Agilent Intuvo 9000
Cromatógrafo a Gás

Manual de Operações

Agilent Technologies

Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2019

Nenhuma parte deste material pode ser reproduzida de qualquer forma ou por qualquer meio (incluindo armazenamento e recuperação eletrônica ou a tradução para outro idioma) sem autorização prévia por escrito da Agilent Technologies, Inc. de acordo com as leis de direitos autorais americanas e internacionais.

Nº de peça do manual

G4580-99003

Edição

Sexta edição, julho de 2019
Quinta edição, março de 2018
Quarta edição, setembro de 2017 Terceira edição, abril de 2017
Segunda edição, março de 2017 Primeira edição, setembro de 2016

Impresso nos USA ou na China

Agilent Technologies, Inc.
2850 Centerville Road
Wilmington, DE 19808-1610 USA

Agilent Technologies, Inc.
412 Ying Lun Road
Waigoaqiao Freed Trade Zone
Shanghai 200131 P.R.China

Garantia

O material contido neste documento é fornecido "no estado em que se encontra" e está sujeito a alterações, sem aviso prévio em edições futuras. Além disso, com o máximo rigor permitido pelas leis aplicáveis, a Agilent isenta-se de responsabilidade em relação a garantias, expressas ou implícitas, em relação a este manual e a qualquer informação contida nele, incluindo mas não limitado as garantias implícitas de adequação comercial e adequação a um propósito específico. A Agilent não será responsável por erros ou por danos incidentais ou conseqüenciais relacionados ao fornecimento, ao uso ou ao desempenho deste documento ou de qualquer informação nele contida. Se a Agilent e o usuário possuírem um acordo por escrito em separado com os termos de garantia cobrindo o material neste documento que entrem em conflito com esses termos, os termos de garantia do documento em separado prevalecerão.

Avisos de segurança

CUIDADO

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

AVISO

Um AVISO representa um perigo. Ele chama a atenção para uma prática, um procedimento operacional ou similares que, se não forem seguidos corretamente poderão resultar em lesões pessoais ou fatais. Não prossiga após uma indicação de AVISO até que as condições indicadas tenham sido totalmente compreendidas e atendidas.

Índice

1 Introdução

Onde encontrar informações 10
- Ajuda e Informações - pela touchscreen 11
- Ajuda e Informações - pelo Navegador da Web 15
- Ajuda e Informações - pelo sistema de dados do seu instrumento 18
- DVD *Ferramentas e Manuais do Usuário do GC e do GC/MS Agilent* 18

Antes de operar seu GC 19

Cromatografia com um GC 20

Controles e conexões externas do GC 21

2 Princípios Básicos de Operação

Visão geral 24

Controle do instrumento 25
- Usar a IU do Navegador para Controlar o GC 25
- Utilizar a Ajuda de Web do Intuvo 26

Para inicializar o GC 28

Para desligar o GC por menos de uma semana 30

Para desligar o GC por mais de uma semana 31

Variação de Temperatura do Chip de Proteção 32

Corrigir problemas 33

3 Operação da Touchscreen

Navegação 36

Barra de status/controle 38
- Controles de corrida 39

Inserir dados 40

Exibição Início 42

Página do caminho do fluxo 43

Página de status 44
- Página de gráfico 45

Exibição Métodos 47

Exibição Diagnósticos 48

Exibição Manutenção 49

Exibição de Logs 50

Exibição dos Parâmetros 51

Funcionalidade da tela de toque quando o GC é controlado por um sistema de dados Agilent 52

Sobre o Status do GC 53

Tons de alerta 53

Condições de erro 53

4 Métodos e Sequência

O que é um método? 56

O que é salvo em um método? 57

O que acontece quando você carrega um método? 58

Visualizar ou Editar o Método Ativo 59

Visualizar o Método Ativo 59

Editar um Método 61

Sinais da Saída do GC 62

Sinais analógicos 63

Sinais digitais 66

Compensação de coluna 69

Sinal de teste 70

Carregar um Método 72

Criar um Novo Método 73

Executar métodos pela touchscreen 74

Para injetar manualmente uma amostra com uma seringa e iniciar uma corrida 74

Para executar um método e processar uma única amostra utilizando um ALS 74

Para cancelar um método 75

O que é uma Sequência? 76

Erros recuperáveis 77

5 Diagnósticos

Sobre Diagnósticos 80

Relatório de integridade do sistema 80

Testes automatizados 81

Usar a exibição Diagnósticos 82

Realizar Testes de Diagnóstico 84

6 Feedback de Manutenção Antecipada

Feedback de Manutenção Antecipada 88

Tipos de contadores 88

Thresholds 88

Thresholds Padrão 90
Contadores Disponíveis 91
Visualizar Contadores de Manutenção 95
Para Habilitar, Redefinir ou Modificar um Limite para o Contador EMF 96
Contadores do EMF para Amostradores Automáticos 98
Contadores para ALS 7693A e 7650 com firmware habilitado para EMF 98
Contadores do ALS com firmware anterior 98
Contadores EMF para Instrumentos MS 99

7 Logs

Exibição de Logs 102

8 Parâmetros

Sobre Parâmetros 106
Modo de Manutenção 108
Redefinir itens do sistema 110
.Sobre este GC 112
Calibração 113
Manutenção da calibração do EPC — injetores, detectores, PCM e AUX 114
Para zerar um fluxo específico ou sensor de pressão 115
Parâmetros do Sistema 116
Configurar o endereço IP para o GC 117
Para definir a data e a hora do sistema 118
Para alterar a localidade do sistema 119
Para configurar os recursos de economia de energia do sistema 120
Para acessar dados de corrida armazenados 121
Para controlar o acesso à interface do navegador 122
Para alterar as configurações do remote advisor 124
Para executar a rotina de configuração do sistema 127
Ferramentas 129
Executar uma Corrida de Compensação de Coluna 130
Opções de Energia 131

9 Configuração

Sobre a Configuração 134
Fazer Alterações na Configuração 135
Configuração da Válvula 137

Para configurar válvulas 137
Configuração do Injetor 139
Para configurar o tipo de gás do Injetor 139
Comportamento de desligamento 141
Configuração do Detector 1/Detector 2 142
Para configurar o gás auxiliar/referência 142
Configuração do MSD e do Headspace 144
Configuração do MSD 144
Configuração do Amostrador Headspace 145
Configurações Diversas 147

10 Conservação de Recurso

Conservação de Recurso 150
Métodos de Suspensão 151
Métodos de Despertar e Condicionamento 153
Para Configurar o GC para Economizar Recursos 154

11 Programação

Programação do tempo do relógio 158
Uso de eventos de tempo do relógio 158
Adicionar eventos à tabela de relógio 158
Excluir eventos de horário do relógio 159

12 Verificação Cromatográfica

Sobre a Verificação Cromatográfica 162
Preparando a Verificação Cromatográfica 163
Para Verificar a Performance do FID 164
Para Verificar a Performance do TCD 169
Para Verificar a Performance do NPD 174
Para Verificar a Performance do ECD 178
Para Verificar a Performance do FPD$^+$ (Amostra 5188-5953) 183
Preparação 183
Performance do fósforo 184
Performance do enxofre 187
Para Verificar a Performance do FPD$^+$ (amostra 5188-5245, Japão) 190
Preparação 190
Performance do fósforo 191
Performance do enxofre 195

13 Recursos Inteligentes do Instrumento

Comunicações no nível do sistema 198

Sistemas GC/MS 199

Realizar o vent do MS 199

Eventos de desligamento do MS 199

Eventos de desligamento de pressão do GC 200

14 Divisor Operacional e Acessórios de Backflush

Acessório de Backflush para D1 Entre Colunas G7322A com EPC 202

Introdução 202

Operação 203

Acessório de Backflush para D2/MS Entre Colunas G7323A com EPC 205

Introdução 205

Operação 206

Acessório de Backflush para D1 Pós-coluna G7324A com EPC 208

Introdução 208

Operação 210

Acessório de Backflush para D2/MS Pós-coluna G7325A com EPC 212

Introdução 212

Operação 214

Acessório do Divisor do Injetor G7326A para 2 Colunas 216

Introdução 216

Operação 217

Acessório Divisor do Detector D1-MS 1:1 G7329A 219

Princípios de Operação 219

Acessório Divisor do Detector D1-D2 1:1 G7328A 223

Introdução 223

Operação 224

15 Teste de metrologia chinesa

Fatores de conversão de unidades do FPD+ e do ECD 226

Fatores de conversão do FPD^+ 227

Fator de conversão do ECD 227

Utilizar os fatores de conversão 228

Referências 229

1
Introdução

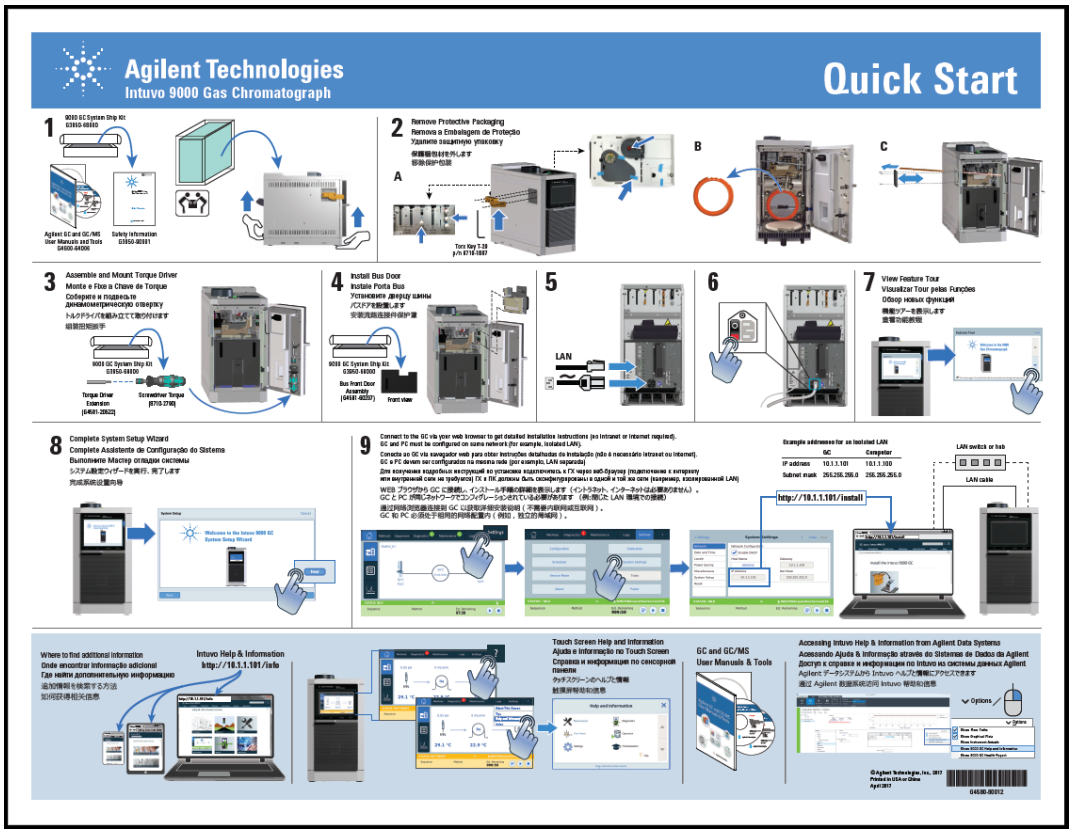
Onde encontrar informações 10
Ajuda e Informações - pela touchscreen 11
Ajuda e Informações - pelo Navegador da Web 15
Ajuda e Informações - pelo sistema de dados do seu instrumento 18
DVD *Ferramentas e Manuais do Usuário do GC e do GC/MS Agilent* 18
Antes de operar seu GC 19
Cromatografia com um GC 20
Controles e conexões externas do GC 21

Este documento fornece uma visão geral do Cromatógrafo a Gás (GC) Intuvo 9000 Agilent, juntamente com as instruções operacionais detalhadas.

Onde encontrar informações

A Agilent fornece toda a documentação para ajudá-lo a instalar, operar e fazer a manutenção do GC diretamente no GC Intuvo 9000.

Ao remover o instrumento da embalagem, lembre-se de consultar o Pôster de Início Rápido do GC Intuvo 9000.



Você pode acessar Ajuda e Informações no GC Intuvo 9000 de diversas maneiras. Esse conjunto abrangente de informações oferece respostas para a maioria das suas dúvidas sobre o GC Intuvo 9000.

- “Ajuda e Informações - pela touchscreen”. Informações sensíveis ao contexto estão disponíveis diretamente pela touchscreen do GC Intuvo.
- “Ajuda e Informações - pelo Navegador da Web”. O conjunto completo de informações do usuário também está disponível diretamente pelo GC através de um navegador da web conectado.

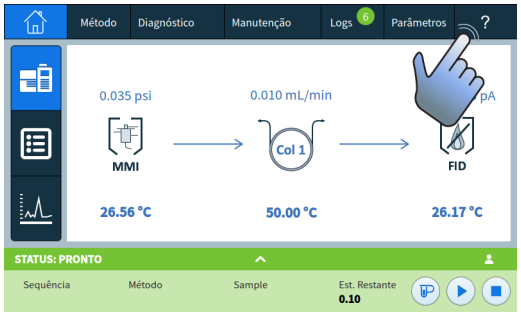
- “Ajuda e Informações - pelo sistema de dados do seu instrumento”. O conjunto completo de informações do usuário também é disponibilizado pelo sistema de dados do seu instrumento.
- “DVD *Ferramentas e Manuais do Usuário do GC e do GC/MS Agilent”*. Informações sobre o GC Intuvo, o espectrômetro de massa e os amostradores também estão disponíveis no DVD Ferramentas e Manuais do Usuário do GC e do GC/MS Agilent.

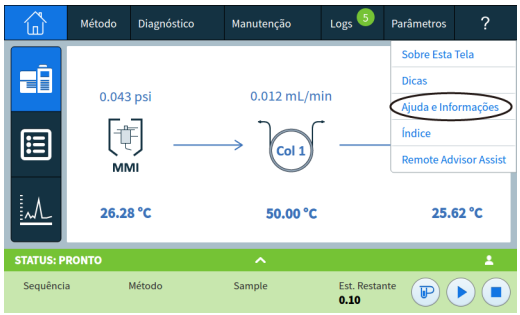
Ajuda e Informações - pela touchscreen

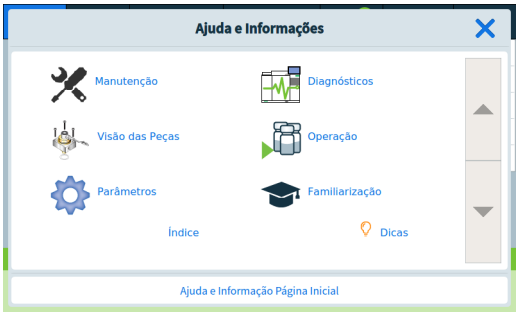
Ao alcance dos seus dedos, no GC Intuvo 9000, há uma ampla quantidade de documentação criada para ajudá-lo em tópicos como seus primeiros passos, familiarização, instalação, operação, manutenção, solução de problemas e outras informações úteis.

Há várias maneiras de acessar essas informações, incluindo o menu de ajuda "?" da touchscreen. Aqui você encontrará não só informações sensíveis ao contexto, mas também uma lista de dicas para localizar rapidamente as informações de que precisa, além de um pacote completo de Ajuda e Informações com tópicos sobre manutenção, diagnóstico, visão das peças, operações, configurações e familiarização.

Consulte “Ajuda da touchscreen” na página 12 para mais informações e recursos disponibilizados pelo pacote de ajuda da touchscreen.





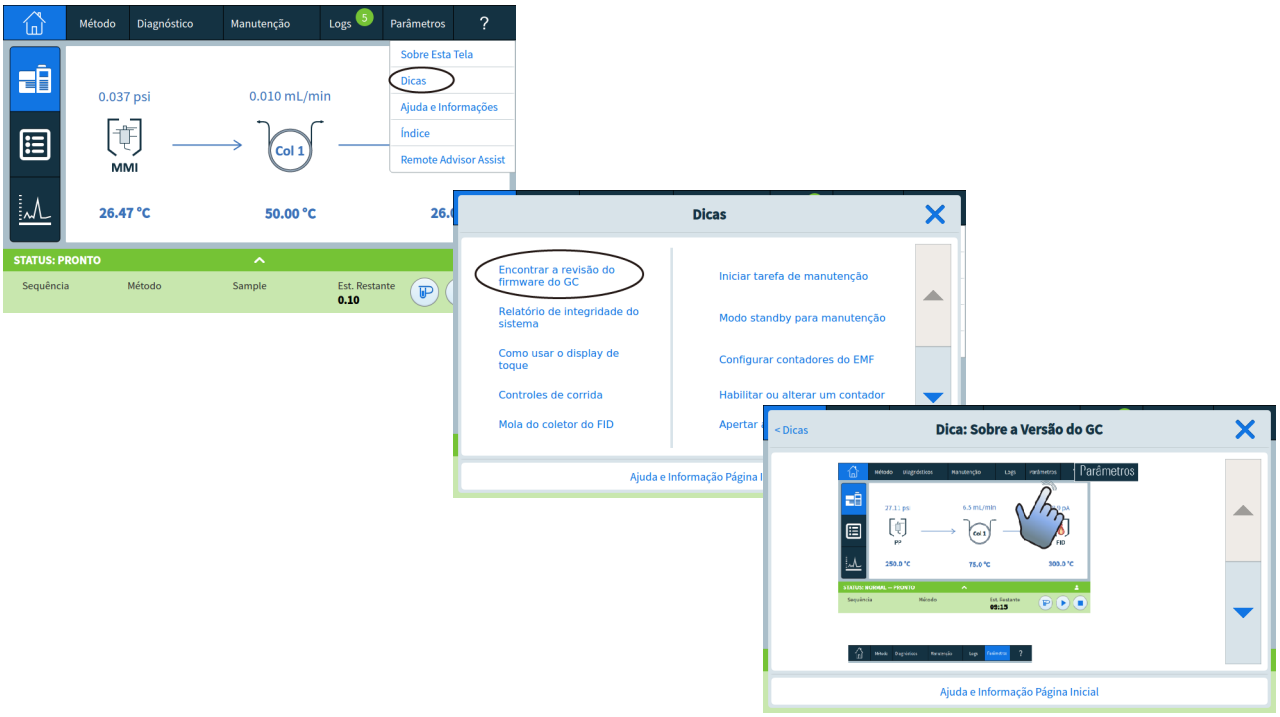


Ajuda da touchscreen

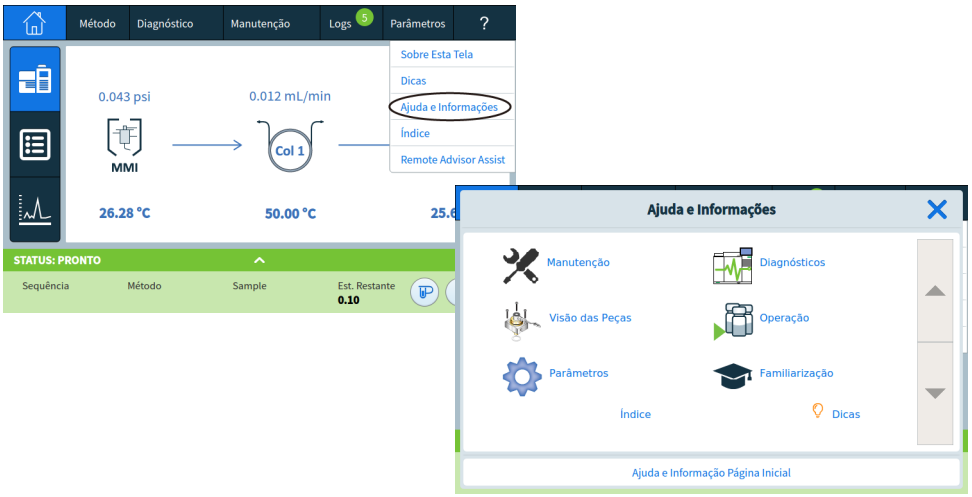
O GC disponibiliza um menu de ajuda quando o ponto de interrogação (**?**) que fica no canto direito superior da touchscreen é pressionado. O menu de ajuda dá acesso à ajuda sensível ao contexto da tela que você está visualizando, dicas, acesso ao conjunto completo de Ajuda e Informações, bem como um índice que auxilia na localização de informações necessárias.

1 A ajuda sensível ao contexto fornece detalhes específicos sobre a tela que está sendo visualizada no momento.

2 As dicas dão informações úteis sobre como utilizar o GC. As dicas individuais contêm respostas a perguntas frequentes, bem como links para procedimentos usados com frequência.



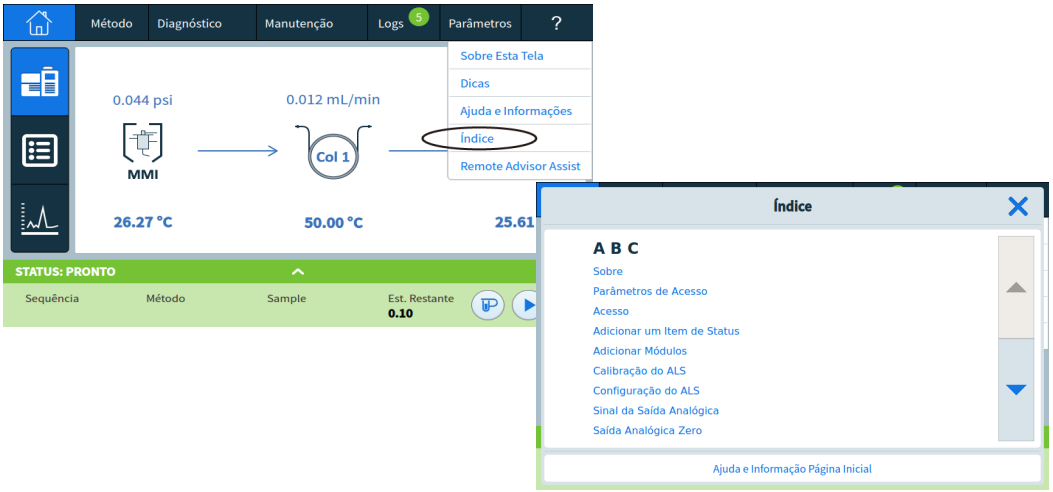
3 A seção Ajuda e Informações contém informações abrangentes e profundas, relacionadas a manutenção, diagnóstico, visualizações de peças, operação, configurações, etc.



- Manutenção: Como cuidar dos injetores, detectores e módulos disponíveis neste GC configurado.
- Visão das Peças: As peças consumíveis para injetores, detectores e módulos configurados neste GC.

- Parâmetros: Configuração e calibração de cada módulo disponível neste GC. Também inclui explicações sobre o Agendador do Instrumento.
- Diagnósticos: Testes manuais e automatizados disponíveis neste GC.
- Operação: Como usar os injetores, detectores e módulos disponíveis neste GC configurado.
- Familiarização:
- Onde encontrar informações sobre o GC.
- Como usar a touchscreen.
- Como usar o assistente de configuração do sistema.
- Como acessar a Apresentação dos Recursos.
- Visão geral das peças do GC.

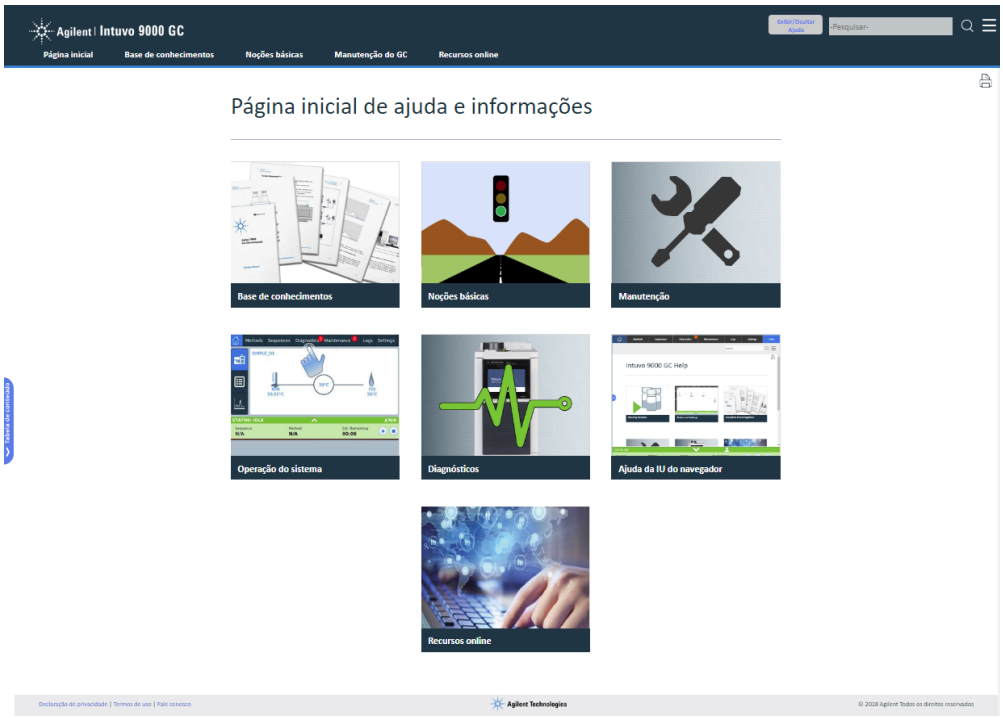
4 O Índice disponibiliza uma lista alfabetizada dos tópicos contidos na ajuda da touchscreen.



Ajuda e Informações - pelo Navegador da Web

Uma versão aprimorada de Ajuda e Informações também pode ser acessada facilmente pelo GC Intuvo. Digite o "Número do Endereço IP" ou "Nome do Host" do instrumento no navegador de um PC ou tablet conectado à mesma rede que o GC. Não é necessário acessar a internet para usar esse pacote de ajuda aprimorado.

Exemplo: http://xxx.xx.xxx/info, em que "xxx.xx.xxx" é o Endereço IP ou Nome do Host do GC.



Você também pode acessar uma lista de links para procedimentos de substituição de chips digitando o "Número do Endereço IP" ou "Nome do Host" seguido por "/chips" no navegador de um PC ou tablet conectado à mesma rede que o GC. Não é necessário ter conexão com a internet para usar esse pacote de ajuda aprimorado.

