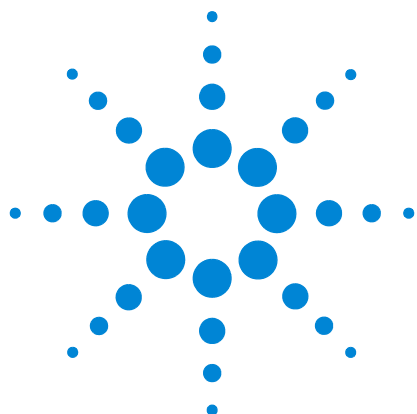




Detectores Agilent de Quimioluminescência de Enxofre 8355 e Nitrogênio Agilent 8255

Manual do Usuário



Agilent Technologies

Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2015

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

G3488-99010

Edição

Terceira edição, Dezembro de 2015

Segunda edição, Outubro de 2015

Primeira edição, September 2015

Impresso na(o)(s) USA ou na China

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 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 Noções Básicas

Manuais, Informações, Ferramentas e onde encontra-los	8
Manuais do GC, Ferramentas e Ajuda Online	8
Aplicativos de Usuário	14
Oportunidades de Treinamento	17
Visão Geral do 8355 SCD e do 8255 NCD	18
Visão Geral da Instalação e Primeira Inicialização	22

2 Informações de Segurança e Regulamentação

Introdução	24
Informações de Segurança Importantes	25
Muitas peças internas do detector apresentam tensões perigosas	25
A descarga eletrostática representa uma ameaça para o sistema eletrônico do GC	26
Muitas peças ficam perigosamente quentes	26
Segurança com Hidrogênio	26
Ozônio	28
Ambientes com oxigênio	28
Símbolos	29
Fusíveis	30
Informações de Segurança e Regulamentação	31
Certificação de Emissão Sonora para a República Federal da Alemanha	32
Schalldruckpegel	32
Compatibilidade Eletromagnética	32
Uso Planejado	34
Limpeza	34
Reciclagem do Produto	34
Assistência Técnica	34

3 Descrição do Sistema

Especificações	36
8355 SCD	36
8255 NCD	36
Teoria da Operação	37
SCD	37
NCD	37
Descrição dos Componentes Principais	39
Conjunto do Queimador	39
Gerador de Ozônio	41
Célula de Reação e Tubo Fotomultiplicador	42
Módulos de EPC	42
Bomba de Vácuo	42
Filtro de Destruição do Ozônio	42
Filtro de Vaporização de Óleo	42
Adaptador FID (Opcional)	43
Resfriador NCD	43

4 Operação

Introdução	46
Versão Integrada	46
Definir Parâmetros	47
Parâmetros e Escalas	47
Controle por Software	48
Controle via Teclado do GC	50
Identificar o Detector	50
Estabilidade e Resposta do Detector	51
Condições Operacionais Típicas	52
Ajustar Condições Operacionais	53
Inicialização	54
Conservação de Recurso	55
Desligamento	56
Configurar o Fluxo Zero Automático no GC	57
Configurar o Detector	58

5 Manutenção

Log de manutenção e Feedback de manutenção antecipada (EMF)	62
Programa de Manutenção	63
Rastrear a Sensibilidade do Detector	64
Consumíveis e Peças de Reposição	65
Vista Expandida das Peças do SCD	67
Vista Expandida das Peças do NCD	68
Método de Manutenção do Detector	69
Conectar uma Coluna ao Detector	70
Substituir o Tudo de Cerâmica Interno (SCD)	73
Substituir o Tubo de Quartzo (NCD)	76
Verificar o Óleo da Bomba de Vácuo	80
Adicionar Óleo a Bomba de Vácuo	81
Substituir o Óleo da Bomba de Vácuo	83
Substituir o Filtro de Ozônio	85
Trocar o Filtro de Névoa de Óleo	87
Limpar a Parte Externa do Detector	88
Calibrar o Fluxo e os Sensores de Pressão	89
Atualizar Firmware	90

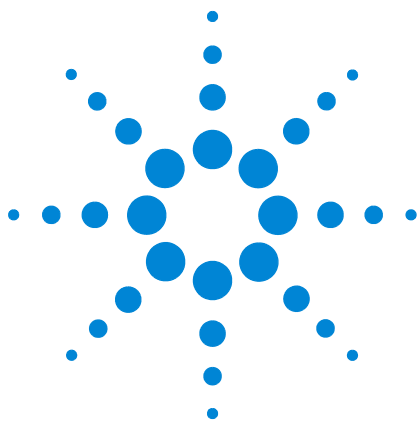
6 Solução de problemas

Resolver Problemas do Detector	92
Tabela de Solução de Problemas	93
LED Indicador de Status	96
Mensagens do Detector	97
Vazamentos	98
Vazamentos de Ozônio	98
Vazamentos de Hidrogênio	98
Vazamentos de Oxigênio	98
Verificar Vazamentos de Hidrogênio e Oxidante	99
Problemas de Alimentação	100
Sem Alimentação	100
Problemas na Geração de Ozônio	101

Coqueificação	102
Contaminação do Hidrogênio	103
Gases Contaminados	104

7 Verificação de Desempenho

Sobre a Verificação Cromatográfica	106
Preparativos para a Verificação Cromatográfica	107
Preparar os Frascos de Amostra	108
Verificar o Desempenho do SCD	109
Verificar o Desempenho do NCD	114



1

Noções Básicas

Manuais, Informações, Ferramentas e onde encontra-los	8
Visão Geral do 8355 SCD e do 8255 NCD	18
Visão Geral da Instalação e Primeira Inicialização	22

Este capítulo apresenta o Detector de Quimioluminescência de Enxofre (SCD) Agilent 8355 e o Detector de Quimioluminescência de Nitrogênio (NCD) Agilent 8255 e oferece detalhes sobre onde encontrar informações e ferramentas úteis, como manuais do GC, calculadoras de fluxo e afins.



Manuais, Informações, Ferramentas e onde encontra-los

Este manual descreve como operar o Detector de Quimioluminescência de Enxofre (SCD) Agilent 8355 e o Detector de Quimioluminescência de Nitrogênio (NCD) Agilent 8255 quando instalados em um Cromatógrafo a gás (GC) Agilent 7890B. Este manual também contém recomendações operacionais, procedimentos de manutenção e solução de problemas. Para instruções de instalação, consulte o *Guia de instalação e primeira inicialização* do Agilent 8355 SCD e do Agilent 8255 NCD. Para preparar o local de instalação para um novo SCD ou NCD, consulte o *Guia de preparação do local* do Agilent 8355 SCD e do Agilent 8255 NCD.

Além disso, a Agilent oferece outros manuais, informações para familiarização e sistemas de ajuda para o usuário aprender sobre o 7890B GC em seu próprio ritmo. Você precisará consultar estas informações gerais sobre o GC, para instalar e operar o detector. As seções abaixo descrevem essas informações e onde encontrá-las.

Manuais do GC, Ferramentas e Ajuda Online

A Agilent oferece vários produtos para treinamento que explicam como instalar, operar, fazer a manutenção e solucionar problemas no sistema do GC 7890B. Esses manuais podem ser encontrados nos DVDs *Ferramentas e manuais do usuário do GC e GC/MS Agilent* fornecidos junto com o GC.

A instalação dos manuais proporciona uma experiência de usuário muito mais proveitosa, permitindo que você instale os manuais desejados no idioma de sua preferência. Instale versões em HTML e PDF.



Manuais Disponíveis

Tabela 1 Produtos de Aprendizado do GC 7890B

Produto de aprendizado	Índice	Quando usar esta documentação
Noções Básicas	Visão geral dos manuais. Onde encontrar as informações. Como instalar os manuais. Visão geral do GC.	
Manual de segurança	Lista informações de segurança e regulamentação. Precauções no uso do hidrogênio como gás de arraste (ou combustível). Precauções na realização de tarefas de manutenção.	• Antes da instalação, para preparar-se para um processo seguro de instalação. • Antes da manutenção.
Guia de preparação do local para GC, GC/MS e ALS	Requisitos de: espaço e peso para a bancada do laboratório, energia elétrica, dissipação de calor, ventilação de exaustão, condições do laboratório (ambiente local esperado), pureza do gás e dos gases reagentes, suprimentos de gás, tubulação de gás (incluindo filtros, tipos de regulador e tubulação), bem como suprimentos para resfriamento criogênico (se usados). Recomendação de suprimentos a serem comprados antes da instalação.	• Antes da instalação, para preparar o local do laboratório. • Antes da instalação, para saber quais suprimentos são necessários para uma instalação bem-sucedida (como gases, kits de instalação, purificadores de gás, reguladores, tubulações, conexões, consumíveis e assim por diante). • A qualquer momento, para consultar os requisitos esperados de suprimentos de gás, reguladores, suprimentos de resfriamento criogênico, pressão dos suprimentos etc.
Instalação e Primeira inicialização	Como instalar o GC na bancada do laboratório. Pinagem dos cabos.	• Durante a instalação.
Manual de operação	Funções comuns do teclado. Uso do teclado para iniciar corridas e sequências. Uso do teclado quando conectado a um sistema de dados Agilent. Visão geral de métodos e sequências. Inicialização e desligamento. Como verificar o desempenho do GC depois da instalação. Conservação de energia (suspensão/despertar). Feedback de manutenção antecipada. Configuração.	• Aprender tarefas comuns de operação (fazer uma corrida, carregar um método, correr uma série de amostras). • Aprender a usar o teclado do GC quando estiver sob controle do sistema de dados. • Antes de um desligamento curto ou longo. • Quando for inicializar o GC depois de um período de inatividade. • Sempre que você precisar verificar o desempenho do instrumento em relação aos padrões de fábrica; por exemplo: depois de determinados procedimentos de manutenção. • Para aprender a configurar corretamente os componentes do GC, em especial quando recém-instalados.

Tabela 1 Produtos de Aprendizado do GC 7890B

Produto de aprendizado	Índice	Quando usar esta documentação
Manual de operação avançada	Procedimentos e teoria de operação não necessários normalmente para uso diário: programação; informações detalhadas sobre métodos e sequências, modos de fluxo e pressão do injetor (coluna); injetor, detector, válvula, forno e outros detalhes sobre ponto de ajuste e configurações do sinal de saída.	• Durante o desenvolvimento de métodos. • Quando for fazer uma corrida apenas com o GC (sem sistema de dados). • Para aprender detalhes sobre as configurações.
Manutenção do GC	Procedimentos para fazer a manutenção do GC, incluindo procedimentos para todas as opções padrão de injetores e detectores. Informações sobre peças de reposição. Instruções para o uso do Feedback de manutenção antecipada (EMF).	• Para consultar uma peça de reposição ou consumível. • Antes de fazer qualquer tipo de manutenção no GC.
Solução de problemas	Procedimentos para resolver problemas do GC. Sintomas e resoluções para solucionar problemas de hardware, do GC ou de cromatografia. Procedimentos para descobrir se determinado problema está relacionado ao hardware, ao software ou a outros fatores (como a preparação da amostra).	• Quando for tentar isolar a causa de problemas de desempenho inesperados.
Familiarização com o software do GC	Introdução à interface de usuário do software de controle do sistema de dados do GC. Apresenta conceitos para EMF e configuração, além de outros recursos novos.	• Para localizar configurações na interface de usuário do sistema de dados.
Ajuda do sistema de dados	Tópicos e tarefas para criação e edição de métodos para o GC.	• Para sanar dúvidas sobre o uso do software para controlar o GC.

Idiomas

A Agilent oferece produtos de treinamento para o 7890B em diversos idiomas. Na [Tabela 2](#) abaixo, estão listados os manuais e os idiomas disponíveis para cada formato de manual (impresso, Adobe PDF ou HTML).

Tabela 2 Idiomas disponíveis para os manuais do GC

Manual	Formato									
		Espanhol	Inglês	Chinês	Francês	Alemão	Italiano	Japonês	Português do Brasil	Russo
Noções básicas	Impresso	✓	✓				✓	✓		
	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Manual de segurança	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Instalação e primeira inicialização	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Guia de preparação do local para GC, GC/MS e ALS	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Manutenção do GC	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Solução de problemas	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓

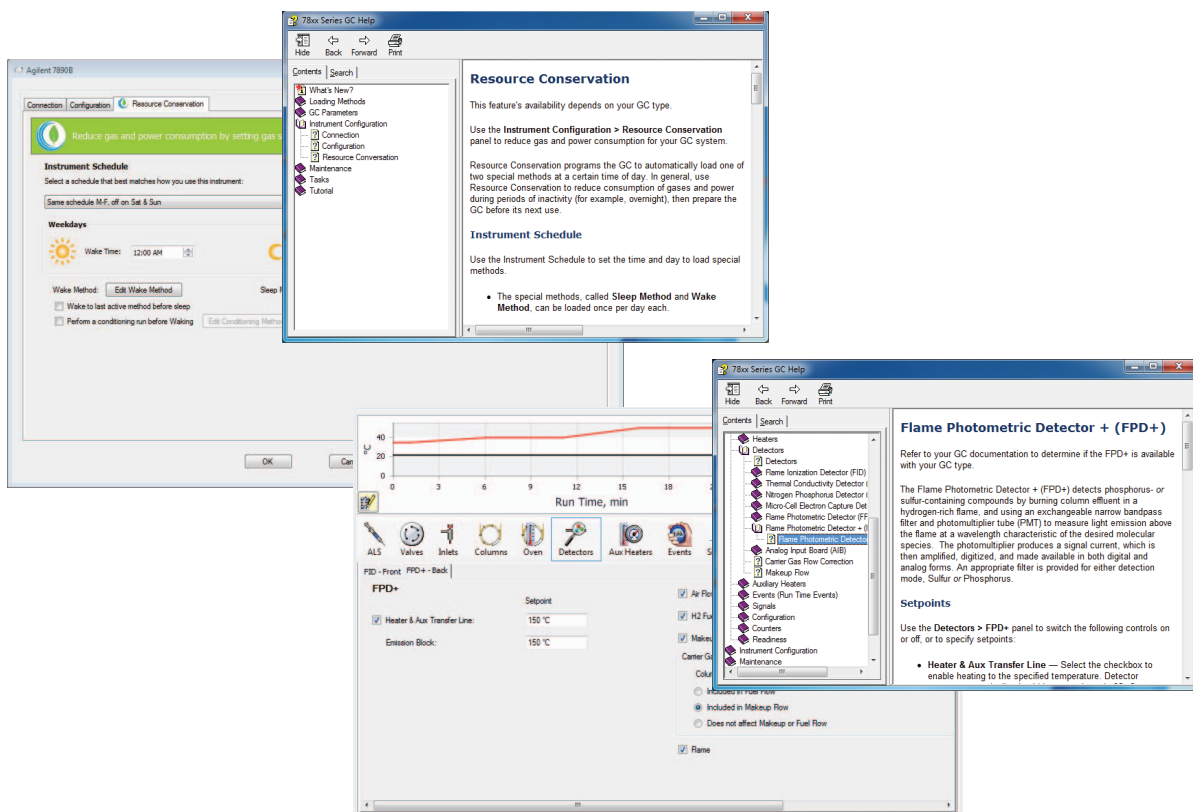
Tabela 2 Idiomas disponíveis para os manuais do GC

Manual	Formato									
		Espanhol	Inglês	Chinês	Francês	Alemão	Italiano	Japonês	Português do Brasil	Russo
Manual de operação	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Manual de operação avançada	HTML	✓								
	PDF	✓								
Familiarização com o software	HTML	✓	✓				✓	✓	✓	

Ajuda Online

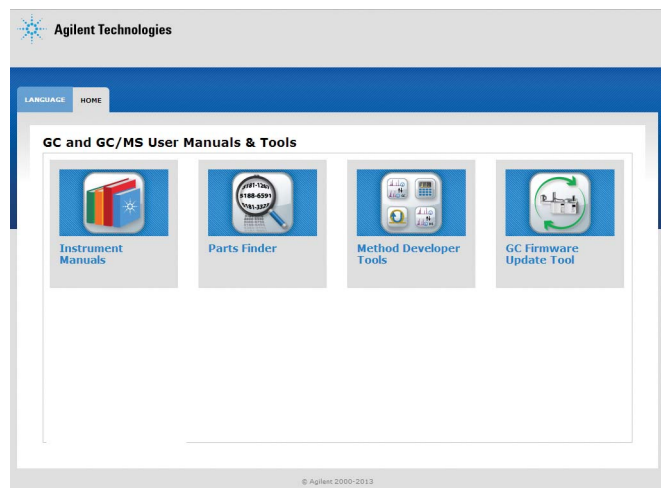
Além dos manuais de hardware, o sistema de dados do GC também inclui um sistema abrangente de ajuda online com informações detalhadas, tarefas comuns e tutoriais em vídeo sobre o uso do software.

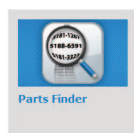
1 Noções Básicas



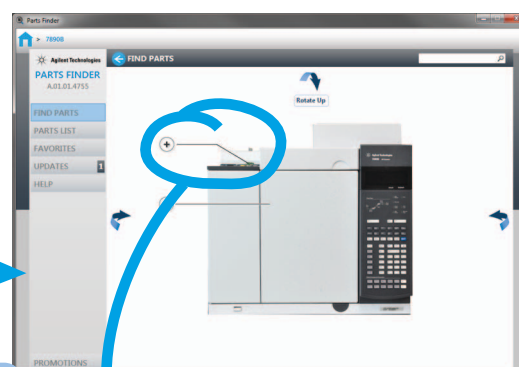
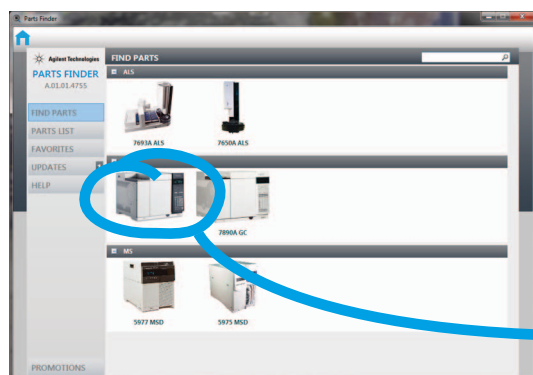
Aplicativos de Usuário

Além dos manuais de hardware, você encontrará vários aplicativos para o usuário nos DVDs Ferramentas e manuais do usuário do GC e GC/MS Agilent. Veja abaixo uma lista de aplicativos disponíveis, como o localizador de peças, a ferramenta de atualização de firmware do GC e uma série de ferramentas para desenvolvimento de método.

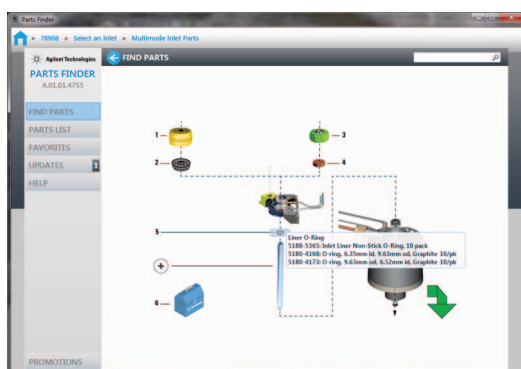




Instale o Localizador de peças, para encontrar rapidamente peças de reposição e consumíveis, clicando nas imagens do instrumento.



Em vez de ficar folheando um catálogo ou manual, você pode clicar rapidamente nas fotos e nas artes, para isolar os componentes que interessarem a você no instrumento (um tipo específico de injetor ou detector, fonte de íons ou bandeja do amostrador, por exemplo), e navegar visualmente pelas peças de que você precisa.



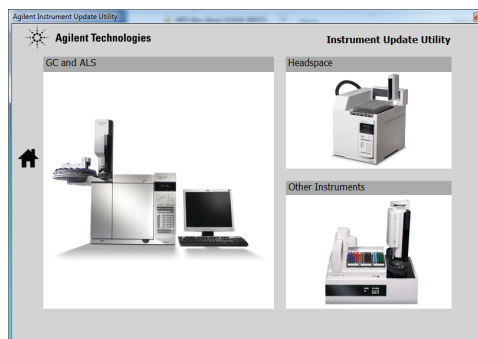
O Localizador de peças não só economiza o seu tempo, ao encomendar peças, mas ele também se atualiza da Internet, para que você possa sempre acessar a lista mais recente de peças de todos os seus instrumentos.

1 Noções Básicas



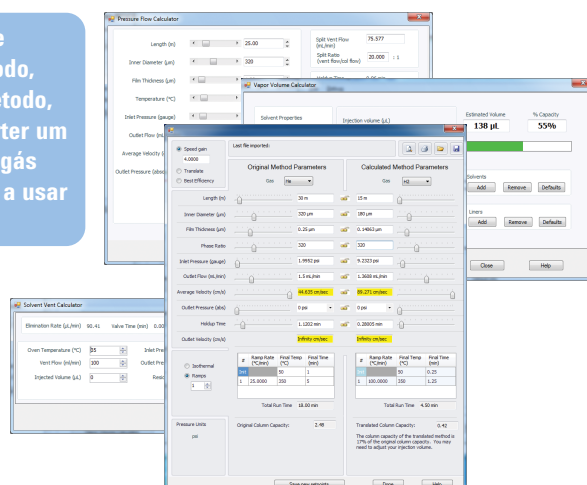
GC Firmware Update Tool

Instale a Ferramenta de atualização de firmware do GC para instalar o firmware mais recente no GC e nos sistemas de amostrador.



