás carreador; a configuração do gás carreador não é consistente com a linha de gás real
0x1000	"Perda de comunicação"	O cabo de sincronização não está conectado
0x2000	"Vazamento detectado"	O tubo de dessorção não está apertado, ou o anel em "o" no tubo de dessorção não está vedado
0x3000	"TD está desconectado do GC"	O cabo RS232 para a interface do ALS não está conectado

Apêndice

Parâmetros do tubo:



Markes International Ltd.
Gwaun Elai Medi Science Campus, Llantrisant
RCT, CF72 8XL, United Kingdom
Tel: +44 (0)1443 230935 Fax: +44 (0)1443 231531
www.markes.com enquiries@markes.com

How to condition your sorbent tubes

Your tubes are packed with: **Tenax TA**

They have a maximum desorption temperature of: **350°C**

Tubes should be conditioned using clean carrier gas Carrier gas (e.g. Oxygen Free Nitrogen or Helium at 5N grade and ideally with a hydrocarbon filter in the gas line), at a flow of between 50ml/min and 100ml/min.

We recommend the following conditioning method for these freshly packed sorbent tubes:

2 hours at 320°C followed by

30 mins at 335°C

Once cleaned tubes should be capped with ¼ inch brass storage caps fitted with ¼ inch combined PTFE ferrules. These caps should be tightened finger tight and a quarter turn.

Tubes should be stored in a CLEAN environment and the brass storage caps should not be removed until immediately prior to sampling or desorption.

For trace level (low ppb / ppt level) analyses it is advisable to run blank desorptions prior to sampling.

We recommend the following maximum desorption temperature to reduce artefacts and extend sorbent lifetime: **300 - 320°C**

For reconditioning tubes we recommend:

15 – 30 mins at 335°C

However if the tubes become severely contaminated or are left for a period of time (1week+) without being capped then it is recommended that the full procedure shown above be repeated.

These tubes have a lifetime of approximately: **100** cycles, which includes both desorption and conditioning cycles. We recommend that the tubes be repacked with fresh sorbent after this.

Further information about selection of sorbents and conditioning criteria can be found in Markes International's Thermal Desorption Technical Support Note TDTS05. Further information about minimising tube artefacts during storage and / or transportation can be found in Markes International's Thermal Desorption Technical Support Note TDTS19.

These and many other technical publications can be obtained by registering on the Markes web site www.markes.com/registration or by contacting Markes International on consumables@markes.com