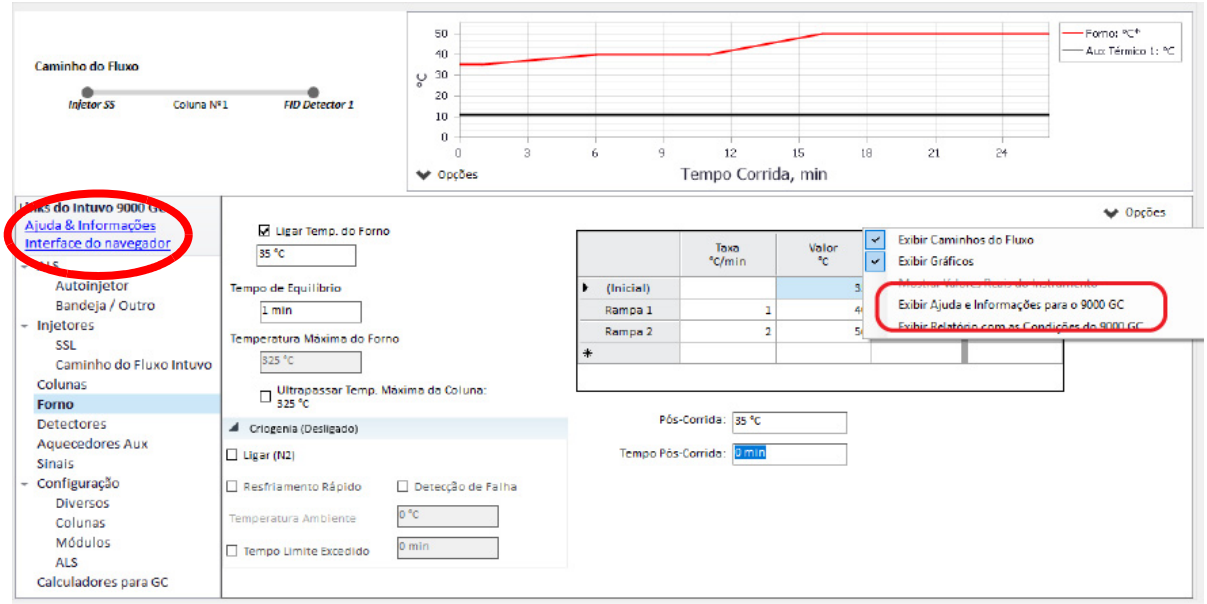
Exemplo: http://xxx.xx.xxx/chips, em que "xxx.xx.xxx" é o Endereço IP ou Nome do Host do GC.

Você também pode acessar informações sobre a instalação de colunas digitando o "Número do Endereço IP" ou "Nome do Host" seguido por "/column" no navegador de um PC ou tablet conectado à mesma rede que o GC. Não é necessário ter conexão com a internet para usar esse pacote de ajuda aprimorado.

Exemplo: http://xxx.xx.xxx/column, em que "xxx.xx.xxx" é o Endereço IP ou Nome do Host do GC.

Ajuda e Informações - pelo sistema de dados do seu instrumento

Ajuda e Informações também pode ser acessadas pelo menu suspenso de opções da maioria das páginas do sistema de dados do instrumento.



DVD *Ferramentas e Manuais do Usuário do GC e do GC/MS Agilent*

O DVD *Ferramentas e Manuais do Usuário do GC e do GC/MS Agilent* oferece uma extensa coleção de livros e documentos de ajuda on-line para modelos atuais de cromatógrafos a gás, detectores seletivos de massa e amostradores de GC da Agilent. Estão incluídas as traduções das informações mais necessárias, como:

- Documentação de apresentação do produto
- Guia de segurança e regulamentação
- Informações sobre a preparação do local
- Informações de instalação
- Guias de operação
- Informações de manutenção
- Detalhes de solução de problemas

Antes de operar seu GC

Antes de operar seu GC, leia as informações de segurança e regulamentação incluídas no DVD *Ferramentas e Manuais do Usuário do GC e do GC/MS Agilent*, a interface do navegador ou um navegador da web conectado. Os riscos de segurança mais comuns ao se trabalhar com o GC são:

- Queimaduras causadas pelo toque em áreas aquecidas internas ou externas do GC
- Liberação de gás pressurizado contendo componentes químicos perigosos pela abertura de entradas
- Cortes com vidro ou perfurações causadas por pontas afiadas de colunas capilares
- Uso de hidrogênio como gás de arraste do GC

Cromatografia com um GC

Cromatografia é a separação de uma mistura de componentes em seus componentes individuais.

Existem três etapas principais envolvidas na separação e identificação dos componentes de uma mistura utilizando o GC. São elas:

1. Injeção de uma amostra no GC. (isso ocorre no injetor).
2. Separação da amostra em componentes individuais. (Isso acontece dentro da coluna.)
3. Detecção dos componentes que estão presentes na amostra. (isso ocorre no detector).

Durante esse processo, mensagens de status do GC são exibidas, e o usuário pode realizar alterações nas configurações de parâmetros através da touchscreen no GC ou do sistema de dados conectado.

Controles e conexões externas do GC

As figuras abaixo mostram a parte frontal e traseira do GC, incluindo todos os controles e conectores. Consulte Figura 1 e Figura 2.

Figura 1 Painel frontal do GC Intuvo 9000 Agilent

A parte frontal do GC contém uma porta que dá acesso ao "bus" e às colunas do GC. A porta contém a touchscreen e os indicadores do GC.

Touchscreen: A touchscreen mostra informações de status e de atividades do GC e permite acesso aos setpoints do GC, a sinais em tempo real, a diagnósticos, a informações de manutenção, logs e configurações do instrumento. Para economizar energia e aumentar a vida útil do display, a touchscreen se apaga após determinado período de inatividade do operador. Toque na tela para fazê-la acender novamente.

Indicadores: O GC possui diversos indicadores que informam o status rapidamente sem a necessidade de acessar o display:

- ⏻ (alimentação) - O indicador de alimentação fica aceso quando o GC está conectado à energia e ligado pelo botão liga/desliga do painel traseiro.
- **Corrida** - O indicador Corrida fica aceso quando uma corrida está em processo.
- **Não Pronto** - O indicador Não Pronto fica aceso quando algum componente do GC não está pronto para iniciar uma corrida.
- **Atenção** - O indicador Atenção fica aceso quando há algum problema com o GC que requeira intervenção do operador.

O painel traseiro do GC contém conexões de gás, ventilações de exaustão, conexões de comunicação, conexões de controle de bandeja e autoinjetor, botão liga/desliga, conector do cabo de alimentação e entrada de ar.

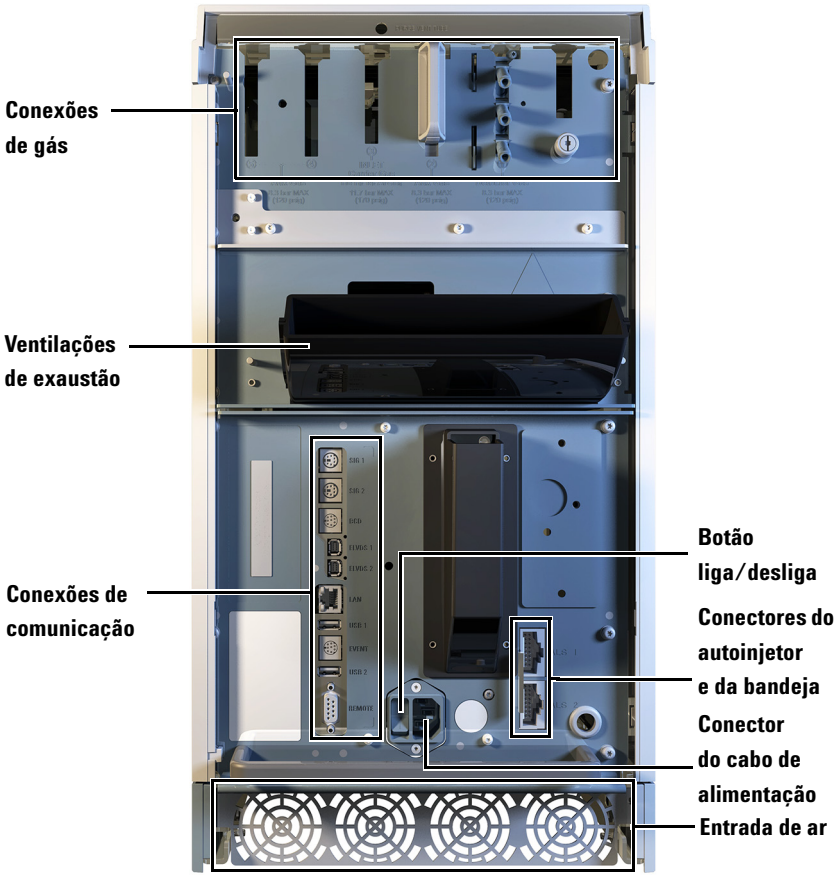


Figura 2 Painel traseiro do GC

2
Princípios Básicos de Operação

Visão geral 24
Controle do instrumento 25
Usar a IU do Navegador para Controlar o GC 25
Utilizar a Ajuda de Web do Intuvo 26
Para inicializar o GC 28
Para desligar o GC por menos de uma semana 30
Para desligar o GC por mais de uma semana 31
Corrigir problemas 33

Esta seção descreve algumas tarefas básicas que um operador realiza ao usar o GC Agilent Intuvo 9000.

Visão geral

A operação do GC envolve as seguintes tarefas:

- Configuração do hardware do GC para um método analítico.
- Inicialização do GC. Consulte “Para inicializar o GC” na página 28.
- Preparar o amostrador de líquidos automático, se utilizado. Isso inclui instalar a seringa definida pelo método; configurar o uso do solvente e da garrafa de descarte e o tamanho da seringa; e preparar e carregar os frascos de solvente, descarte e amostra.

  Consulte o manual Instalação, operação e manutenção do ALS suportado:

  - ALS GC 7650
  - ALS GC 7693
- Carregar o método analítico ou a sequência. O GC armazena um método único e não armazena informações de sequência. O método existente no GC (referido como o Método Ativo) pode ser editado conforme desejar. Carregar outros métodos ou utilizar as sequências requer conexão com um sistema de dados Agilent.
  - Consulte a documentação do sistema de dados Agilent para obter detalhes sobre o carregamento de métodos analíticos ou a utilização de sequências de sistemas de dados conectados.
  - Para operações independentes do GC, consulte “Carregar um Método” na página 72.
- Execução do método ou sequência.
  - Consulte a documentação do sistema de dados Agilent para obter detalhes sobre a corrida de métodos analíticos ou de sequências do sistema de dados conectado.
  - Para operações independentes do GC, consulte “Para injetar manualmente uma amostra com uma seringa e iniciar uma corrida” na página 74 e “Para executar um método e processar uma única amostra utilizando um ALS” na página 74.
- Monitorar corridas de amostras pela touchscreen do GC, pela IU do navegador conectado ou por um sistema de dados conectado.
- Encerramento do GC. Consulte “Para desligar o GC por menos de uma semana” na página 30 ou “Para desligar o GC por mais de uma semana” na página 31.

Controle do instrumento

O GC Intuvo 9000 Agilent pode ser operado através de um sistema de dados ou dispositivo móvel executando a IU do navegador, ou pode ser operado independentemente.

- O GC é tipicamente controlado por um sistema de dados conectado, como o Agilent OpenLAB CDS.

  A utilização de sequências requer conexão com um sistema de dados Agilent.

  Consulte a ajuda on-line incluída no sistema de dados Agilent para obter detalhes sobre como carregar, executar ou criar métodos e sequências usando o sistema de dados.
- A tela de toque do GC disponibiliza o feedback do status do instrumento e permite a edição do Método Ativo e da configuração atual do GC.
- A IU do navegador também está disponível.

Usar a IU do Navegador para Controlar o GC

Você pode usar a IU em um navegador para executar diversas funções da touchscreen do GC através de uma conexão de rede entre seu computador/tablet/dispositivo portátil e o GC.

Se mais de um navegador se conectar a um só GC, aquele que tiver feito a conexão primeiro terá controle completo. As outras conexões de navegador poderão apenas monitorar o status do GC e executar um conjunto limitado de tarefas.

Se o sistema de dados estiver conectado ao GC, o sistema terá controle completo desse GC. Todas as outras conexões de navegador poderão apenas monitorar o status e executar um conjunto limitado de tarefas.

NOTA É recomendável desativar qualquer bloqueador de pop-ups associado ao seu navegador da web ao controlar o GC pela IU do navegador. Se você não fizer isso, algumas funcionalidades podem não ser disponibilizadas.

Para usar a IU do navegador, faça o seguinte:

1. Conecte seu dispositivo ao GC diretamente ou através do laboratório interno ou rede de escritório. (Não é necessária conexão à internet.)
2. Execute o navegador de internet em seu dispositivo.

3 Insira o endereço IP do GC na barra de endereço do navegador. Por exemplo: `http://10.1.1.100`

4 Pressione Enter. A IU do navegador é executada no navegador. Consulte a Figura 3.

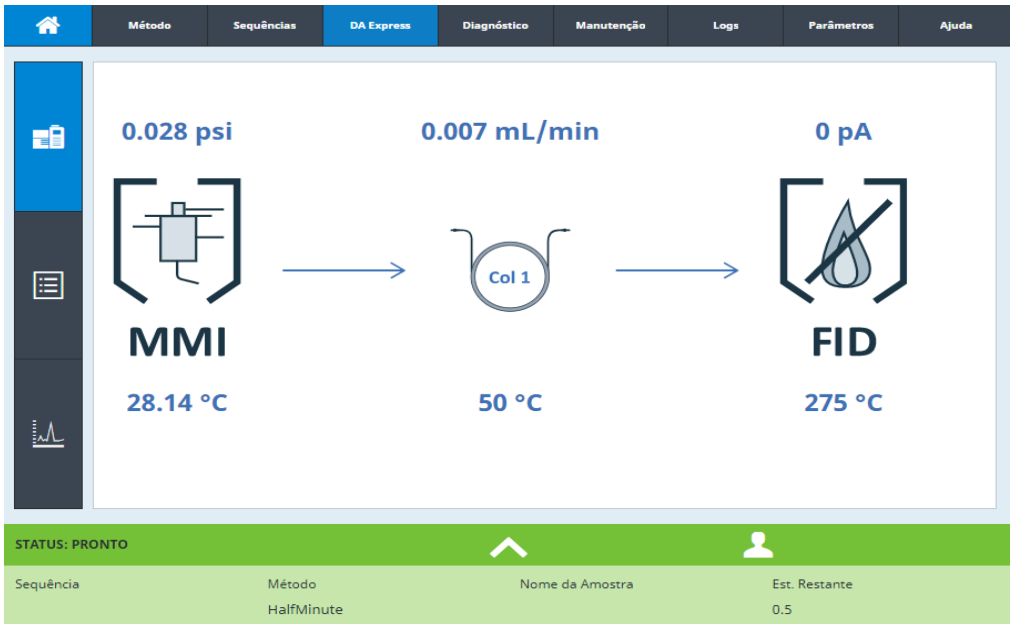


Figura 3 Página inicial da IU do navegador

Utilizar a Ajuda de Web do Intuvo

Você pode usar um navegador da web para acessar as funções da ajuda on-line do GC através de uma conexão de rede entre o computador/tablet/dispositivo portátil e o GC.

Para usar a Ajuda de Web do Intuvo, faça o seguinte:

1 Conecte seu dispositivo ao GC diretamente ou através do laboratório interno ou rede de escritório. (Não é necessária conexão à internet.)

2 Execute o navegador de internet em seu dispositivo.

3 Insira o endereço IP do GC na barra de endereço do navegador. Por exemplo: `http://10.1.1.100/info`

4 Pressione Enter. A Ajuda de Web do Intuvo é executada no navegador. Consulte a Figura 4.

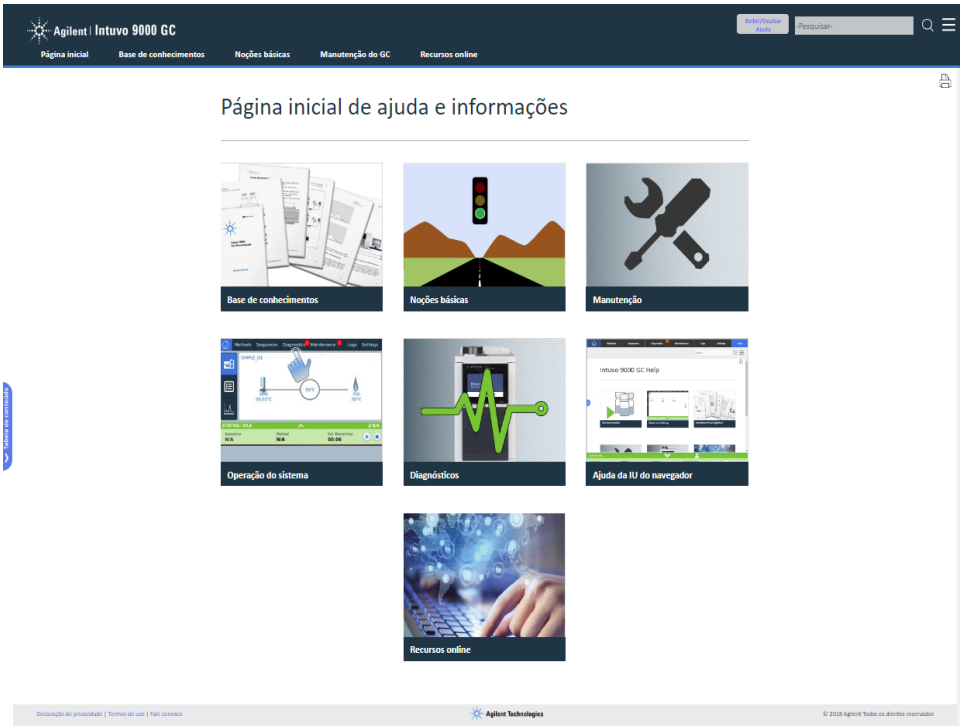


Figura 4 Ajuda de Web Intuvo - Página Inicial de Ajuda e Informações

Para inicializar o GC

Uma operação bem-sucedida começa com um GC instalado e mantido de maneira correta. Os requisitos do utilitário para gases, fonte de alimentação, ventilação de produtos químicos perigosos e permissões de operação necessárias no GC estão detalhados no *Guia de Preparação de Local para Intuvo*.

1. Confira as pressões da fonte de gás. Para as pressões necessárias, consulte o *Guia de preparação do local para Intuvo*.
2. Ligue os gases de arraste e do detector em suas fontes e abra as válvulas de interrupção locais.
3. Com o GC conectado a uma tomada de energia, ligue-o usando o botão liga/desliga do painel traseiro.
4. Aguarde a exibição Status aparecer na tela de toque.
5. Instale a coluna e a armadilha. Consulte o guia *Manutenção do GC – Cromatógrafo a Gás Agilent Intuvo 9000* para obter detalhes.
6. Confira se as conexões da coluna estão livres de vazamentos. Consulte o guia *Solução de Problemas do Cromatógrafo a Gás Agilent Intuvo 9000* para obter detalhes.
7. Selecione o método analítico que será utilizado:
   - Se estiver conectado a um sistema de dados Agilent, carregue o método analítico utilizando o sistema de dados.
   - Para operações independentes do GC, edite o Método Ativo, conforme necessário. Consulte “Métodos e Sequência” na página 55.
8. Espere até que o(s) detector(es) se estabilize(m) antes de adquirir dados. O tempo necessário para que o detector atinja uma condição estável depende de quando o detector foi desligado ou se sua temperatura foi reduzida enquanto o detector continuava ligado. Consulte Tabela 1.

Tabela 1 Tempo de estabilização do detector

Tipo de detector	Tempo de estabilização, a partir de uma temperatura reduzida (horas)	Tempo de estabilização, a partir do detector desligado (horas)
FID	2	4
TCD	2	4
ECD	4	18 a 24
FPD+	2	12
NPD	4	18 a 24

Para desligar o GC por menos de uma semana

1 Aguarde o fim da corrida atual.

2 Se você estiver conectado a um sistema de dados Agilent, e o Método Ativo tiver sido modificado, salve as alterações no sistema de dados.

AVISO **Nunca deixe gases inflamáveis ligados sem monitorar o GC. Se houver vazamento, o gás pode causar incêndio.**

3 Desligue todos os gases, exceto o gás de arraste não inflamável, em suas fontes. (Deixe o gás de arraste não inflamável ativado para proteger a coluna de contaminação atmosférica.)

4 Se estiver usando resfriamento criogênico, desligue o resfriador criogênico na fonte.

5 Reduza as temperaturas do detector, do injetor e da coluna para algo entre 150 e 200 °C. Se você desejar, o detector pode ser desligado. Consulte a Tabela 1 na página 29 para determinar se é vantajoso desligar o detector por um curto período. O tempo necessário para que o detector volte a uma condição estável é um fator a ser considerado.

Para desligar o GC por mais de uma semana

Consulte o guia *Manutenção do GC – Cromatógrafo a Gás Agilent Intuvo 9000* para saber quais são os procedimentos de instalação de colunas, itens de consumo etc.

1. Se o GC estiver conectado a um sistema de dados Agilent, e um método de manutenção estiver disponível, carregue o método de manutenção do GC e aguarde o GC ficar pronto. Consulte a ajuda on-line incluída no sistema de dados Agilent para obter detalhes sobre como carregar um método utilizando o sistema de dados.
2. Resfrie todas as zonas aquecidas a 40 °C e defina fluxos de gás seguros. Coloque o GC no modo de manutenção geral. Na touchscreen do GC, acesse **Manutenção > Instrumento > Executar Manutenção > Modo de Manutenção > Iniciar Manutenção** e aguarde o GC ficar pronto.
3. Desligue o botão liga/desliga no painel traseiro do GC.
4. Feche todas as válvulas de gás na fonte de gás.
5. Se estiver usando resfriamento criogênico, feche a válvula do resfriador criogênico na fonte.

AVISO

Cuidado! O compartimento da coluna, o caminho do fluxo da coluna, o injetor e/ou o detector podem ficar muito quentes e causar queimaduras. Se eles estiverem quentes, use luvas resistentes ao calor para proteger as mãos.

6. Quando o GC estiver frio, remova a coluna e tampe as duas extremidades para evitar contaminações.
7. Tampe todas as conexões externas do GC.

Variação de Temperatura do Chip de Proteção

Quando ocioso, o GC varia dinamicamente a temperatura do Chip de Proteção para estender sua vida útil. Quando você realiza uma corrida, o GC restaura a temperatura do Chip de Proteção à configuração especificada no método ativo.

Corrigir problemas

Se o GC interromper a operação por causa de uma falha, verifique se há alguma mensagem na tela de toque. O GC contém funções de diagnóstico que ajudam a determinar a causa de uma falha.

1. Use a touchscreen, a IU do navegador ou o sistema de dados para visualizar o alerta. (Consulte “Exibição Início” na página 42 para detalhes.)
2. Pressione o botão de parada na touchscreen ou na IU do usuário, ou desligue o componente afetado no sistema de dados.
3. Faça o diagnóstico do problema utilizando as ferramentas de diagnóstico incorporadas ao GC. Consulte a “Diagnósticos” na página 79.
4. Resolva o problema trocando os cilindros de gás ou reparando o vazamento, por exemplo. Consulte o guia *Solução de Problemas do Cromatógrafo a Gás Agilent Intuvo 9000* para obter detalhes.
5. Uma vez resolvido o problema, você talvez precise desligar e ligar o instrumento ou usar a touchscreen, a IU do navegador ou o sistema de dados para desligar o componente com falha e ligá-lo novamente. Para erros de desligamento, você vai precisar de ambos.

3
Operação da Touchscreen

Navegação 36
- Barra de status/controle 38
- Controles de corrida 39

Inserir dados 40
Exibição Início 42
- Página do caminho do fluxo 43
- Página de status 44
- Página de gráfico 45

Exibição Métodos 47
Exibição Diagnósticos 48
Exibição Manutenção 49
Exibição de Logs 50
Exibição dos Parâmetros 51
Funcionalidade da tela de toque quando o GC é controlado por um sistema de dados Agilent 52
Sobre o Status do GC 53
- Tons de alerta 53
- Condições de erro 53

Esta seção descreve a operação básica da touchscreen do GC Intuvo 9000 Agilent.

Navegação

A touchscreen fornece acesso a todas as configurações, controles e informações do GC. Toque em um controle para acessar mais informações, habilitar uma configuração ou controle, ou inserir dados utilizando uma interface de teclado ou teclado de toque, conforme aplicável. Consulte a Figura 5.

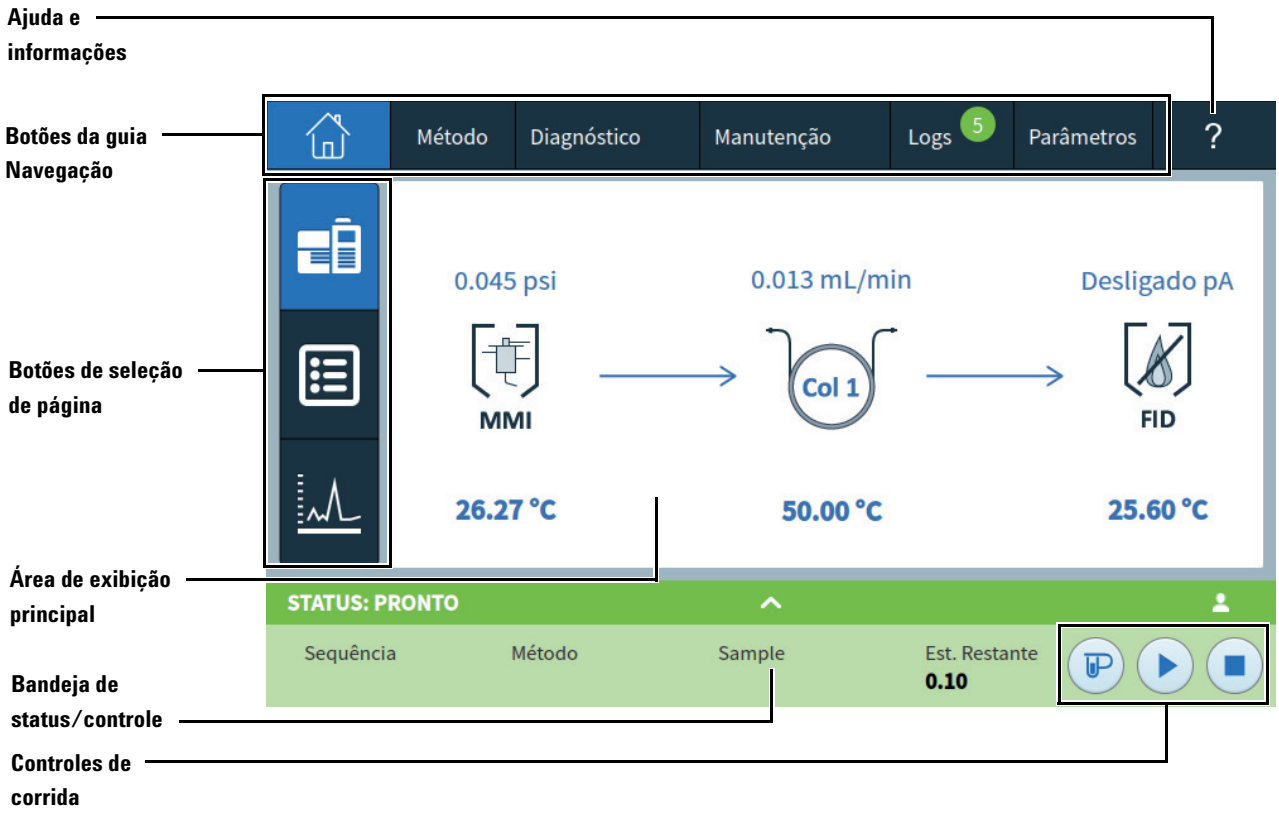


Figura 5 Página inicial da touchscreen

Os botões da guia navegação na parte superior da touchscreen fornecem acesso a diferentes áreas funcionais. Pressionar um botão abre a guia correspondente.