Method Developer Tools

Instale Ferramentas de desenvolvedor de método, como o Tradutor de método, para ajudá-lo a converter um método de hélio como gás carreador para passar a usar hidrogênio.



Oportunidades de Treinamento



A Agilent elaborou cursos para o cliente para ajudar você a aprender a usar o GC para aumentar a produtividade e aprender tudo sobre os ótimos recursos do novo sistema:

R1778A – Operação do Agilent 7890 A/B GC e do OpenLAB ChemStation

R1914A – Solução de problemas e manutenção do Agilent 7890 A/B GC

R2255A – Operação do Agilent 7890 Series GC com o OpenLAB EZChrom

Para detalhes dos cursos e oportunidades de treinamento, visite <http://www.agilent.com/chem/education> ou ligue para o seu representante de vendas Agilent local.

Visão Geral do 8355 SCD e do 8255 NCD

Da [Figura 1](#) até a [Figura 5](#), você verá os controles, peças e componentes do 8355 SCD e do 8255 NCD usados ou acessados durante a instalação, operação e manutenção.

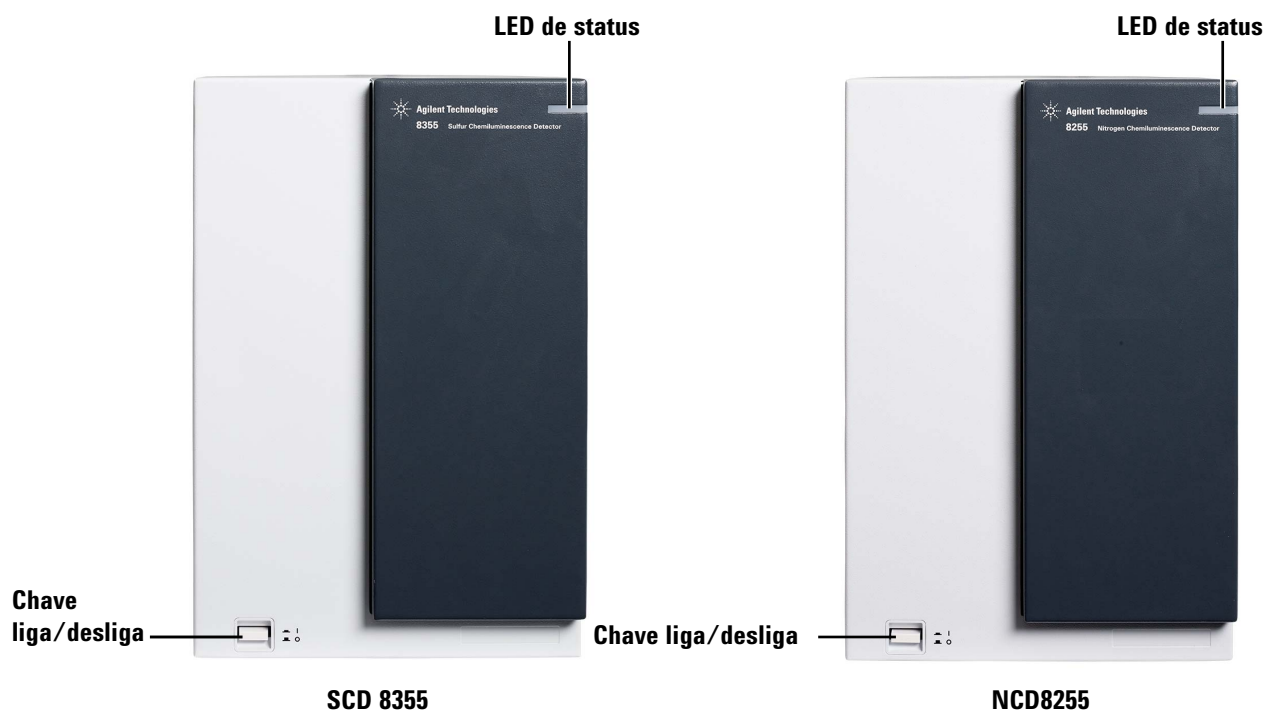


Figura 1 Visão frontal, detector (SCD e NCD)

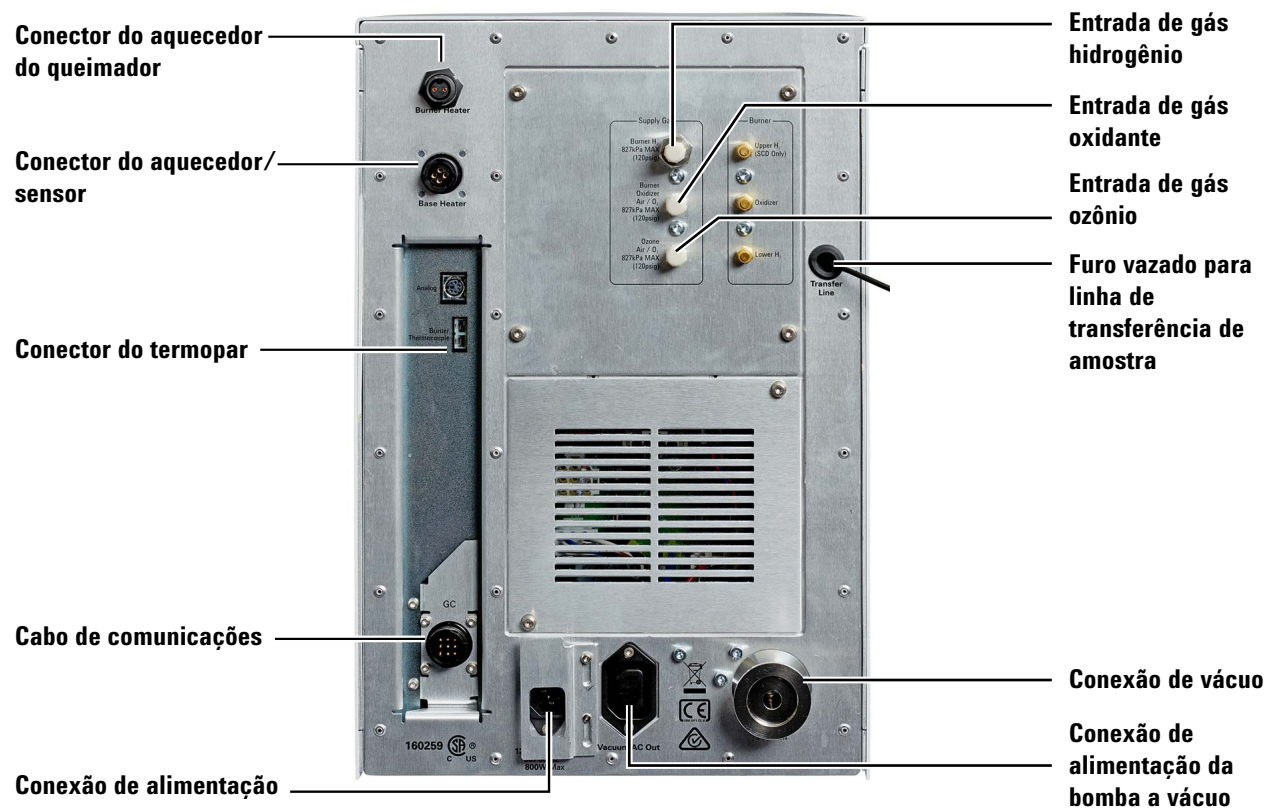


Figura 2 Visão traseira do detector

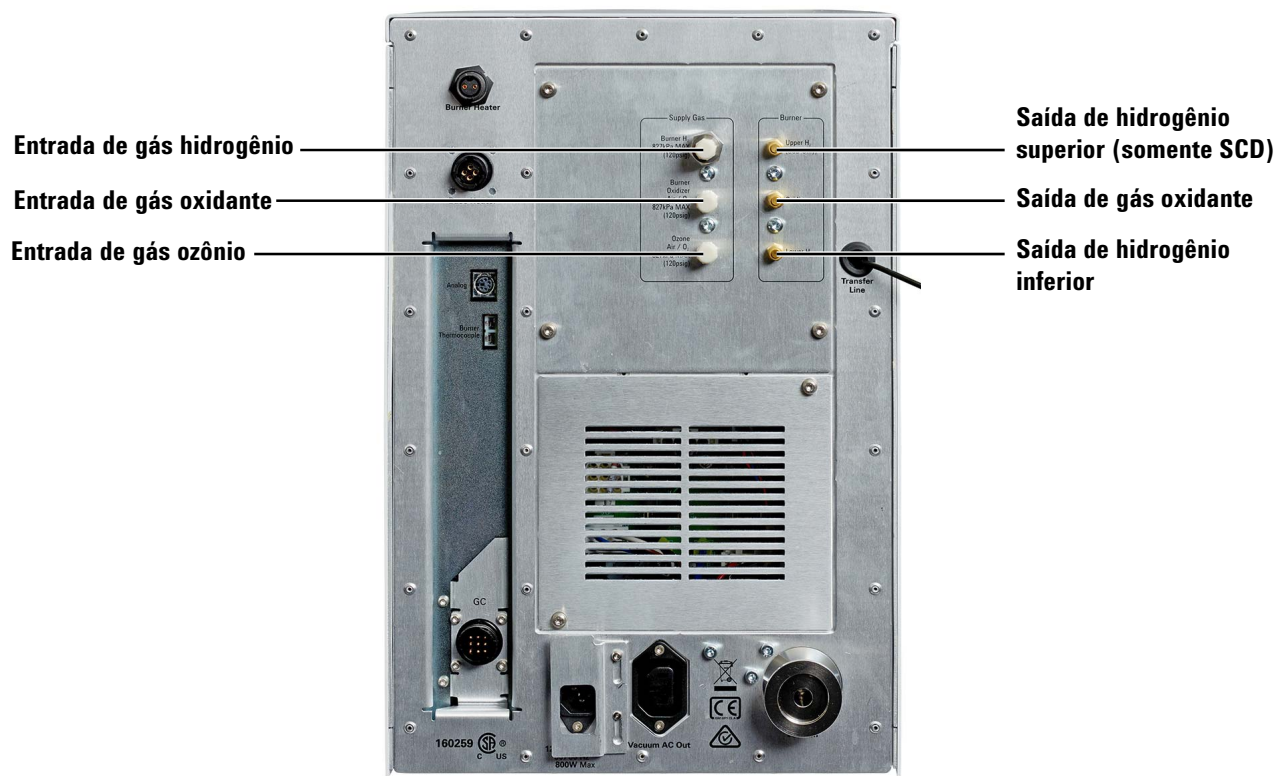


Figura 3 Conexões de gás do detector

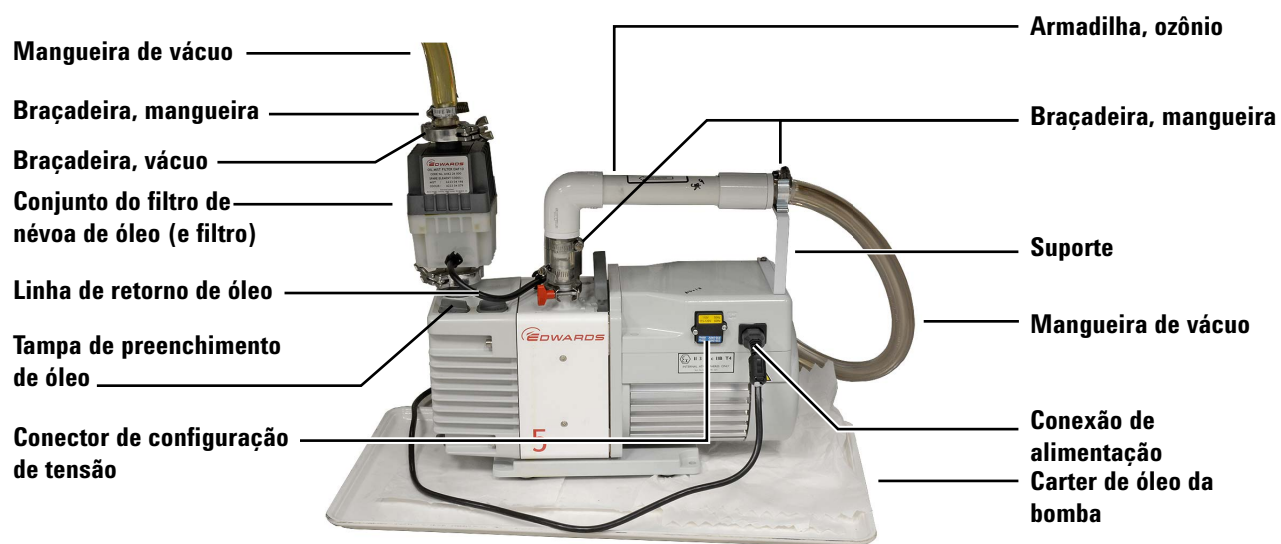


Figura 4 Bomba de vácuo RV5

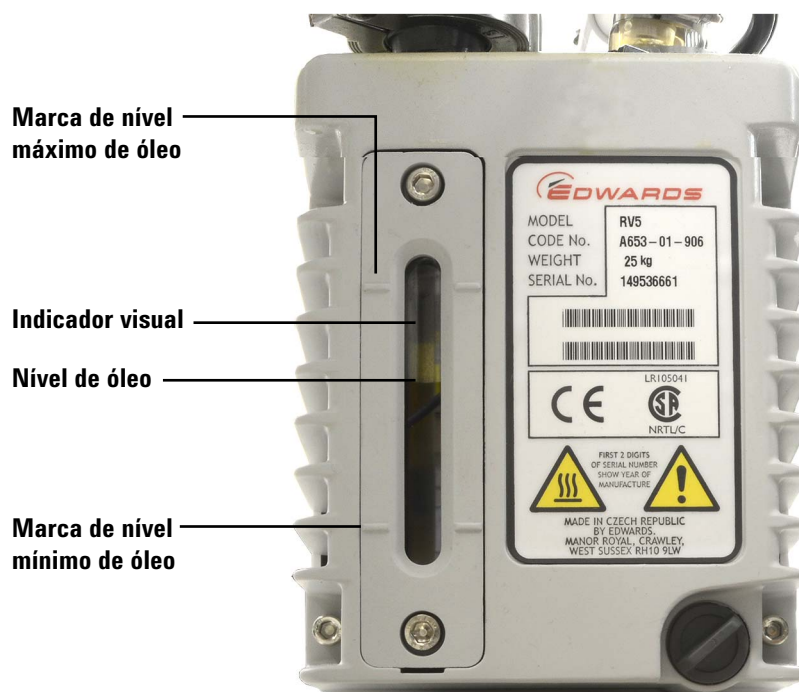


Figura 5 Indicador visual de óleo da bomba de vácuo RV5

Visão Geral da Instalação e Primeira Inicialização

Abaixo, uma visão geral do processo de instalação. Consulte o Guia de *Instalação e primeira inicialização* para ver detalhes completos da instalação.

- 1 Instale o GC e o sistema de dados Agilent, se você ainda não os tiver instalado. (Se já houver outro detector, verifique o desempenho dele.)
- 2 Coloque o detector sobre a bancada. Remova as tampas protetoras.
- 3 Prepare o GC. Resfrie o GC, desligue-o e desconecte o cabo de alimentação. Remova as tampas.
- 4 Preparar o local de montagem do detector.
- 5 Desembale a bomba de vácuo. Remova os plugues. Instale o filtro de vaporização de óleo "ballast"
- 6 Instale a bomba de vácuo.
- 7 Verifique a configuração de alimentação.
- 8 Instale o conjunto do queimador.
- 9 Conecte os gases de suprimento.
- 10 Conecte os gases do detector.
- 11 Conecte os cabos do detector e os fios.
- 12 Conecte os cabos ao GC e ao detector.
- 13 Conecte a alimentação.
- 14 Instale a coluna.
- 15 Instale as tampas do GC.
- 16 Ligue o GC e o detector.
- 17 Configure o detector.
- 18 Crie um método de verificação e verifique o desempenho.



2 Informações de Segurança e Regulamentação

Introdução	24
Informações de Segurança Importantes	25
Símbolos	29
Fusíveis	30
Informações de Segurança e Regulamentação	31
Uso Planejado	34
Limpeza	34
Reciclagem do Produto	34
Assistência Técnica	34

Este capítulo oferece informações importantes de segurança e regulamentação necessárias para instalar e usar o Agilent 8355 SCD e o Agilent 8255 NCD. Leia e compreenda estas informações, antes de operar o detector.



Introdução

Este manual guiará você na operação, manutenção e solução de problemas do Agilent 8355 SCD e do Agilent 8255 NCD. O SCD e o NCD são normalmente instalados no cromatógrafo agás (GC) por profissionais treinados pela Agilent. Se você estiver instalando o SCD ou o NCD, consulte o *Guia de Instalação*, para instruções.

Além das informações aqui contidas, consulte as informações de segurança do GC que foram enviadas junto com o GC. Os manuais do GC Agilent estão nos DVDs *Manuais e Ferramentas do Usuário do GC e do GC/MS* da Agilent Technologies.

Informações de Segurança Importantes

Há vários avisos importantes de segurança que você deve sempre levar em conta quando for usar o 8355 SCD ou o 8255 NCD.

Muitas peças internas do detector apresentam tensões perigosas

Se o GC e o detector forem conectados a uma fonte de alimentação, ainda que os botões de ligar/desligar estejam desligados, continuarão existindo tensões potencialmente perigosas nos seguintes locais:

- Fiação entre o cabo de alimentação do detector e a fonte de alimentação CA
- Fonte de alimentação CA
- Fiação entre a fonte de alimentação CA e o botão de ligar/desligar.

Com os botões de ligar/desligar ligados, também existem tensões potencialmente perigosas nos seguintes locais:

- Todas as placas elétricas.
- Nos fios internos e nos cabos conectados a essas placas.

Observe que o GC fornece alimentação para as placas eletrônicas do detector e os módulos do EPC.

A descarga eletrostática representa uma ameaça para o sistema eletrônico do GC

As placas de circuito impresso (PC) do detector podem ser danificadas por descargas eletrostáticas. Não toque as placas, a menos que seja absolutamente necessário. Se for preciso tocar nelas, coloque uma pulseira aterrada e tome outras precauções antiestáticas. Use uma pulseira aterrada sempre que precisar retirar a tampa lateral direita do GC ou as tampas esquerda ou direita do detector.

Muitas peças ficam perigosamente quentes

Várias peças do detector funcionam a temperaturas altas o suficiente para provocar queimaduras graves. Essas peças são as seguintes, embora não se limitem a elas:

- O queimador de plasma duplo
- A interface entre o detector e o GC, incluindo a conexão da coluna

Sempre deixe essas áreas do detector esfriarem até atingirem a temperatura ambiente antes de mexer nelas. Se for preciso fazer manutenção nas peças quentes, use uma chave inglesa e luvas térmicas protetoras. Sempre que possível, primeiro esfrie a parte do instrumento na qual você fará a manutenção, e só depois comece a trabalhar nela.

Segurança com Hidrogênio

O gás hidrogênio é usado como um gás combustível para produzir uma chama no detector.

AVISO

Quando for usar o hidrogênio (H₂) como gás combustível, saiba que o gás hidrogênio pode entrar no forno do GC e gerar um risco de explosão. Sendo assim, certifique-se de que o abastecimento esteja desligado até que todas as conexões sejam feitas e que os conectores da coluna do detector estejam ligados a uma coluna ou cobertos sempre que o gás hidrogênio for fornecido ao instrumento. O hidrogênio é inflamável. Vazamentos, quando confinados em espaços fechados, podem provocar incêndio ou perigo de explosão. Sempre que for usar hidrogênio, verifique se não há vazamento, testando todas as conexões, linhas e válvulas antes de usar o instrumento. Sempre desligue o fornecimento de hidrogênio na fonte para trabalhar com o instrumento.

O hidrogênio é muito usado como gás de arraste de GC. O hidrogênio é potencialmente explosivo e apresenta outras características perigosas.

- O hidrogênio produz combustão em várias concentrações. Em pressão atmosférica, o hidrogênio produz combustão em concentrações entre 4 % e 74,2 % por volume.
- O hidrogênio é o gás que queima com mais velocidade.
- O hidrogênio possui energia de ignição muito baixa.
- O hidrogênio, que consegue se expandir rapidamente na atmosfera a partir de alta pressão, é capaz de provocar sua própria ignição devido a uma fagulha eletrostática.
- O hidrogênio queima com uma brasa não-luminosa, que pode ser invisível sob luz brilhante.

Desligamento devido ao hidrogênio

O gás hidrogênio é usado como combustível para os detectores SCD e NCD.

Ao usar o detector com um GC Agilent 7890B ou 7890A+, o GC monitora quaisquer fluxos de gás hidrogênio. Se um fluxo for desligado porque não consegue alcançar seu ponto de ajuste de fluxo ou pressão e se esse fluxo estiver configurado para usar hidrogênio, o GC interpretará que ocorreu um vazamento e decretar um desligamento devido ao hidrogênio por precaução.