A página ou guia selecionada no momento é realçada.

Pressionar o botão **?** (ajuda e informações) fornece acesso à ajuda on-line e à documentação do GC.

Na página inicial, quando um dos botões de seleção de página é pressionado, a página correspondente é carregada.

A área de exibição principal fornece informações relacionadas à área funcional/página selecionada. Essa área contém exibições de status, controles, parâmetros configuráveis etc.

Dependendo da página selecionada, controles adicionais podem aparecer. Podem ser botões de seleção de página, guias selecionáveis, botões de voltar e avançar, botões de rolagem etc. Consulte a Figura 6.

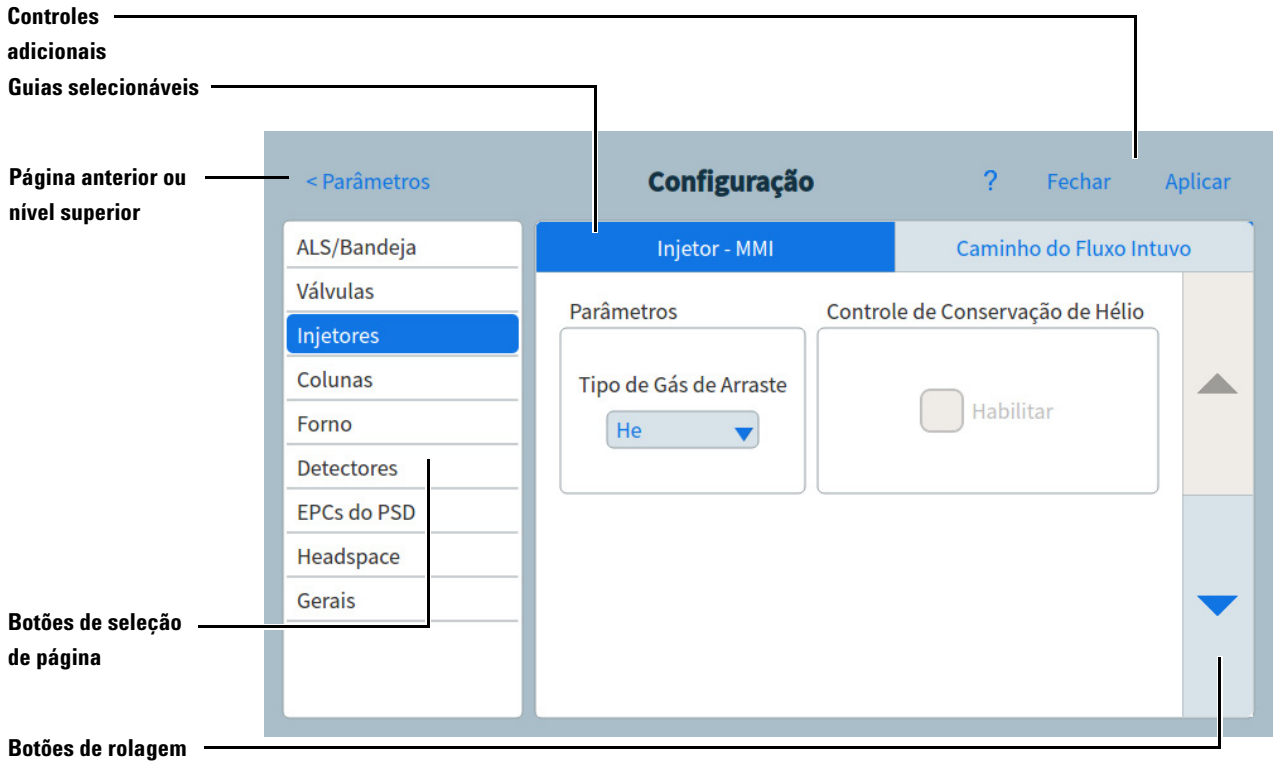


Figura 6 Controles adicionais

Os botões de rolagem são ativados se informações ou configurações adicionais forem disponibilizadas através da rolagem.

Barra de status/controle

barra de status/controle fornece detalhes sobre o status atual do GC, a sequência atual e o método (se conectado a um sistema de dados Agilent), o tempo restante da operação atual que está sendo executada pelo GC, controles de corrida etc.

A barra de status/controle possui um código de cores que correspondem ao status da corrida ou de prontidão do GC:

- Verde - OK
- Amarelo - Não Pronto
- Azul - Corrida em andamento

Quaisquer sinalizadores de EMF (Feedback de Manutenção Antecipada) também são exibidos. Consulte a “Feedback de Manutenção Antecipada” na página 87.

A bandeja pode ser expandida pressionando-se a seta na bandeja. Consulte a Figura 7.

Figura 7 Bandeja de status/controle - expandida, com página de alertas selecionada

A bandeja pode ser minimizada pressionando-se a seta na bandeja.

Controles de corrida

Os controles de corrida estão localizados na bandeja de status/controle. Os controles de corrida são utilizados para iniciar, interromper e preparar o GC para operar uma amostra.

O controle **Prep Cor** ativa os processos necessários para levar o GC à condição de início de uma corrida (como desligar o fluxo de purga do injetor para uma injeção sem divisor). Geralmente, isso é necessário antes de injeções manuais, para sair de qualquer modo de economia de gás e preparar os fluxos do injetor para injeção.

O controle **Iniciar** inicia uma corrida após injetar manualmente uma amostra. (Quando estiver usando um amostrador automático de líquidos ou uma válvula de amostragem, a corrida será iniciada automaticamente no momento apropriado.) Depois que o controle **Iniciar** for pressionado, ele se torna o controle **Pausar**.

O controle **Pausar** pausa uma corrida depois que ela é iniciada.

O controle **Parar** encerra imediatamente a corrida. Se o GC estiver no meio de uma corrida, os dados dessa corrida poderão ser perdidos.

Para obter detalhes sobre os métodos de execução, consulte “Executar métodos pela touchscreen” na página 74.

Inserir dados

Ao tocar em um campo de entrada de dados, um teclado de toque ou interface de teclado é exibido, conforme aplicável. Consulte a Figura 8.

Figura 8 Teclado de toque para entrada de dados

Se você inserir uma entrada fora do intervalo, ela será destacada em uma cor diferente.

Se o campo for uma caixa de lista suspensa (indicado por uma seta para baixo à direita do conteúdo exibido do campo), pressione-a para abrir a lista e pressione a entrada desejada para selecioná-la. Consulte a Figura 9.

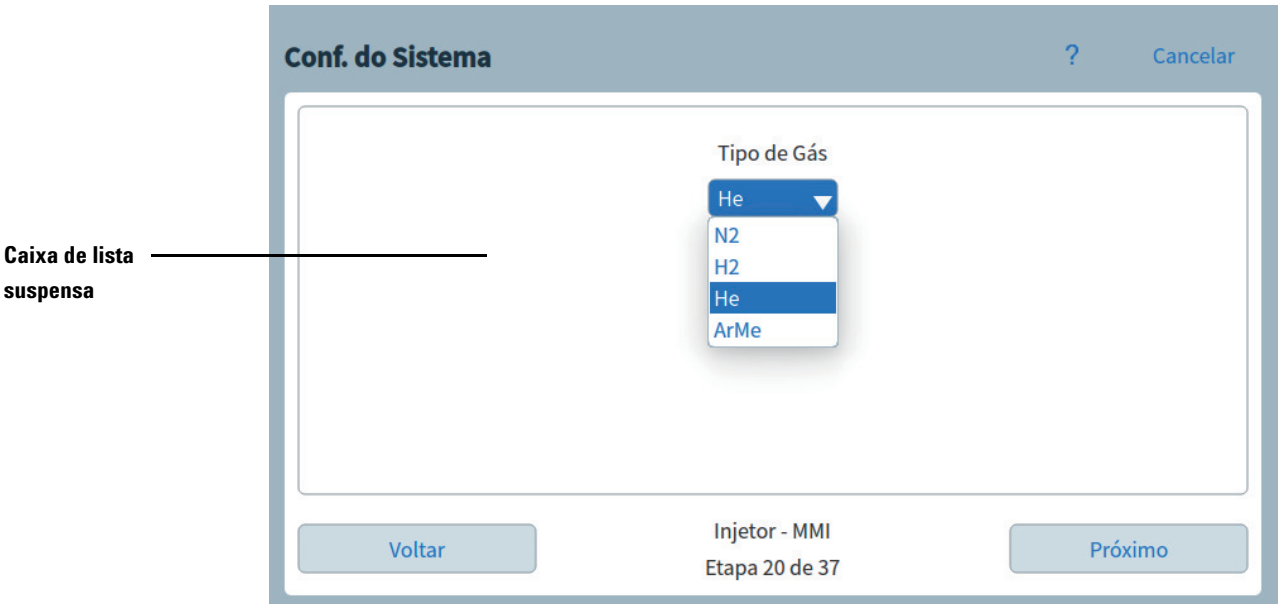


Figura 9 Caixa de lista suspensa para entrada de dados

Exibição Início

A exibição início mostra o caminho do fluxo (incluindo temperaturas e taxas de fluxo atuais), o status da corrida (incluindo itens de status que podem ser selecionados pelo usuário), um gráfico em tempo real do cromatograma atual e informações relacionadas. Consulte a Figura 10.

Figura 10 Exibição Início

Três páginas estão disponíveis na exibição inicial:

- Caminho do fluxo
- Status
- Gráfico

Essa página exibida é selecionada pressionando-se o botão de seleção de página correspondente no lado esquerdo da exibição inicial.

Cada uma das páginas é descrita abaixo.

Página do caminho do fluxo

A página do caminho do fluxo fornece detalhes sobre o fluxo da amostra através do GC. Dentre eles, indicações visuais da instalação de um ALS no GC, o tipo de injetor, configuração da coluna e tipo de detector, juntamente com os setpoints correspondentes. Consulte a Figura 11.

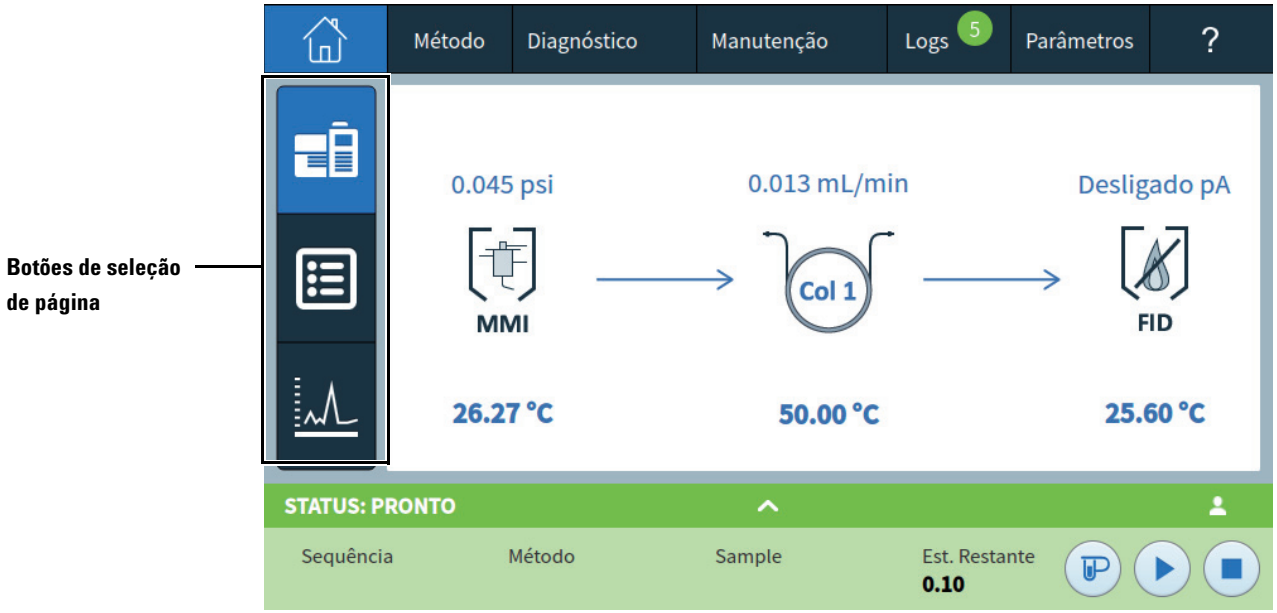


Figura 11 Exibição inicial - página do caminho do fluxo

Quando um setpoint é pressionado, o editor de método é exibido com o setpoint selecionado. Se o setpoint selecionado for ativado, o teclado de toque usado para definir o setpoint será exibido.

Quando um componente ou um setpoint que não esteja ativado no momento é pressionado, o editor de método é exibido com o componente, mas sem o teclado de toque. Consulte a “Métodos e Sequência” na página 55.

Ao editar um método dessa maneira, mudanças são imediatamente aplicadas quando o valor de um parâmetro é alterado, sem a necessidade de aplicar as alterações no GC. Isso é denominado "edição instantânea". Consulte “Editar um Método” na página 61 para mais informações.

Página de status

A página de status exibe uma lista de parâmetros que pode ser selecionada pelo usuário, juntamente com seus setpoints e valores reais. Consulte a Figura 12.

Figura 12 Exibição inicial - página de status

Quando o botão **+ Adicionar** é pressionado, uma caixa de diálogo é aberta e permite que você selecione um parâmetro e o adicione à lista exibida. Consulte a Figura 13.

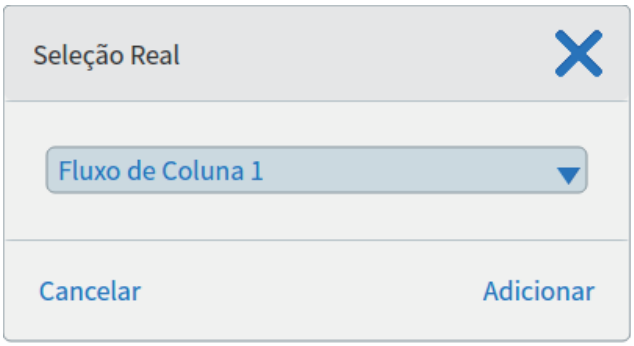


Figura 13 Caixa de diálogo da página de status para adicionar parâmetros

Quando o botão **X** no lado direito de uma entrada de parâmetro é pressionado, uma caixa de diálogo de confirmação é exibida e permite remover o parâmetro correspondente da página.

Página de gráfico

A página de gráfico exibe um gráfico do sinal selecionado no momento. Consulte a Figura 14.

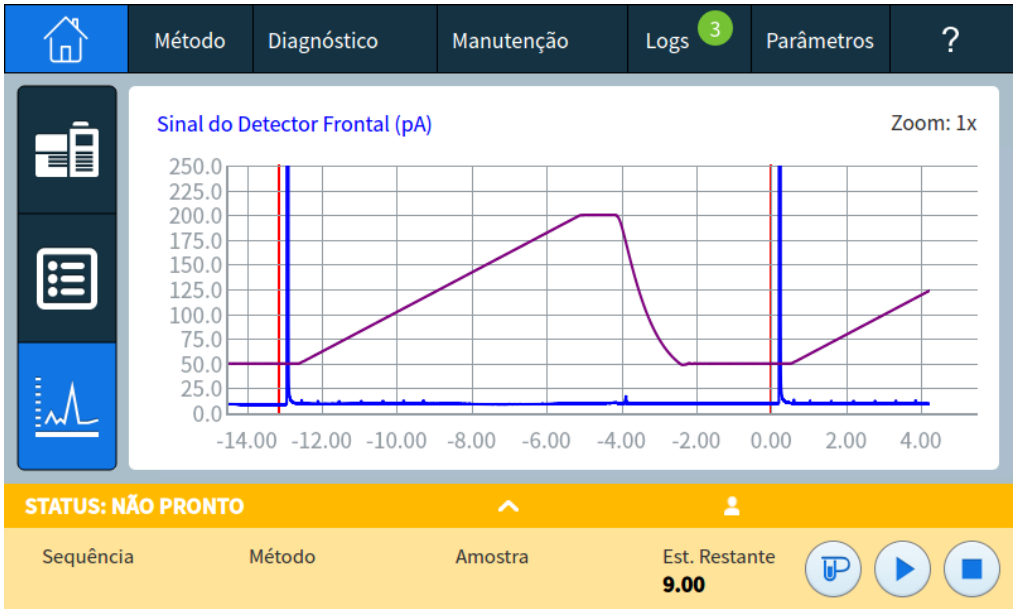


Figura 14 Exibição inicial - página de gráfico

Quando o gráfico é pressionado, o zoom exibido é alternado entre **1x**, **2x** e **4x** no ponto onde o gráfico tiver sido pressionado.

Pressionar o nome do sinal exibido abre uma caixa de diálogo Opções do Gráfico. Isso permite que você selecione qual sinal será exibido. Consulte a Figura 15.

Figura 15 Caixa de diálogo Opções do Gráfico

Use a lista suspensa **Nome do Sinal** para selecionar qual parâmetro será exibido no gráfico.

O intervalo **Eixo X** exibido é de 1 a 60 minutos. A **Faixa do Eixo Y** é de 0 a infinito. Quando qualquer um dos campos é pressionado, um teclado de toque é exibido e permite que você defina o valor correspondente.

Se o gráfico não estiver em execução atualmente, pressione **Iniciar Gráfico** para executá-lo. Se o gráfico estiver em execução no momento, pressione **Parar Gráfico** para interromper a coleta de dados e a exibição. (Ao alterar o nome do sinal, pode ser necessário pressionar **Parar Gráfico** e depois **Iniciar Gráfico** para obter o sinal que será exibido).

Exibição Métodos

A exibição Métodos fornece acesso ao método armazenado localmente (Método Ativo). Use essa exibição em Figura 16 para editar o Método Ativo.

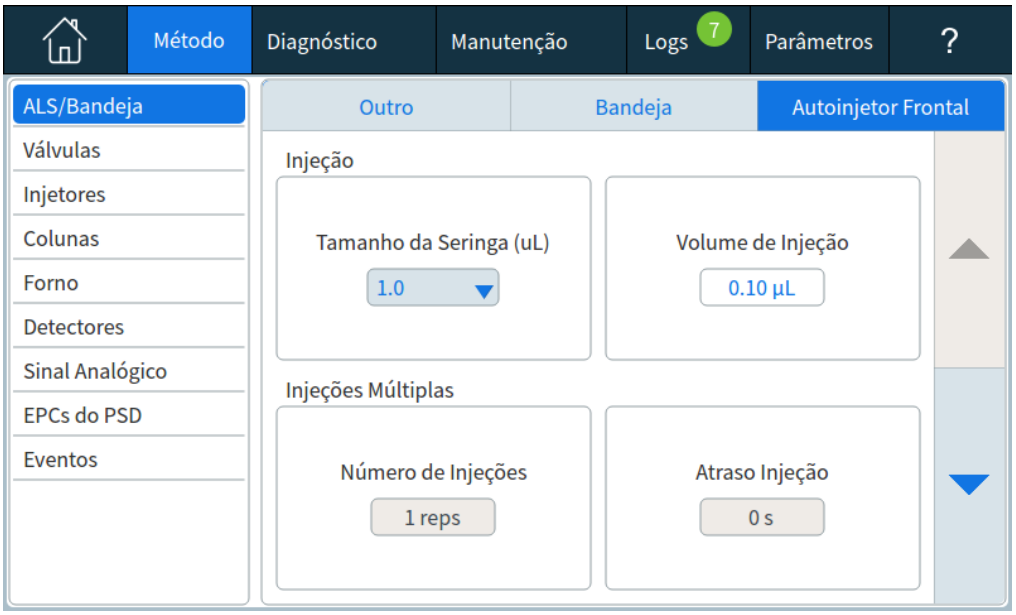


Figura 16 Exibição Métodos

Exibição Diagnósticos

A exibição Diagnósticos fornece acesso a testes de diagnóstico para o injetor e os detectores instalados. Consulte a Figura 17.

Além disso, a exibição fornece uma lista de todos os alertas atuais.

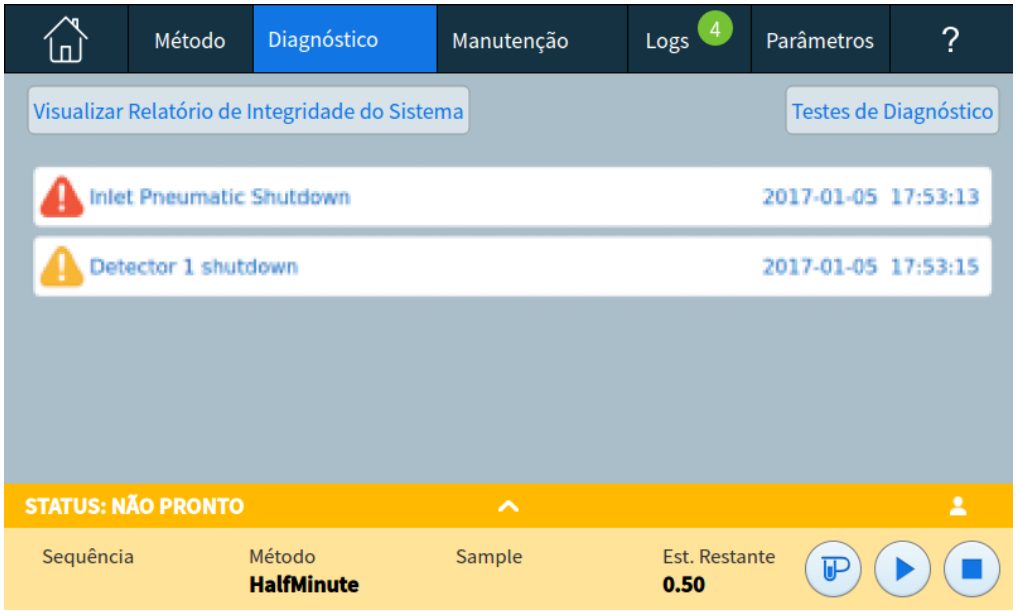


Figura 17 Exibição Diagnósticos

Consulte “Diagnósticos” na página 79 para mais detalhes.

Exibição Manutenção

A exibição Manutenção fornece acesso aos recursos do Feedback de Manutenção Antecipada do GC Intuvo 9000 Agilent. Consulte a Figura 18.

Figura 18 Exibição Manutenção

O EMF disponibiliza contadores baseados em injeção, corrida e tempo para diversos materiais de consumo e peças de manutenção, bem como para o próprio instrumento. Use esses contadores para controlar o uso dos componentes do GC. Substitua ou recondicione itens antes que a degradação potencial cause impacto nos resultados de cromatografia.

A exibição Manutenção disponibiliza indicações visuais do status de manutenção e é usado para controlar e executar tarefas de manutenção. Consulte “Feedback de Manutenção Antecipada” na página 88 para mais detalhes.

O botão **Exibição de Logs** abre o log de manutenção da exibição de Logs. Consulte a “Exibição de Logs” na página 50.

Exibição de Logs

A exibição de Logs disponibiliza listas de eventos do GC, dentre eles, eventos de manutenção, eventos de corridas, sequências e eventos do sistema, classificados por data/hora. Consulte a Figura 19.

Figura 19 Exibição de Logs

Consulte “Logs” na página 101 para mais detalhes.

Exibição dos Parâmetros

A exibição dos Parâmetros fornece acesso às funções de configuração do instrumento, funções do agendador, configurações do modo de manutenção, configurações de calibração, configurações do sistema, ferramentas do sistema e controles de energia (reinicialização ou desligamento) e detalhes do sistema. Consulte a Figura 20.

Figura 20 Exibição dos Parâmetros

Consulte “Parâmetros” na página 105 para mais detalhes.

Funcionalidade da tela de toque quando o GC é controlado por um sistema de dados Agilent

Quando um sistema de dados Agilent é usado para controlar o GC, o sistema de dados define os setpoints e corre as amostras.

NOTA Esteja ciente de que, ao usar um sistema de dados Agilent ou a IU do navegador, a touchscreen do GC não é bloqueada. A touchscreen e o sistema de dados conectado ou a IU do navegador são atualizados após qualquer interação ser realizada com qualquer fonte.

Quando um sistema de dados Agilent controla o GC, a touchscreen pode ser utilizada:

- Visualizar o status da corrida ao selecionar a exibição **Início**
- Visualizar as configurações de método ao utilizar a exibição **Método**
- Para exibir o horário das últimas corridas realizadas e das próximas corridas, o tempo de corrida restante e o tempo pós-corrida restante
- Para abortar uma corrida

A interrupção de uma corrida pela touchscreen encerra a corrida imediatamente. O sistema de dados pode reter os dados já coletados, mas não será coletado mais nenhum dado para essa amostra. Os sistemas de dados Agilent podem permitir que a execução seguinte comece, dependendo do sistema de dados e de suas configurações para lidar com erros.

Sobre o Status do GC

Quando o GC está pronto para iniciar uma corrida, a touchscreen mostra **STATUS:. PRONTO**. Também, quando um componente do GC está pronto para iniciar uma corrida, a touchscreen mostra **STATUS: NÃO PRONTO**, e o indicador **Não Pronto** se acende no painel frontal do GC. Pressione **Diagnósticos** para exibir indicações de motivos pelos quais o GC não ficou pronto.

Tons de alerta

O GC fornece informações através de bipes.

Uma série de bipes de aviso soa antes de um desligamento ocorrer. O GC inicia com um único bipe. À medida que o problema persiste, o GC emite o bipe com mais frequência. Após um pequeno período, o componente com problema é desligado, o GC emite um bipe e uma breve mensagem é exibida. Por exemplo, uma série de bipes soará se o fluxo de gás do injetor não conseguir atingir o setpoint. A mensagem **Desligamento do fluxo do injetor** é exibida rapidamente. O fluxo é interrompido após 2 minutos.

Um tom contínuo soará se um fluxo de hidrogênio for interrompido ou se ocorrer um desligamento térmico.

AVISO **Antes de retomar as operações do GC, investigue e solucione a causa do desligamento do hidrogênio.**

Um bipe soará quando houver um problema, mas o problema não impedirá o GC de executar a corrida. O GC emitirá um bipe e exibirá uma mensagem. O GC pode iniciar a corrida, e o aviso desaparecerá quando uma corrida for iniciada.

As mensagens de falha indicam problemas de hardware que requerem intervenção do usuário. Dependendo do tipo de erro, o GC não emitirá nenhum bipe ou emitirá apenas um único bipe.

Condições de erro

Se ocorrer um problema, uma mensagem de status é exibida. Se a mensagem indicar hardware defeituoso, podem estar disponíveis mais informações.

4
Métodos e Sequência

O que é um método? 56
O que é salvo em um método? 57
O que acontece quando você carrega um método? 58
Visualizar ou Editar o Método Ativo 59
Visualizar o Método Ativo 59
Editar um Método 61
Sinais da Saída do GC 62
Sinais analógicos 63
Sinais digitais 66
Compensação de coluna 69
Sinal de teste 70
Carregar um Método 72
Criar um Novo Método 73
Executar métodos pela touchscreen 74
Para injetar manualmente uma amostra com uma seringa e iniciar uma corrida 74
Para executar um método e processar uma única amostra utilizando um ALS 74
Para cancelar um método 75
O que é uma Sequência? 76
Erros recuperáveis 77

O que é um método?

Um método é o grupo de configurações necessárias para analisar uma amostra específica.

Como cada tipo de amostra reage de forma diferente no GC — algumas amostras exigem uma temperatura de coluna mais alta, outras exigem uma menor pressão do gás ou um detector diferente —, deve-se criar um método único para cada tipo específico de análise.

A touchscreen do GC Intuvo 9000 Agilent oferece acesso a um método único, denominado *Método Ativo*.

Esse método pode ser editado no GC através da touchscreen.

É possível criar e editar métodos adicionais usando o sistema de dados conectado. O sistema de dados conectado pode ser usado para mudar o método ativo no GC. Métodos criados em um sistema de dados conectado são armazenados pelo sistema de dados.

NOTA

O sistema de dados conectado pode ser usado para criar métodos suspender e despertar que serão armazenados no GC. Embora esses métodos não estejam sendo visualmente exibidos no GC, uma vez transferidos para o GC a partir do sistema de dados conectado, eles podem ser usados pela funcionalidade do agendador do GC. Consulte a "Conservação de Recurso" na página 150.

O que é salvo em um método?

Algumas das configurações salvas em um método definem como a amostra será processada quando o método for usado. Exemplos de configurações de método incluem:

- O programa de temperatura do caminho do fluxo
- O tipo de gás de arraste e de fluxos
- O tipo de detector e fluxos
- O tipo de injetor e fluxos
- O tipo de coluna
- O tempo para processar uma amostra

Os parâmetros de análise de dados e de relatórios também são armazenados em um método do sistema de dados Agilent, por exemplo, com o software OpenLAB CDS ou MassHunter. Esses parâmetros descrevem como interpretar o cromatograma gerado pela amostra e que tipo de relatório deve ser impresso. O GC não armazena análise de dados e configurações de relatório.

O método do GC também contém os setpoints do ALS. Consulte o manual *Instalação do ALS 7693 para o GC Intuvo 9000* para mais detalhes sobre os setpoints do ALS suportado:

- ALS GC 7650
- ALS GC 7693

Os parâmetros atuais do setpoint são salvos quando o GC é desligado, e carregados quando você liga novamente o instrumento.

O que acontece quando você carrega um método?

O GC Intuvo 9000 Agilent pode armazenar vários métodos. Apenas um método, chamado de Método Ativo, pode ser acessado pela touchscreen. (Às vezes, ele é chamado de método atual.) As configurações definidas neste método são as configurações que o GC está mantendo no momento.

Quando o método ativo é definido no sistema de dados ou quando o Método Ativo é editado no GC, os setpoints do Método Ativo são imediatamente substituídos pelos setpoints do método carregado.

- O método selecionado se torna o Método Ativo.
- O indicador Não Pronto do painel frontal do GC se acende e permanece aceso até que o GC atinja todas as configurações especificadas pelo método que acaba de se tornar o método ativo.

Visualizar ou Editar o Método Ativo

É possível visualizar e editar o Método Ativo na touchscreen do GC.

Visualizar o Método Ativo

Para visualizar os setpoints do Método Ativo:

Na touchscreen, toque em **Métodos**. A exibição Métodos aparece. Consulte a Figura 21.

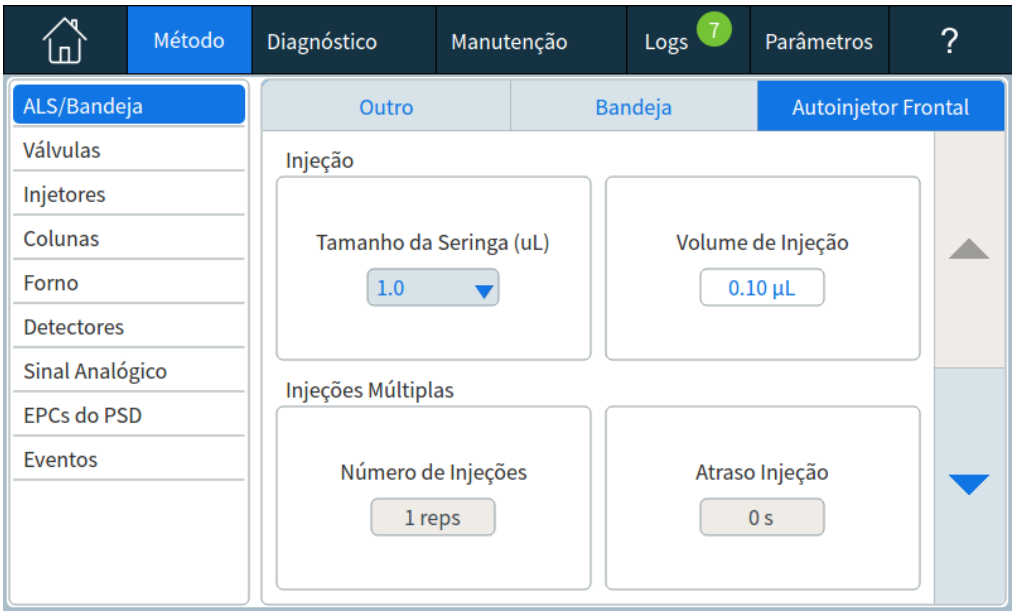


Figura 21 Exibição Métodos

O painel esquerdo lista os tipos de parâmetros, conforme mostrado na Figura 21. O painel direito mostra os parâmetros do tipo selecionado. Observe que os parâmetros exibidos dependem da configuração atual e de outras configurações de método. Os parâmetros parecem estar dinamicamente baseados em outras definições. Por exemplo, se estiver usando um injetor no modo sem divisor, você não verá uma configuração de taxa de divisão.

- **Válvulas**: Exibe uma lista de possíveis localizações da válvula, juntamente com seu tipo, posição, tempo de carga, tempo de injeção e se estão habilitados. A seleção Válvulas é sempre exibida independentemente da existência ou não de válvulas instaladas no GC.

- **ALS**: Exibe detalhes do amostrador instalado, incluindo todas as configurações disponíveis.
- **Injetores**: Exibe detalhes do injetor instalado, incluindo todas as configurações disponíveis, bem como as definições do aquecedor do chip de proteção e do aquecedor do "bus".
- **Colunas**: Exibe detalhes do modo de fluxo da coluna, tempo de equilíbrio, setpoints de pressão e fluxo e definições de rampa.
- **Forno**: Exibe detalhes do forno, incluindo temperatura de pós-corrida, configurações da rampa, tempo de equilíbrio e tempo pós-corrida.
- **Detectores**: Exibe as configurações dos detectores instalados, incluindo setpoints do aquecedor, fluxos de gás, configurações de correção de fluxo do gás de arraste e configurações específicas do detector.
- **Saída Analógica**: Exibe as configurações de saída analógica, incluindo tipos de sinal, intervalos, definições de zero e setpoints.
- **Eventos**: Mostra os eventos programados de tempo de corrida, como comutação de válvulas ou alterações de sinal.

Para fazer alterações ou visualizar parâmetros, toque no tipo de parâmetro no painel esquerdo, e visualize ou edite as configurações no painel direito.

Para retornar à exibição anterior, siga uma destas instruções:

- Pressione **Aplicar** para salvar as alterações feitas no Método Ativo no GC.
- Pressione **Fechar** para retornar à visualização anterior sem aplicar as alterações no GC.

Se você estiver utilizando um sistema de dados Agilent e desejar manter as alterações feitas, use o sistema de dados para carregar essas alterações no método do sistema de dados e salve-as, conforme necessário.

Editar um Método

O GC permite que você edite os métodos de duas formas:

- Edição padrão
- Edição instantânea

A edição padrão envolve fazer as alterações desejadas no Método Ativo e aplicá-las no GC. Isso é feito conforme descrito em “Visualizar o Método Ativo” na página 59.

Mudanças instantâneas são imediatamente aplicadas quando o valor de um parâmetro é alterado, sem a necessidade de aplicar as alterações no GC. A edição instantânea é disponibilizada quando você acessa um parâmetro de método na página do caminho do fluxo de visualização inicial. Consulte a “Página do caminho do fluxo” na página 43.

Sinais da Saída do GC

O sinal é a saída do GC para um dispositivo de manipulação de dados, analógico ou digital. Pode ser uma saída de detector ou a saída de sensores de fluxo, temperatura ou pressão. Dois canais de saída de sinal são fornecidos.

A saída de sinal pode ser analógica ou digital, dependendo do seu dispositivo de manipulação de dados. A saída analógica está disponível em qualquer uma das duas velocidades, adequada para picos com larguras mínimas de 0,004 minutos (taxa de dados rápida) ou 0,01 minutos (taxa normal). Os intervalos de saída analógica são 0 a 1 V e 0 a 10 V.

Para alterar as configurações de saída analógica, toque em **Método > Saída analógica**.

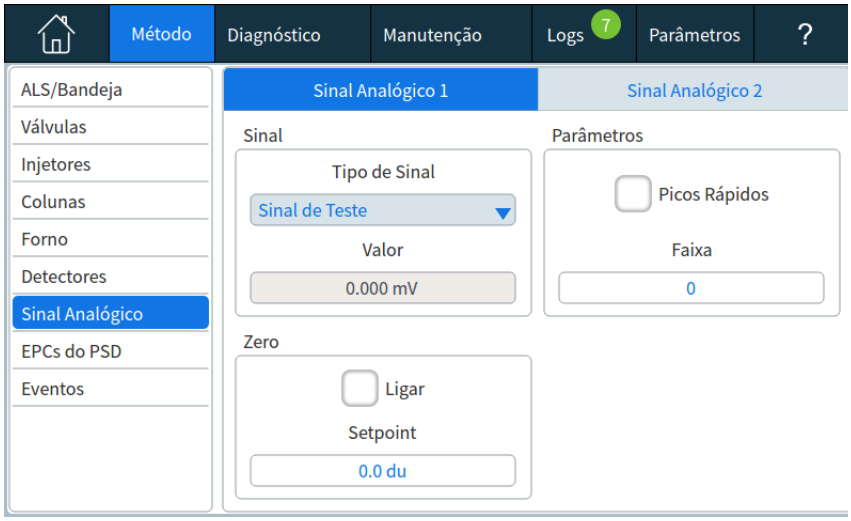


Figura 22 Configuração do método de saída analógica

As taxas de saída digital são definidas pelo seu sistema de dados Agilent, como o OpenLAB CDS ou o MassHunter Workstation.

Consulte Tabela 2 para ver as conversões das unidades mostradas no display do GC para as unidades, conforme mostrado nos sistemas de dados e integradores Agilent.

Tabela 2 Conversões de sinal

Tipos de sinal	1 unidade de exibição é equivalente a:
Detector:	
FID, NPD	1,0 pA (1,0 ´ 10-12 A)
FPD+	150 pA (150 ´10-12 A)
TCD	25 uV (2,5 ´ 10-5 V)
ECD	1 Hz
Placa de entrada analógica (usada para conectar o GC a um detector que não seja da Agilent)	15 µV
Não-detector:	
Térmico	1 °C
Pneumático:	
Fluxo	1 mL/min
Pressão	1 unidade de pressão (psi, bar ou kPa)
Diagnóstico	Misto, alguns sem escala

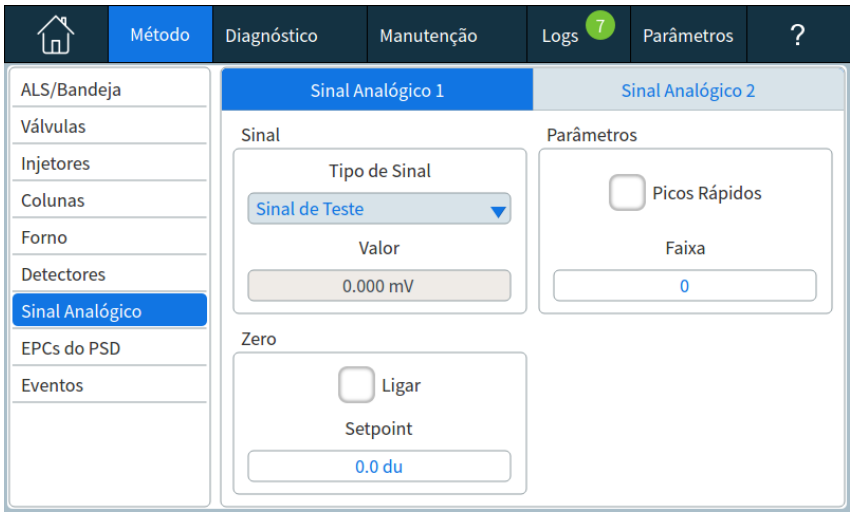
Ao emitir um sinal de pressão de coluna, o GC informa a pressão em unidades absolutas. Por exemplo, uma pressão de entrada de 68,9 kpa seria informada como 170,2 kpa.

Sinais analógicos

Se você utilizar um gravador analógico, talvez precise ajustar o sinal para deixá-lo utilizável. **Zero** e **Faixa**, na lista de parâmetros de sinal, servem para isso.

Zero analógico

Zero Subtrai o valor inserido da linha de base. Selecione **Ligar** para definir Zero no valor do sinal atual ou digite um número entre -500.000 e +500.000 como o setpoint para subtrair da linha de base.



Isso é usado para corrigir elevações ou offsets da linha de base. Uma aplicação comum é corrigir um deslocamento de linha de base que ocorra como resultado de uma operação de válvula. Após zerar, o sinal de saída analógico será igual à linha de **Valor** da lista de parâmetros, menos o setpoint **Zero**. **Zero** pode ser programado como um evento de tempo de corrida.

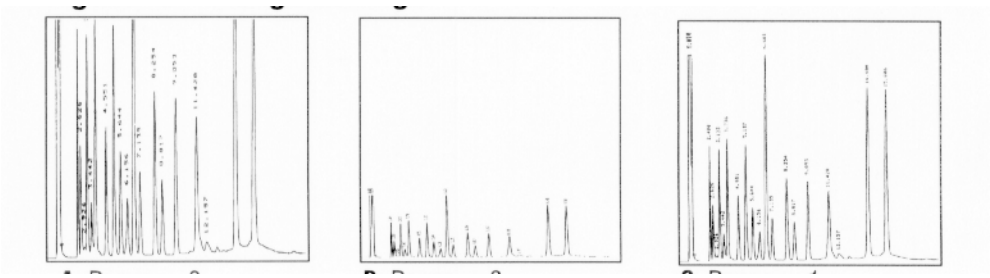
Faixa analógica

Faixa Dimensiona os dados vindo do detector.

Faixa também é conhecida como ganho, escala ou tamanho. Ela dimensiona os dados que vem do detector para os circuitos de sinal analógico, para evitar a sobrecarga nos circuitos (travamento). A **Faixa** dimensiona todos os sinais analógicos.

Se um cromatograma se parecer com A ou B na próxima figura, os dados precisam ser redimensionados (como em C) para que todos os picos fiquem visíveis no papel.

Os setpoints válidos vão de 0 a 13 e representam de 2^0 (=1) a 2^{13} (=8192). Alterar um setpoint por 1 muda a altura do cromatograma em múltiplos de 2. Os cromatogramas a seguir ilustram isso. Use o melhor valor possível para minimizar o erro de integração.



A: Faixa = 0 B: Faixa = 3 C: Faixa = 1

Existem limites para os parâmetros de alcance utilizáveis de alguns detectores. A tabela lista os setpoints de faixa válidos pelo detector.

Tabela 3 Limites de faixa

Detector	Parâmetros de faixa utilizáveis (2x)
FID	0 a 13
NPD	0 a 13
FPD+	0 a 13
TCD	0 a 6
ECD	0 a 6
Entrada analógica	0 a 7

A faixa pode ser executada no tempo programado.

Faixas de dados analógicos

Seu integrador ou gravador deve ser rápido o suficiente para processar os dados provenientes do GC. Caso não seja possível acompanhar o GC, os dados poderão ser danificados. Isso geralmente é exibido na forma de picos ampliados e perda de resolução.

A velocidade é medida em termos de largura de banda. Seu registrador ou integrador deverá ter uma largura de banda duas vezes maior que a do sinal que está sendo medido.

O GC permite que você opere em duas velocidades. A velocidade mais rápida permite larguras de pico mínimas de 0,004 minuto (largura de banda de 8 Hz), enquanto a velocidade padrão permite larguras de pico mínimas de 0,01 minuto (largura de banda de 1,6 Hz).

Se você usar o recurso picos rápidos, o integrador deverá operar em torno de 15 Hz.

Selecionar picos rápidos (saída analógica)

1 Selecione **Parâmetros** > **Configuração**.

2 Selecione **Saída Analógica**.

3 Marque a caixa de seleção ao lado de **Picos Rápidos**.

A Agilent não recomenda o uso de **Picos Rápidos** com um detector de condutividade térmica. Uma vez que os fluxos de gás mudam a 5 Hz, o ganho na largura do pico é compensado por um aumento de ruído.

Sinais digitais

O GC envia sinais digitais apenas para um sistema de dados Agilent. As discussões a seguir descrevem os recursos que afetam os dados enviados aos sistemas de dados, não os dados analógicos disponíveis aos integradores. Acesse esses recursos do sistema de dados. Esses recursos não podem ser acessados no touchscreen ou na interface do navegador do GC.

Sinal Zero

Disponível apenas em um sistema de dados Agilent.

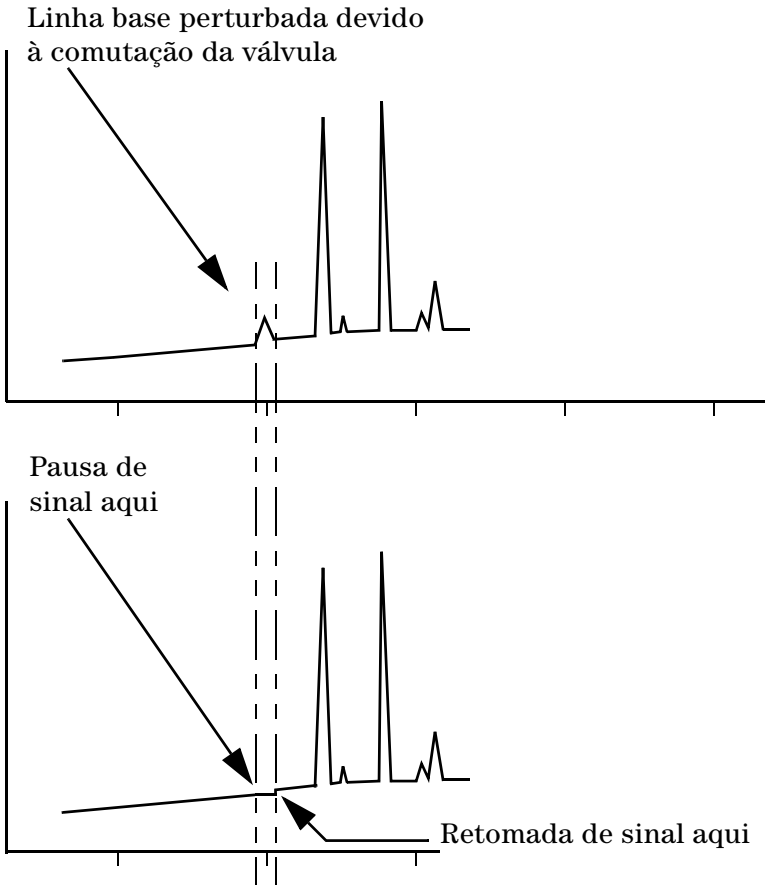
As saídas de sinal digital respondem a um comando zero subtraindo o nível do sinal no momento do comando de todos os valores futuros.

Congelamento e Retomada de Sinal

Disponível apenas em um sistema de dados Agilent.

Algumas operações de tempo de corrida, como a troca de atribuições de sinal ou a troca de uma válvula, podem causar problemas na linha base. Outros fatores podem causar transtornos de linha base também. O GC pode compensar isso pausando (congelando) o sinal em um determinado valor, usando esse valor de sinal por uma duração específica e, em seguida, retomando a saída de sinal normal.

Considere um sistema que usa uma válvula de alternância. Quando a válvula muda, ocorre uma anomalia na linha de base. Ao congelar e retomar o sinal, a anomalia pode ser removida para que o software de identificação e integração de pico funcione de maneira mais suave.



Taxas de dados com sistemas de dados Agilent

O GC pode processar dados em várias taxas de dados, cada uma correspondendo a uma largura mínima de pico. A tabela mostra o efeito da seleção da taxa de dados.

Tabela 4 Processamento de dados do sistema de dados Agilent

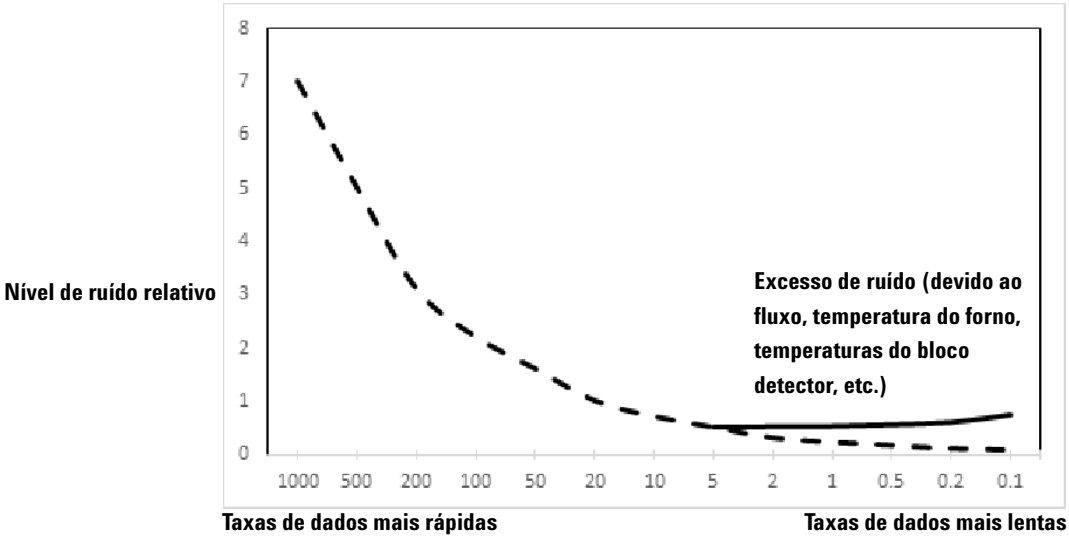
Taxa de dados, Hz	Largura mínima do pico, minutos	Ruído relativo	Detector	Tipo de coluna
1000	0,0002	6,96	FID/NPD	Narrow-bore, 0,05 mm
500	0,0004	5	FID/NPD	Narrow-bore, 0,05 mm
200	0,001	3,1	FID/FPD+/NPD	Narrow-bore, 0,05 mm
100	0,002	2,2	FID/FPD+/NPD	Capilar
50	0,004	1,6	ECD/FID/FPD+/NPD	↓
20	0,01	1	ECD/FID/FPD+/NPD	
10	0,02	0,7	ECD/FID/FPD+/NPD	
5	0,04	0,5	ECD/FID/FPD+/NPD/TCD	para
2	0,1	0,3	ECD	↓
1	0,2	0,22	ECD	
0,5	0,4	0,16	ECD	
0,2	1,0	0,10	ECD	
0,1	2,0	0,07	ECD	Lento empacotado

Você não pode alterar a taxa de dados durante uma corrida.

Você verá um ruído relativo mais alto nas taxas de amostragem mais rápidas. A duplicação da taxa de dados pode duplicar a altura do pico, enquanto o ruído relativo aumenta em 40%. Embora o ruído aumente, a relação sinal-ruído é melhor nas taxas mais rápidas.

Esse benefício só ocorre se a taxa original for muito baixa, levando ao aumento do pico e resolução reduzida. Sugerimos que as taxas sejam escolhidas de modo que o produto da taxa de dados e a largura do pico em segundos seja de 10 a 20.

A figura mostra a relação entre o ruído relativo e as taxas de dados. O ruído diminui à medida que a taxa de dados diminui até chegar a taxas de dados em torno de 5 Hz. À medida que a taxa de amostragem diminui, outros fatores, como o ruído térmico, aumentam os níveis de ruído.