Se o GC executar um desligamento devido ao hidrogênio por precaução, os efeitos para o detector serão:

- As zonas aquecidas do detector são desligadas.
- Os fluxos de hidrogênio do detector são desativados.
- O gerador de ozônio é desligado.
- A bomba de vácuo permanece ligada.

Para se recuperar desse estado, corrija a causa do desligamento (válvula do tanque fechada, vazamento grave etc.). Desligue e religue o instrumento e o detector.

AVISO

Nem sempre o GC consegue detectar vazamentos nos fluxos de gás do detector. Por esse motivo, é de suma importância que as conexões da coluna sempre estejam ligadas a uma coluna, que estejam cobertas, ou com um plugue instalado. Os fluxos de H₂ devem estar configurados para hidrogênio de forma que o GC saiba sobre o uso do hidrogênio.

Medir fluxos de gás hidrogênio

AVISO

Não meça o hidrogênio junto com ar ou oxigênio. Isso pode criar misturas explosivas que podem ter ignição a partir do ignitor automático. Para evitar esse risco: 1. Desligue a ignição automática antes de começar. 2. Sempre faça medições dos gases separadamente.

Quando for medir os fluxos de gás em um detector usando hidrogênio para a chama do detector ou para o gás de arraste, meça o fluxo de hidrogênio separadamente. Nunca permita a entrada de fluxo de ar quando houver hidrogênio no fluxômetro.

Ozônio

AVISO

O ozônio é um gás perigoso e um forte oxidante. A exposição ao ozônio deve ser minimizada usando-se o instrumento em uma área bem ventilada e ventilando-se a exaustão da bomba de vácuo para uma coifa. O gerador de ozônio deve ser desligado quando o instrumento não estiver em uso.

Ambientes com oxigênio

AVISO

Ambientes ricos em oxigênio podem promover combustão e até mesmo resultar em combustão espontânea quando em condições de alta pressão e exposição à contaminação. Use apenas componentes compatíveis com oxigênio e certifique-se de que eles estejam livres de oxigênio antes de usá-los com oxigênio puro.

Símbolos

Os avisos constantes no manual ou no instrumento devem ser observados durante todas as fases de operação, manutenção e reparo do instrumento. O não-cumprimento dessas precauções viola os padrões de segurança de projeto e o uso destinado ao instrumento. A Agilent Technologies não assume nenhuma responsabilidade se o cliente não atender tais exigências.

Veja as informações relacionadas para obter mais informações.



Indica superfície quente.



Indica tensões perigosas.



Indica o terminal condutor de proteção.



Indica risco potencial de explosão.



Indica risco de descarga eletrostática.



Indica risco. Consulte a documentação do usuário Agilent relativa ao item indicado.



Indica que esse produto eletroeletrônico não deve ser jogado no lixo doméstico



Fusíveis

O 8355 SCD e o 8255 NCD precisam de fusíveis, para a operação apropriada. **Eles só podem ser acessados por pessoal de serviço treinado pela Agilent.**

AVISO

Para ter proteção contínua contra perigo de incêndio, substitua os fusíveis apenas por fusíveis de mesmo tipo e características.

AVISO

Risco de choque elétrico. Desconecte o instrumento da alimentação principal, antes de trocar os fusíveis.

Tabela 3 Fusíveis da placa CA

Designação do fusível	Tensão da rede	Capacidade e tipo de fusor
F1/F2	Todas	15 A, 250 VCA, IEC tipo F (sem retardo), corpo de cerâmica
F6/F5	Todas	0,75 A, 250 VCA, IEC tipo F (sem retardo), corpo de vidro
F4/F3	Todas	10 A, 250 VCA, IEC tipo F (sem retardo), corpo de vidro

Informações de Segurança e Regulamentação

Este instrumento foi projetado e testado de acordo com a Publicação IEC 61010-1, Safety Requirements for Electronic Equipment for Measurement, Control and Laboratory Use, e foi fornecido em condições seguras. A documentação de instrução contém informações e avisos que devem ser obedecidos pelo usuário, para garantir uma operação segura e manter o instrumento em uma condição também segura.

Consulte o Manual de Segurança do 7890B GC, disponível no DVD Manuais e Ferramentas do Usuário do GC e do GC/MS, para informações gerais de segurança e regulamentação do 7890B GC. As seções abaixo oferecem informações específicas para o 8355 SCD e o 8255 NCD.

O 8355 SCD e o 8255 NCD da Agilent obedecem aos seguintes padrões de segurança:

- Canadian Standards Association (CSA): C22.2 No. 61010-1
- CSA/Nationally Recognized Test Laboratory (NRTL): ANSI/UL 61010-1
- International Electrotechnical Commission (IEC): 61010-1, 61010-2-010
- EuroNorm (EN): 61010-1

Este é um produto de Classe I de segurança, Grau de Poluição 2, Categoria de Instalação II. Ele deve ser ligado à rede elétrica por meio de um terminal terra de proteção incorporado ao cabo de alimentação. Qualquer interrupção do condutor de proteção, dentro ou fora do equipamento, pode vir a tornar o instrumento perigoso. É proibida a interrupção intencional.

Se este instrumento for usado de uma forma não especificada pela Agilent, a proteção deste poderá ser comprometida.

O 8355 SCD e o 8255 NCD obedecem às seguintes regulamentações de compatibilidade eletromagnética (EMC) e interferência de radiofrequência (RFI):

- CISPR 11/EN 55011: Grupo 1, Classe A
- IEC/EN 61326



Este dispositivo ISM está em conformidade com a norma ICES-001, do Canadá. Cet appareil ISM est conforme a la norme NMB-001 du Canada.



O 8355 SCD e o 8255 NCD da Agilent foram projetados e produzidos usando um sistema de qualidade registrado de acordo com o padrão ISO 9001. Declaração de conformidade disponível.



Instruções para o descarte de equipamentos pelos usuários na União Europeia. Este símbolo no produto ou na embalagem indica que esse produto não deve ser descartado com outros tipos de lixo. É sua a responsabilidade de descartar seu equipamento, levando-o até um posto de coleta para reciclagem de produtos eletroeletrônicos. A coleta seletiva e a reciclagem do seu equipamento, quando chegar a hora de se desfazer dele, irão ajudar a preservar os recursos naturais e assegurar que ele seja reciclado de maneira que proteja a saúde humana e o meio ambiente. Para saber mais informações sobre onde você pode deixar o equipamento para reciclagem, entre em contato com o órgão de reciclagem competente de sua cidade ou com o revendedor de quem você comprou o produto.

Certificação de Emissão Sonora para a República Federal da Alemanha

Pressão sonora $L_p < 68 \text{ dB(A)}$, para o operador, e
 $L_p < 72 \text{ dB(A)}$, para um observador, de acordo com
DIN-EN 27779 (Tipo de teste).

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel $L_p < 68 \text{ dB(A)}$ Operator and $L_p < 72 \text{ dB(A)}$
Bystander nach DIN-EN 27779 (Typprüfung).

Compatibilidade Eletromagnética

Esse dispositivo está de acordo com os requisitos do CISPR 11. A operação está sujeita às duas condições exibidas abaixo:

- Esse dispositivo não pode causar interferência prejudicial.
- Esse dispositivo deve aceitar as interferências recebidas, inclusive interferência que possa causar operação indesejada.

Se esse equipamento não causar interferência prejudicial na recepção de sinais de rádio e televisão, o que pode ser observando ao se ligar e desligar o equipamento, recomendamos que o usuário tome uma ou mais das seguintes medidas:

- 1 Mude de lugar o rádio ou a antena.
- 2 Afaste o dispositivo do rádio ou da televisão.
- 3 Ligue o dispositivo em outra tomada elétrica, para que o dispositivo fique em um circuito elétrico diferente de onde está o rádio ou a televisão.
- 4 Confira se todos os dispositivos periféricos também obedecem a certificações.
- 5 Verifique se estão sendo usados cabos adequados para conectar o dispositivo ao equipamento periférico.
- 6 Consulte o revendedor do equipamento, a Agilent Technologies, ou um técnico experiente para obter assistência.
- 7 Modificações que não tenham sido expressamente aprovadas pela Agilent Technologies podem anular a autoridade do usuário para operar o equipamento.

Uso Planejado

Os produtos da Agilent só podem ser usados na maneira descrita nos guias de usuário dos produtos Agilent. Qualquer outro uso pode resultar em danos ao produto ou ferimentos pessoais. A Agilent não é responsável por quaisquer danos causados, total ou parcialmente, pelo uso inadequado dos produtos, alterações não autorizadas, ajustes ou modificações nos produtos, falha ao cumprir a conformidade com os procedimentos nos guias de usuário do produto Agilent ou uso dos produtos em violação de leis aplicáveis, regras ou regulamentações.

Limpeza

Para limpar a unidade, desligue a energia e use um pano umedecido sem fiapos.

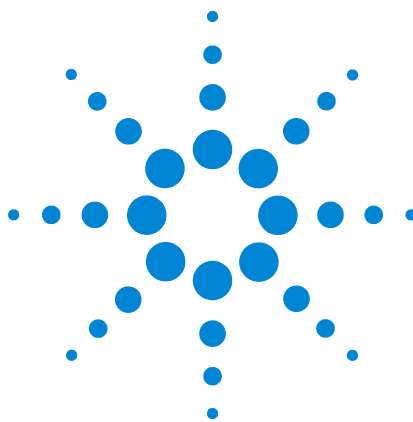
Reciclagem do Produto



Para obter informações sobre reciclagem, entre em contato com um escritório de vendas local da Agilent.

Assistência Técnica

Este instrumento vem com documentação para operação, manutenção de rotina e solução de problemas. Para assistência técnica adicional, visite as páginas de suporte técnico disponíveis no site da Agilent na Web, em <http://www.agilent.com>, ou entre em contato com o seu escritório de vendas local da Agilent. Para consultar as informações de contato mais atualizadas, visite o site da Agilent na Web em: <http://www.chem.agilent.com/en-US/Contact-US/Pages/ContactUs.aspx>.



3 Descrição do Sistema

Especificações	36
Teoria da Operação	37
Descrição dos Componentes Principais	39

Este capítulo oferece especificações de desempenho típicas e descreve a teoria da operação do 8355 SCD e do 8255 NCD.



Especificações

Essa seção lista as especificações publicadas para um detector novo instalado em um GC Agilent 7890B novo e utilizado em um ambiente de laboratório típico.

8355 SCD

Especificação	
Limite de Detecção Mínima (MDL), típico	< 0,5 pg (S)/s (2x ruído ASTM do sistema de dados Agilent)
Linearidade	> 10^4
Seletividade	> 2×10^7 esposta S/resposta C ²
Precisão* e estabilidade	< 2 % RSD em 2 horas < 5 % RSD em 24 horas
Tempo típico para alcançar 800 °C a partir da temperatura ambiente	10 min

* Geralmente, com base em uma corrida a cada 30 minutos, coletadas durante 24 horas. Por exemplo, um intervalo de tempo de 24 horas terá aproximadamente 48 replicatas de corridas.

8255 NCD

Especificação	
Limite de Detecção Mínima, típico	< 3 pg (N)/s (2x ruído ASTM do sistema de dados Agilent)
Linearidade	> 10^4
Seletividade	> 2×10^7 resposta N/resposta C
Repetibilidade da área	< 1,5 % RSD em 8 horas < 2 % RSD em 18 horas
Tempo típico para alcançar 800 °C a partir da temperatura ambiente	10 min

Teoria da Operação

Os detectores de quimioluminescência Agilent 8255 e 8355 identificam moléculas-alvo, transformando-as quimicamente em diversas etapas para um espécime excitado que emite luz. A luz dessa emissão é convertida em sinal elétrico por um tubo fotomultiplicador (PMT). Em cada detector, amostras são submetidas a reações preliminares com um oxidante (ar para SCD, oxigênio para NCD) e hidrogênio, em uma zona de reação bastante quente (queimador), a uma pressão reduzida, para formar SO ou NO, além de outros produtos, como H₂O e CO₂. A reação, por sua vez, produz fluxo para uma célula de reação em um módulo detector separado. Nessa célula, eles se misturam ao ozônio (O₃) produzido com oxigênio por meio de um gerador de ozônio. O O₃ reage com SO ou NO para gerar SO₂* e NO₂*, respectivamente. Essa célula de reação opera a uma pressão de cerca de 4-7 Torr. Essa espécie de alta energia retorna para um estado básico por quimioluminescência. A luz emitida é filtrada e então detectada por um PMT. O sinal elétrico produzido é proporcional à quantidade de SO₂* ou NO₂* formada na célula de reação. A amostra sai da célula de reação, passa por um filtro de destruição de ozônio e então passa por uma bomba de vácuo e para a ventilação.

SCD

O SCD usa a quimioluminescência (reação com produção de luz) da reação do ozônio com monóxido de enxofre (SO) produzido a partir da combustão do analito:

Composto de enxofre (analito) → SO + H₂O + outros produtos

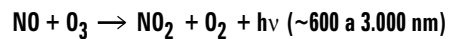
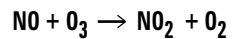
SO + O₃ → SO₂ + O₂ + hν (< 300-400 nm)

A diferença de pressão produzida por uma bomba de vácuo transfere os produtos da combustão para uma célula de reação, em que é adicionado um excesso de ozônio. A luz (hν) produzida pela reação subsequente é filtrada e detectada opticamente com um tubo fotomultiplicador com sensibilidade ao azul, e o sinal é amplificado para exibição ou saída para um sistema de dados.

NCD

O NCD usa a quimioluminescência do ozônio com o óxido nítrico formado pela combustão. Reagir óxido nítrico com ozônio resulta na formação de dióxido de nitrogênio excitado eletronicamente. O dióxido de nitrogênio excitado emite luz, uma reação de quimioluminescência, nas regiões do vermelho e

do infravermelho do espectro. A luz emitida é diretamente proporcional à quantidade de nitrogênio na amostra:



A luz ($h\nu$) emitida pela reação química é ópticamente filtrada e detectada por um PMT. Um resfriador/chiller resfria o PMT, a fim de reduzir o ruído térmico e ajudar a medir a luz infravermelha. O sinal do PMT é amplificado para exibição ou saída para um sistema de dados.

Descrição dos Componentes Principais

Conjunto do Queimador

O conjunto do queimador fica em cima do GC, no local do detector, e contém a conexão da coluna.

No SCD, o queimador oferece duas zonas aquecidas, uma na base e outra mais para cima do conjunto. Na região da base do queimador, o efluente da coluna se mistura com o fluxo de hidrogênio inferior e com o ar a uma alta temperatura. A chama de hidrogênio resultante queima o efluente. Os componentes em baixa concentração se queimam para formar os produtos usuais de uma combustão, incluindo SO_2 , para componentes que contenham enxofre. Os produtos são aspirados para cima, através de um tubo de cerâmica, em que, mesmo a uma temperatura ainda maior, o fluxo de hidrogênio superior se mistura aos produtos da combustão, fazendo com que o SO_2 seja reduzido para SO.

A [Figura 6](#) mostra os caminhos de fluxo para o conjunto do queimador do SCD.

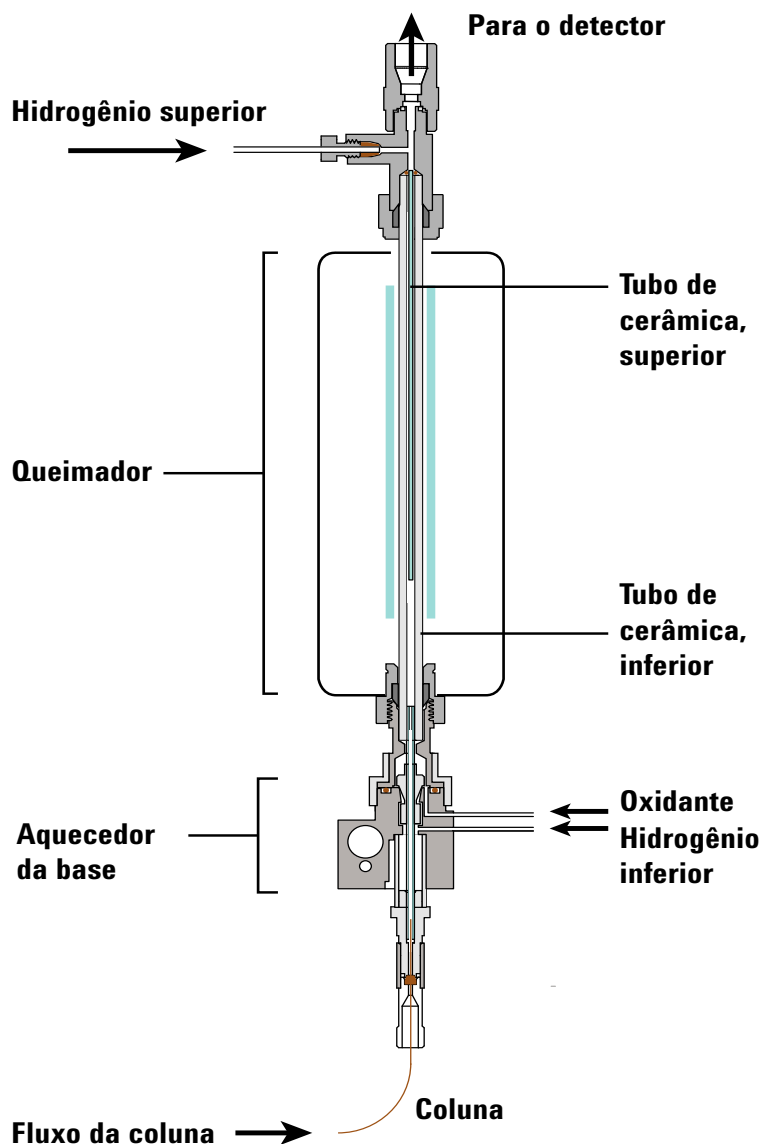


Figura 6 Fluxos do SCD

No NCD, o queimador oferece duas zonas aquecidas, uma na base e outra mais para cima do conjunto. Na região da base do queimador, o efluente da coluna se mistura com o hidrogênio inferior e o ar a uma alta temperatura. A chama de hidrogênio resultante queima o efluente. Os componentes em baixa concentração se queimam para formar os produtos usuais de uma combustão, incluindo NO_2 , para componentes que contenham nitrogênio. Os produtos são aspirados para cima através de um tubo de quartzo e um catalisador, em que uma temperatura alta converte o NO_2 em NO .

A **Figura 7** mostra os caminhos de fluxo para o conjunto do queimador do NCD.

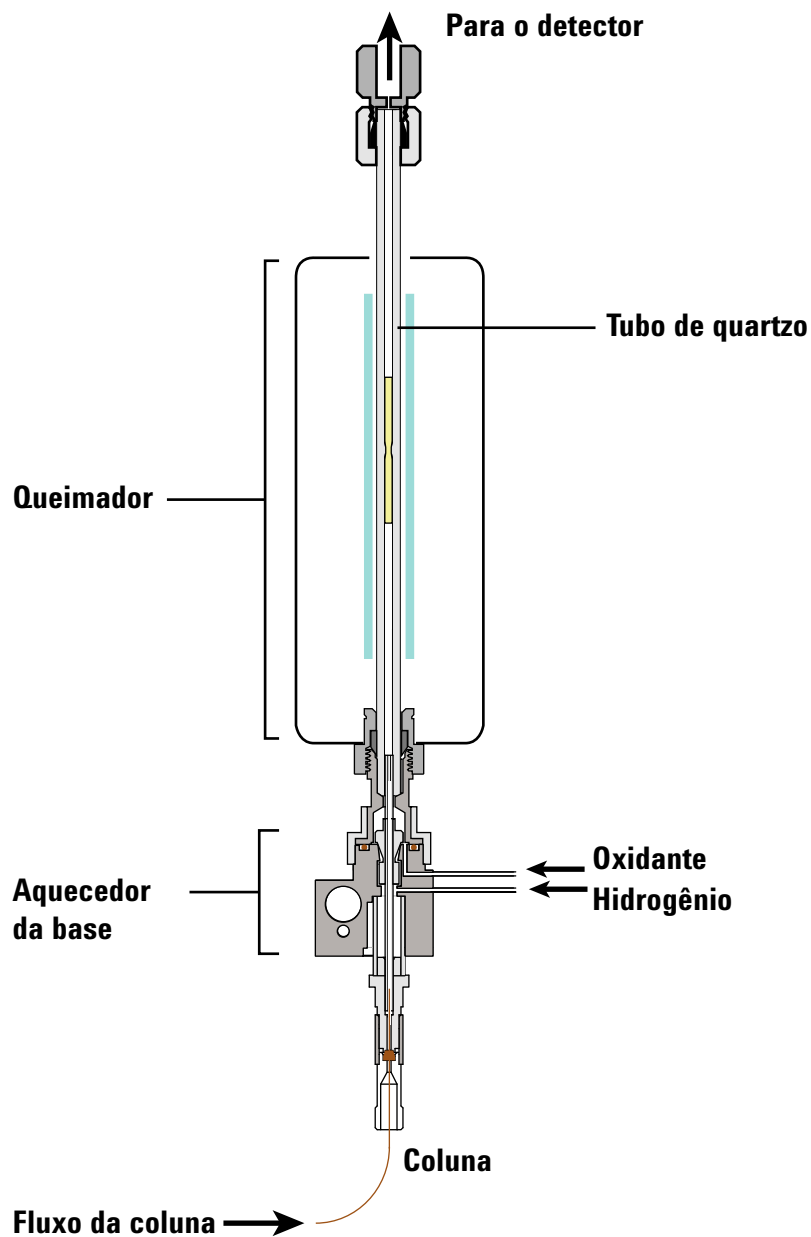


Figura 7 Fluxos do NCD

Gerador de Ozônio

O gerador de ozônio fornece ozônio, que reage com qualquer SO ou NO na célula de reação, a fim de gerar SO_2^* e NO_2^* , respectivamente. Essa espécie de alta energia retorna para um estado básico por quimioluminescência.