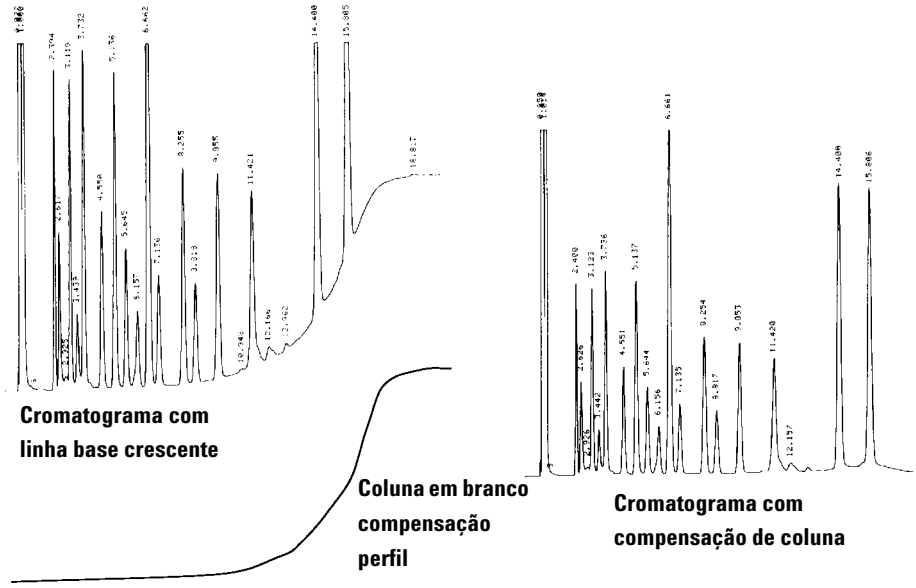


Compensação de coluna

Na análise de temperaturas programada, o sangramento da coluna aumenta conforme a temperatura do forno aumenta. Isso provoca um aumento da linha de base que torna a detecção de pico e a integração mais difícil. A compensação da coluna é corrigida para esse aumento da linha de base.

É realizada uma corrida de compensação de coluna sem nenhuma amostra injetada. O GC coleta um conjunto de pontos de dados de todos os quatro detectores quer estejam instalados, desligados ou em funcionamento. Se um detector não for instalado ou estiver desligado, essa parte do conjunto será preenchida com zeros.

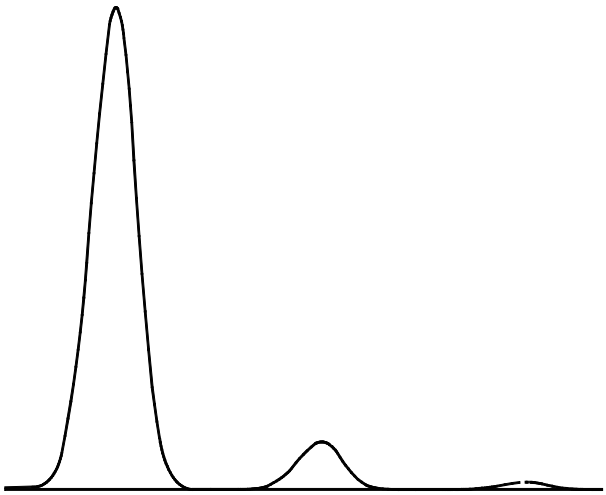
Cada conjunto define um conjunto de curvas, um para cada detector, que pode ser subtraído da corrida real para produzir uma linha de base plana. A figura a seguir ilustra o conceito.



Todas as condições devem ser idênticas na corrida de compensação da coluna e na corrida real. O mesmo detector e a mesma coluna devem ser usados, operando sob a mesma temperatura e as mesmas condições de fluxo de gás.

Sinal de teste

O **Sinal de teste** é um “cromatograma” gerado internamente que pode ser atribuído a um canal de saída de sinal. Consiste em três picos de repetição resolvidos na linha de base. A área do maior é de aproximadamente 1 V/s, a do meio é 0,1 vezes a maior e a menor é 0,01 vezes a maior.



O **Sinal de teste** pode ser usado para verificar a operação de dispositivos de processamento de dados externos sem ter que executar repetidas corridas cromatográficas. Também pode ser usado como um sinal estável para comparar os resultados de diferentes dispositivos de processamento de dados.

O Gráfico de Teste é a escolha padrão para as saídas analógicas. O sinal de teste também pode ser selecionado como um sinal digital ao usar a interface do navegador ou um sistema de dados.

Carregar um Método

O Método Ativo pode ser editado através da touchscreen do GC. Consulte a “Editar um Método” na página 61.

É possível criar e editar métodos adicionais em um sistema de dados conectado.

Você pode usar o sistema de dados conectado para definir o Método Ativo no GC.

Consulte a documentação do sistema de dados para detalhes sobre como definir o método ativo pelo sistema de dados conectado.

Criar um Novo Método

Não é possível criar novos métodos pela touchscreen do GC, mas você pode editar o método ativo.

Outros métodos podem ser criados e editados em um sistema de dados conectado ou pela interface do navegador.

Executar métodos pela touchscreen

Para injetar manualmente uma amostra com uma seringa e iniciar uma corrida

1. Prepare a seringa da amostra para injeção.
2. Defina o método desejado:
   - Se estiver conectado a um sistema de dados, você pode carregar o método desejado no GC. Consulte “Carregar um Método” na página 72.
   - Se estiver operando o GC de forma independente, você pode editar o Método Ativo conforme desejar. Consulte a “Editar um Método” na página 61.
3. Navegue até a tela **Início** e toque em **Prep Cor** . Consulte “Controles de corrida” na página 39 para mais informações.
4. Aguarde até que **Pronto** seja exibido.
5. Insira a agulha da seringa no septo até o final do injetor.
6. Simultaneamente, pressione o êmbolo da seringa para injetar a amostra e **Iniciar** .

Para executar um método e processar uma única amostra utilizando um ALS

1. Prepare a amostra para injeção.
2. Carregue o vial da amostra no local atribuído na torre ou bandeja do ALS.
3. Defina o método desejado:
   - Se estiver conectado a um sistema de dados, você pode carregar o método desejado no GC. Consulte “Carregar um Método” na página 72.
   - Se estiver operando o GC de forma independente, você pode editar o Método Ativo conforme desejar. Consulte a “Editar um Método” na página 61.
4. Navegue até a exibição **Início** e pressione **Iniciar** para iniciar a limpeza da seringa, o carregamento da amostra e o método de injeção da amostra do ALS. Depois de carregada na seringa, a amostra será injetada automaticamente quando o GC estiver em estado de prontidão. Consulte “Controles de corrida” na página 39 para mais informações.

Para cancelar um método

1 Toque em **Parar** ■.

2 Quando estiver pronto para retomar a execução das análises, defina o método desejado:

- Se estiver conectado a um sistema de dados, você pode carregar o método desejado no GC. Consulte “Carregar um Método” na página 72.
- Se estiver operando o GC de forma independente, você pode editar o Método Ativo conforme desejar. Consulte a “Editar um Método” na página 61.

O que é uma Sequência?

Uma sequência é uma lista de amostras a serem analisadas junto com o método a ser usado para cada análise.

É possível criar e editar sequências usando um sistema de dados conectado ou a interface do navegador.

Erros recuperáveis

Alguns tipos de erros, como um erro de vial faltando no ALS ou um erro de correspondência de tamanho do vial do amostrador headspace, podem nem sempre justificar interromper uma sequência inteira. Esses erros são chamados de *erros recuperáveis*, pois é possível se recuperar deles e continuar executando uma sequência, se desejado.

Ao usar um sistema de dados Agilent conectado, você pode controlar como o GC reagirá a esses tipos de erros. Se a sequência pausa ou não, se é completamente abortada, se continua com a próxima amostra e assim por diante é algo definido na sequência para cada tipo de erro recuperável.

Observe que o sistema de dados especifica apenas o que acontece com a corrida *seguinte* na sequência, não com a corrida *atual*, exceto quando definido para abortar imediatamente. (Nesse caso, a corrida atual e a sequência geralmente são abortadas.)

Por exemplo, pressionar o botão parar ■ na touchscreen do GC sempre interrompe a corrida em andamento. Entretanto, a sequência pode ser definida para continuar com a corrida seguinte, pausar ou abortar a sequência inteira.

Para detalhes sobre como esse recurso funciona no seu sistema de dados, consulte esta ajuda e a documentação.

5
Diagnósticos

Sobre Diagnósticos 80
Relatório de integridade do sistema 80
Testes automatizados 81
Usar a exibição Diagnósticos 82
Realizar Testes de Diagnóstico 84

Sobre Diagnósticos

O GC fornece recursos de diagnóstico para injetores, detectores e outros componentes instalados. Dentre eles, testes realizados pelo operador e testes automatizados, que são realizados pelo GC sem a intervenção do operador.

A exibição Diagnósticos fornece acesso ao operador que iniciou os testes de diagnóstico.

Além disso, a exibição fornece uma lista de todos os alertas atuais e o relatório de integridade do sistema. Consulte a Figura 23.

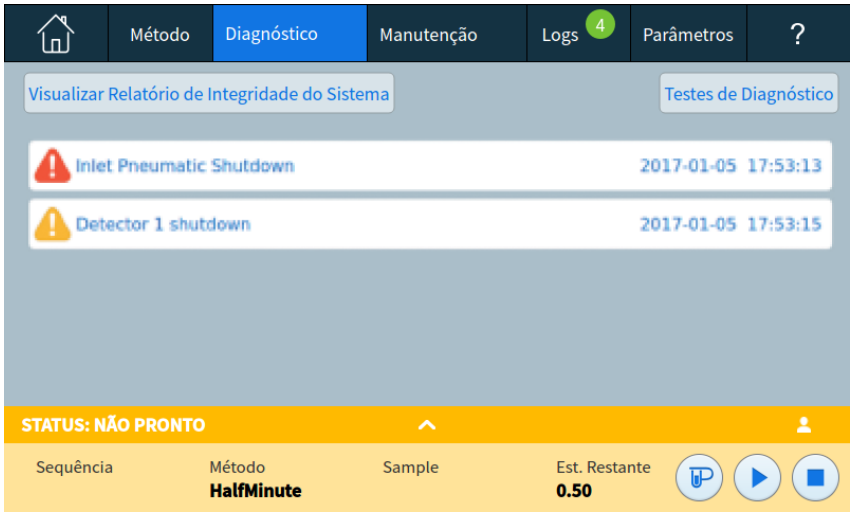


Figura 23 Exibição Diagnósticos

Relatório de integridade do sistema

Para acessar o Relatório de integridade do sistema:

1. Pressione **Configurações**.
2. Pressione **Sobre**.
3. Pressione **Exibir Relatório de integridade do sistema**.
   O relatório de integridade do sistema aparece.

O relatório de integridade do sistema contém os seguintes tipos de informações:

- Informações do Sistema
- Detalhes de Configuração do Sistema
- Condições do Instrumento Ativo
- Detalhes da Coluna

- Detalhes do Feedback de Manutenção Antecipada
- Resultados dos Testes de Diagnóstico
- Informações da Rede
- Informações de Instantâneos de Status

Testes automatizados

O GC realiza testes contínuos e automatizados dos seguintes itens. Se ocorrer uma falha, aparecerá um alerta no GC e será feita uma entrada no log apropriado.

Detector:

- Tensão de suprimento
- Referências do ADC (conversor analógico para digital)
- Extinção da chama do FID
- Abertura/curto da pérola do NPD
- Abertura/curto do ignitor
- Curto do coletor

EPC (Controle Pneumático Eletrônico)

Referências do ADC (conversor analógico para digital)

Movimentos do atuador

Térmico:

- Abertura/curto do sensor
- Aquecedor ausente
- Aquecedor errado
- Corrente do aquecedor:
  - Quiescente
  - Vazamento

Configuração não coincidente

Usar a exibição Diagnósticos

Para usar a exibição Diagnósticos:

1 Na touchscreen, toque em **Diagnósticos**. A exibição Diagnósticos aparece. Consulte a Figura 23. A exibição fornece uma lista com todos os alertas atuais.

2 Pressione **Testes de Diagnóstico**. A página Testes de Diagnóstico aparece.

Figura 24 Página Testes de Diagnóstico

3 Pressione **Injetores** ou **Detectores**, conforme desejar. A página correspondente aparecerá. Por exemplo, pressionar **Injetores** faz a página Testes de Diagnóstico de Injetores aparecer. Consulte a Figura 25.

Figura 25 Página Testes de Diagnóstico de Injetores

Realizar Testes de Diagnóstico

Para realizar um teste de diagnóstico:

1 Acesse o teste desejado na exibição Diagnósticos. Consulte a “Usar a exibição Diagnósticos” na página 82.

2 Pressione o teste desejado. A página de teste correspondente aparece. A página de teste contém uma descrição do teste e uma indicação do parâmetro que está sendo testado. Consulte a Figura 26.

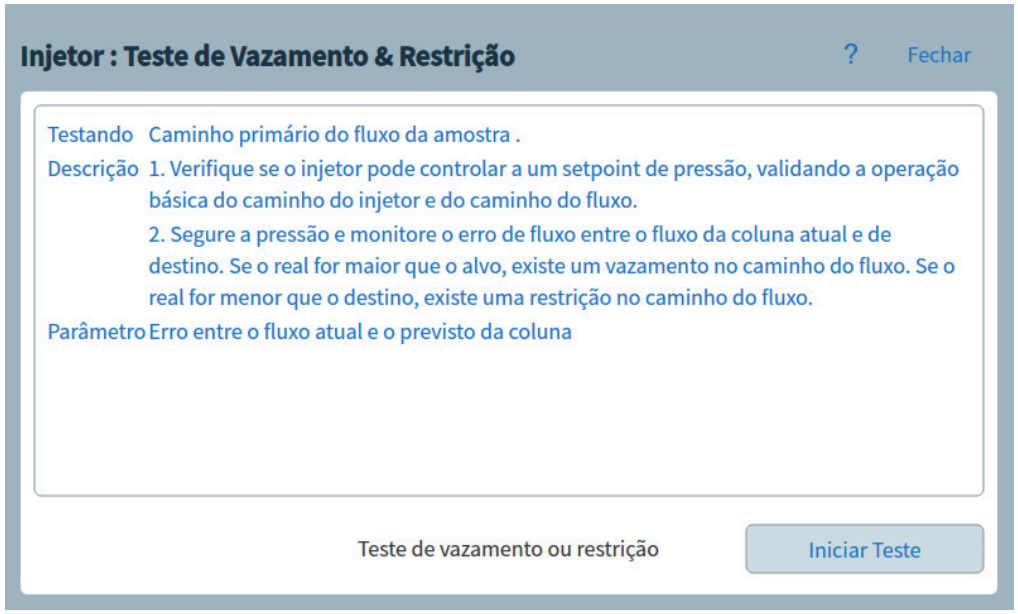


Figura 26 Página Teste de Vazamento e Restrição

3 Pressione **Iniciar Teste**. O teste é iniciado. Os detalhes do teste são exibidos juntamente com os resultados do teste. Consulte a Figura 27.

Figura 27 Página Teste de Vazamento e Restrição

O teste em execução no momento pode ser abortado pressionando-se **Cancelar**. É exibida uma caixa de diálogo que permite que você confirme que deseja cancelar o teste. Consulte a Figura 28.

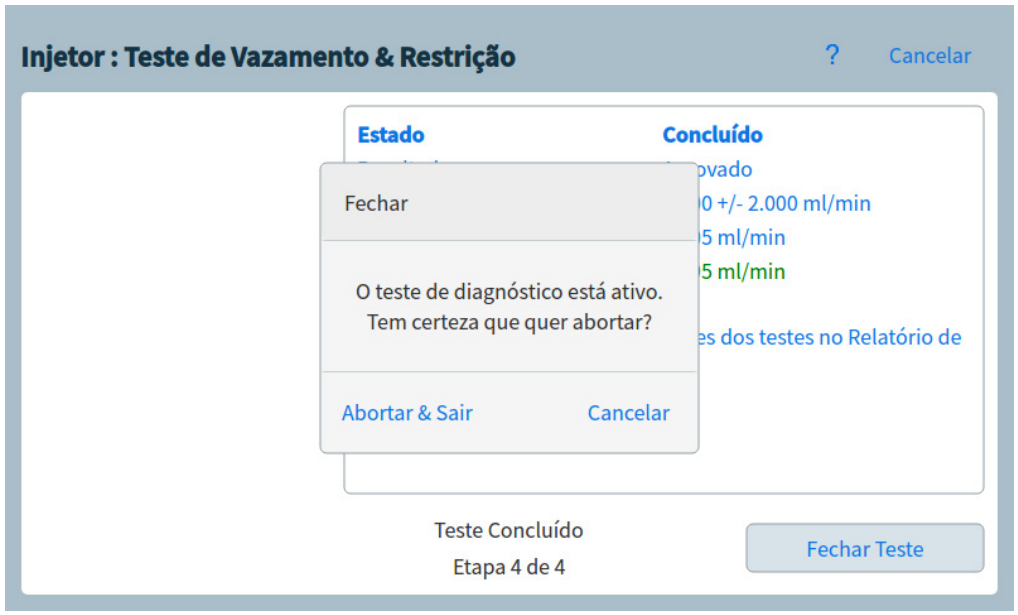


Figura 28 Caixa de diálogo Abortar

6
Feedback de Manutenção Antecipada

Feedback de Manutenção Antecipada 88
Tipos de contadores 88
Thresholds 88
Thresholds Padrão 90
Contadores Disponíveis 91
Visualizar Contadores de Manutenção 95
Para Habilitar, Redefinir ou Modificar um Limite para o Contador EMF 96
Contadores do EMF para Amostradores Automáticos 98
Contadores para ALS 7693A e 7650 com firmware habilitado para EMF 98
Contadores do ALS com firmware anterior 98
Contadores EMF para Instrumentos MS 99

Esta seção descreve os recursos do Feedback de Manutenção Antecipada, disponível no GC Agilent Intuvo 9000.

Feedback de Manutenção Antecipada

O GC disponibiliza contadores baseados em injeção, corrida e tempo para diversos materiais de consumo e peças de manutenção, bem como para o próprio instrumento. Utilize esses contadores para acompanhar a utilização dos itens, para que seja possível substitui-los ou recondicioná-los antes do potencial desgaste, que causa impacto nos resultados cromatográficos.

Se um sistema de dados Agilent for utilizado, esses contadores podem ser definidos e redefinidos por meio do sistema de dados.

Tipos de contadores

Os contadores são fornecidos para injeções, corridas e tempo. Cada tipo é descrito abaixo.

Os contadores de **injeção** aumentam sempre que uma injeção ocorre no GC por meio do autoinjetor do ALS, do amostrador headspace ou da válvula de amostra. As injeções manuais não aumentam o contador. O GC aumenta apenas os contadores associados ao caminho do fluxo de injeção.

Os contadores de **corrida** aumentam de acordo com o número de corridas realizadas no GC.

Os contadores de **tempo** aumentam de acordo com o relógio do GC. A alteração do relógio do GC modifica a duração dos materiais de consumo monitorados.

Thresholds

O recurso EMF oferece dois thresholds de alerta: **Vencimento do Serviço** e **Alerta de Serviço**. Quando algum threshold é ultrapassado, é exibida uma indicação no botão **Manutenção** da faixa da touchscreen do GC.

Pressionar o botão **Manutenção** faz a tela Manutenção ser exibida. Consulte a Figura 29.

Figura 29 Exibição Manutenção

As seleções estão disponíveis para qualquer um dos componentes instalados.

Dois thresholds são configuráveis para qualquer um dos itens:

- **Vencimento do Serviço**: Quando o contador excede esse número de injeções, corridas ou dias, é exibido um ícone vermelho de alerta no botão correspondente, e uma entrada é feita no **Registro de Manutenção**.
- **Alerta de Serviço**: Quando o contador excede esse número de injeções ou dias, é exibido um ícone laranja de alerta no botão correspondente, indicando que o componente precisará de manutenção em breve.

Ambos os thresholds são definidos independentemente um do outro. Você pode habilitar um ou ambos, como desejar. O limite do **Prazo de Manutenção** deve ser maior do que o limite de **Aviso de Manutenção**.

Thresholds Padrão

Os contadores selecionados têm thresholds padrão usados como pontos de partida.

Caso queira alterar um limite padrão, insira um limite conservador com base em sua experiência. Utilize a função de aviso para ser alertado quando o serviço estiver se aproximando, em seguida, monitore a performance para determinar se o threshold de **Serviço Vencido** é muito alto ou muito baixo.

Em qualquer contador EMF, você pode precisar ajustar os valores de threshold com base na demanda de seus aplicativos.

Contadores Disponíveis

A Tabela 5 lista os contadores mais comuns disponíveis. Os contadores disponíveis variarão com base nas opções e nos materiais de consumo instalados do GC.

Tabela 5 Contadores EMF comuns

Componente do GC	Partes com um contador	Tipo	Valor padrão de alerta de serviço	Valor Padrão do Prazo de Manutenção
Injetores				
SSL	Septo	Número de injeções	160	200
	Liner	Número de injeções	160	200
	O-ring do Liner	Número de injeções	800	1000
	Trap do split vent	Número de injeções	8.000	10.000
	O-ring da tubulação superior	Número de injeções	8.000	10.000
	Liner	Tempo	24 dias	30 dias
	O-ring	Tempo	48 dias	60 dias
	Trap do split vent	Tempo	148 dias	185 dias
	O-ring da entrada da tubulação superior	Tempo	48 dias	60 dias
	Chip de proteção	Número de injeções	80	100
	Chip de proteção	Tempo	72 dias	90 dias
MMI	Liner	Número de injeções		200
	Liner	Tempo		30 dias
	O-ring do Liner	Número de injeções		1000
	O-ring do Liner	Tempo		60 dias
	Septo	Número de injeções		200
	Trap do split vent	Número de injeções		10.000
	Trap do split vent	Tempo		6 meses
	Ciclos de refrigeração	Número de injeções		
	Selo inferior limpo	Número de injeções		1000
Colunas				
	Injeções na coluna	Número de injeções	200.000	250.000
	Contador de corridas	Número de corridas	200.000	250.000

Tabela 5 Contadores EMF comuns (cont.)

Componente do GC	Partes com um contador	Tipo	Valor padrão de alerta de serviço	Valor Padrão do Prazo de Manutenção
	Tempo gasto acima da temperatura máxima de programação	Tempo	20 dias	25 dias
	Tempo gasto acima da temperatura máxima de programação	Tempo	20 dias	25 dias
	Temperatura máx. aplicada	Graus C	360	450
	Tempo lig.	Tempo	388,2 dias	485,25 dias
	Atuações	Ciclos	200.000	250.000
Chips de Fluxo Intuvo ("Bus")				
	Injeções	Número de injeções	200.000	250.000
	Contador de corridas	Número de corridas	200.000	250.000
	Tempo gasto acima da temperatura máxima de programação	Tempo	20 dias	25 dias
	Temperatura máx. aplicada	Graus C	360	450
	Tempo lig.	Tempo	388,2 dias	485,25 dias
Detectores				
FID	Coletor montado	Número de injeções	200.000	250.000
	Jet	Número de injeções	200.000	250.000
	Ignições do sistema de ignição	Número de tentativas de ignição	200.000	250.000
	"Tail" do detector	Número de injeções	200.000	250.000
	"Tail" do detector	Tempo	148 dias	185 dias
TCD	Solenoide de mudança	Tempo lig.		
	Filamento - tempo lig.	Tempo lig.		
	"Tail" do detector	Número de injeções	200.000	250.000
	"Tail" do detector	Tempo	148 dias	185 dias
ECD	Hora desde o teste de Wipe	Tempo lig.		6 meses
	"Tail" do detector	Número de injeções	200.000	250.000
	"Tail" do detector	Tempo	148 dias	185 dias

Tabela 5 Contadores EMF comuns (cont.)

Componente do GC	Partes com um contador	Tipo	Valor padrão de alerta de serviço	Valor Padrão do Prazo de Manutenção
NPD	Pérola	Número de injeções		
	Cerâmica	Número de injeções		
	Offset da linha de base da pérola	Valor pA		
	Corrente da pérola aplicada	Corrente		
	Corrente integral da Pérola	Valor pA-seg		
	Pérola - tempo lig.	Tempo lig.		Pérola Blos: 2400 h
	"Tail" do detector	Número de injeções	200.000	250.000
	"Tail" do detector	Tempo	148 dias	185 dias
FPD+	PMT	Número de injeções		
	PMT	Tempo lig.		6 meses
	"Tail" do detector	Número de injeções	200.000	250.000
	"Tail" do detector	Tempo	148 dias	185 dias
Válvulas				
Válvula	Rotor	Ativações (número de injeções)		
	Temperatura máxima	Valor		
Instrumento				
Instrumento	Instrumento dentro do tempo	Tempo	730 dias	912,5 dias
	Contagem de corridas do instrumento	Número de corridas	200.000	250.000
	Manutenção do filtro de gás	Tempo	148 dias	185 dias
	Utilização de disco	Porcentagem	68%	85%
	Tempo das corridas do instrumento	Tempo	730 dias	912,5 dias
Autoinjetores do ALS				
ALS	Seringa	Número de injeções		800
	Seringa	Tempo		2 meses
	Agulha	Número de injeções		800

Tabela 5 Contadores EMF comuns (cont.)

Componente do GC	Partes com um contador	Tipo	Valor padrão de alerta de serviço	Valor Padrão do Prazo de Manutenção
	Movimentações do êmbolo	Valor		6000
Espectrômetros de massa				
Espectrômetro de massa	Bomba	Tempo (dias)		1 ano
	Filamento 1	Tempo (dias)		1 ano
	Filamento 2	Tempo (dias)		1 ano
	Fonte (tempo desde a última limpeza)	Tempo (dias)		1 ano
	EMV no último ajuste	V		2600

Visualizar Contadores de Manutenção

Para visualizar os contadores de manutenção:

1 Pressione o botão **Manutenção** na faixa da touchscreen do GC. A tela Manutenção é exibida. Consulte a Figura 29 na página 89.

2 Pressione o tipo de componente desejado na touchscreen do GC. A página Manutenção selecionada é exibida. A coluna Status exibe o contador do componente correspondente. Consulte a Figura 30.

Figura 30 Página Manutenção do Detector

3 Role para ver componentes adicionais, conforme aplicável.

Para Habilitar, Redefinir ou Modificar um Limite para o Contador EMF

Ao utilizar o GC sem um sistema de dados, habilite ou modifique o limite de um contador da seguinte maneira:

1 Localize o contador que deseja alterar. Consulte “Visualizar Contadores de Manutenção” na página 95.

2 Pressione a lista Componente do contador que deseja alterar. A caixa de diálogo Configurações do componente selecionado aparece. Consulte a Figura 31.

Figura 31 Caixa de diálogo Configurações

3 Para redefinir o contador:

NOTA Os contadores não podem ser redefinidos para os itens que possuem chaves SmartID anexadas. Isso inclui chips de fluxo, colunas e assim por diante. Os dados do contador são armazenados na chave SmartID para cada componente e não podem ser modificados manualmente.

a Pressione **Redefinir Contador**. Uma caixa de diálogo de confirmação será exibida.

b Pressione **Sim**. A caixa de diálogo de confirmação é fechada.

4 Para modificar um threshold:

   a Pressione a entrada do threshold. Uma caixa de diálogo de entrada de dados será exibida.

   b Insira o valor desejado. Consulte “Thresholds Padrão” na página 90.

   c Pressione **Aplicar**. A caixa de diálogo é fechada. O valor inserido é exibido no campo correspondente.

5 Para habilitar ou desabilitar um alerta, marque ou desmarque a opção **Habilitar** do contador correspondente.

6 Pressione **Aplicar**. A caixa de diálogo Configurações é fechada.

Contadores do EMF para Amostradores Automáticos

O GC oferece acesso aos contadores de um amostrador automático instalado. A funcionalidade dos contadores do ALS depende do modelo de ALS e da versão do firmware. Em todos os casos, o GC exibe o status do contador EMF e permite que você habilite, desabilite e redefina os contadores usando a touchscreen do GC.

Contadores para ALS 7693A e 7650 com firmware habilitado para EMF

Se você estiver utilizando um autoinjetor Agilent 7693 com versão de firmware G4513A.10.8 (ou superior) ou um autoinjetor 7650 com versão de firmware G4567A.10.2 (ou superior), cada autoinjetor rastreará independentemente seus contadores EMF.

- Os contadores do autoinjetor aumentarão à medida que o autoinjetor for utilizado em qualquer GC da série Intuvo 9000 Agilent. Você pode modificar as posições no mesmo GC ou instalar o autoinjetor em um GC diferente sem perder os dados do contador ALS atual.
- O ALS relatará um limite excedido apenas quando montado em um GC da série Intuvo 9000.

Contadores do ALS com firmware anterior

Se você estiver utilizando um autoinjetor 7693 ou 7650 com firmware anterior, o GC monitorará os contadores desse autoinjetor. O GC utiliza o número de série do autoinjetor para distinguir entre os autoinjetores instalados.

Toda vez que o GC detectar um novo autoinjetor (um modelo diferente ou número de série diferente), o GC reiniciará os contadores do ALS do novo autoinjetor.

Contadores EMF para Instrumentos MS

Quando configurado para um MS Agilent que suporta comunicações avançadas (como um MSD série 5977 ou MS Triplo Quadrupolo 7000C), o GC relata os contadores EMF, conforme monitorados pelo MS. O MS oferece seu próprio rastreamento de EMF.

Quando conectado a um modelo anterior de MS (por exemplo, um MSD série 5975 ou MS 7000B), o GC rastreia os contadores do MS. O MS não oferece rastreamento de EMF próprio.

7
Logs

Exibição de Logs 102

Esta seção descreve os recursos de log disponíveis no GC Agilent Intuvo 9000.

Exibição de Logs

A exibição de Logs disponibiliza listas de eventos do GC, dentre eles, eventos de manutenção, eventos de corridas, sequências corridas e eventos do sistema, classificados por data/hora. O log de sequências corridas inclui as sequências corridas usando a interface do navegador, não as sequências corridas com o sistema de dados. Consulte a Figura 32.

Figura 32 Exibição de Logs

Pressionar um dos botões da exibição de Logs faz a página de logs correspondente aparecer. Consulte a Figura 33.

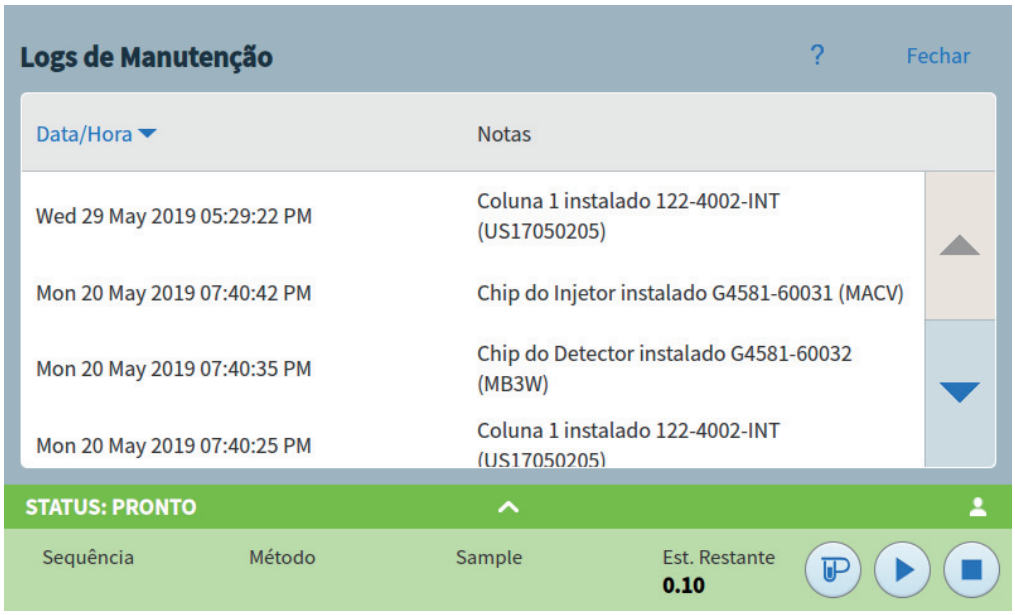


Figura 33 Página Logs de Manutenção

Os itens do log Manutenção e Sistema são classificados por data e hora. Para os itens do log Corrida, é utilizado o tempo relativo (desde o início da corrida).

Use os botões de rolagem para rolar pelas entradas do log.

Pressione **Cancelar** para retornar à exibição de Logs.

8
Parâmetros

Sobre Parâmetros 106
Modo de Manutenção 108
Redefinir itens do sistema 110
.Sobre este GC 112
Calibração 113
Manutenção da calibração do EPC — injetores, detectores, PCM e AUX 114
Para zerar um fluxo específico ou sensor de pressão 115
Parâmetros do Sistema 116
Configurar o endereço IP para o GC 117
Para definir a data e a hora do sistema 118
Para alterar a localidade do sistema 119
Para configurar os recursos de economia de energia do sistema 120
Para acessar dados de corrida armazenados 121
Para controlar o acesso à interface do navegador 122
Para alterar as configurações do remote advisor 124
Para executar a rotina de configuração do sistema 127
Opções de Energia 131

Sobre Parâmetros

A exibição dos Parâmetros fornece acesso a configurações gerais e configurações do sistema do GC.

Pressionar **Parâmetros** na faixa de controle da touchscreen faz a exibição Parâmetros aparecer. Consulte a Figura 34.

Figura 34 Exibição dos Parâmetros

- Pressione **Configuração** para acessar as configurações do GC. (Consulte "Configuração" na página 133).
- Pressione **Agendador** para acessar as configurações de Agenda de Instrumentos do GC. (Consulte "Conservação de Recurso" na página 149).
- Pressione **Modo de Manutenção** para acessar as configurações do modo de serviço do GC. (Consulte "Modo de Manutenção" na página 108).
- Pressione **Sobre** para ver informações sobre este GC.
- Pressione **Calibração** para acessar as funções de calibração. (Consulte "Calibração" na página 113).
- Pressione **Configurações do Sistema** para acessar as configurações do sistema do GC, incluindo a configuração do endereço de rede, data e hora do sistema, configurações da touchscreen, informações de configuração do sistema etc. (Consulte "Parâmetros do Sistema" na página 116).

- Pressione **Ferramentas** para acessar as página Ferramentas. (Consulte “Ferramentas” na página 129).
- Pressione **Liga/Desliga** para acessar a caixa de diálogo Liga/Desliga. (Consulte “Opções de Energia” na página 131).

Modo de Manutenção

O recurso Modo de Manutenção permite que você visualize os detalhes dos componentes do sistema instalados no GC. Isso inclui números de série, versões de firmware, tensões, correntes, temperaturas etc.

NOTA O GC precisa ser conectado à Internet para verificar se há atualizações de firmware disponíveis e instalá-las.

Para verificar a versão atual do firmware e verificar e instalar versões atualizadas:

1. Pressione **Parâmetros** na faixa de controle da touchscreen. A exibição dos Parâmetros aparece. Consulte a Figura 34 na página 106.
2. Pressione **Modo de Manutenção**. A página Modo de Manutenção é exibida. Consulte a Figura 35.

Figura 35 Página Modo de Manutenção

NOTA O link **Recursos Avançados** deve ser usado apenas pelo pessoal de manutenção da Agilent.

3 Selecione o tipo de componente desejado pressionando o botão correspondente. A página Modo de Manutenção do componente selecionado aparece. Consulte a Figura 36.

Figura 36 Página Modo de Manutenção do Instrumento

4 Utilize os botões de seleção de página no lado esquerdo da página para exibir informações funcionais relacionadas.

Redefinir itens do sistema

Certos itens, tais como as definições de configuração, os padrões da IU e os dados das corridas, podem ser redefinidos.

NOTA Não é possível redefinir itens do sistema pela interface do navegador. Use a touchscreen do GC para executar essas funções.

Redefina os itens conforme o necessário. Limpar dados ou configurações do GC também limpa essas informações da interface de usuário do navegador. **As mudanças são permanentes e não podem ser desfeitas.**

1 Na página Configurações do Sistema, pressione o botão de seleção de página **Redefinir**. A página Redefinir é exibida. Consulte a Figura 37.

Figura 37 Página Redefinir

2 Pressione o item a ser apagado ou redefinido. Uma caixa de diálogo de confirmação será exibida.

Limpar Definições de Configurações: Restaura todas as configurações ao padrão de fábrica (tipos de gases, endereço IP, zerar fluxo automaticamente e similares).

Limpar Métodos do Usuário: Limpa todos os métodos de usuário armazenados no GC e na interface de usuário do navegador.

Limpar Informações do Sistema: Limpa os dados e logs relacionados a Diagnóstico, Manutenção e EMF acessados pela guia Logs.

Limpar Logs do Sistema: Limpa todos os logs de instrumentos internos.

Restaurar Padrões de IU: Reverte todas as configurações de touchscreen para o padrão de fábrica.

Redefinição de Fábrica: Exclui todos os dados salvos, incluindo dados de corrida, dados de uso, logs, configurações, sequências e métodos da interface do navegador e similares, além de definir o instrumento para um estado sem configuração.

3 Pressione **OK**. A caixa de diálogo é fechada. Os itens selecionados são apagados ou redefinidos, conforme aplicável.

.Sobre este GC

O recurso Sobre permite que você veja detalhes sobre o GC.

A tela Sobre contém a data de fabricação do GC, o número de série, a revisão do firmware, a ajuda e a revisão de informações.

Para acessar a função Sobre:

1 Pressione **Parâmetros** na faixa de controle da touchscreen. A exibição dos Parâmetros aparece. Consulte a Figura 34 na página 106.

2 Pressione **Sobre**. A página Sobre é exibida. Consulte a Figura 38.

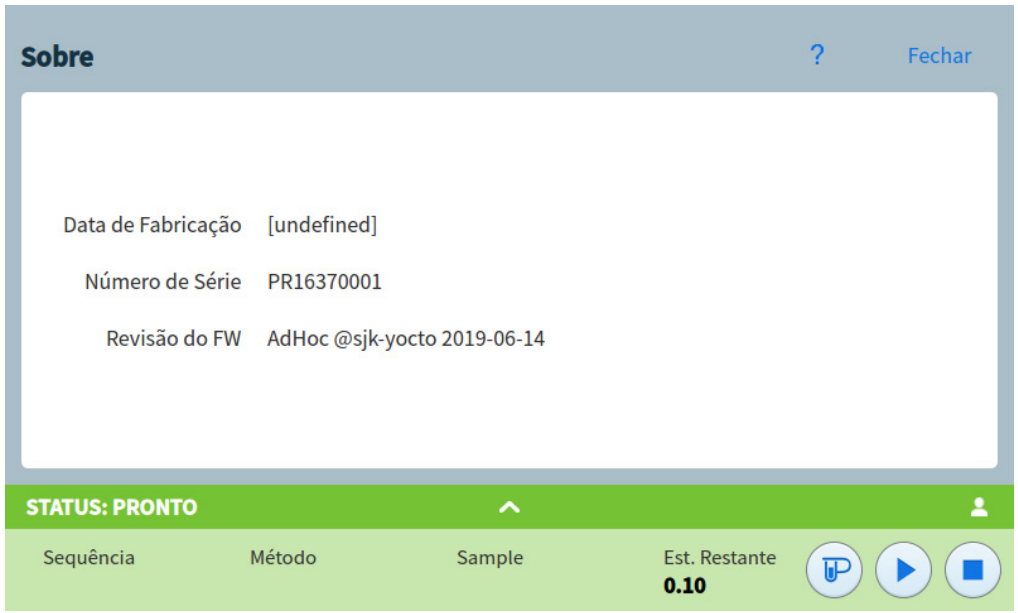


Figura 38 Página Sobre

3 Pressione **Cancelar** na página Sobre para retornar à exibição dos Parâmetros.

Calibração

A calibração permite que você ajuste os seguintes itens (quando disponíveis):

- Injetores
- Forno
- Detectores

Para acessar a função Calibração:

1 Pressione **Parâmetros** na faixa de controle da touchscreen. A exibição dos Parâmetros aparece. Consulte a Figura 34 na página 106.

2 Pressione **Calibração**. A página Calibração é exibida. Consulte a Figura 39.

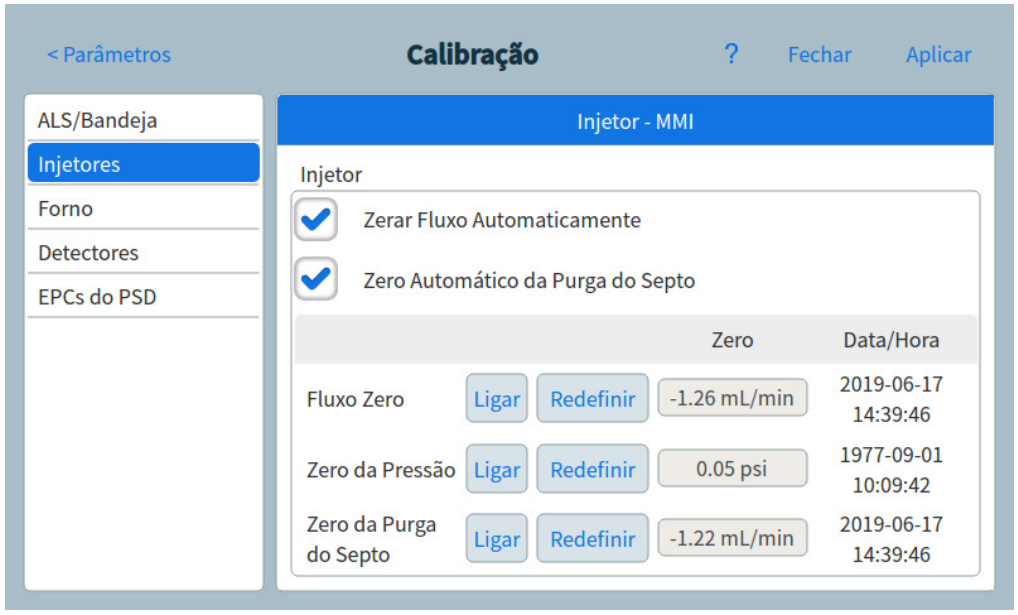


Figura 39 Página Calibração

3 Utilize os botões de seleção de página no lado esquerdo da página para exibir informações funcionais relacionadas.

4 Faça alterações nas configurações de calibração, conforme desejar. Veja "Manutenção da calibração do EPC – injetores, detectores, PCM e AUX" na página 114 e "Para zerar um fluxo específico ou sensor de pressão" na página 115, para mais informações.

5 Pressione **Aplicar**. As alterações inseridas são salvas no GC.

Manutenção da calibração do EPC — injetores, detectores, PCM e AUX

Os módulos de controle de gás EPC contêm sensores de fluxo e/ou de pressão que são calibrados na fábrica. A sensibilidade (slope da curva) é bastante estável, mas zerar o offset requer atualização periódica.

Sensores de fluxo

Os injetores MMI e com divisor/sem divisor utilizam sensores de fluxo. Se a função **Fluxo zero automático** estiver ativa, eles serão zerados automaticamente após cada corrida. Essa é a configuração recomendada. Eles também podem ser zerados manualmente –veja "Para zerar um fluxo específico ou sensor de pressão" na página 115".

Sensores de pressão

Todos os módulos de controle EPC utilizam sensores de pressão. Eles precisam ser zerados individualmente. Não há zero automático para sensores de pressão.

Fluxo Zero Automático

Fluxo Zero Automático é uma opção de calibração útil. Quando selecionada, após o fim de uma corrida, o GC desativa o fluxo de gases de um injetor, aguarda até que o fluxo chegue a zero, mede e armazena a saída do sensor de fluxo e liga o gás novamente. Isto leva mais ou menos dois segundos. A saída zero é usada para corrigir medições futuras de fluxo.

Purga do septo com zero automático

Similar ao **Fluxo zero automático**, mas para o fluxo de purga do septo.

Condições de zero

Os sensores de fluxo são zerados com o gás de arraste conectado e fluindo.

Os sensores de pressão são zerados com a tubulação de fornecimento de gás desconectada do módulo de controle de gás.

Intervalos de zero

Tabela 6 Intervalos de Zero do Sensor de Fluxo e Pressão

Tipo de sensor	Tipo de módulo	Intervalos de zero
Fluxo	Todos	Utilize auto flow zero e/ou auto zero da purga do septo
Pressão	Injetores	
	Colunas capilares pequenas (di 0,32 mm ou menos)	A cada 12 meses
	Colunas capilares grandes (di > 0,32 mm)	Em três meses, em seis meses e então a cada 12 meses
	Canais auxiliares	A cada 12 meses
	Gases do detector	A cada 12 meses

Para zerar um fluxo específico ou sensor de pressão

1. Para **Sensores de fluxo**. Verifique se o gás está conectado e fluindo (ligado).
2. Para **Sensores de pressão**. Desconecte a linha de suprimento de gás na parte de trás do GC. Desligá-la não é adequado; a válvula pode vazar.
3. Reconecte qualquer tubo de gás desconectado na etapa anterior e reabilite os fluxos de operação.

Parâmetros do Sistema

Os parâmetros do sistema incluem a definição do endereço de rede, a data e o horário do sistema, o tema da touchscreen, o espaço em disco e as configurações de dados, a definição de local, as informações de configuração de sistema e as configurações de parâmetro de status.

Para acessar os parâmetros do sistema:

1 Pressione **Parâmetros** na faixa de controle da touchscreen. A exibição dos Parâmetros aparece. Consulte a Figura 34 na página 106.

2 Pressione **Parâmetros do Sistema**. A página Parâmetros do Sistema é exibida. Consulte a Figura 40.

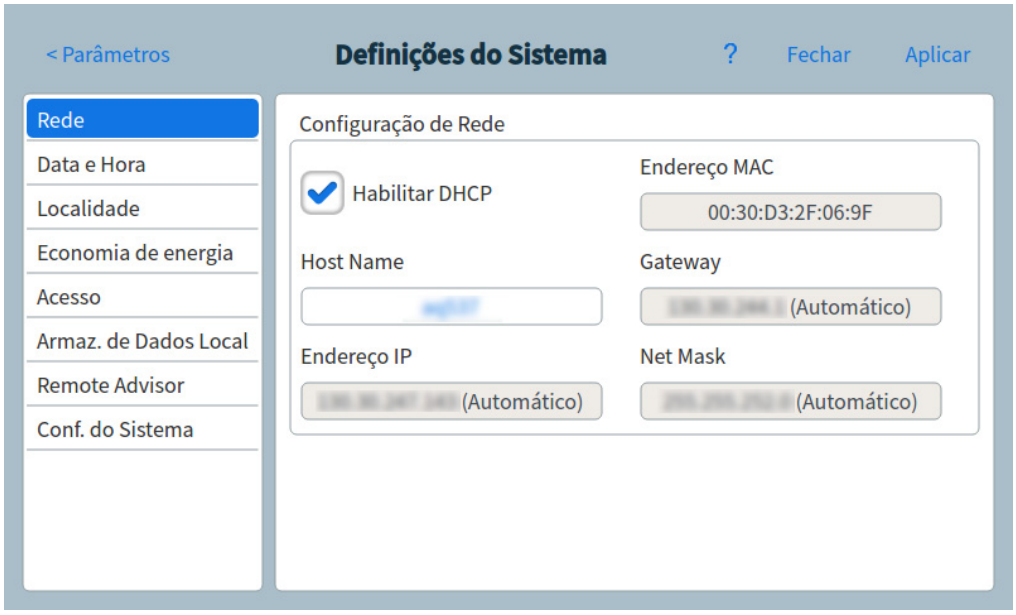


Figura 40 Página Parâmetros do Sistema

3 Utilize os botões de seleção de página no lado esquerdo da página para exibir informações funcionais relacionadas.

4 Pressione **Aplicar** para aplicar quaisquer alterações feitas no GC.

Configurar o endereço IP para o GC

Em operações de rede (LAN), o GC precisa de um endereço IP. É possível consegui-lo por meio de um servidor DHCP, ou é possível inseri-lo diretamente pela touchscreen. Em ambos os casos, consulte seu administrador de LAN, para saber quais são as configurações apropriadas.

Para utilizar um servidor DHCP

1 Na página Parâmetros do Sistema, pressione o botão de seleção de página **Rede**. A página Configuração da Rede é exibida. Consulte a Figura 41.

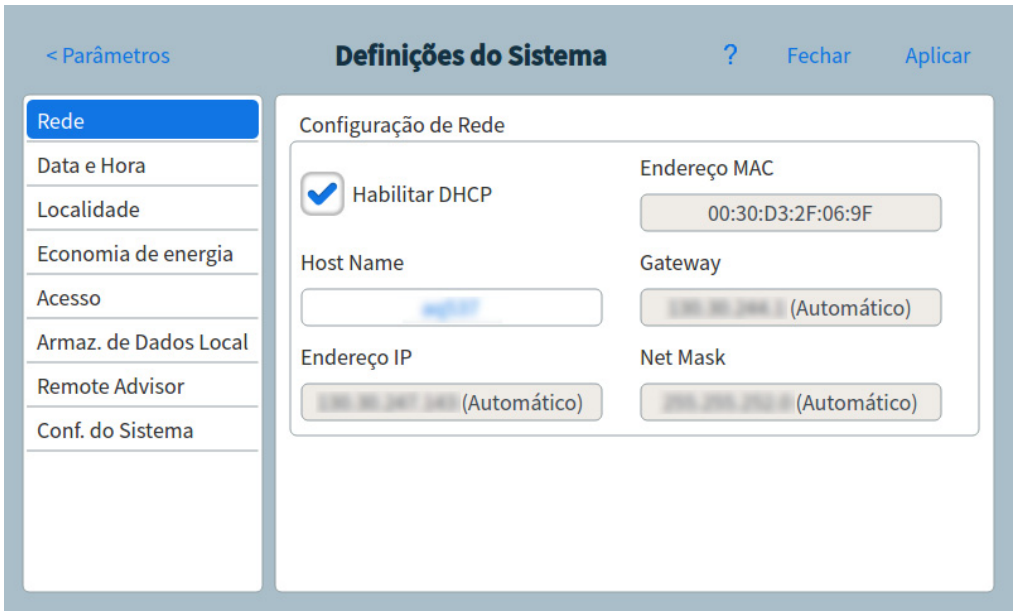


Figura 41 Página de Configuração da Rede

2 Selecione **Habilitar DHCP**.

3 Pressione **Aplicar**.

4 Quando solicitado, reinicie o GC. (Consulte "Opções de Energia" na página 131).

Para definir o endereço LAN na touchscreen

1 Na página Parâmetros do Sistema, pressione o botão de seleção de página **Rede**.

2 Se **Habilitar DHCP** estiver selecionado:

   a Desmarque **Habilitar DHCP**.

   b Quando solicitado, reinicie o GC. (Consulte "Opções de Energia" na página 131).

3 Retorne à página Parâmetros do Sistema e role até a área Configuração de Rede.

4 Insira o **Nome de Host** no campo correspondente.

5 Insira o **Gateway** no campo correspondente.

6 Insira o **Endereço IP** no campo correspondente.

7 Insira a máscara de sub-rede no campo **Net Mask**

8 Pressione **Aplicar**.

9 Quando solicitado, reinicie o GC. (Consulte "Opções de Energia" na página 131).

Para definir a data e a hora do sistema

1 Na página Parâmetros do Sistema, pressione o botão de seleção de página **Data e Hora**. A página Data e Hora é exibida. Consulte a Figura 42.