Célula de Reação e Tubo Fotomultiplicador

O gerador de ozônio descarrega ozônio na célula de reação. Esse ozônio reage com SO ou NO para gerar SO₂* e NO₂*, respectivamente. Conforme os espécimes voltam ao estado original através da quimioluminescência, o tubo fotomultiplicador produz uma corrente proporcional à intensidade da luz emitida. Um filtro de passagem de faixa é usado para otimizar o detector para detectar enxofre ou nitrogênio.

Módulos de EPC

O detector controla os fluxos de gás hidrogênio, oxidante (ar ou oxigênio) e ozonizador (oxigênio), usando dois módulos de controle de pressão eletrônicos.

Bomba de Vácuo

Uma bomba de vácuo rotativa selada a óleo de dois estágios fornece uma pressão operacional entre 3 e 10 Torr na célula de reação. Esse vácuo ajuda a transferir os gases de combustão do queimador para a célula de reação, assim como a transferir o ozônio do gerador de ozônio para a célula de reação. A bomba de vácuo também reduz a dissipação colisiva não-radioativa do espécime emissor na célula de reação.

Filtro de Destruição do Ozônio

Um filtro químico entre a exaustão do detector e a bomba de vácuo destrói o ozônio, convertendo-o em oxigênio diatômico. Ozônio não-convertido reduz a vida útil da bomba.

Filtro de Vaporização de Óleo

A bomba de vácuo rotatória selada a óleo usa um "ballast" de gás parcialmente aberto, para ajudar na eliminação da água produzida no queimador e transferida para a bomba. Como resultado do "ballast" de gás aberto e das relativamente altas taxas de fluxo de gases, o óleo vaporizado na bomba pode escapar através da exaustão da bomba. Para minimizar a perda de óleo, a bomba vem com um filtro de vaporização de óleo na exaustão da bomba, para reter o óleo vaporizado e devolver esse óleo para o reservatório de óleo da bomba de vácuo.

Adaptador FID (Opcional)

O queimador do SCD é normalmente montado diretamente no forno do GC, como um detector independente. Entretanto, algumas aplicações também requerem a detecção simultânea de hidrocarbonetos, usando uma coluna única, sem divisão. Por isso, a Agilent oferece um adaptador FID opcional para montar o conjunto do queimador em um FID, para a coleta simultânea de cromatogramas FID e SCD. Durante a operação dedicada do SCD, 100 % do efluente da coluna passa através do queimador para o detector. Durante a detecção simultânea, aproximadamente 10 % dos gases de exaustão FID são levados até o queimador através de um restritor, o que reduz a sensibilidade do SCD para aproximadamente 1/10 do sinal observado em um queimador SCD dedicado.

Resfriador NCD

Para o NCD, o detector usa um resfriador Peltier para diminuir a temperatura do PMT, o que, por sua vez, reduz o ruído. Esse resfriador resfria o PMT relativo à temperatura ambiente no momento. Temperaturas ambientes mais altas no laboratório podem resultar em temperaturas mais altas no PMT. As flutuações na temperatura ambiente podem resultar em flutuações na temperatura do PMT.

Como o ruído e a resposta determinam o MDL, a eficiência do resfriador podem influenciar o MDL. Dependendo da temperatura ambiente, o resfriador pode não conseguir manter uma temperatura suficientemente baixa no PMT, e o ruído do XCD irá aumentar, o que aumentará o MDL.

Como a eficiência do resfriador depende da temperatura ambiente dentro do detector e no laboratório, o ponto de ajuste do resfriador não afeta a prontidão do detector. Um GC pode começar a funcionar independente de o resfriador/chiller ter resfriado ou não o GC ao ponto de ajuste.

3 Descrição do Sistema



4 Operação

Introdução	46
Definir Parâmetros	47
Estabilidade e Resposta do Detector	51
Condições Operacionais Típicas	52
Ajustar Condições Operacionais	53
Inicialização	54
Conservação de Recurso	55
Desligamento	56
Configurar o Fluxo Zero Automático no GC	57
Configurar o Detector	58

Este capítulo descreve como usar o 8355 SCD e o 8255 NCD. Este capítulo considera que o usuário está familiarizado com o sistema de dados, se usado, e com o teclado e o monitor do painel frontal do GC. Para mais informações, veja a ajuda online do sistema de dados e a documentação do instrumento disponíveis nos DVDs *Manuais e ferramentas do usuário do GC e do GC/MS*.



Introdução

Versão Integrada

Quando instalados em um GC Agilent 7890B ou 7890A+, o SCD e o NCD devem ser operados como qualquer outro detector no GC. Para usuários do sistema de dados Agilent, use a unidade GC integrada para acessar os parâmetros operacionais. Para usuários apenas do GC, acesse esses parâmetros usando o painel frontal e o teclado do GC. As configurações e informações fornecidas pelo driver e o teclado do GC incluem:

- Configurações de temperaturas, fluxos e tipos de gás.
- Integração de sequência
- Armazenamento do método
- Configurações de Feedback de manutenção antecipada (EMF), de taxa de dados, log de erros, log de manutenção e informações de status.

Definir Parâmetros

Esta seção lista a escala de parâmetros para o SCD e o NCD. Os pontos de ajuste disponíveis oferecem uma escala ampla, adequada para diversos aplicativos e desenvolvimentos de métodos. Consulte [“Ajustar Condições Operacionais”](#) na página 53 para obter detalhes importantes sobre o relacionamento entre pontos de ajuste.

Parâmetros e Escalas

A tabela abaixo lista os parâmetros disponíveis para o detector.

Tabela 4 Parâmetros e limites do 8355 SCD e do 8255 NCD

Parâmetro	Escala, SCD	Escala, FID-SCD	Escala, NCD
Método			
Temperatura da base	125 – 400 °C	125 – 400 °C	125 – 400 °C
Temperatura do queimador	100 – 1000 °C	100 – 1000 °C	100 – 1000 °C
Temperatura do resfriador (somente NCD)*	Liga/desliga	Liga/desliga	Liga/desliga
Fluxo de hidrogênio inferior	5 – 25 mL/min	—	1 – 25 mL/min
Fluxo de hidrogênio superior (apenas SCD)	25 – 100 mL/min	25 – 100 mL/min	—
Fluxo de oxidante	25 – 150 mL/min	5 – 100 mL/min	4 – 80 mL/min
Fluxo do gerador de O ₃	Liga/desliga	Liga/desliga	Liga/desliga
Alta tensão do gerador de O ₃	Liga/desliga	Liga/desliga	Liga/desliga
Bomba de vácuo	Liga/desliga	Liga/desliga	Liga/desliga
Configuração			
Tipo de gás oxidante	Ar	Ar	Oxigênio
Tipo de gás do gerador de O ₃	Oxigênio	Oxigênio	Oxigênio
Ignorar Prontidão	Consulte o <i>Manual de Operação</i> do GC.		
Sinal	XCD. Confira o <i>Manual de Operações Avançadas</i> do GC.		

* A operação do resfriador (resfriador do PMT) depende da temperatura ambiente atual do detector. A temperatura atual do resfriador não afeta a prontidão do detector. Consulte [“Resfriador NCD”](#) na página 43.

Observe que a tensão do PMT é fixa em 800 V.

Controle por Software

Ao usar um sistema de dados Agilent, abra uma sessão online e edite os parâmetros de aquisição do instrumento, para alterar as configurações do método. Selecione o detector no editor de método, normalmente **Detectores > Detector frontal** (ou **Detector traseiro** ou **Detector auxiliar**, conforme o adequado para a sua configuração). Consulte [Figura 8](#), [Figura 9](#) e [Tabela 5](#).

SCD		Setpoint	Real
☒ Aquecedor:		280 °C	280.1 °C
☒ Temperatura do Queimador:		800 °C	800 °C
☒ Fluxo de H2 Superior:		38 mL/min	38 mL/min
☒ Fluxo de H2 Inferior:		8 mL/min	8 mL/min
☒ Fluxo do Oxidante (Ar):		50 mL/min	50 mL/min
☒ Fluxo do Gerador de O3			46.7 mL/min
☒ Potência do Gerador de O3			
☒ Bomba de Vácuo			
Pressão do Queimador:			397.8 Torr
Pressão da Cella de Reação:			4.9 Torr
Saída do Sinal:			31.1 pA
SCD Subtrair do Sinal: ☐ (Nada) ☐ Curva Compensação da Coluna nº1 ☒ Curva Compensação da Coluna nº2			

Figura 8 Exemplo de parâmetros do SCD em um sistema de dados

NCD		Setpoint	Real
☒ Aquecedor:	280 °C	280 °C	
☒ Temperatura do Queimador:	900 °C	900 °C	
☒ Temperatura do Resfriador		-10 °C	
☒ Fluxo do Oxidante (O2):	10 mL/min	10 mL/min	
☒ Fluxo do Gerador de O3		36.1 mL/min	
☒ Potência do Gerador de O3			
☒ Bomba de Vácuo			
Pressão do Queimador:		218.5 Torr	
Pressão da Cella de Reação:		3.3 Torr	
Saída do Sinal:		60.8 pA	

NCD

Subtrair do Sinal:

☒ (Nada)

☐ Curva Compensação da Coluna nº1

☐ Curva Compensação da Coluna nº2

Figura 9 Exemplo de parâmetros do NCD em um sistema de dados

Para configurações tandem, por exemplo, um FID-SCD frontal, o FID será o detector frontal, e o XCD será um detector auxiliar.

Para acessar os parâmetros de configuração usando o controle do sistema de dados, selecione **Configuração > Módulos**. Veja a [Figura 10](#), para um exemplo.

Detector Frontal	
SCD	
Gás Oxidante	Ar
Gás do Gerador de O3	O2
Detector Posterior	
NCD	
Gás Oxidante	O2
Gás do Gerador de O3	O2

Figura 10 Exemplo de parâmetros de configuração do SCD e do NCD

Consulte “Configurar o Detector” na página 58 , para mais informações.

Controle via Teclado do GC

Para acessar os parâmetros de método de um SCD ou NCD, pressione as teclas [**Front Det**], [**Back Det**] ou [**Aux Det #**] (apenas configuração tandem FID-XCD). Consulte a [Tabela 5](#).

Para ligar a tensão do PMT, pressione [**Config**], depois pressione a tecla relativa ao detector ([**Front Det**], [**Back Det**] ou [**Aux Det #**]). A tensão do PMT pode ser ligada ou desligada. O PMT funciona com uma tensão constante (800 V).

Identificar o Detector

A [Tabela 5](#) lista as configurações esperadas para um XCD.

Tabela 5 Conexões do chicote de fiação do GC

Instalação do XCD	Qual detector é o XCD?
XCD frontal	Frente
XCD traseiro	Traseira
FID-XCD único frontal (FID-XCD tandem frontal)	Frente: FID frontal Detector auxiliar 2: XCD
FID-XCD único traseiro (FID-XCD tandem traseiro)	Traseira: FID traseiro Detector auxiliar 2: XCD
Duplo, FID-XCD frontal e FID-XCD traseiro (tandem FID-XCD duplo)	Frente: FID frontal Detector auxiliar 1: XCD frontal Traseira: FID traseiro Detector auxiliar 2: XCD traseiro

Estabilidade e Resposta do Detector

O tempo necessário para estabilização do sistema varia dependendo da aplicação, da limpeza do sistema, da presença de sitios ativos e outros fatores.

- Ao iniciar um sistema existente, espere, pelo menos, 10 minutos antes de usar o sistema para coletar dados.
- Um novo queimador ou um novo conjunto de tubos de cerâmica pode demorar até 24 horas para estar em condições. Defina o detector para as condições operacionais e monitore a linha de base até que a linha de base se torne estável o suficiente para a sua aplicação.

Condições Operacionais Típicas

A [Tabela 6](#) lista as condições iniciais recomendadas para os métodos SCD e NCD. Essas condições devem fornecer resultados aceitável para diversas aplicações. Contudo, otimize essas condições da forma necessária para melhorar o desempenho de uma aplicação específica.

Tabela 6 Condições operacionais típicas, SCD e NCD

Parâmetro	SCD	NCD
Temperatura da base, °C	250	250
Temperatura do queimador, °C	800	900
Temperatura do resfriador	Não disponível	Ligado
Fluxo de H ₂ superior, mL/min	40	Não disponível
Fluxo de H ₂ inferior, mL/min	10	3
Fluxo de oxidante, mL/min	50, ar	8, oxigênio
Fluxo do gerador de O ₃ , mL/min	Ligado	Ligado
Alta tensão do gerador de O ₃	Ligado	Ligado
Bomba de vácuo	Ligado	Ligado
Pressão do queimador, Torr, leitura típica	< 425 Torr	< 120 Torr
Pressão do reator, Torr (somente leitura)	Deve estar abaixo de 7 Torr	Deve estar abaixo de 5 Torr

Os métodos de verificação do SCD e do NCD também oferecem parâmetros de exemplo para equilibrar um bom limite de detecção, boa seletividade e uma vida útil razoável do tubo de cerâmica. Em qualquer método do XCD:

- Mantenha sempre o gás oxidante fluindo através do queimador.
- O firmware não irá permitir que o hidrogênio flua para o queimador enquanto não houver oxidante para proteger o sistema.

Durante a inicialização e o desligamento, sempre ligue a bomba primeiro e desligue a bomba por último, para evitar contaminação ou danos.

Ajustar Condições Operacionais

A [Tabela 4](#) na página 47 lista a escala de valores de cada parâmetro, conforme limitado pelo firmware do GC. Para oferecer flexibilidade no desenvolvimento de métodos em cada aplicativo, a escala está mais ampla do que o necessário para a maioria dos aplicativos.

Contudo, os fluxos de hidrogênio no SCD precisam de atenção especial. O uso de fluxos de hidrogênio muito elevados (tanto superiores quanto inferiores), relacionados ao fluxo de oxidante, pode danificar permanentemente os tubos cerâmicos. Essa condição não pode ser recuperada. Consulte [“Contaminação do Hidrogênio”](#) na página 103.

Fluxo de hidrogênio inferior no SCD: Fluxos muito altos podem danificar os tubos cerâmicos.

Fluxo de hidrogênio inferior no NCD: O NCD pode operar sem fluxo de hidrogênio, embora isso não seja recomendado. A chama/plasma de hidrogênio pode remover o solvente e moléculas pesadas por combustão. Se você estiver operando um NCD sem fluxo de hidrogênio, conecte o tubo de 1/16 pol. do fluxo de hidrogênio inferior ao suprimento de oxigênio. Se isso não for feito, resíduos de hidrogênio no tubo continuarão a espalhar-se pelo queimador, afetando a estabilidade.

- 1 Desconecte a linha de **H2 Inferior** da parte de trás do detector e destampe a conexão do detector.
- 2 Instale uma conexão em T Swagelok de 1/16 pol. na saída do **Oxidante** no corpo do detector.
- 3 Conecte as linhas do **Oxidante** e do **H2 Inferior** à conexão em T.

Você normalmente precisará ajustar as condições de inicialização recomendadas, para criar um método otimizado para sua aplicação. Ao otimizar parâmetros de método SCD ou NCD, considere o seguinte:

- Uma proporção maior de hidrogênio em relação ao oxidante pode inicialmente mostrar uma resposta superior, porém resultará depois em resposta reduzida por causa do acúmulo de contaminantes que reduzem a resposta do detector, como fuligem ou outras espécies ativas.
- Operar o queimador a temperaturas mais altas pode encurtar as vidas úteis do aquecedor, termopar e materiais seladores.

Em geral, ao fazer qualquer alteração de parâmetro, deixe que o sistema tenha tempo suficiente para alcançar o equilíbrio. Monitore a linha de base até que ela se estabilize no seu novo valor.

Inicialização

Como iniciar o detector depende de você ter criado ou não um método para o detector.

Se já houver um método válido: Depois de você ter usado o SCD/NCD (havendo pelo menos um método válido), inicie o detector, carregando o método. Assim que o método for carregado, o GC irá ativar a bomba de vácuo e os fluxos de oxidante e também ligar todos os outros parâmetros, exceto o fluxo de hidrogênio. O GC irá monitorar as temperaturas e evitar o fluxo de hidrogênio até que a temperatura da base alcance 150 °C e a temperatura do queimador alcance 200 °C. Assim que as temperaturas do detector alcançarem esses limites mínimos, o GC ativará o fluxo de hidrogênio.

Durante a primeira inicialização ou sempre que não houver parâmetros no método para o SCD ou no NCD, inicie o detector desta forma:

- 1 Acesse os parâmetros do método.
 - No painel frontal do GC, pressione **[Front Det]**, **[Back Det]** ou **[Aux Det #]**.
 - No sistema de dados, selecione o detector no editor de métodos.
- 2 Ligue a bomba de vácuo.
- 3 Defina a taxa de fluxo do oxidante e ligue o fluxo do oxidante.
- 4 Aguarde de 1 a 2 minutos, para a bomba de vácuopurgar o sistema, usando o fluxo oxidante.
- 5 Defina a temperatura da base e ligue-a.
- 6 Defina a temperatura do queimador e ligue-o.
- 7 Somente para o NCD: Defina a temperatura do resfriador/chiller e ligue-o.
- 8 Defina o fluxo de hidrogênio e ligue-o.
- 9 Defina o fluxo de suprimento do gás ozônio e ligue-o.
- 10 Ligue a alta tensão do suprimento de gás ozônio.

O GC irá monitorar as temperaturas e evitar o fluxo de hidrogênio até que a temperatura da base alcance 150 °C e a temperatura do queimador alcance 200 °C. Assim que as temperaturas do detector alcançarem esses limites mínimos, o GC ativará o fluxo de hidrogênio.

Se necessário, também ligue a tensão do PMT. Consulte [“Configurar o Detector”](#) na página 58.

Conservação de Recurso

Para conservar recursos durante períodos de inatividade, por exemplo, durante a noite ou um fim de semana, use as opções de conservação de recursos do GC 7890B, para carregar um método de suspensão. (Consulte o *Manual de Operação* do GC, para detalhes sobre como usar métodos de suspensão e despertar.)

Um método de suspensão do SCD ou do NCD deve fazer o seguinte:

- Desligar todos os fluxos de hidrogênio
- Manter a temperatura base em 125 °C para evitar condensação
- Manter a temperatura do queimador em, no mínimo, 200 °C para evitar condensação
- Definir a temperatura de 30 °C para o forno para minimizar o sangramento da coluna

Além disso, um método de suspensão também pode:

- Ativar o modo de economizador de gás para reduzir o fluxo da coluna
- Desligar o fluxo do suprimento de gás ozônio e do gerador de ozônio
- Desligar o resfriador (somente NCD)
- Desligue a bomba de vácuo se o gás de arraste e o forno estiverem desligados. (Se o fluxo do gás de arraste estiver ligado, não desligue a bomba de vácuo. Com a bomba de vácuo desligada, todo fluxo de gás de arraste acaba causando interrupções de fluxo.)

Uma prática recomendada é deixar o fluxo de oxidante ligado, se a bomba de vácuo estiver ligada.

Desligamento

Ao desligar o detector por um longo período ou para executar manutenção no GC ou no detector, desligue o detector, desta forma:

- 1 Acesse os parâmetros do método.
 - No painel frontal do GC, pressione **[Front Det]**, ou **[Back Det]**, ou **[Aux Det #]**.
 - No sistema de dados, selecione o detector no editor de métodos.
- 2 Desligue a alta tensão do suprimento de gás ozônio.
- 3 Desligue o fluxo do suprimento de gás ozônio.
- 4 Desligue o fluxo de hidrogênio.
- 5 Somente para o NCD: Desligue o resfriador.
- 6 Desligue o aquecedor do queimador.
- 7 Desligue o aquecedor da base.

NOTA

Ao se desligar, o GC irá manter a bomba de vácuo e o fluxo de oxidante ativo, até que aproximadamente 100 mL de gás oxidante tenha purgado o sistema, após o fluxo de hidrogênio ter sido desligado. Essa ação evita contaminação residual da umidade.

- 8 Desligue o fluxo de oxidante.
- 9 Desligue a bomba de vácuo.
- 10 Desligue a alimentação do detector.
- 11 Se estiver desativando o GC, desligue o GC.