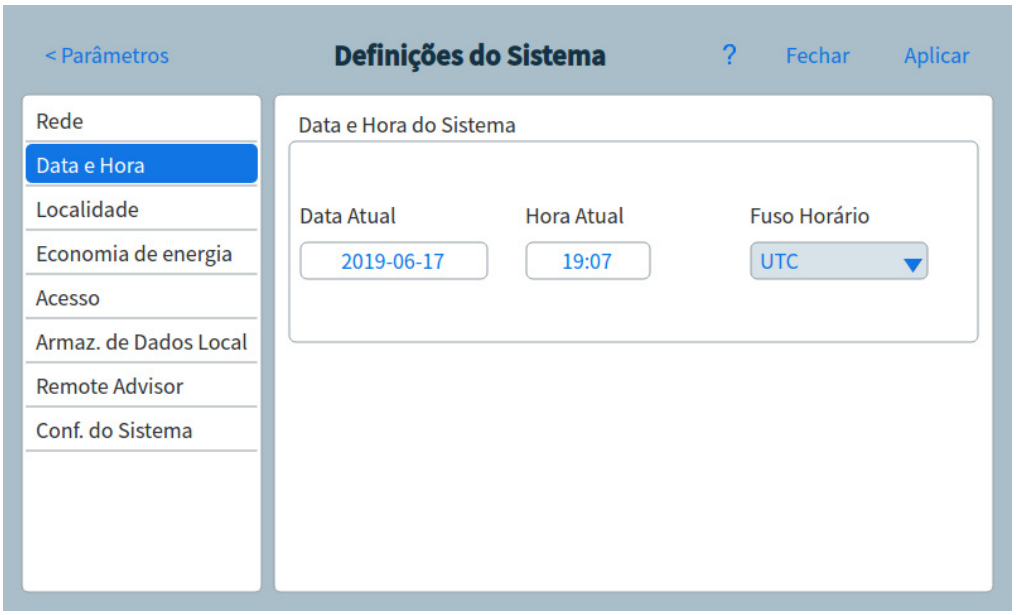


Figura 42 Página Parâmetros do Sistema

2 Pressione o campo **Data Atual**. Um teclado de toque aparece.

3 Insira a data atual.

4 Pressione **Aplicar**. O teclado de toque fecha. A data selecionada é exibida no campo.

5 Pressione o campo **Hora Atual**. Um teclado de toque aparece.

6 Insira a hora atual.

7 Pressione **Aplicar**. O teclado de toque fecha. O tempo selecionado é exibido no campo.

8 Escolha o **Fuso-horário** adequado na caixa da lista suspensa correspondente.

9 Pressione **Aplicar**. O GC aplica todas as alterações feitas.

Para alterar a localidade do sistema

1 Na página Configurações do Sistema, pressione o botão de seleção de página **Local**. A página Configurações de Local é exibida. Consulte a Figura 43.

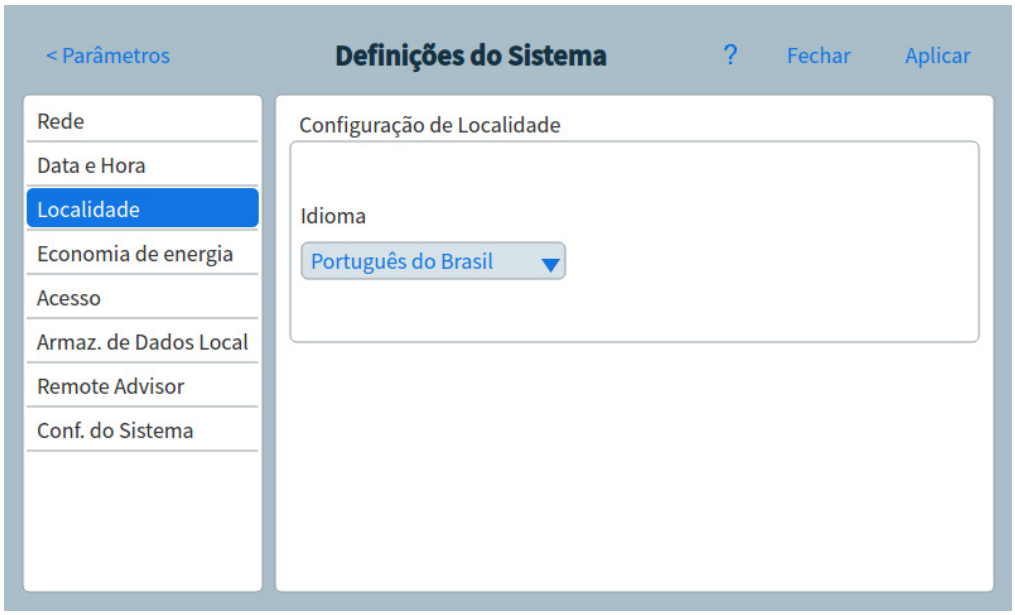


Figura 43 Página Configurações de Local

2 Escolha o **Idioma** desejado na caixa da lista suspensa correspondente.

3 Pressione **Aplicar**. O GC aplica todas a alteração feita. O sistema é alterado para o local selecionado. Esse procedimento poderá demorar alguns minutos.

Para configurar os recursos de economia de energia do sistema

1 Na página Configurações do Sistema, pressione o botão de seleção de página **Economia de Energia**. Será exibida a página Economia de Energia. Consulte a Figura 44.

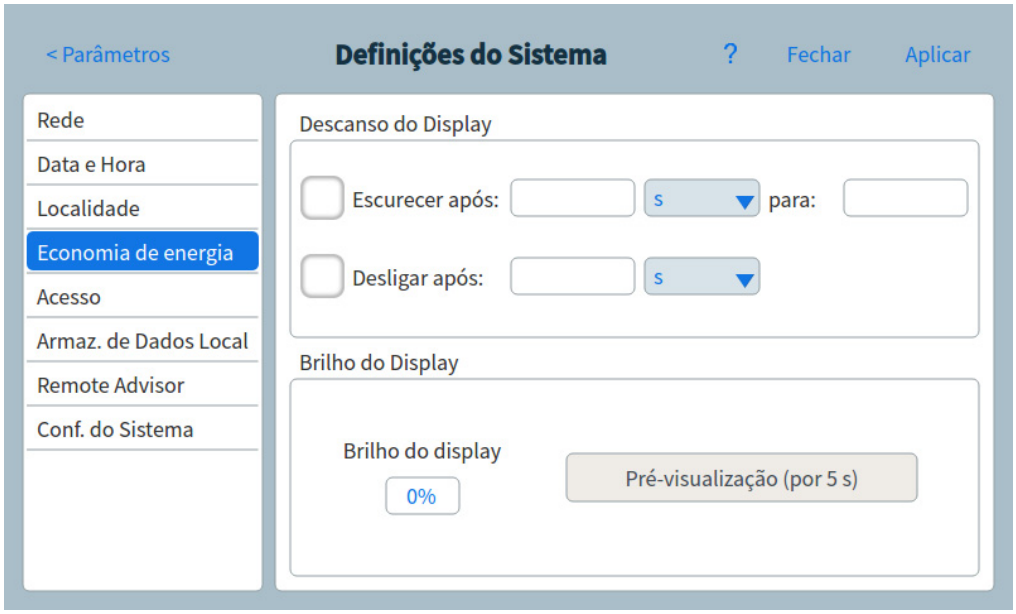


Figura 44 Página Economia de Energia

2 Para habilitar a diminuição do brilho do display:

   a Marque a caixa de seleção **Dim display depois de:**.
   Os campos de entrada de dados e a caixa de lista suspensa correspondentes são habilitados.

   b Use os campos de entrada de dados e a caixa de lista suspensa para definir os valores desejados.

3 Para ativar o desligamento do display:

   a Marque a caixa de seleção **Desligar display depois de:**.
   O campo de entrada de dados e a caixa de lista suspensa correspondentes são habilitados.

   b Use o campo de entrada de dados e a caixa de lista suspensa para definir os valores desejados.

4 Para alterar o brilho padrão do display:

   a Pressione o campo **Brilho do display**. Um teclado de toque aparece.

   b Insira o valor de brilho desejado.

   c Pressione Aplicar. O teclado de toque fecha. O valor selecionado é exibido no campo **Brilho do display**.

   d Pressione **Pré-visualização (por 5 segundos)**. O brilho do display é ajustado de acordo com o valor especificado por cinco segundos.

NOTA

O valor de diminuição do brilho do display deve ser menor do que o valor de brilho.

O valor do brilho do display deve ser maior do que 0.

5 Pressione **Aplicar**. O GC aplica todas as alterações feitas.

Para acessar dados de corrida armazenados

Se estiver usando a interface do navegador para executar corridas e coletar dados, o GC armazenará os dados do resultado internamente. Para acessar esses dados:

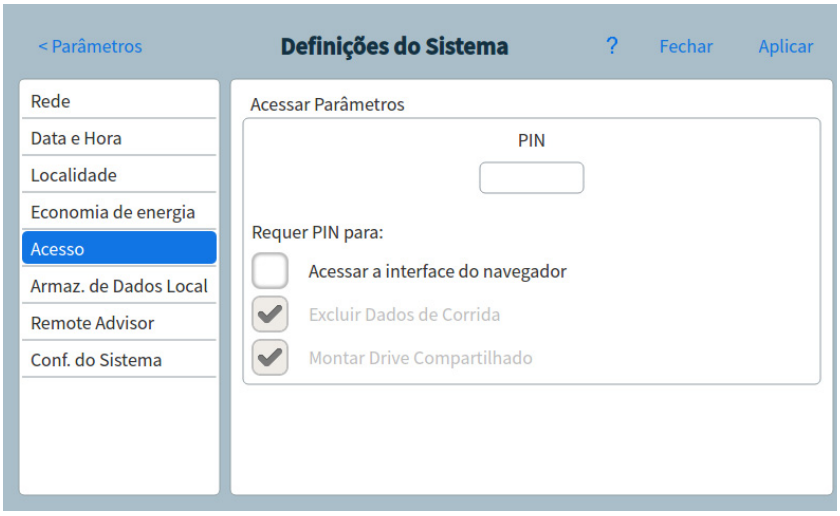
1 Na página **Configurações do Sistema**, selecione **Acesso**. Anote o PIN exibido.

2 Selecione **Armazenamento de Dados Local**. Anote o caminho para o compartilhamento do GC.

3 No seu PC, mapeie uma unidade de rede para o compartilhamento do GC. Quando solicitado, conecte-se usando as credenciais:

   usuário: results

senha: o PIN (padrão: 0000).



Para controlar o acesso à interface do navegador

O GC está configurado para que um PIN de quatro dígitos seja usado para executar as seguintes ações no seu GC:

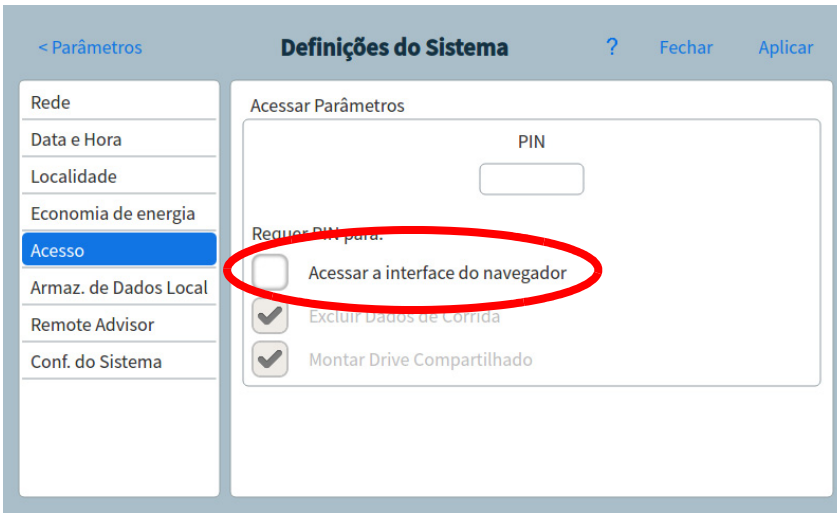
- Excluir dados da corrida.
- Montar uma unidade de compartilhamento.

Por padrão, o PIN é definido como 0000. Além disso, você pode optar por solicitar o PIN para acessar a interface do navegador. Para definir o PIN:

1 Na página **Configurações do Sistema**, selecione **Acesso**.

2 Selecione o PIN de quatro dígitos para inserir um novo PIN.

3 Se desejar, marque a caixa de seleção ao lado de Acessar a interface do navegador, para solicitar o acesso do PIN para a interface do navegador.



Para alterar as configurações do remote advisor

O remote advisor é um serviço de monitoramento destinado a identificar problemas com o GC e reagir a eles. O GC monitora constantemente seu próprio status de integridade e gera relatórios de informações que são encaminhados para a Agilent.

1 Na página Configurações do Sistema, pressione o botão de seleção de página **Remote Advisor**. A página Remote Advisor é exibida. Consulte a Figura 45.

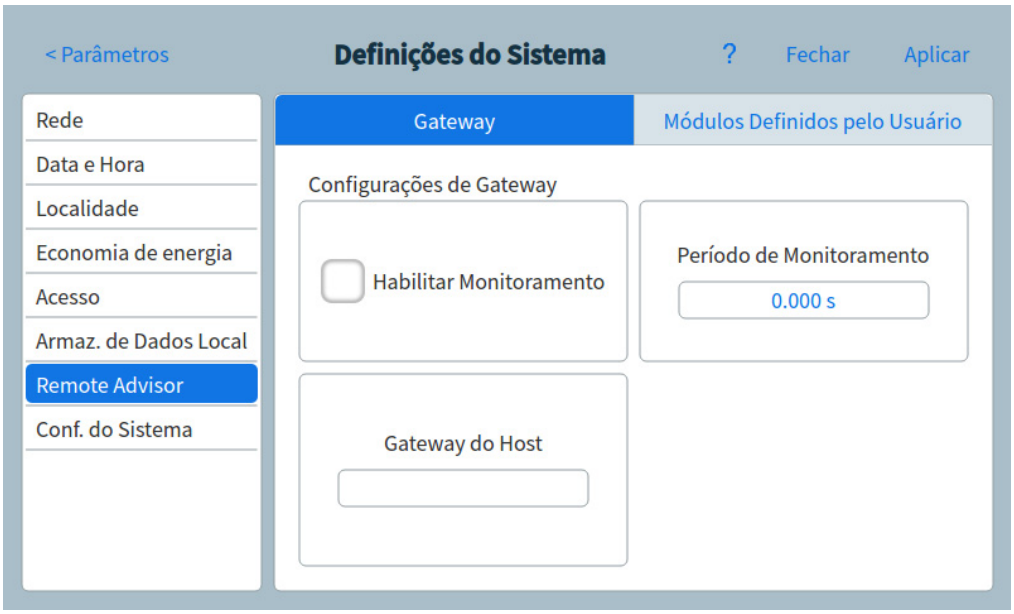


Figura 45 Página Remote Advisor

2 Insira o endereço IP do serviço Remote Advisor no campo **Gateway do Host**.

3 Digite a frequência de sondagem para coleta de dados no GC no campo **Período de Monitoramento**. Isso determina a frequência com que o GC coleta dados e envia os detalhes do relatório de integridade para a Agilent. Esse valor é exibido em segundos.

4 Quando existem dispositivos adicionais instalados no GC (como um dispositivo de purga e trap), que estão cobertos pelo acordo do Remote Advisor, esses dispositivos são identificados na guia **Módulos Definidos pelo Usuário**. Para identificar esses tipos de dispositivos, faça o seguinte:

a Pressione a guia **Módulos Definidos pelo Usuário**. A página **Módulos Definidos pelo Usuário** é exibida. Consulte a Figura 46.

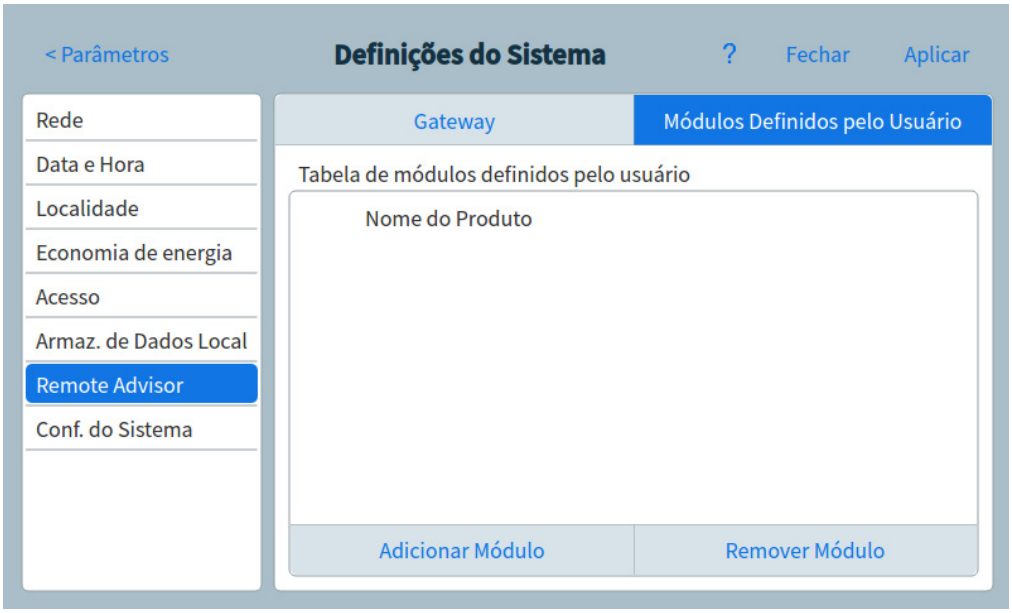


Figura 46 Página Remote Advisor - guia Módulos Definidos pelo Usuário

b Pressione **Adicionar Módulo**. Uma linha de entrada do Nome de Produto aparece. Consulte a Figura 47.

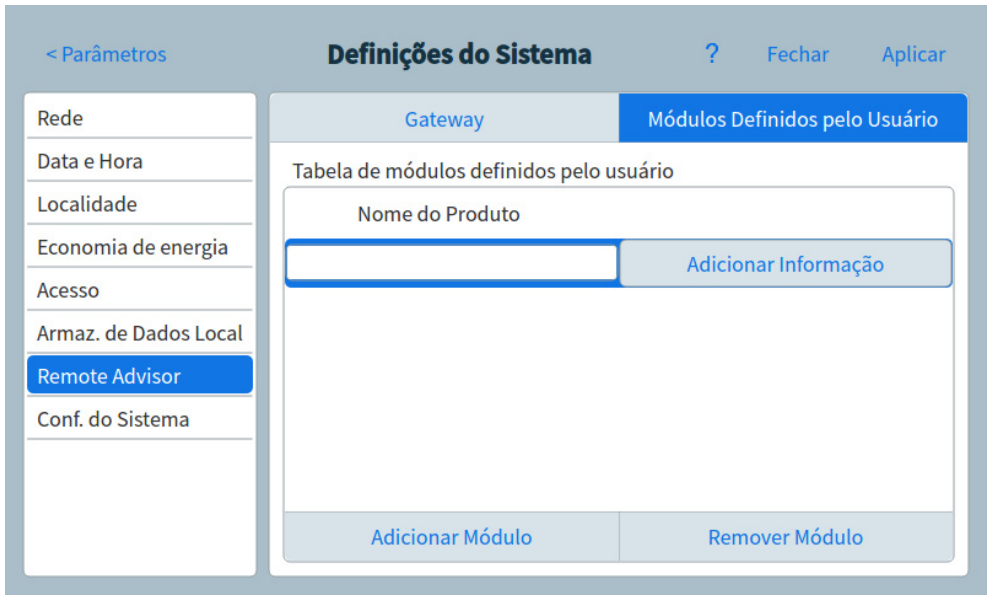


Figura 47 Página Remote Advisor - Adicionar Informações

c Insira o Nome do Produto no campo correspondente.

d Pressione **Adicionar Informações**. A caixa de diálogo Info de Hardware será exibida. Consulte a Figura 48.

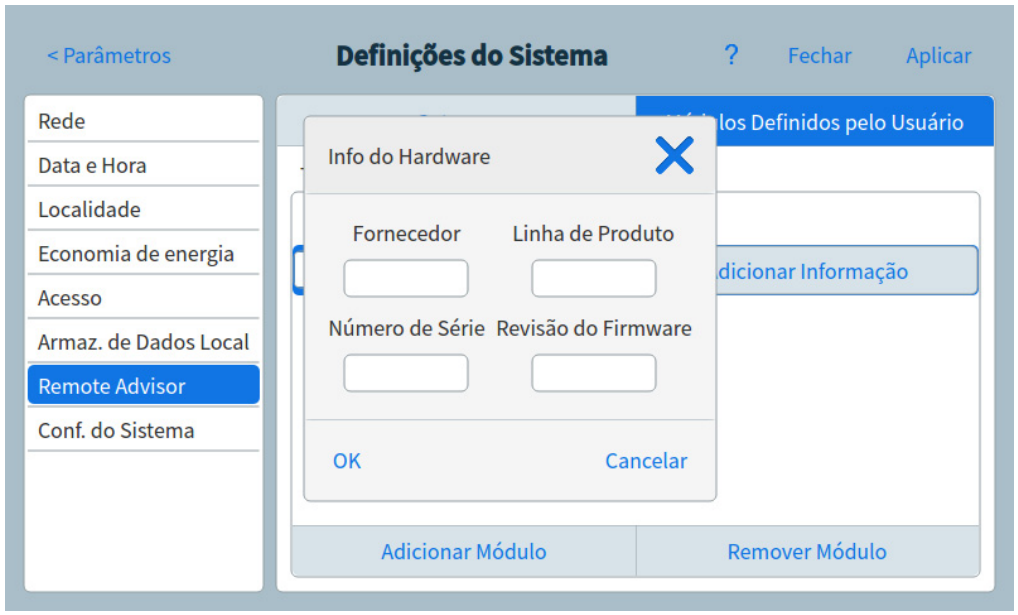


Figura 48 Página Remote Advisor - caixa de diálogo Info de Hardware

e Insira os detalhes do dispositivo nos campos apropriados.

f Pressione **OK**. A caixa de diálogo é fechada.

g Repita a etapa b até a etapa f para quaisquer dispositivos adicionais no Remote Advisor.

5 Pressione **Aplicar**. O GC aplica todas as alterações feitas.

Para executar a rotina de configuração do sistema

1 Na página Parâmetros do Sistema, pressione o botão de seleção de página **Configuração do Sistema**. A página Configuração do Sistema é exibida. Consulte a Figura 40.

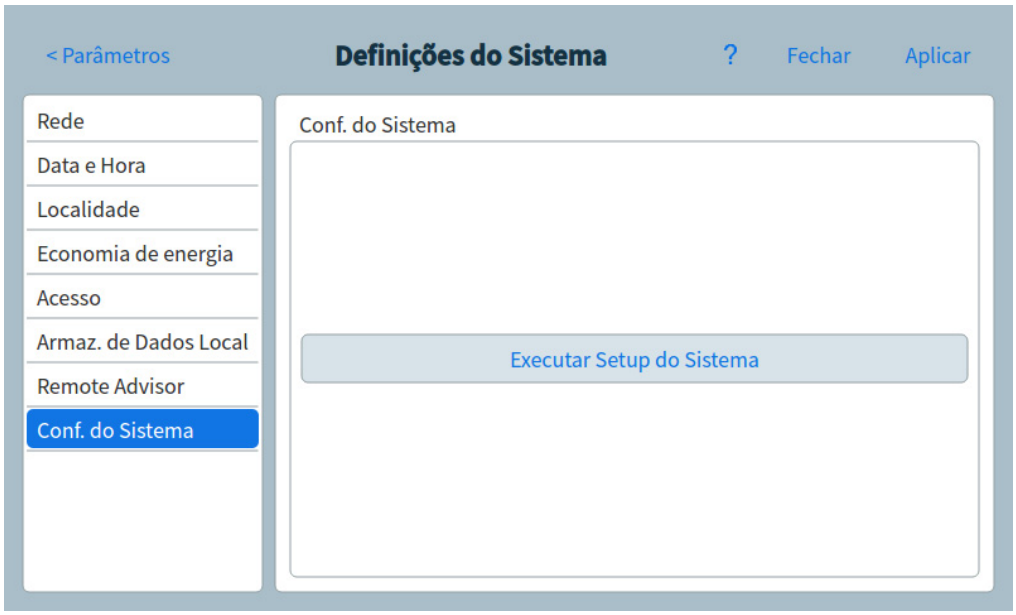


Figura 49 Página Configuração do Sistema

2 Pressione **Executar Configuração do Sistema**. Um conjunto de slides de demonstração é exibido na touchscreen. Esses slides ilustram as etapas primárias de configuração de uso do GC. Alguns slides permitem que você insira informações de configuração, que são disponibilizadas em qualquer outro lugar da interface de usuário do GC. Esses itens incluem:

- Data e hora do sistema (consulte “Para definir a data e a hora do sistema” na página 118)
- Unidades de pressão exibidas (consulte “Configurações Diversas” na página 147)
- Endereço de rede do sistema (consulte “Configurar o endereço IP para o GC” na página 117)

- Tipos de gases do injetor e do detector (consulte “Configuração do Injetor” na página 139)

Além disso, é solicitado a você informar se o GC está conectado a um sistema de dados e a realizar a verificação. (Consulte “Verificação Cromatográfica” na página 161).

3 Siga as instruções da touchscreen para ver a demonstração.

Ferramentas

A página Ferramentas permite que você execute corridas de compensação da coluna nas colunas instalados no GC. Consulte a Figura 50.

Figura 50 Página Ferramentas

Na análise de temperaturas programada, o sangramento da coluna aumenta conforme a temperatura do forno aumenta. Isso provoca um aumento da linha de base que torna a detecção de pico e a integração mais difícil. A compensação da coluna é corrigida para esse aumento da linha de base.

É realizada uma corrida de compensação de coluna sem nenhuma amostra injetada. O GC coleta um conjunto de pontos de dados de qualquer detector instalado. Se um detector não for instalado ou estiver desligado, essa parte do conjunto será preenchida com zeros.

Cada conjunto define um conjunto de curvas, um para cada detector, que pode ser subtraído da corrida real para produzir uma linha de base plana.

Quando um sistema de dados conectado é usado, o sinal bruto e os dados de compensação da coluna são a saída para o sistema de dados, de modo que um sinal compensado e descompensado esteja disponível para análise.

Executar uma Corrida de Compensação de Coluna

Todas as condições devem ser idênticas na corrida de compensação da coluna e na corrida real. O mesmo detector e a mesma coluna devem ser usados, operando sob a mesma temperatura e as mesmas condições de fluxo de gás.

Até quatro corridas de compensação de coluna podem ser feitas. O GC mantém os resultados dessas corridas para uso posterior.

Qualquer corrida de compensação de coluna pode ser usada para compensar um aumento da linha de base durante uma corrida.

1. Com a página Ferramentas sendo exibida (consulte a Figura 50 na página 129), pressione a **Compensação de Coluna** desejada na coluna **Iniciar Corrida Especificada**. O GC realiza a corrida de compensação da coluna. Nenhuma injeção ocorre como parte dessa corrida.
2. Configure o detector para **Subtrair do Sinal: Curva de compensação de coluna #x** (em que **x** é o número da corrida de compensação da coluna).
3. Execute o método. Os resultados utilizam os dados da corrida de compensação da coluna para compensar mudanças de linha de base na coluna.

Opções de Energia

A caixa de diálogo Opções de Energia permite que você desligue ou reinicie o GC através da touchscreen.

Para desligar ou reiniciar o GC:

1 Pressione **Parâmetros** na faixa de controle da touchscreen. A exibição dos Parâmetros aparece. Consulte a Figura 34 na página 106.