AVISO

Perigo de queimadura. Muitas peças do GC podem estar perigosamente quentes. Se você estiver realizando manutenção no GC ou no detector, desligue todas as zonas aquecidas e monitore-as até que elas atinjam uma temperatura segura para manipulação, antes de desligar o GC.

Uma alternativa é criar um método que desligue todos os componentes do detector e carregar esse método para desligar o detector.

Configurar o Fluxo Zero Automático no GC

A Agilent recomenda configurar o GC para "zerar automaticamente os sensores de fluxo para reduzir desvios. Confira o *Manual de Operações do GC* para mais detalhes.

- 1 No teclado numérico do GC, pressione [**Options**].
- 2 Role até **Calibration** e pressione [**Enter**].
- 3 Role para selecionar o detector apropriado (front, back, aux 2, or aux 1) e pressione [**Enter**].
- 4 Role até **Autoflow zero (H2 Lower)** e pressione [**On/Yes**]. (Para desligar o zero automático em vez disso, pressione [**Off/No**].)
- 5 Para o SCD, repita o processo para **Fluxo zero automático (H2 superior)**.

Configurar o Detector

No caso de um SCD ou NCD, os tipos de gases geralmente são definidos uma única vez. O SCD usa oxigênio para o suprimento de gás ozônio e ar para o gás oxidante, e o NCD usa oxigênio para ambos.

Para configurar os tipos de gases para um SCD ou NCD, usando o teclado do GC:

- 1 No teclado do GC, pressione as teclas para acessar o detector, por exemplo, [**Config**][**Front Det**].
- 2 Role até **Gás Oxidante** e pressione [**Mode/Type**].
- 3 Role até o tipo correto de gás, **Ar** (SCD) ou **Oxigênio** (NCD), e pressione [**Enter**].

Se você estiver usando o controle do sistema de dados, poderá definir os tipos de gás através do sistema de dados.

- 1 No sistema de dados, abra a interface de usuário dos parâmetros do GC. Por exemplo, no Agilent OpenLAB, selecione **Início > Método > Configuração do instrumento > Configuração > Módulos**.
- 2 Selecione os tipos de gás para o método.

The screenshot displays a configuration window with two sections. The top section is titled 'Detector Frontal' and 'SCD'. It contains two dropdown menus: 'Gás Oxidante' set to 'Ar' and 'Gás do Gerador de O3' set to 'O2'. The bottom section is titled 'Detector Posterior' and 'NCD'. It also contains two dropdown menus: 'Gás Oxidante' set to 'O2' and 'Gás do Gerador de O3' set to 'O2'.

Figura 11 Exemplo de parâmetros de configuração do SCD e do NCD

- 3 Clique em **OK** e salve as alterações no método.

A tensão do PMT pode ser ligada e desligada somente no painel frontal do GC. Para habilitar ou desabilitar a tensão do PMT:

- 1 No teclado do GC, pressione as teclas para acessar o detector, por exemplo, [**Config**][**Front Det**] para um XCD montado na posição frontal ou [**Config**][**Back Det**] para um XCD montado na traseira.
- 2 Role até **PMT Voltage**.
- 3 Pressione **On/Yes** para ligar a tensão ou **Off/No** para desligá-la. Pressione [**Enter**].



5 Manutenção

Log de manutenção e Feedback de manutenção antecipada (EMF)	62
Programa de Manutenção	63
Rastrear a Sensibilidade do Detector	64
Consumíveis e Peças de Reposição	65
Vista Expandida das Peças do SCD	67
Vista Expandida das Peças do NCD	68
Método de Manutenção do Detector	69
Conectar uma Coluna ao Detector	70
Substituir o Tudo de Cerâmica Interno (SCD)	73
Substituir o Tubo de Quartzo (NCD)	76
Verificar o Óleo da Bomba de Vácuo	80
Adicionar Óleo a Bomba de Vácuo	81
Substituir o Óleo da Bomba de Vácuo	83
Substituir o Filtro de Ozônio	85
Trocar o Filtro de Névoa de Óleo	87
Limpar a Parte Externa do Detector	88
Calibrar o Fluxo e os Sensores de Pressão	89
Atualizar Firmware	90

Este capítulo descreve os procedimentos de manutenção de rotina necessários para o uso normal do SCD e do NCD.



Log de manutenção e Feedback de manutenção antecipada (EMF)

Ao usar o detector com um CG Agilent 7890B, use o recurso Feedback de manutenção antecipada (EMF), para rastrear os registros da manutenção de rotina. O recurso EMF está disponível no painel frontal do GC e em qualquer sistema de dados Agilent e pode ajudar você a trocar os filtros e o óleo antes de que a contaminação se torne um problema.

O GC Agilent 7890B oferece os seguintes contadores para o SCD, NCD e a bomba de vácuo:

Componente	Pecas com um contador	Tipo de contador	Valor padrão
Detector	Detector	Número de injeções	
	Tubo externo (apenas SCD)	Número de injeções	
	Tubo interno (apenas SCD)	Número de injeções	
	Tubo de quartzo (apenas NCD)	Número de injeções	
	Filtros de gás	Tempo (dias)	
Bomba de vácuo	Óleo da bomba	Tempo (dias)	3 meses
	Filtro de névoa de óleo	Tempo (dias)	

Se você não usar o recurso EMF do GC, faça manualmente um log de manutenção que registre/rastreie:

- Datas de manutenção e tipo de manutenção executada
- Alterações operacionais que possam afetar o desempenho, como alterações nas configurações de temperatura e fluxos de hidrogênio.
- Pressões durante as execuções de método normais
- Sinal de fundo/background (a diferença entre ozônio "ligado" e "desligado")

Programa de Manutenção

Para manter o desempenho ideal do 8355 SCD e do 8255 NCD da Agilent, substitua com frequência o filtro de ozônio, o filtro de vaporização de óleo e o óleo da bomba de vácuo. Consulte a [Tabela 7](#), para ver a vida útil esperada de cada item.

Tabela 7 Programação recomendada de manutenção para a bomba de vácuo Edwards RV5

Componente	Vida útil operacional [*]
Filtro químico (converte O ₃ em O ₂)	~ 6 meses
Filtro de vaporização de óleo	~ 3 meses
Filtro de odor de óleo	~ 3 meses, se necessário
Óleo da bomba [†]	~ 3 meses
Nível do óleo	Verificar semanalmente

^{*} A vida útil operacional é baseada no tempo total registrado durante a operação do detector com o queimador e o gerador de ozônio ligados.

[†] O óleo da bomba pode ser adquirido de um fornecedor ou diretamente da Agilent: SAE 10W-30, óleo de motor sintético multiviscoso como MOBIL 1 ou AMSOIL.

Rastrear a Sensibilidade do Detector

Além de usar os recursos do EMF do GC e do detector, rastreie/registre também a sensibilidade do detector. A sensibilidade reflete as características de desempenho de um determinado sistema, e uma diminuição dela pode indicar que é necessária uma manutenção de rotina do detector. A sensibilidade geralmente é relatada como:

$$\text{Sensibilidade} = \frac{\text{área de pico}}{\text{quantidade}}$$

Calcule o limite de detecção mínimo (MDL) com a seguinte fórmula:

$$\text{MDL} = \frac{2 \times \text{ruído}}{\text{sensibilidade}}$$

em que o ruído é o ruído ASTM relatado pelo sistema de dados Agilent.

Consumíveis e Peças de Reposição

Consulte o catálogo Agilent de consumíveis e suprimentos para obter uma lista mais completa ou visite o site da Agilent para obter as informações mais recentes (<http://www.chem.agilent.com/store>).

Tabela 8 Consumíveis e peças do SCD e do NCD

Descrição/quantidade	Número de peça
Peças do detector	
Tubo de cerâmica, interno, pequeno (SCD)	G6602-45005
Tubo de quartzo (NCD)	G6600-80063
Anilha, 1/4 polegada, grafite, reto, 10/pacote para tubo de cerâmica externo do SCD e tubo de quartzo do NCD	0100-1324
Ferramenta de instalação da coluna	G3488-81302
Amostra de teste de quimioluminescência de enxofre	
Amostra de teste de quimioluminescência de nitrogênio	
Peças da bomba de vácuo	
Bomba RV5 – 230 V – Inland	G6600-64042
Bandeja da bomba, bomba RV5	G1946-00034
Kit de manutenção preventiva, bomba a óleo RV5	G6600-67007
Filtro de névoa de óleo para bomba RV5, para SCD/NCD	G6600-80043
Filtro de vaporização de óleo para substituição, bomba RV5	G6600-80044
Elemento filtrante de odor para substituição	G6600-80045
Filtro de destruição do ozônio	G6600-85000
Linha de retorno de óleo, bomba RV5	3162-1057
Óleo, sintético, Mobil 1	G6600-85001
Braçadeira NW 20/25 (para filtro de névoa de óleo)	0100-0549
Braçadeira NW 20/25 (para mangueira de exaustão)	0100-1398
Ferramentas	
Funil	9301-6461
Chave, Allen, 5 mm	8710-1838
Chave de fenda, plana	8710-1020
Luvas, resistentes a produtos químicos, sem fiapos	9300-1751

Tabela 9 Filtros para o SCD e o NCD

Descrição/quantidade	Número de peça
Filtro de limpeza de gás, enxofre (filtra enxofre e umidade)	CP17989
Kit SCD de filtro de limpeza de gás, para detectores de quimioluminescência de enxofre	CP17990

Tabela 10 Porcas, anilhas e equipamentos para colunas capilares

Id de coluna (mm)	Descrição	Uso típico	Quantidade/número de peça
0,53	Anilha, grafite, id de 1,0 mm	Colunas capilares de 0,53 mm	5080-8773 (10/pct)
	Anilha, grafite, id de 0,8 mm	Colunas capilares de 0,53 mm	500-2118 (10/pct)
	Porca de coluna, aperto manual (para colunas de 0,53 mm)	Conectar a coluna no injetor ou detector	5020-8293
0,45	Anilha, grafite, id de 0,8 mm	Colunas capilares de 0,45 mm	500-2118 (10/pct)
0,32	Anilha, grafite, id de 0,5 mm	Colunas capilares de 0,1, 0,2, 0,25 e 0,32 mm	5080-8853 (10/pct)
	Porca de coluna, aperto manual (para colunas de 0,100 a 0,320 mm)	Conectar a coluna no injetor ou detector	5020-8292
0,1 – 0,25	Anilha, grafite, id de 0,4 mm	Colunas capilares de 0,1, 0,2, 0,25 e 0,32 mm	500-2114 (10/pct)
	Porca de coluna, aperto manual (para colunas de 0,100 a 0,320 mm)	Conectar a coluna no injetor ou detector	5020-8292
Todas	Anilha "cega"	Teste	5181-3308 (10/pct)
	Porca "cega" para coluna capilar	Teste – use com qualquer anilha	5020-8294
	Porca de coluna, universal	Conectar a coluna no injetor ou detector	5181-8830 (2/pct)
	Cortador de coluna, lâmina de cerâmica	Cortar colunas capilares	5181-8836 (4/pct)
	Kit de ferramentas para anilha	Instalação da anilha	440-1000

Vista Expandida das Peças do SCD

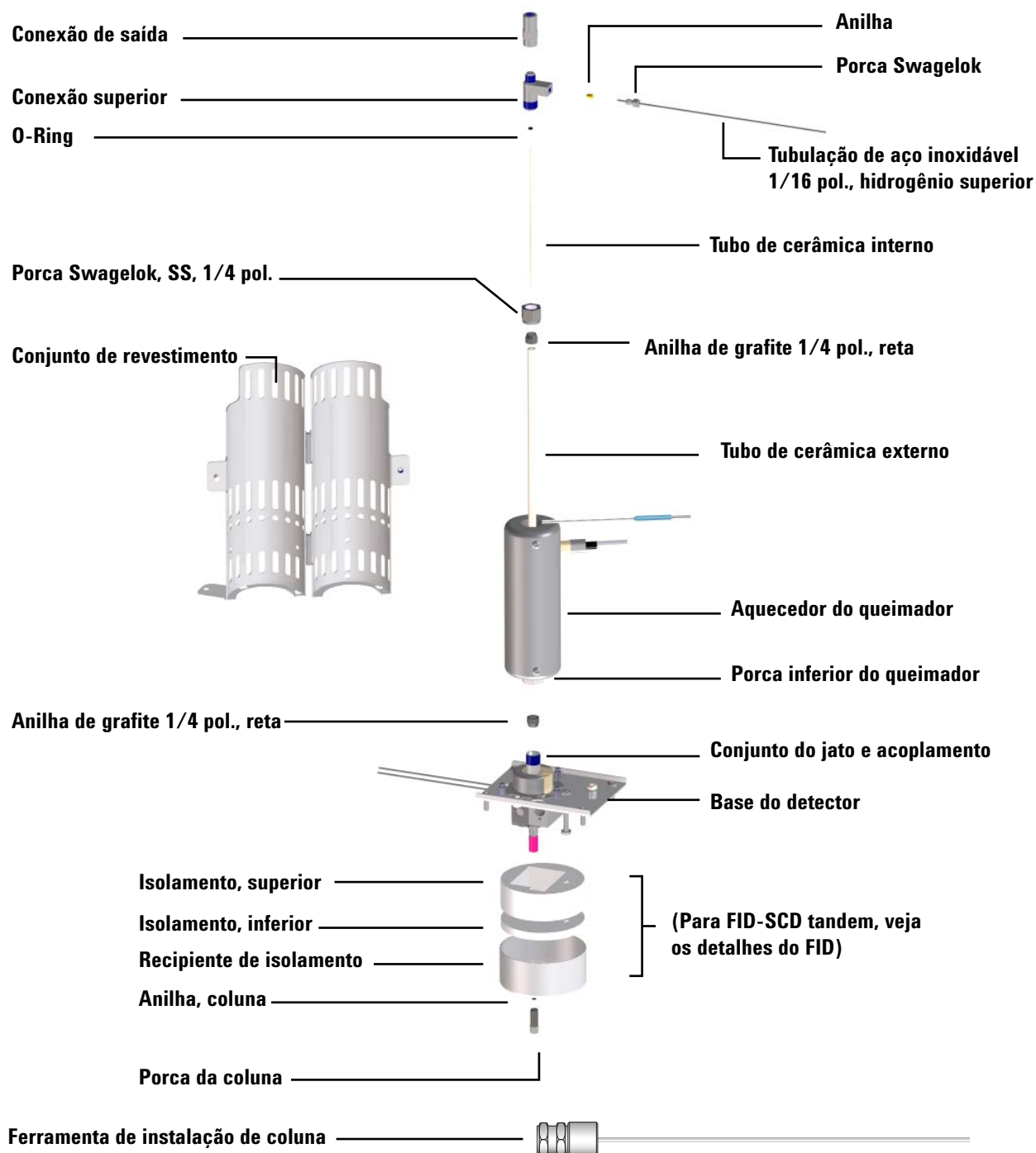


Figura 12 Vista Expandida das peças do SCD

Vista Expandida das Peças do NCD

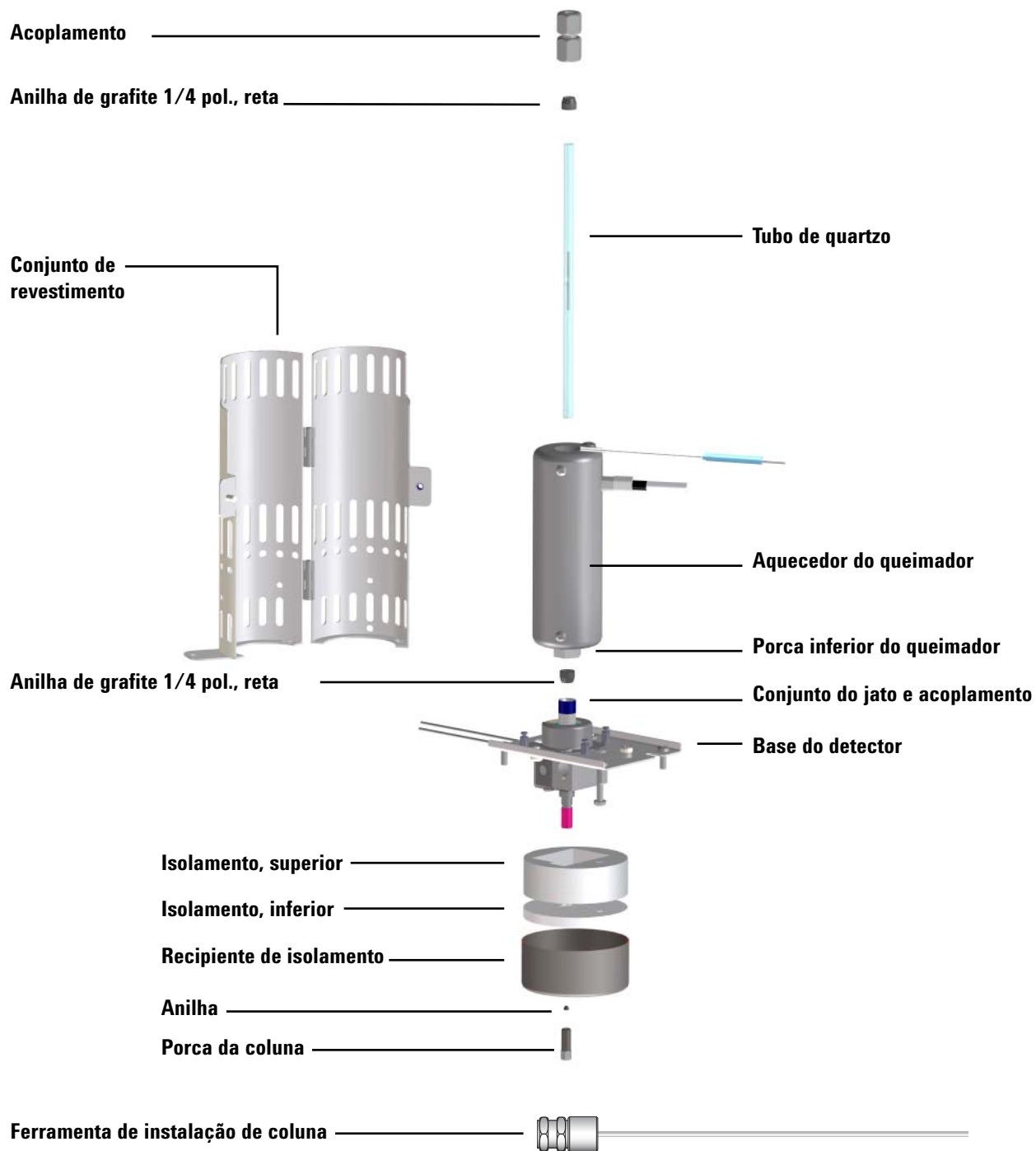


Figura 13 Vista Expandida das peças do NCD

Método de Manutenção do Detector

É uma boa prática criar um método de manutenção para o GC que prepare o GC e o detector para manutenção. Carregue esse método antes de executar a manutenção.

Um método de manutenção para o SCD deve fazer o seguinte:

- 1 Desligue o aquecedor e o queimador para permitir que esfriem.
- 2 Desligue todos os fluxos de hidrogênio.
- 3 Deixe os gases oxidante e ozônio ligados.
- 4 Desligue o gerador de ozônio.
- 5 Deixar a bomba de vácuo ligada.
- 6 Manter o gás de arraste (hélio) fluindo.
- 7 Defina a temperatura de 30 °C para o forno para minimizar o sangramento da coluna.
- 8 Resfriar as outras peças do GC (forno, injetores, etc.) conforme o necessário.

Um método de manutenção para o NCD deve fazer o seguinte:

- 1 Desligue o aquecedor e o queimador para permitir que esfriem.
- 2 Desligue o fluxo de hidrogênio.
- 3 Deixe os gases oxidante e ozônio ligados.
- 4 Desligue o gerador de ozônio.
- 5 Deixar a bomba de vácuo ligada.
- 6 Manter o gás de arraste (hélio) fluindo.
- 7 Defina a temperatura de 30 °C para o forno para minimizar o sangramento da coluna.
- 8 Resfriar as outras peças do GC (forno, injetores, etc.) conforme o necessário.

Aguarde as zonas aquecidas esfriarem para < 40 °C para manuseio seguro.

Conectar uma Coluna ao Detector

NOTA

Esse procedimento descreve como conectar uma coluna diretamente a um XCD. Em uma instalação tandem FID-XCD, instale a coluna no FID conforme descrito nas instruções do FID. Consulte a documentação do GC.

1 Reúna os seguintes materiais (consulte “Consumíveis e peças do SCD e do NCD” na página 65):

- Ferramenta de instalação da coluna para SCD/NCD (G3488-81302)
- Coluna
- Anilha (para coluna)
- Porca de coluna
- Cortador de coluna
- Chave de boca fixa de 1/4 pol.
- Septo
- Isopropanol
- Tecido de laboratório
- Luvas sem fiapos
- Lupa

AVISO

O forno, o injetor 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.

AVISO

Use óculos de proteção para proteger os olhos de partículas que podem ser lançadas ao manipular, cortar ou instalar colunas capilares de vidro ou de sílica fundida. Tenha cuidado ao manipular essas colunas para impedir ferimentos por perfuração.

CUIDADO

Use luvas limpas e sem fiapos para evitar que as peças sejam contaminadas com sujeira e oleosidade da pele.

- 2 Prepare o detector para manutenção.
 - a Carregue o método de manutenção do GC e espere até que o GC esteja pronto. (Consulte “[Método de Manutenção do Detector](#)” na página 69). Aguarde os injetores, o forno, os detectores, a caixa de válvula, o conjunto do queimador e a base do detector esfriarem até uma temperatura de manuseio segura ($< 40\text{ }^{\circ}\text{C}$).
 - b Desligue todos os fluxos de hidrogênio. (Deixe os gases oxidante e ozônio ligados.)
 - c Desligue o gerador de ozônio.

AVISO

O gás hidrogênio é inflamável. Desligue todos os fluxos de gás hidrogênio do detector (e da coluna) antes de executar manutenção no detector.

- 3 Coloque um septo, uma porca de coluna capilar e uma anilha na coluna.

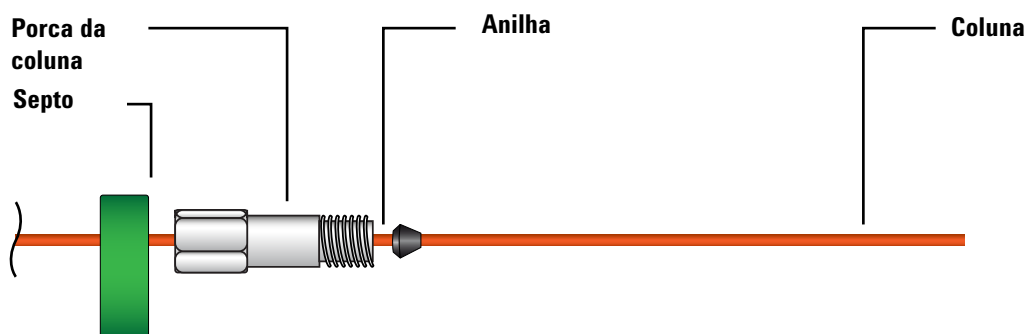


Figura 14 Coloque um septo, uma porca de coluna capilar e uma anilha na coluna

- 4 Insira a extremidade da coluna na ferramenta de medição de coluna até que a extremidade passe para fora da ferramenta.

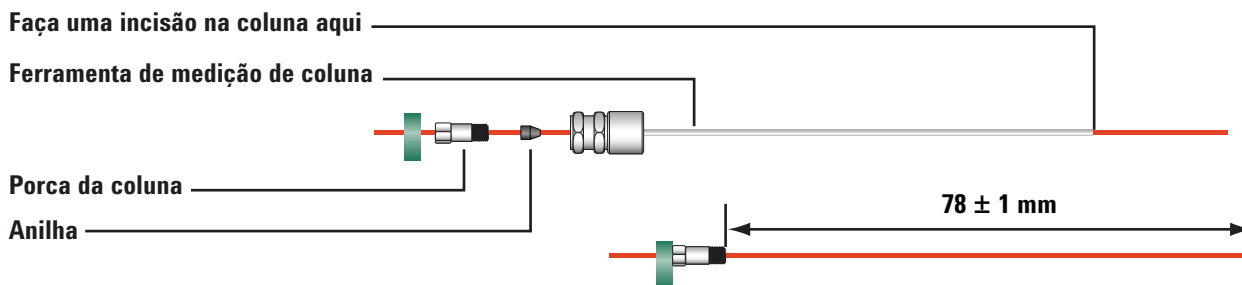
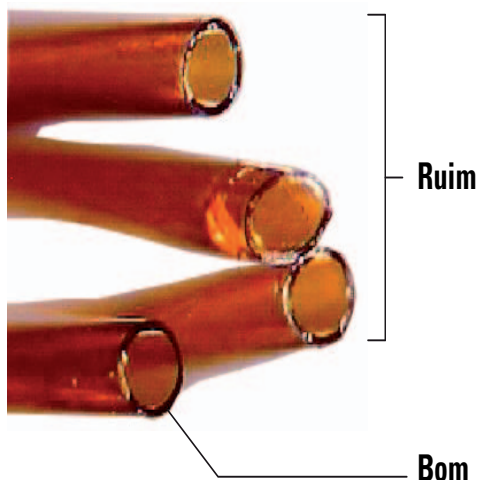


Figura 15 Defina o comprimento da coluna e ajuste a anilha, usando a ferramenta de medição da coluna

- 5** Aperte a porca da coluna na ferramenta de medição da coluna, até que a porca da coluna prenda a coluna. Aperte a porca mais 1/8 a 1/4 de volta, usando duas chaves de boca. Ajuste o septo na base da porca da coluna.
- 6** Use uma lâmina cortadora de coluna a 45° para fazer uma incisão na coluna.
- 7** Quebre a extremidade da coluna. A coluna pode se estender para cerca de 1 mm além da ponta da ferramenta. Verifique a extremidade com uma lupa para se certificar de que não haja pontas e serrilhados.



- 8** Remova a coluna, a porca e a anilha acoplada da ferramenta.
- 9** Limpe as paredes da coluna com um tecido umedecido com isopropanol para remover impressões digitais e poeira.
- 10** Rosqueie com cuidado a coluna acoplada dentro da conexão do adaptador. Aperte a porca da coluna com os dedos e depois use uma chave de boca para apertar mais 1/8 de volta.

Substituir o Tudo de Cerâmica Interno (SCD)

Para substituir o tubo de cerâmica interno:

AVISO

O forno, os injetores e os detectores podem estar muito quentes e causar queimaduras. Resfrie essas áreas até uma temperatura segura para manipulação, antes de começar.

CUIDADO

Use luvas limpas e sem fiapos para evitar que as peças sejam contaminadas com sujeira e oleosidade da pele.

CUIDADO

A maioria dos passos neste procedimento exigem o uso de duas chaves de boca, uma para segurar o queimador com firmeza e outra para soltar uma peça. Sempre use duas chaves de boca para evitar excesso de torque ou entortar o conjunto do queimador.

1 Reúna o seguinte:

- Duas chaves de boca fixas de 7/16 pol.
- Chave de boca fixa de 3/8 pol.
- Um novo O-ring
- Um novo tubo de cerâmica.
- Pinça
- Tampa de 1/8 de polegada para linha de transferência
- Chave de fenda Torx T20

2 Prepare o detector para manutenção.

- a Carregue o método de manutenção do GC e espere até que o GC esteja pronto. (Consulte [“Método de Manutenção do Detector”](#) na página 69). Aguarde os injetores, o forno, os detectores, a caixa de válvula, o conjunto do queimador e a base do detector esfriarem até uma temperatura de manuseio segura ($< 40^{\circ}\text{C}$).
- b Desligue todos os fluxos de hidrogênio. (Deixe os gases oxidante e ozônio ligados.)
- c Desligue o gerador de ozônio.

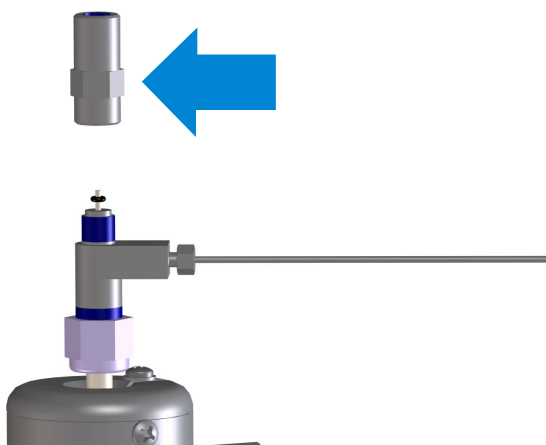
AVISO

O gás hidrogênio é inflamável. Desligue todos os fluxos de gás hidrogênio do detector (e da coluna) antes de executar manutenção no detector.

- 3 Desconecte a linha de transferência e cubra rapidamente a extremidade aberta com a tampa de 1/8 polegada. Use uma chave de boca de 3/8 polegada na linha de transferência e uma chave de boca de 7/16 polegada no encaixe superior, para manter o conjunto do queimador firme.
- 4 Usando duas chaves de boca 7/16, remova o encaixe de saída do encaixe superior.
- 5 Se o O-ring velho estiver preso na parte de baixo do encaixe de saída, use pinças ou algo similar, para soltar cuidadosamente o O-ring do encaixe.
- 6 Remova o tubo de cerâmica interno velho.
- 7 Coloque um novo O-ring na extremidade do novo tubo de cerâmica interno e deslize o O-ring cerca de 7 mm pelo tubo. (Essa dimensão não é crítica.)



- 8 Cuidadosamente, insira o conjunto do tubo e do O-ring no queimador, até que ele se apoie no O-ring.
- 9 Oriente o encaixe de saída de modo que as porcas hexagonais planas fiquem mais perto do encaixe superior, conforme mostrado, e instale no tubo de cerâmica. Apertar o encaixe de saída irá ajustar automaticamente as posições do O-ring e do tubo de cerâmica. Aperte até sentir resistência (pressão dos dedos). Não aperte demais.



- 10** Reinstale a linha de transferência no encaixe da saída.
Aperte até sentir resistência (pressão dos dedos). Não aperte demais.
- 11** Restaure os fluxos de gás detector.
- 12** Verifique se há vazamentos no encaixe de hidrogênio superior. Conserte os vazamentos conforme o necessário.
- 13** Restaure as condições de operação do detector restantes.
- 14** Redefina o contador EMF.

Substituir o Tubo de Quartzo (NCD)

Para substituir o tubo de quartzo do NCD:

AVISO

O forno, os injetores e os detectores podem estar muito quentes e causar queimaduras. Resfrie essas áreas até uma temperatura segura para manipulação, antes de começar.

CUIDADO

Use luvas limpas e sem fiapos para evitar que as peças sejam contaminadas com sujeira e oleosidade da pele.

CUIDADO

A maioria dos passos neste procedimento exigem o uso de duas chaves de boca, uma para segurar o queimador com firmeza e outra para soltar uma peça. Sempre use duas chaves de boca para evitar excesso de torque ou entortar o conjunto do queimador.

1 Reúna o seguinte:

- Duas chaves de boca fixas de 7/16 pol.
- Chave de boca fixa de 3/8 pol.
- Chave de boca fixa de 5/8 pol.
- Um novo tubo quartzo.
- Pinça
- Tampa de 1/8 de polegada para linha de transferência
- Chave de fenda Torx T20
- Ferramenta de dentista ou ferramenta similar para remover a anilha de grafite
- 2 anilhas de grafite novas

2 Prepare o detector para manutenção.

- a Carregue o método de manutenção do GC e espere até que o GC esteja pronto. (Consulte [“Método de Manutenção do Detector”](#) na página 69). Aguarde os injetores, o forno, os detectores, a caixa de válvula, o conjunto do queimador e a base do detector esfriarem até uma temperatura de manuseio segura ($< 40\text{ }^{\circ}\text{C}$).
- b Desligue todos os fluxos de hidrogênio. (Deixe os gases oxidante e ozônio ligados.)
- c Desligue o gerador de ozônio.

AVISO

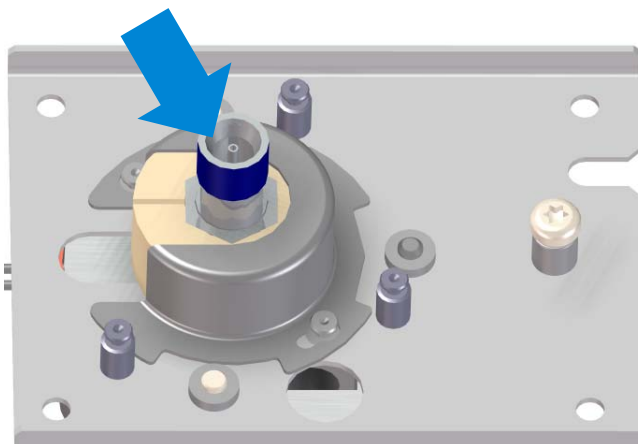
O gás hidrogênio é inflamável. Desligue todos os fluxos de gás hidrogênio do detector (e da coluna) antes de executar manutenção no detector.

- 3 Remova o revestimento protetor. Remova os dois parafusos Torx T20, gire o revestimento no sentido anti-horário, para removê-lo dos postes de montagem, depois levante-o. Separe o revestimento e os parafusos para uso posterior.
- 4 Desconecte a linha de transferência e cubra rapidamente a extremidade aberta com a tampa de 1/8 polegada. Use uma chave de boca de 3/8 polegada na linha de transferência e uma chave de boca de 7/16 polegada no encaixe superior, para manter o conjunto do queimador firme.
- 5 Usando duas chaves de boca de 7/16, remova o encaixe de saída da porca na parte de cima do tubo de quartzo.
- 6 Cuidadosamente, deslize a porta e sua anilha para cima, até saírem do tubo de quartzo.

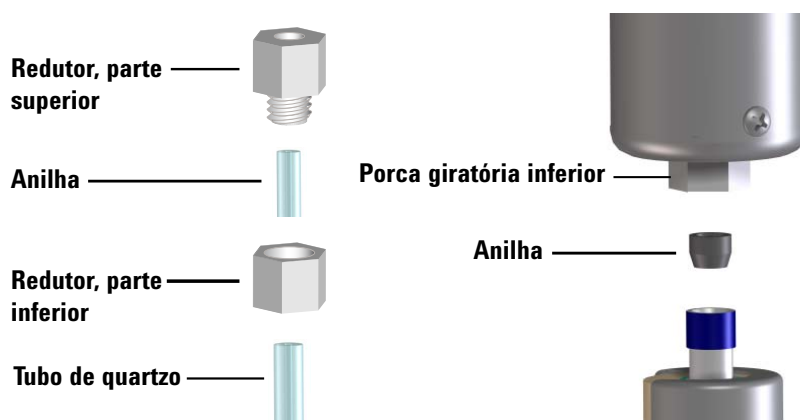
CUIDADO

O tubo de quartzo é frágil e pode ficar lascado ou quebrado. Para evitar danos aos tubos de quartzo, manipule-os com cuidado.

- 7 Usando chaves de boca de 5/8 polegada e 9/16 polegada, remova o conjunto do queimador e o tubo do acoplamento, no conjunto da base do detector.
- 8 Inspeccione a área ao redor do jet, no acoplamento. Se houver pedaços quebrados do tubo, remova-os com pinças ou uma ferramenta similar.



- 9 Cuidadosamente, puxe o tubo de quartzo para cima, através do conjunto do queimador, para removê-lo. A anilha de grafite deve ficar na porca giratória da base do queimador.
- 10 Use uma ferramenta de dentista ou ferramenta similar para remover a anilha de grafite antiga da porca giratória da base do queimador.
- 11 Use duas chaves de boca para desmontar o redutor e remova a anilha antiga.
- 12 Instale anilhas de grafite novas. Em ambos os casos, a extremidade cônica da anilha fica para cima, na direção contrária do queimador.



- 13 Remonte o redutor, Aperte com as duas chaves de boca até o limite.
- 14 Deslize o novo tubo de quartzo pelo conjunto do queimador, até que ele saia da base cerca de 1 cm. (Essa dimensão não é crítica. A posição do tubo irá se ajustar conforme você apertar a porca inferior no encaixe.)

CUIDADO

Ao apertar as anilhas de grafita em um tubo de quartzo, aperte apenas até sentir resistência. Apertar demais pode danificar as anilhas ou os tubos de quartzo.

- 15 Abaixе cuidadosamente o conjunto do queimador na base do detector e aperte manualmente a porca no conjunto da base do detector, manualmente. Aperte com os dedos até sentir resistência, depois ajuste na posição, usando uma chave de boca. Não aperte demais.
- 16 Coloque a porca e a anilha na extremidade aberta do tubo de quartzo, de modo que a extremidade aberta da porca fique voltada para cima.

- 17** Instale a porca no encaixe de saída e aperte com as duas chaves de boca, apenas até ficar apertada.
- 18** Reinstale a linha de transferência no encaixe da saída. Aperte até sentir resistência (pressão dos dedos). Não aperte demais.
- 19** Reinstale o revestimento protetor.
- 20** Restaure as condições de operação do detector.
- 21** Redefina o contador EMF.

Verificar o Óleo da Bomba de Vácuo

CUIDADO

Nunca adicione ou substitua o óleo da bomba foreline/mecânica enquanto a bomba estiver ligada.

Verifique o nível e a cor do óleo da bomba semanalmente.

- 1 Verifique o nível do óleo na janela da bomba foreline/mecânica. O nível de óleo deve estar entre as marcas Max e Min.

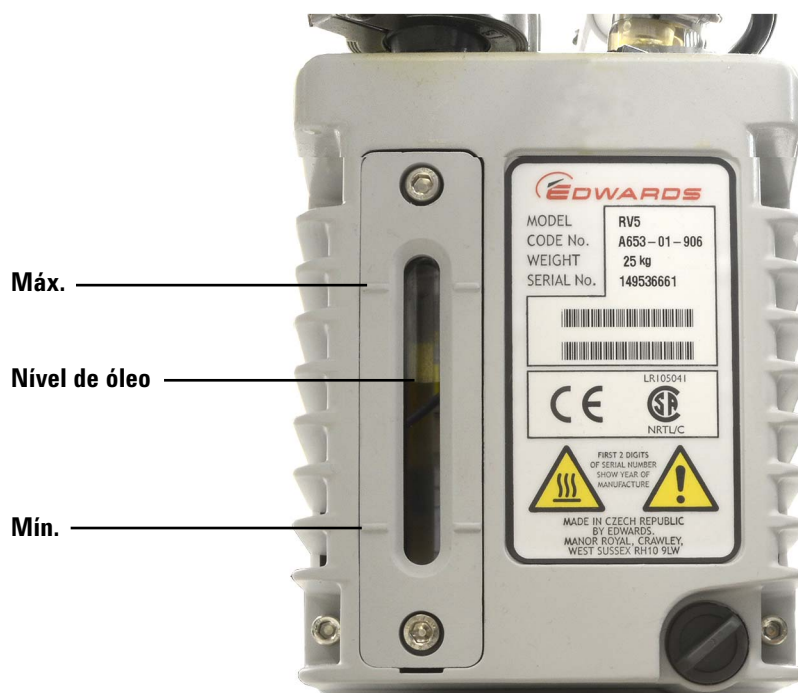


Figura 16 Verificar o nível do óleo

- 2 Verifique se o óleo da bomba está claro ou quase claro, com poucas partículas suspensas. Se o óleo da bomba estiver escuro ou cheio de partículas suspensas, troque-o.
- 3 Registre a manutenção no livro de registro de manutenção. Se aplicável, redefina o contador do EMF.

Adicionar Óleo a Bomba de Vácuo

Adicione o óleo da bomba quando o nível dele estiver baixo.

Materiais necessários

- Funil (9301-6461)
- Chave Allen de 5 mm (8710-1838)
- Luvas, resistentes a produtos químicos, limpas, sem fiapos (9300-1751)
- Óleo, sintético, Mobil 1 (G6600-85001)
- Óculos de segurança (óculos de proteção)

AVISO

Nunca adicione óleo da bomba enquanto a bomba estiver ligada.

AVISO

A tampa do reservatório e a bomba podem estar perigosamente quentes. Verifique se a tampa do reservatório e a bomba estão frias, antes de tocá-las.

CUIDADO

Use apenas óleo sintético 10W30, como Mobil 1. Qualquer outro óleo pode reduzir substancialmente a vida útil da bomba e invalida a garantia da bomba.

Procedimento

- 1 Desligue o detector e aguarde a bomba se desligar. Consulte “Desligamento” na página 56.
- 2 Desligue o detector e desconecte o cabo de alimentação da bomba.

- 3** Remova a tampa de preenchimento na bomba de vácuuo.



- 4** Adicione óleo de bomba novo até que o nível do óleo fique perto, mas não ultrapasse a marca de máximo ao lado da janela do nível de óleo. Consulte a [Figura 16](#) na página 80.
- 5** Reinstale a tampa de preenchimento.
- 6** Limpe todo o óleo em excesso ao redor e abaixo da bomba.
- 7** Reconecte o cabo de alimentação da bomba.
- 8** Ligue o detector e restaure as condições de operação. Consulte [“Inicialização”](#) na página 54.
- 9** Registre a manutenção no livro de registro de manutenção. Se aplicável, redefina o contador do EMF.

Substituir o Óleo da Bomba de Vácuo

Substitua o óleo da bomba a cada três meses, ou antes disso, se o óleo parecer escuro ou turvo.

Materiais necessários

- Recipiente para coletar o óleo usado da bomba
- Funil (9301-6461), Chave Allen de 5 mm (8710-1838)
- Luvas, resistentes a produtos químicos, limpas, sem fiapos (9300-1751)
- Óleo, sintético, Mobil 1 (G6600-85001)
- Óculos de segurança (óculos de proteção)
- Chave de fenda, ponta plana, grande (8710-1029)

AVISO

Nunca adicione óleo da bomba enquanto a bomba estiver ligada.

AVISO

A tampa do reservatório e a bomba podem estar perigosamente quentes. Verifique se a tampa do reservatório e a bomba estão frias, antes de tocá-las.

AVISO

Não toque no óleo. Os resíduos de algumas amostras são tóxicos. Descarte o óleo adequadamente.

CUIDADO

Use apenas óleo sintético 10W30, como Mobil 1. Qualquer outro óleo pode reduzir substancialmente a vida útil da bomba e invalida a garantia da bomba.

Procedimento

- 1 Desligue o detector e aguarde a bomba se desligar. Consulte “Desligamento” na página 56.
- 2 Desligue o detector e desconecte o cabo de alimentação da bomba.

- 3** Coloque um recipiente sob o plugue de drenagem da bomba de vácuo.

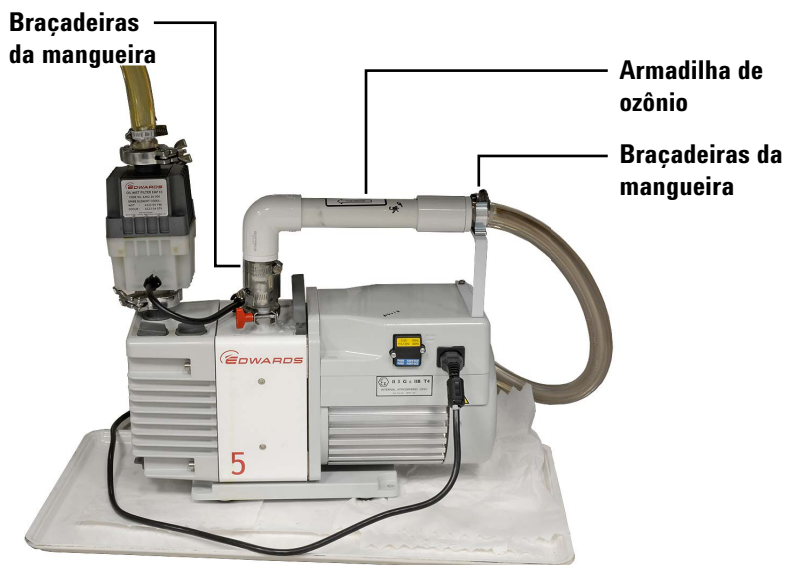


- 4** Remova a tampa de preenchimento, depois abra o plugue de drenagem. Drene totalmente o óleo, elevando a extremidade da bomba com o motor.
- 5** Reinstale o plugue de drenagem.
- 6** Adicione óleo de bomba novo até que o nível do óleo fique perto, mas não ultrapasse a marca de máximo ao lado da janela do nível de óleo. Consulte a [Figura 16](#) na página 80.
- 7** Reinstale a tampa de preenchimento.
- 8** Limpe todo o óleo em excesso ao redor e abaixo da bomba.
- 9** Reconecte o cabo de alimentação da bomba.
- 10** Ligue o detector e restaure as condições de operação. Consulte [“Inicialização”](#) na página 54.
- 11** Registre a manutenção no livro de registro de manutenção. Se aplicável, redefina o contador do EMF.
- 12** Verifique se há vazamentos na bomba após cerca de 30 minutos e novamente após 24 horas.

Substituir o Filtro de Ozônio

Para substituir o filtro de ozônio:

- 1 Carregue um método para resfriar o detector, desligue os aquecedores e desligue o fluxo de hidrogênio.
 - Desligue os aquecedores e deixe o queimador esfriar.
 - Deixe o fluxo de oxidante ligado.
 - Desligue o fluxo de hidrogênio.
 - Desligue a bomba de vácuo.
 - Defina a temperatura de 30 °C para o forno do GC para minimizar o sangramento da coluna.
 - Mantenha o gás de arraste (hélio) fluindo.
- 2 Deixe a bomba de vácuo esfriar até uma temperatura segura para manipulação.
- 3 Remova o conjunto do trap e a mangueira de vácuo do suporte.
- 4 Afrouxe as duas braçadeiras da mangueira que prendem o filtro de ozônio velho no local.



- 5 Remova o filtro da bandeja de entrada da bomba. (Se necessário, afrouxe a braçadeira na entrada da bomba.)
- 6 Levante o filtro velho do suporte, depois remova a mangueira de vácuo do detector do encaixe de conexão no filtro velho

- 7** Instale o filtro novo. Certifique-se de que a seta de direção de fluxo, no filtro novo, aponte para o encaixe de entrada.
(O cotovelo do filtro deve estar mais próximo da entrada da bomba.) Se você tiver removido a mangueira curta do conector da entrada da bomba, reinstale-a.

Trocar o Filtro de Névoa de Óleo

O filtro de névoa de óleo na bomba RV5 tem dois componentes: o filtro de carvão para odor e o elemento do filtro de vaporização de óleo. Para substituir os filtros, desmonte o conjunto do filtro de névoa de óleo com a chave sextavada de haste longa de 4 mm (fornecida). O filtro menor de carvão para odor fica em cima do elemento filtrante da vaporização do óleo maior. É recomendável trocar o elemento filtrante da vaporização do óleo após 90 dias de uso contínuo, mas trocar o filtro de carvão para odor é opcional. Após trocar o filtro, remonte o conjunto do filtro e prenda-o à divisa da bomba. Redefina o contador EMF.

Limpar a Parte Externa do Detector

AVISO

Perigo de queimadura. O conjunto do queimador pode estar muito quente e causar queimaduras. Antes de tocá-lo, deixe que ele se resfrie até uma temperatura segura para manuseio ($< 40\text{ }^{\circ}\text{C}$).

AVISO

Perigo de choque. Antes de limpar o detector, desligue-o e desconecte seu cabo de alimentação.

Antes de limpar o detector, desative-o, desligue-o e desconecte seu cabo de alimentação. Limpe o detector com um pano **úmido** com água. Não borrife líquidos diretamente no detector. Seque com um pano limpo e macio. Não deixe os fluidos de limpeza pingarem no detector ou no GC, pois líquidos podem danificar o detector ou os componentes eletrônicos do GC.

Não use agentes de limpeza no conjunto do queimador que possam causar danos ao queimador.

Calibrar o Fluxo e os Sensores de Pressão

O 8355 SCD e o 8255 NCD usam módulos de controle eletrônico de pressão . Normalmente, deve-se definir o GC 7890B GC para definir automaticamente o valor "zero" do fluxo Geralmente, não é necessário calibrar. Entretanto, se for necessário, os sensores de fluxo e pressão podem ser definidos para zero manualmente. Confira o *Manual de Operações do GC* para mais detalhes.

Atualizar Firmware

O firmware do GC controla o detector. Quaisquer atualizações no detector serão aplicadas através do firmware do GC. Consulte a Ferramenta de atualização do firmware do GC nos DVDs de *Manuais e ferramentas do usuário do GC e do GC/MS* ou baixe a ferramenta das páginas de suporte do GC no site da Agilent na Web.



6 Solução de problemas

Resolver Problemas do Detector	92
Tabela de Solução de Problemas	93
LED Indicador de Status	96
Mensagens do Detector	97
Vazamentos	98
Problemas de Alimentação	100
Problemas na Geração de Ozônio	101
Coqueificação	102
Contaminação do Hidrogênio	103
Gases Contaminados	104

Este capítulo descreve como solucionar problemas típicos encontrados durante o uso de um SCD ou NCD da Agilent.



Resolver Problemas do Detector

Uma compreensão básica do detector ajuda no diagnóstico e na solução de problemas do detector. Veja a teoria básica do detector em “[Teoria da Operação](#)” na página 37. Além disso, observe que essa seção se destina a solucionar problemas em um detector que, anteriormente, estava funcionando de maneira aceitável. Se você estiver tentando otimizar uma nova aplicação do detector, consulte “[Ajustar Condições Operacionais](#)” na página 53, para recomendações sobre ajustar os pontos de ajuste do método, a fim de obter melhores resultados.

Muitos sintomas podem ser causados por mais de um problema ou por falhas na técnica cromatográfica. A análise de compostos de enxofre ou nitrogênio tradicionalmente tem sido muito difícil por causa da reatividade e da instabilidade inerentes dos próprios compostos. Frequentemente, problemas inicialmente atribuídos ao detector, na verdade, têm origem tanto em falhas da técnica cromatográfica quanto em outras falhas do sistema (por exemplo, um vazamento no encaixe do injetor da coluna). Assim, o primeiro passo, na solução de problemas, é isolar qual é o problema no GC (injetor, injeção ou coluna), no conjunto do queimador ou no detector (gerador de ozônio, bomba de vácuo, tubo fotomultiplicador ou componentes eletrônicos). Ao diagnosticar um problema em um sistema que estava funcionando, um primeiro passo importante é restaurar as condições operacionais típicas padrão. A respostas nessas condições pode ajudar a determinar se as configurações do método estão causando o problema ou não.

Uma boa prática é usar o log de manutenção do GC e o Feedback de manutenção antecipado (EMF) do detector. Esse recurso ajuda você a manter o detector em uma boa condição operacional, antes de que problemas possam surgir. Consulte o *Manual de operação* do GC, para mais informações.

Além disso, faça um log de manutenção para acompanhar as leituras de pressão do detector e o sinal de fundo (a diferença entre ozônio "ligado" e "desligado"). Se esses valores mudarem com o tempo, isso pode indicar que a manutenção está vencida.

A [Tabela 11](#) nesta seção lista muitos problemas comuns, suas causas mais prováveis e as ações corretivas que devem ser executadas.

Tabela de Solução de Problemas

Tabela 11 Solucionar problemas no detector

Problema	Possível Causa	Diagnóstico	Ação corretiva
Problemas do detector			
Não há resposta	Não há ozônio	Pouca ou nenhuma diferença no sinal de saída entre o ozônio ligado e desligado.	Veja “ Não há ozônio ”.
Não há ozônio	O transformador de alta tensão e/ou gerador de ozônio está inoperante.	Não há diferença no sinal de saída entre o ozônio ligado e desligado, embora o fluxo no gerador de ozônio esteja normal.	Entre em contato com o serviço da Agilent.
	Restrição no suprimento de ozônio para a célula do reator.		Entre em contato com o serviço da Agilent.
Não há resposta	Tubo de cerâmica ou quartzo quebrado.		Substitua o tubo de cerâmica. Consulte “ Substituir o Tudo de Cerâmica Interno (SCD) ” na página 73 ou “ Substituir o Tubo de Quartzo (NCD) ” na página 76.
Pouca resposta / Sinal Baixo	Taxas inadequadas de fluxo de hidrogênio e de oxidante.	Verifique as taxas de fluxo.	Ajuste as taxas de fluxo.
	Vazamento no detector.		Verifique se há vazamentos no detector; se houver, repare-os. Consulte “ Vazamentos ” na página 98.
	Tubos de cerâmica ou quartzo contaminados.	Se não parecer que há um vazamento, inspecione o tubo de cerâmica. A contaminação pode resultar de sangramento da coluna, amostras que podem conter complexos de metais voláteis e grandes injeções de hidrocarbonetos que formam coque.	Substitua o tubo de cerâmica. Consulte “ Substituir o Tudo de Cerâmica Interno (SCD) ” na página 73 ou “ Substituir o Tubo de Quartzo (NCD) ” na página 76.
Linha de base oscilando	Contaminação em um dos gases do detector.	Verifique a diferença no sinal de saída entre o ozônio ligado e desligado.	Verifique e substitua os filtros de suprimento na linha. Troque os gases do detector.

Tabela 11 Solucionar problemas no detector

Problema	Possível Causa	Diagnóstico	Ação corretiva
	Vazamento nas linhas do oxidante.		Verifique se há vazamentos no detector; se houver, repare-os. Consulte “Vazamentos” na página 98.
	Vazamento nas linhas de suprimento de hidrogênio.		Verifique se há vazamentos no detector; se houver, repare-os. Consulte “Vazamentos” na página 98.
Caudas de pico com resposta não-equimolar	Contaminação severa de gases do detector.	Sinal de fundo/Background alto, em comparação com ozônio desligado.	Verifique e substitua os filtros de suprimento na linha. Troque os gases do detector.
Picos com Cauda	Conexão de coluna frouxa.	Verifique a posição da coluna na entrada e na saída. Observe se há descoloração da coluna no encaixe do detector, que indica que a coluna está em zona de combustão.	Reinstale a coluna. Consulte “Conectar uma Coluna ao Detector” na página 70.
	Tubos rachados/trincados.	Confirme as escalas de pressão e vácuo. Inspeccione as colunas e as filtros.	Substitua o tubo de cerâmica. Consulte “Substituir o Tudo de Cerâmica Interno (SCD)” na página 73 ou “Substituir o Tubo de Quartzo (NCD)” na página 76.
Desligamento térmico do detector	Termopar aberto.		Entre em contato com o serviço da Agilent.
Pressão do queimador excessivamente alta.	Tubo de quartzo ou de cerâmica exterior rachado. Linha de aço inoxidável de 1/16 polegada do hidrogênio ou do oxidante vazando ou desconectada.		Substitua o tubo de cerâmica. Consulte “Substituir o Tudo de Cerâmica Interno (SCD)” na página 73 ou “Substituir o Tubo de Quartzo (NCD)” na página 76. Verifique a conexão. Verifique se há vazamentos na linha. Entre em contato com a Agilent para assistência, se a linha estiver rachada.
	Vazamento no queimador.		Verifique se há vazamentos no detector; se houver, repare-os. Consulte “Vazamentos” na página 98.
Pressão do queimador menor do que o esperado e problemas com a resposta/sinal	Tubo de cerâmica interno rachado.		Consulte “Substituir o Tudo de Cerâmica Interno (SCD)” na página 73.

Tabela 12 Solucionar problemas na bomba

Problema	Possível Causa	Diagnóstico	Ação Corretiva
Problemas na bomba de vácuo			
A bomba não liga	Chave liga/desliga da bomba desligada ou cabo de alimentação desconectado.		Ligue a chave liga/desliga da bomba. Verifique o cabo de alimentação da bomba.
Fusíveis queimam na inicialização	Óleo emulsificado.	Inspecione a integridade do óleo.	Troque o óleo da bomba e conecte a unidade em uma tomada na parede para que funcione por 10 a 15 minutos. Entre em contato com a Agilent, para trocar os fusíveis queimados.
Água na bomba	Filtro de vaporização rachado.	Óleo leitoso amarelado na janela da bomba.	Troque o filtro de vaporização e o óleo da bomba.
Pressão da célula de reação alta	Filtro de destruição do ozônio entupido.	Remova o filtro de destruição do ozônio da linha de vácuo e verifique novamente as leituras de pressão esperadas.	Troque o filtro químico.
	Queimador desconectado da célula de reação.	Verifique as conexões.	
	Defeito na bomba de vácuo.		Substitua a bomba de vácuo.
Som de borbulhas com a bomba perdendo óleo	"Ballast" aberto.	Nível de óleo cai.	Redefina o "Ballast". Veja as seções específicas da bomba.
Alto nível de óleo no filtro de vaporização	Restritor de retorno de óleo obstruído.	Nenhum movimento de óleo visível na linha de retorno.	Troque o filtro e limpe o restritor.

LED Indicador de Status

Use o LED de status do detector para determinar rapidamente o status e a prontidão do detector. O LED muda de cor, dependendo do estado atual do detector.

- **Verde:** Indica que a alimentação está disponível para os aquecedores, resfriador/chiller (NDC), bomba de vácuo e gerador de ozônio. Observe que o GC fornece energia para os componentes eletrônicos do detector independentemente da alimentação controlada pela chave na frente do detector.
- **Amarelo:** Indica que o detector não está pronto para operação. A alimentação está ligada e disponível, mas nem todos os parâmetros atingiram os pontos de ajuste operacionais. Pode aparecer uma mensagem de aviso ou de outra natureza. Verifique o visor do GC.
- **Vermelho:** Indica uma falha ou outra condição séria. Pode aparecer uma mensagem de falha ou de outra natureza. Verifique o visor do GC. O detector não poderá ser usado até que a condição de falha seja resolvida.

Mensagens do Detector

Verifique o visor de status do GC, para ver as mensagens do detector. O GC irá mostrar quaisquer mensagens de status e erro que ocorrerem durante a operação, assim como registrar mensagens de manutenção e de erro do detector nos arquivos de log do GC. Confira os manuais de operações do GC, para mais detalhes.

Vazamentos

Vazamentos de Ozônio

AVISO

O ozônio é um gás perigoso e um forte oxidante. A exposição ao ozônio deve ser minimizada usando-se o instrumento em uma área bem ventilada e ventilando-se a exaustão da bomba de vácuo para uma coifa. O gerador de ozônio deve ser desligado quando o instrumento não estiver em uso.

Caso haja suspeita de vazamento de ozônio, desligue o detector. Não abra o mainframe do detector. Entre em contato com o serviço da Agilent.

Vazamentos de Hidrogênio

AVISO

Não meça o hidrogênio junto com ar ou oxigênio. Isso pode criar misturas explosivas que podem sofrer ignição por causa de temperaturas altas do queimador. Para evitar esse risco: 1. Resfrie o queimador, antes de começar. 2. Sempre faça medições dos gases separadamente.

Verifique todas as conexões externas em busca de vazamentos. Consulte [“Verificar Vazamentos de Hidrogênio e Oxidante”](#) na página 99. Verifique as conexões de suprimento com o mainframe do detector e as conexões entre o mainframe do detector e o conjunto do queimador. Caso suspeite de vazamento no interior do mainframe do detector, entre em contato com a Agilent para solicitar manutenção. Não abra o mainframe do detector.

Vazamentos de Oxigênio

AVISO

Ambientes ricos em oxigênio podem promover combustão e até mesmo resultar em combustão espontânea quando em condições de alta pressão e exposição à contaminação. Use apenas componentes compatíveis com oxigênio e certifique-se de que eles estejam limpos para oxigênio antes de usá-los com oxigênio puro.

Verifique as conexões de suprimento de oxidante com o mainframe do detector e entre o mainframe do detector e o conjunto do queimador. Consulte “[Verificar Vazamentos de Hidrogênio e Oxidante](#)” na página 99. Caso suspeite de vazamento no interior do mainframe do detector, entre em contato com a Agilent para solicitar manutenção. Não abra o mainframe do detector.

Verificar Vazamentos de Hidrogênio e Oxidante

Para verificar se há vazamento nos caminhos do fluxo de hidrogênio ou de oxidante, faça o seguinte:

- 1 Verifique todas as conexões externas em busca de vazamentos. Repare os vazamentos (aperte ou refaça as conexões, conforme apropriado).
- 2 Se você ainda suspeitar de um vazamento, estabeleça as condições de verificação de fluxo típicas (consulte a [Tabela 14](#) na página 110 para SCD ou a [Tabela 15](#) na página 115 para NCD).
- 3 Mantenha essas condições por alguns minutos. Se o detector não puder manter essas taxas de fluxo, entre em contato com a Agilent para solicitar manutenção.
- 4 Se o detector for capaz de manter as taxas de fluxo, desligue todos os fluxos de gás usando o teclado do GC ou o software de controle.
- 5 Monitore as leituras de pressão no visor do GC. (Pressione [Front Det] ou [Back Det] ou [MS/Aux Det].) Com a bomba de vácuo trabalhando, a pressão da célula de reação deve cair para próximo de zero (0). A pressão do queimador deve cair para um valor consideravelmente inferior ao da pressão operacional típica. Esse processo levará algum tempo devido à configuração interna do conjunto do queimador. Se a pressão do queimador permanecer alta ou normal, entre em contato com a Agilent para assistência.

Problemas de Alimentação

Ao solucionar problemas de alimentação em um SCD ou NCD, lembre-se de que a alimentação fornecida aos componentes eletrônicos do detector e módulos de fluxo vem do GC e é controlada pela chave liga/desliga do GC. A alimentação fornecida aos aquecedores do SCD/NCD, resfriador/chiller do NCD, bomba de vácuo e gerador de ozônio vem do mainframe do detector e é controlada pela chave de liga/desliga do detector.

Sem Alimentação

Se o detector parecer não ter energia—se a bomba de vácuo não funcionar e os aquecedores não ligarem—verifique o seguinte:

- Verifique se a chave liga/desliga está ligada.
- Verifique se o cabo de alimentação está conectado adequadamente.
- Verifique o fornecimento de energia do prédio/sala

Se o cabo estiver conectado adequadamente e o circuito da sala destinado ao detector estiver funcionando normalmente, entre em contato com a Agilent.

Problemas na Geração de Ozônio

Antes de solucionar problemas do gerador de ozônio, primeiro verifique se os outros componentes do sistema funcionam normalmente. Por exemplo, verifique se há vazamentos nas conexões externas do detector, no injetor e no encaixe da coluna do injetor, verifique se a bomba de vácuo funciona normalmente, verifique se o injetor e o ALS estão funcionando normalmente, assim por diante.

Solucione problemas na geração de ozônio desta forma:

- 1 No visor do GC, observe o sinal de saída do detector.
- 2 Deixe a bomba de vácuo ligada e o suprimento de gás ozônio fluindo.
- 3 Desligue o gerador de ozônio.
- 4 Observe o sinal de saída do detector.
- 5 Ligue o gerador de ozônio e verifique novamente o sinal de saída do detector.

Quando um detector está funcionando adequadamente, em geral, é exibida uma diferença de sinal de fundo entre a tensão ligada e desligada do suprimento de gás ozônio. Se não houver mudanças, entre em contato com o serviço da Agilent.

Coqueificação

A contaminação de algumas matrizes de amostra pode reduzir a sensibilidade. Por exemplos, óleos crus contendo complexos de metais voláteis podem contaminar os tubos cerâmicos. Além disso, a combustão incompleta de certos compostos que contêm hidrocarboneto deixam para trás depósitos de coque nos tubos de cerâmica. Os depósitos de coque podem ser removidos do queimador reduzindo-se a taxa de fluxo de hidrogênio.

Contaminação do Hidrogênio

O contaminação por hidrogênio dos tubos cerâmicos do SCD ocorre quando o fluxo de oxidante relativo é muito inferior ao fluxo de hidrogênio. Seja devido a pontos de ajuste inapropriados ou algum problema no fluxo de oxidante, essa condição resulta em resposta extremamente reduzida ou nenhuma resposta. Caso suspeite de contaminação por hidrogênio:

- Verifique e solucione quaisquer interrupções de fluxo.
- Verifique se há restrições na linha de suprimento do oxidante para o conjunto do queimador.
- Carregue o método de verificação ou outro método que utilize taxas de fluxo relativo mais equilibradas. Se a atitude tomada não for suficiente para a recuperação, substitua os tubos cerâmicos.

Se a atitude tomada não for suficiente para a recuperação, substitua o tubo cerâmico interno. Se a atitude tomada não for suficiente para a recuperação, substitua o tubo cerâmico externo. Os tubos de cerâmica não podem ser reconicionados.

Gases Contaminados

A Agilent recomenda o uso de gases limpos que atendam aos requisitos do *Guia de preparação do local*. Além disso, a Agilent recomenda enfaticamente o uso de filtros de alta qualidade, para eliminar o máximo possível de contaminação. O uso de gases limpos é essencial para o desempenho ideal. De outra forma, o enxofre e outros contaminantes de gases podem se acumular na coluna e sangrar ao longo do tempo, dessensibilizando os tubos de cerâmica e causando linhas de base elevadas.

A presença de umidade na linha de suprimento do gerador de ozônio pode levar à formação de ácidos que podem danificar ou destruir o gerador de ozônio e outros componentes do detector. A Agilent recomenda enfaticamente o uso de uma armadilha de umidade de alta qualidade, como o Sistema de Filtros de Limpeza de Gás com armadilha de umidade, para o suprimento de gás ozônio. Consulte “[Consumíveis e Peças de Reposição](#)” na página 65.



7 Verificação de Desempenho

Sobre a Verificação Cromatográfica	106
Preparativos para a Verificação Cromatográfica	107
Verificar o Desempenho do SCD	109
Verificar o Desempenho do NCD	114

Este capítulo descreve como verificar se o detector está operando normalmente.



Sobre a Verificação Cromatográfica

Os testes descritos nesta seção oferecem a confirmação básica de que o GC e o detector podem funcionar em condições comparáveis com as originais de fábrica. No entanto, à medida que os detectores e as outras partes do GC envelhecem, sua performance pode ser alterada. Os resultados apresentados aqui representam situações típicas em condições de operação típica, e não são especificações.

Os testes assumem o seguinte:

- Uso de um de um amostrador automático de líquidos. Se indisponível, utilize uma seringa manual apropriada, em vez das seringas listadas.
- Uso de uma seringa de 10µL, na maior parte dos casos. Contudo, uma seringa de 5µL é aceitável como substituta.
- Uso de septos e de outro hardware (liners, adaptadores etc.) descrito. Se você substituir por outro hardware, a performance pode variar.

Preparativos para a Verificação Cromatográfica

Por causa das diferenças na performance cromatográfica, associadas com diferentes consumíveis, a Agilent recomenda o uso das peças listadas aqui para todos os testes de verificação. A Agilent também recomenda a instalação de novos consumíveis quando a qualidade dos já instalados for desconhecida. Por exemplo, instalar um novo liner e septos garante que não haverá contaminações que interfiram nos resultados.

Quando o GC é entregue pela fábrica, as partes consumíveis são novas e não precisam de substituição.

NOTA

Para um GC novo, verifique o liner do injetor instalado. O liner enviado no injetor pode não ser o adequado para a verificação.

- 1 Verifique os indicadores/datas dos filtros de suprimento de gás. Substitua os filtros já gastos.
- 2 Instale novos consumíveis para o injetor e prepare a seringa de injeção correta (com agulha, caso necessário).

Tabela 13 Peças recomendadas para a verificação por tipo de injetor

Peça recomendada para verificação	Número de peça
Injetor com divisor/sem divisor	
Seringa de 10µL	5181-1267
O-ring do liner	5188-5365
Septo	5183-4757
Liner	5190-2295
Selo dourado com arruela para oinjetor	5188-5367
Injetor multimodo	
Seringa de 10µL	5181-1267
O-ring do liner	5188-5365
Septo	5183-4757
Liner	5190-2295
Injetor On-column	
Septo	5183-4758

Tabela 13 Peças recomendadas para a verificação por tipo de injetor

Peça recomendada para verificação	Número de peça
Porca do septo	19245-80521
Seringa de 5µL para on-column	5182-0836
Agulha de 0,32 mm para seringa de 5µL	5182-0831
7693A ALS: Insert para suporte da agulha, COC	G4513-40529
7683B ALS: Conjunto de suporte da agulha para injeções de 0,25/0,32 mm	G2913-60977
Insert de sílica fundida, id de 0,32 mm	19245-20525

Preparar os Frascos de Amostra

A verificação do desempenho requer uma injeção de 1 µL. Os padrões de verificação do SCD e do NCD vêm com três ampolas.

AVISO

Ao manusear padrões de verificação, sempre siga as precauções de manuseio recomendadas na embalagem.

- 1 Abra a caixa de amostras.
- 2 Quebre e retire a parte superior de uma das ampolas de amostra de verificação.
- 3 Transfira o conteúdo para um frasco de amostra ALS de 2 ml e tampe o frasco.

Verificar o Desempenho do SCD

1 Reúna o seguinte:

- Coluna de avaliação, DB-1 30 m × 0,32 mm × 1,0 µm (número de peça 123-1033)
- Amostra de avaliação de performance do SCD (verificação) (5190-7003): 0,7 ± 0,002 mg/L de dietil dissulfeto e 1,0 ± 0,003 mg/L terc-butildissulfeto em iso-octano.
- Iso-octano grau cromatografia
- Frascos de 4 mL para solventes e descarte ou equivalente para amostrador automático
- Frascos de amostra de 2 mL ou equivalente, para amostras
- Hardware de injetor e injeção (consulte [“Preparativos para a Verificação Cromatográfica”](#) na página 107.)

2 Verifique o seguinte:

- Se os gases de classe cromatográfica foram bombeados e configurados: hélio como gás de arraste, ar como oxidante e oxigênio como suprimento de gás ozônio.
- Se o filtro de umidade do suprimento de gás ozônio e outros filtros estão em dia.
- Esvazie os frascos de descarte posicionados na torre de amostragem.
- Frasco de solvente de 4 mL com tampa, preenchido com isooctano e inserido na posição Solvente A do amostrador.
- Frasco de solvente de 4 mL com tampa, preenchido com isooctano e inserido na posição Solvente B do amostrador.

3 Substitua os consumíveis (liner, septo, filtros, seringa etc.) conforme necessário, para a verificação. Consulte [“Preparativos para a Verificação Cromatográfica”](#) na página 107.

4 Instale a coluna de avaliação. (Consulte o procedimento para isso no manual *Manutenção do seu GC.*)

- Faça o condicionamento da coluna de avaliação por, pelo menos, 30 minutos, a 180 °C. (Consulte o procedimento para isso no manual *Manutenção do seu GC.*)
- Configure a coluna

- 5 Verifique a saída da linha de base do detector. A saída deve estar abaixo de 150 pA e ser relativamente estável, considerando-se um sistema bem estabilizado com o forno da coluna a 50 °C.

Contudo, é possível que um queimador novo (ou um queimador com tubo cerâmico novo) tenha uma linha de base bastante alta após a primeira ignição. Nesse caso, a linha de base será reduzida gradualmente, dependendo da limpeza do queimador. Os ruídos também diminuirão amplamente ao longo do tempo. Para um sistema bem estabilizado, o ruído medido pelo Agilent OpenLAB CDS deve ser de aproximadamente 5 unidades de exibição ou menos.

A verificação poderá continuar ocorrendo até a linha de base ficar completamente estável.

- 6 Crie ou carregue um método com os valores de parâmetros listados na [Tabela 14](#).

Tabela 14 Condições de verificação do SCD

Coluna e amostra	
Tipo	DB-1, 30 m × 0,32 mm × 1 µm (123-1033)
Amostra	Amostra de Verificação do SCD 5190-7003
Fluxo da coluna	3,5 mL/min de hélio
Modo da coluna	Fluxo constante
Injetor com divisor/sem divisor	
Temperatura	250 °C
Modo	Sem divisor
Fluxo de purga	80 mL/min
Tempo de purga	0,7 min
Purga do septo	3 mL/min
Economizador de gás	Desl.
Injetor multimodo	
Modo	Sem divisor
Temperatura do injetor	250 °C
Tempo de purga	0,7 min
Fluxo de purga	80 mL/min

Tabela 14 Condições de verificação do SCD

Purga do septo	3 ml/min
Economizador de gás	Desl.
Injetor On-column	
Temperatura	Seguir o forno
Purga do septo	15 ml/min
Detector	
Temperatura da base	280°C
Temperatura do queimador	800 °C
Fluxo H ₂ superior	38 mL/min
Fluxo H ₂ inferior	8 mL/min
Fluxo de oxidante	50 mL/min, Ar
Gerador de O ₃	Ligado
Fluxo do gerador de O ₃	Ligado
Bomba de vácuo	Ligado
Configurações FID-SCD Tandem	
Temperatura do FID	350 °C
Fluxo de hidrogênio do FID	35 mL/min
Fluxo de ar do FID	500 mL/min
Fluxo de gás auxiliar N ₂ do FID	20 mL/min
Fluxo de oxidante do SCD	0
Fluxo H ₂ superior do SCD	40 mL/min
Fluxo H ₂ inferior	Não aplicável ao FID-SCD
Forno	
Temp. inicial	50 °C
Tempo inicial	3,0 min
Taxa 1	25 °C/min
Temperatura da Rampa 1	160 °C
Tempo de retenção da Rampa 1	2 min
Temperatura da pós-corrida	50 °C
Configurações do ALS (se instalado)	
Lavagens com amostra	2
Bombeamentos de amostra	6

Tabela 14 Condições de verificação do SCD

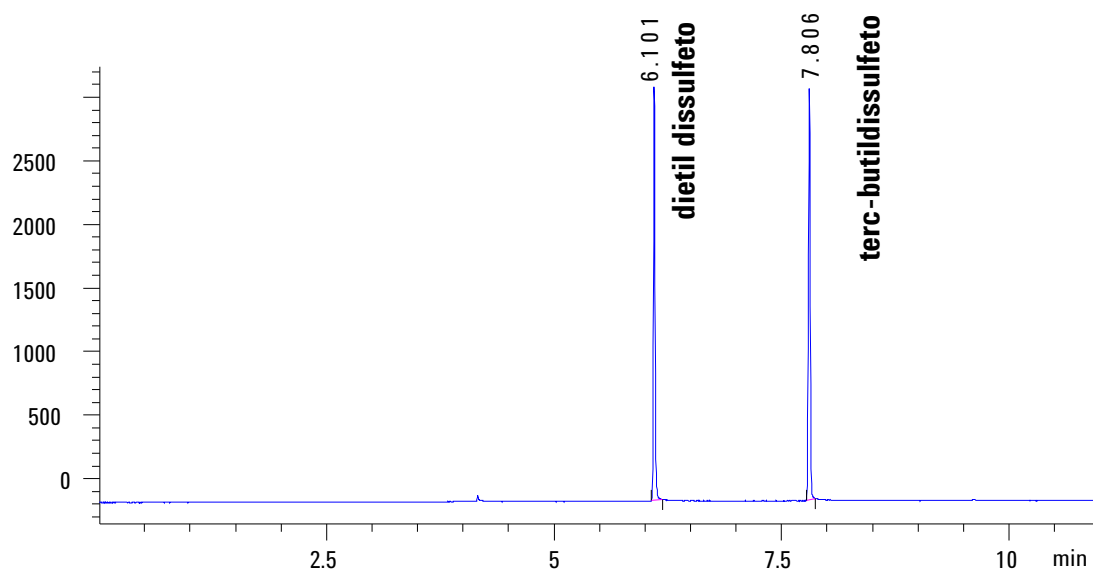
Volume da lavagem de amostra	8 µL (máximo)
Volume de injeção	1 µL
Tamanho seringa	10 µL
Pré-lavagem de solvente A	0
Pós-lavagem de solvente A	3
Volume de lavagem de solvente A	8 µL (máximo)
Pré-lavagem de solvente B	0
Pós-lavagem de solvente B	3
Volume de lavagem de solvente B	8 µL (máximo)
Modo de injeção (7693A)	Normal
Volume do "gap" de ar (7693A)	0
Atraso de viscosidade	0
Velocidade de aspiração de lavagem do solvente (7693A)	150
Velocidade de ejeção de lavagem do solvente (7693A)	1500
Velocidade de aspiração de lavagem da amostra (7693A)	150
Velocidade de ejeção de lavagem da amostra (7693A)	1500
Velocidade de ejeção da injeção (7693A)	3000
Velocidade do êmbolo (7683)	Rápida para todos os injetores, exceto para COC.
Espera de pré-injeção	0
Espera da pós-injeção	0
Injeção manual	
Volume de injeção	1 µL
Sistema de dados	
Taxa dados:	5 Hz (Detector frontal, SCD)

- 7 Se usar um sistema de dados, prepare-o para realizar um ciclo utilizando o método de verificação carregado. Garanta que o sistema de dados fornecerá um cromatograma. Se você não usar um sistema de dados, crie uma sequência de exemplo usando o teclado numérico do GC.

- 8 Dê início na corrida. Se realizar uma injeção utilizando o amostrador automático, dê início utilizando o sistema de dados ou pressione **[Start]** no GC. Se realizar uma injeção manual (com ou sem sistema de dados):
- Pressione **[Prep Run]** para preparar o injetor para a injeção sem divisão.
 - Assim que o GC estiver pronto, injete 1 μL da amostra de verificação e pressione **[Start]** no GC.

O seguinte cromatograma mostra resultados típicos para um detector novo, com consumíveis novos instalados. Observe que a resposta de uma instalação tandem FID-SCD será aproximadamente 1/10 da resposta mostrada neste exemplo, devido à quantidade reduzida da amostra que chega ao SCD.

SCD1 A, Sinal Frontal (C:\CHEM32\2\DATA\XCD-DATA-FEB2015\SCD\EXAMPLE.D)



Verificar o Desempenho do NCD

1 Reúna o seguinte:

- Coluna de avaliação, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (número de peça 19091J-413)
- Amostra de avaliação de performance do NCD (verificação) (5190-7002): 3-metilindol 10,0 ± 0,1 mg/L, 9-metilcarbazol 14,1 ± 0,1 mg/L e nitrobenzeno 9,51 ± 0,05 mg/L no iso-octano.
- Iso-octano grau cromatografia
- Frascos de 4 mL para solventes e descarte ou equivalente para amostrador automático
- Frascos de amostra de 2 mL ou equivalente, para amostras
- Hardware de injetor e injeção (consulte [“Preparativos para a Verificação Cromatográfica”](#) na página 107.)

2 Verifique o seguinte:

- Se os gases de classe cromatográfica foram bombeados e configurados: hélio como gás de arraste, oxigênio como oxidante e suprimento de gás ozônio.
- Se o filtro de umidade do suprimento de gás ozônio e outros filtros estão em dia.
- Esvazie os frascos de descarte posicionados na torre de amostragem.
- Frasco de solvente de 4 mL com tampa, preenchido com isooctano e inserido na posição Solvente A do amostrador.
- Frasco de solvente de 4 mL com tampa, preenchido com isooctano e inserido na posição Solvente B do amostrador.

3 Substitua os consumíveis (liner, septo, filtros, seringa etc.) conforme necessário, para a verificação. Consulte [“Preparativos para a Verificação Cromatográfica”](#) na página 107.

4 Instale a coluna de avaliação. (Consulte o procedimento para isso no manual *Manutenção do seu GC.*)

- Faça o bakeout na coluna de avaliação por, pelo menos, 30 minutos, a 270 °C. (Consulte o procedimento para isso no manual *Manutenção do seu GC.*)
- Configure a coluna

- 5 Verifique a saída da linha de base do detector. A saída deve estar abaixo de 150 pA e ser relativamente estável, considerando-se um sistema bem estabilizado com o forno da coluna a 50 °C. (Uma linha de base negativa pode ser aceitável.)

Contudo, é possível que um queimador novo (ou um queimador com tubo de quartzo novo) tenha uma linha de base bastante alta após a primeira ignição. Nesse caso, a linha de base será reduzida gradualmente, dependendo da limpeza do queimador. Os ruídos também diminuirão amplamente ao longo do tempo. Para um sistema bem estabilizado, o ruído medido pelo Agilent OpenLAB CDS deve ser de aproximadamente 4 unidades de exibição ou menos.

A verificação poderá continuar ocorrendo até a linha de base ficar completamente estável.

- 6 Crie ou carregue um método com os valores de parâmetros listados na [Tabela 15](#).

Tabela 15 Condições de verificação do NCD

Coluna e amostra	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
Amostra	Amostra de Verificação de NCD 5190-7002
Fluxo da coluna	2,2 mL/min
Modo da coluna	Fluxo constante
Injetor com divisor/sem divisor	
Temperatura	250 °C
Modo	Sem divisor
Fluxo de purga	80 mL/min
Tempo de purga	0,8 min
Purga do septo	3 ml/min
Economizador de gás	Desl.
Injetor multimodo	
Modo	Sem divisor
Temperatura do injetor	250 °C
Tempo inicial	0 min

Tabela 15 Condições de verificação do NCD

Tempo de purga	0,8 min
Fluxo de purga	80 mL/min
Purga do septo	3 ml/min
Economizador de gás	Desl.
Injetor On-column	
Temperatura	Seguir o forno
Purga do septo	15 ml/min
Detector	
Temperatura da base	280°C
Temperatura do queimador	900 °C
Temperatura do resfriador	Ligado
Fluxo de H ₂	3 mL/min
Fluxo de oxidante	8 mL/min, oxigênio
Gerador de O ₃	Ligado
Fluxo do gerador de O ₃	Ligado
Bomba de vácuo	Ligado
Forno	
Temp. inicial	50 °C
Tempo inicial	3,0 min
Taxa 1	25 °C/min
Temperatura da Rampa 1	250 °C
Tempo de retenção da Rampa 1	2 min
Temperatura da pós-corrida	50 °C
Configurações do ALS (se instalado)	
Lavagens com amostra	2
Bombeamentos de amostra	6
Volume da lavagem de amostra	8 µL (máximo)
Volume de injeção	1 µL
Tamanho seringa	10 µL
Pré-lavagem de solvente A	0
Pós-lavagem de solvente A	3
Volume de lavagem de solvente A	8 µL (máximo)

Tabela 15 Condições de verificação do NCD

Pré-lavagem de solvente B	0
Pós-lavagem de solvente B	3
Volume de lavagem de solvente B	8 µL (máximo)
Modo de injeção (7693A)	Normal
Volume do "gap" de ar (7693A)	0
Atraso de viscosidade	0
Velocidade de aspiração de lavagem do solvente (7693A)	150
Velocidade de ejeção de lavagem do solvente (7693A)	1500
Velocidade de aspiração de lavagem da amostra (7693A)	150
Velocidade de ejeção de lavagem da amostra (7693A)	1500
Velocidade de ejeção da injeção (7693A)	3000
Velocidade do êmbolo (7683)	Rápida para todos os injetores, exceto para COC.
Espera de pré-injeção	0
Espera da pós-injeção	0
Injeção manual	
Volume de injeção	1 µL
Sistema de dados	
Taxa dados:	5 Hz (Detector frontal, NCD)

- 7 Se usar um sistema de dados, prepare-o para realizar um ciclo utilizando o método de verificação carregado. Garanta que o sistema de dados fornecerá um cromatograma. Se você não usar um sistema de dados, crie uma sequência de exemplo usando o teclado numérico do GC.
- 8 Dê início na corrida. Se você estiver executando uma injeção usando um amostrador automático, inicie a execução usando o sistema de dados ou pressione **[Start]** no GC. Se estiver executando uma injeção manual (com ou sem um sistema de dados):
 - a Pressione **[Prep Run]** para preparar o injetor para a injeção sem divisão.



- b** Assim que o GC estiver pronto, injete 1 μ L da amostra de verificação e pressione **[Start]** no GC.

O seguinte cromatograma mostra resultados típicos para um detector novo, com consumíveis novos instalados.