2 Pressione **Energia**. A caixa de diálogo Opções de Energia será exibida.

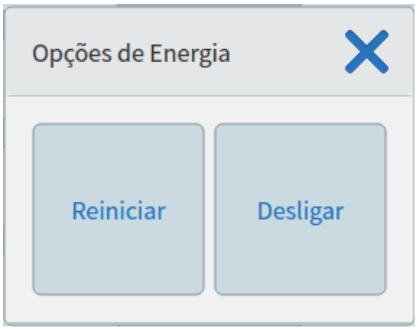


Figura 51 Caixa de diálogo Opções de Energia

3 Para reiniciar o GC, pressione **Reiniciar**. O GC é reiniciado.

4 Para desligar o GC, pressione **Desligar**. O GC é desligado.

9
Configuração

Sobre a Configuração 134
Fazer Alterações na Configuração 135
Configuração da Válvula 137
Para configurar válvulas 137
Configuração do Injetor 139
Para configurar o tipo de gás do Injetor 139
Comportamento de desligamento 141
Configuração do Detector 1/Detector 2 142
Para configurar o gás auxiliar/referência 142
Configuração do MSD e do Headspace 144
Configuração do MSD 144
Configuração do Amostrador Headspace 145
Configurações Diversas 147

Sobre a Configuração

As propriedades de configuração de um dispositivo são constantes para uma definição de hardware do instrumento, diferentemente da definição de método, que pode ser diferente de uma corrida de amostra para outra. Duas definições de configuração, por exemplo, são o tipo de gás que passa através de um dispositivo pneumático e o limite temperatura de operação de um dispositivo.

Fazer Alterações na Configuração

Para alterar as propriedades de configuração de um dispositivo:

1 Pressione **Parâmetros** na faixa de controle da touchscreen. A exibição dos Parâmetros aparece. Consulte a Figura 52.

Figura 52 Exibição dos Parâmetros

2 Pressione **Configuração**. A página Configuração é exibida. Consulte a Figura 52.

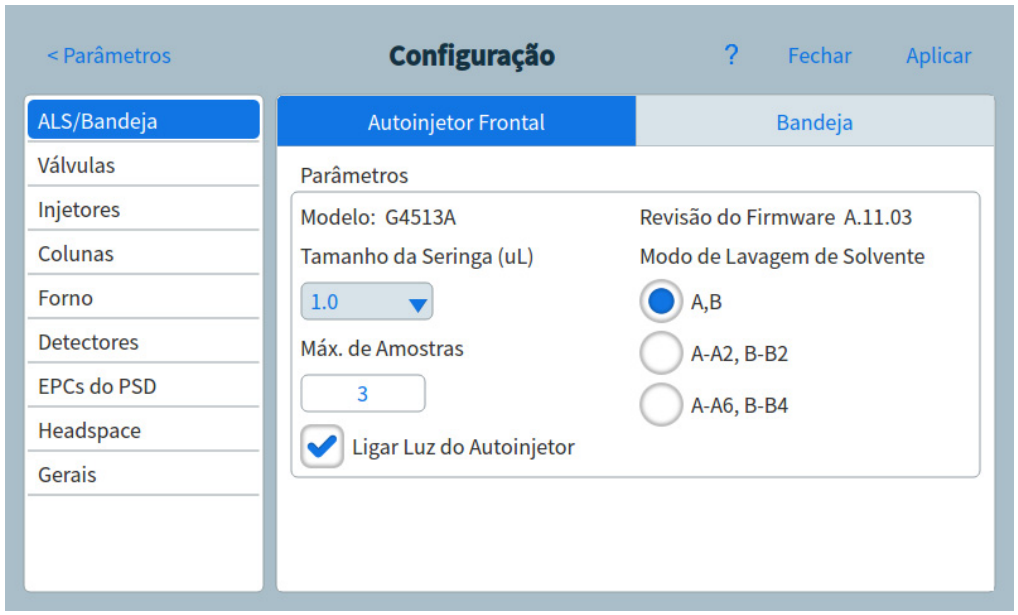


Figura 53 Página Configuração

3 Pressione o tipo de dispositivo desejado na lista à esquerda da tela. As propriedades do tipo de dispositivo selecionado aparecem no lado direito da tela.

4 Vá até a configuração do dispositivo e altere a propriedade. Isso pode envolver fazer uma seleção na lista ou inserir um valor numérico.

5 Quando todas as alterações tiverem sido efetuadas, pressione **Salvar**. As alterações inseridas são salvas no GC.

Configuração da Válvula

A configuração da válvula fornece a capacidade de especificar os tipos de válvula, os volumes dos loops, tempos de passos e configurações de inversão da BCD. A inversão da BCD permite a alteração da entrada BCD (1 torna-se 0 e 0 torna-se 1). Dessa forma, as diferenças de convenções dos códigos entre os fabricantes são acomodadas.

As válvulas são numeradas com 1, 5, 6, 7 e 8. Não há outras posições de válvulas numeradas no GC.

Observe que a página Válvulas é exibida independentemente de haver válvulas instaladas no GC.

Para configurar válvulas

1 Pressione **Parâmetros** na faixa de controle da touchscreen. A exibição dos Parâmetros aparece. Consulte a Figura 52 na página 135.

2 Pressione **Configuração**. A página Configuração é exibida. Consulte a Figura 53 na página 136.

3 Pressione o tipo de dispositivo **Válvulas** na lista à esquerda da tela. As propriedades do tipo de dispositivo selecionado aparecem no lado direito da tela. Consulte a Figura 52.

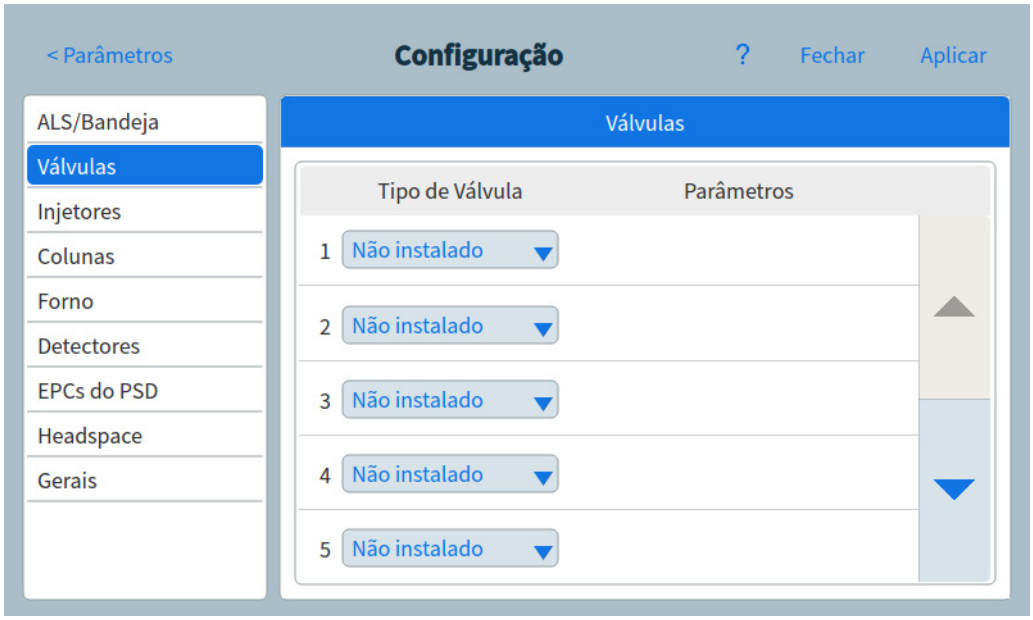


Figura 54 Página Válvulas

4 Para cada válvula instalada, selecione o tipo de válvula apropriado na lista suspensa.

5 Toque no parâmetro que você precisar editar. Será aberta uma caixa de diálogo.

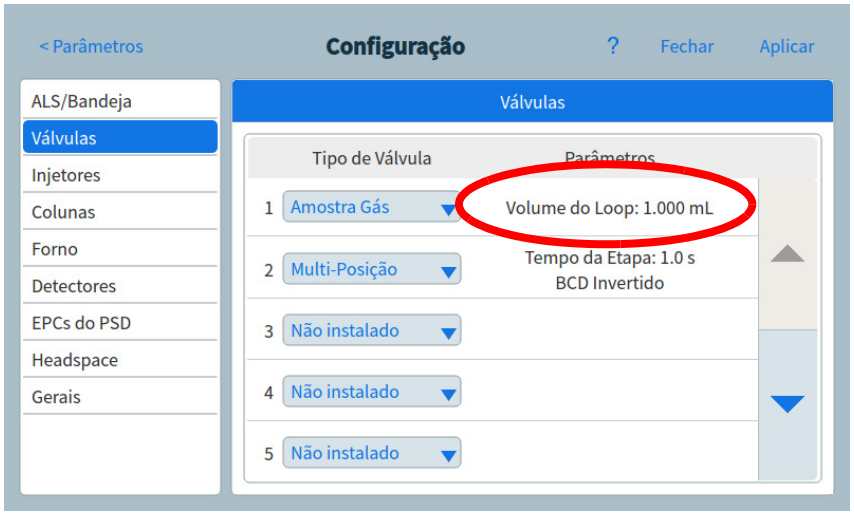


Figura 55 Caixa de diálogo de Configurações

6 Insira o valor do parâmetro.

7 Feche a caixa de diálogo, para aplicar a configuração.

8 Toque em **Aplicar**.

Configuração do Injetor

Para configurar o tipo de gás do Injetor

O GC precisa saber qual gás de arraste está sendo usado. Para alterar o tipo de gás de arraste:

1 Pressione **Parâmetros** na faixa de controle da touchscreen. A exibição dos Parâmetros aparece. Consulte a Figura 52 na página 135.

2 Pressione **Configuração**. A página Configuração é exibida. Consulte a Figura 53 na página 136.

3 Pressione o tipo de dispositivo **Injetores** na lista à esquerda da tela. As propriedades do tipo de dispositivo selecionado aparecem no lado direito da tela. Consulte a Figura 56.

Figura 56 Página Injetores

4 Selecione o tipo de gás desejado na caixa da lista suspensa **Tipo de Gás de Arraste**.

5 Ao configurar um injetor MMI, um dos diferentes tipos de refrigeradores pode ser selecionado. Use a caixa da lista suspensa **Tipo de Gás de Criogenia** para escolher o refrigerador desejado. Normalmente, selecione o tipo de refrigeração que corresponde ao hardware instalado.

- **Criogenia N2** Selecione se a opção LN_2/Ar estiver instalada e se você estiver usando LN_2.

- **Criogenia CO2** Selecione se a opção CO_2 estiver instalada e se você estiver usando LCO_2.
- **Ar comprimido** Selecione se a opção LN_2/Ar estiver instalada e se você estiver usando apenas ar comprimido. Se **Ar comprimido** estiver selecionado como o Tipo de gás de resfriamento, o ar será usado para resfriar o injetor de acordo com o setpoint **Use cryo temperature** durante o ciclo de resfriamento. Se o injetor atingir o setpoint, o ar de refrigeração é desligado e permanece assim durante o ciclo de resfriamento.

6 Se algum **Tipo de Gás de Criogenia** for selecionado, vários outros parâmetros aparecerão. Defina-os conforme descrito abaixo.

- A criogenia habilita o resfriamento criogênico do injetor no setpoint especificado em **Use cryo temperature**. Desmarcar essa opção desabilita o resfriamento. Se o **N2 cryo** ou **CO2 cryo** forem selecionados como tipos de criogenia, este setpoint determina a temperatura abaixo da qual o resfriamento criogênico é usado continuamente, para manter o injetor no setpoint. Defina **Use cryo temperature** igual ou maior ao setpoint do injetor para resfriar o injetor e manter o setpoint até que o programa da temperatura do injetor exceda **Use cryo temperature**. Se **Use cryo temperature** for inferior ao setpoint do injetor, a criogenia será resfriada até o setpoint inicial e se desligará.
- O parâmetro **Tempo limite de criogenia** é disponibilizado com os tipos de criogenia **Criogenia N2** e **Criogenia CO2**. Use este ajuste para economizar o gás de criogenia. Se selecionado, o instrumento desliga o injetor e o resfriamento criogênico, quando nenhuma corrida se iniciar no número de minutos especificado. A faixa do setpoint é de 2 a 120 minutos (padrão 30 minutos). Desligar o Cryo Timeout desabilita esta função. Recomendamos a habilitação do tempo limite da criogenia para conservar o gás de refrigeração ao final de uma sequência ou se a automação falhar. Um método de Pós-Sequência também pode ser usado.
- O parâmetro **Falha de criogenia** é disponibilizado com os tipos de criogenia **Criogenia N2** e **Criogenia CO2**. Desliga a temperatura do injetor caso ele não atinja o setpoint após 16 minutos de operação de criogenia contínua. Observe que este é o momento de atingir o valor programado, não o momento de estabilizar e ficar pronto para uso no valor programado.

7 Pressione a guia **Caminho de Fluxo Intuvo**. A página Caminho de Fluxo Intuvo aparece. Consulte a Figura 57.

Figura 57 Página Caminho de Fluxo Intuvo

8 Use os campos dessa página para modificar as configurações de caminho de fluxo, conforme necessário.

9 Pressione **Aplicar**. As alterações inseridas são salvas no GC.

Comportamento de desligamento

Tanto o tempo limite de criogenia quanto a falha de criogenia podem causar um desligamento da função. Se isso ocorrer, o aquecedor do injetor será desligado e a válvula de criogenia será fechada. O GC apitará e exibirá uma mensagem.

O aquecedor do injetor é monitorado, para evitar o sobreaquecimento. Se o aquecedor permanecer em sua máxima potência por mais de 2 minutos, o aquecedor será desligado. O GC apitará e exibirá uma mensagem.

Para se recuperar de ambas as condições, desligue o GC e, em seguida, ligue-o ou insira um novo setpoint.

Configuração do Detector 1/Detector 2

Para configurar o gás auxiliar/referência

A linha de gás auxiliar de sua lista de parâmetros do detector depende da configuração do instrumento.

Se você tem um injetor com a coluna não definida, o fluxo makeup é constante. Se você estiver operando com coluna definida, você tem a opção de dois modos de gases makeup. Para definir o gás auxiliar de um detector:

1 Pressione **Parâmetros** na faixa de controle da touchscreen. A exibição dos Parâmetros aparece. Consulte a Figura 52 na página 135.

2 Pressione **Configuração**. A página Configuração é exibida. Consulte a Figura 53 na página 136.

3 Pressione o tipo de dispositivo **Detectores** na lista à esquerda da tela. As propriedades do tipo de dispositivo selecionado aparecem no lado direito da tela. Consulte a Figura 58.

Figura 58 Página Detectores

4 Use a caixa da lista suspensa **Auxiliar** para escolher o tipo de gás desejado para o detector.

5 O GC monitora a diferença entre a saída do detector com a chama acesa e a saída quando a chama não está acesa. Se a diferença ficar abaixo do setpoint, o GC presume que a chama apagou e tenta reacendê-la.

   Se ficar muito alta, a linha de base do detector aceso pode estar abaixo do setpoint do **Lit Offset**, fazendo com que o GC tente de maneira errônea reacender a chama.

   Use o campo de texto **Offset Aceso** para especificar o offset.

6 Pressione **Aplicar**. As alterações inseridas são salvas no GC.

Configuração do MSD e do Headspace

Configuração do MSD

O método de configuração de um MSD conectado varia de acordo com o modelo do MSD que está sendo usado.

GC/MSD HES 5977B

O 5977B conecta-se ao GC através de um cabo LVDS em uma das portas de comunicação ELVDS na traseira do GC. Por essa razão, o GC trata o MSD como um detector. Nenhuma configuração de comunicação é necessária.

Para alterar as configuração do 5977B:

1. Pressione **Parâmetros** na faixa de controle da touchscreen. A exibição dos Parâmetros aparece. Consulte a Figura 52 na página 135.
2. Pressione **Configuração**. A página Configuração é exibida. Consulte a Figura 53 na página 136.
3. Pressione o tipo de dispositivo **Detectores** na lista à esquerda da página. As propriedades do tipo de dispositivo selecionado aparecem no lado direito da página. Consulte a Figura 59.

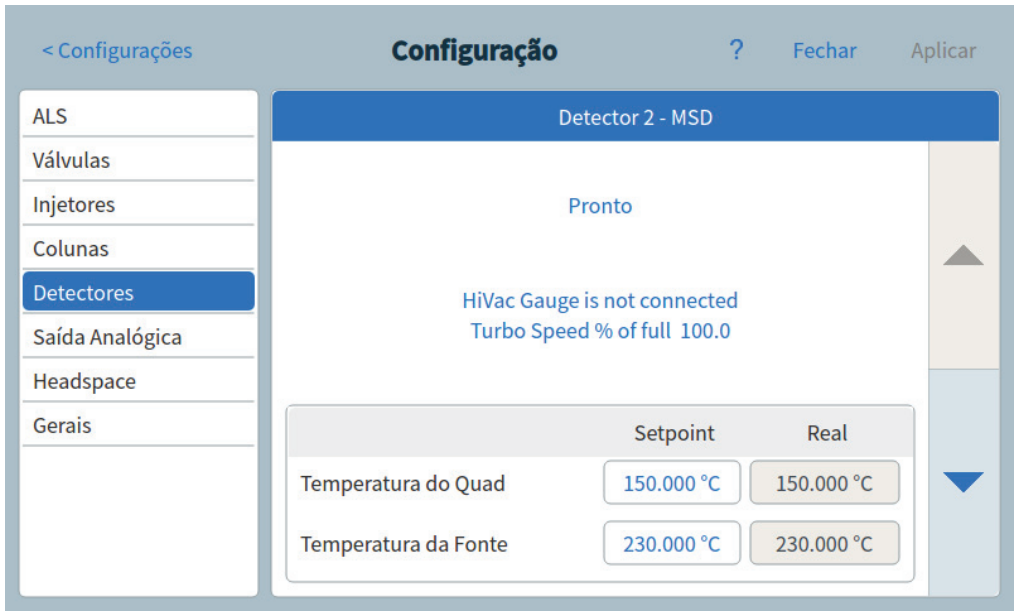


Figura 59 Página de configurações do MSD do detector

4 Use essa página para inserir detalhes para o MSD e controlá-lo. Dentre eles, setpoints de temperatura, definições de comunicação, informações do MSD e início de ventilação, geração de vácuo e reinicializações.

5 Pressione **Aplicar**. As alterações inseridas são salvas no GC.

GC/MS 5977A, 7000C, 7000D, 7010A, 7010B

Esses dispositivos se conectam ao GC através de um cabo LAN ao cabo de LAN na parte traseira do GC ou ao GC através da rede do laboratório. Para alterar as configurações:

1 Pressione **Parâmetros** na faixa de controle da touchscreen. A exibição dos Parâmetros aparece. Consulte a Figura 52 na página 135.

2 Pressione **Configuração**. A página Configuração é exibida. Consulte a Figura 53 na página 136.

3 Pressione o tipo de dispositivo **Detectores** na lista à esquerda da página. As propriedades do tipo de dispositivo selecionado aparecem no lado direito da página. Consulte a Figura 59 na página 144.

4 Use essa página para inserir detalhes para o MSD e controlá-lo. Dentre eles, setpoints de temperatura, definições de comunicação, informações do MSD e início de ventilação, geração de vácuo e reinicializações.

5 Pressione **Aplicar**. As alterações inseridas são salvas no GC.

Configuração do Amostrador Headspace

O amostrador headspace 7697A é suportado pelo GC.
O amostrador headspace se conecta ao GC através de um cabo LAN ao cabo de LAN na parte traseira do GC ou ao GC através da rede do laboratório. Para alterar as configurações:

1 Pressione **Parâmetros** na faixa de controle da touchscreen. A exibição dos Parâmetros aparece. Consulte a Figura 52 na página 135.

2 Pressione **Configuração**. A página Configuração é exibida. Consulte a Figura 53 na página 136.

3 Pressione o tipo de dispositivo **Headspace** na lista à esquerda da página. As propriedades do tipo de dispositivo selecionado aparecem no lado direito da página. Consulte a Figura 60.

Figura 60 Página de configurações do headspace

4 Use essa página para inserir detalhes para o headspace e controlá-lo.

5 Pressione **Aplicar**. As alterações inseridas são salvas no GC.

Configurações Diversas

O GC fornece duas configurações diversas.

- Para permitir que colunas sem chaves SmartID sejam usadas ou não.
- As unidades de pressão exibidas pelo GC

Para alterar as configurações diversas:

1 Pressione **Parâmetros** na faixa de controle da touchscreen. A exibição dos Parâmetros aparece. Consulte a Figura 52 na página 135.

2 Pressione **Configuração**. A página Configuração é exibida. Consulte a Figura 53 na página 136.

3 Pressione o tipo de dispositivo **Diversos** na lista à esquerda da página. As propriedades do tipo de dispositivo selecionado aparecem no lado direito da página. Consulte a Figura 61.

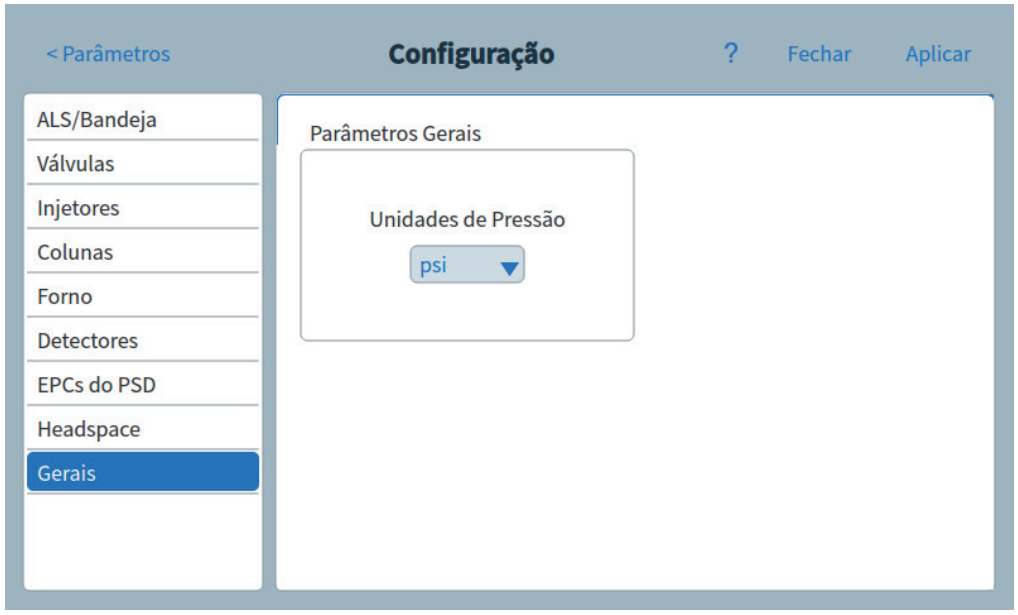


Figura 61 Página de configurações diversas

4 Selecione o tipo de unidade desejada na lista **Unidades de Pressão**.

- **psi** – libra por polegada quadrada, lb/pol2
- **bar** – unidade cgs absoluta de pressão, dina/cm2
- **kPa** – unidade de pressão mks, 103 N/m2

5 Pressione **Aplicar**. As alterações inseridas são salvas no GC.

10
Conservação de Recurso

Conservação de Recurso 150
Métodos de Suspensão 151
Métodos de Despertar e Condicionamento 153
Para Configurar o GC para Economizar Recursos 154

Esta seção descreve as funções de economia de recursos do GC. Quando usado com outros instrumentos configurados para comunicações avançadas, os recursos adicionais se tornam disponíveis para o sistema GC-MS, GC-HS ou HS-GC-MS. Consulte “Recursos Inteligentes do Instrumento” na página 197.

Conservação de Recurso

O GC Intuvo 9000 Agilent oferece uma agenda de instrumentos para economizar recursos, como eletricidade e gases. Utilizando a agenda de instrumentos, você pode atribuir métodos para suspender, despertar e condicionamento que permitem que você agende o uso de recursos. Um método de SUSPENDER define fluxos e temperaturas baixos. Um método de DESPERTAR define novos fluxos e temperaturas, tipicamente para restaurar condições de operação. Um método de CONDICIONAMENTO define fluxos e temperaturas para um tempo de corrida específico, normalmente alto o suficiente para limpar a contaminação, se houver.

Carregue o método suspender em um momento específico durante o dia para reduzir fluxos e temperaturas. Carregue o método despertar ou condicionamento para restaurar as configurações analíticas antes de operar o GC novamente. Por exemplo, carregue o método suspender ao final de cada dia ou de cada semana de trabalho, em seguida, carregue o método despertar ou condicionamento durante uma hora antes de começar a trabalhar, no dia seguinte.

Um método é o grupo de configurações necessárias para analisar uma amostra específica.

Como cada tipo de amostra reage de forma diferente no GC — algumas amostras exigem uma temperatura de coluna mais alta, outras exigem uma menor pressão do gás ou um detector diferente —, deve-se criar um método único para cada tipo específico de análise.

A touchscreen do GC Agilent Intuvo 9000 oferece acesso a um método único, denominado Método Ativo.

Esse método pode ser editado no GC através da touchscreen.

É possível criar, editar e armazenar métodos adicionais no GC usando um sistema de dados conectado. O sistema de dados conectado pode ser usado para mudar o método ativo no GC.

Embora esses métodos não estejam sendo visualmente exibidos no GC, uma vez transferidos para o GC a partir do sistema de dados, eles podem ser usados pela funcionalidade do agendador do GC.

Métodos de Suspensão

Utilize um sistema de dados conectado para criar um método suspender e reduzir o uso de gás e energia durante momentos de atividade reduzida.

Ao criar um método suspender, leve em consideração o seguinte:

- O detector. Enquanto você pode reduzir a temperatura e o uso de gás, considere o tempo de estabilização requerido para preparar o detector para o uso. Consulte Tabela 1 na página 29. A economia de energia é mínima.
- Dispositivos conectados. Se conectados a um dispositivo externo, como um espectrômetro de massa, defina fluxos e temperaturas compatíveis.
- Os injetores. Mantenha fluxo o suficiente para prevenir a contaminação.
- Resfriamento criogênico. Os dispositivos que utilizam o resfriamento criogênico podem começar imediatamente a utilizar a criogenia se o método despertar o requerer.

Confira a Tabela 7 para recomendações gerais.

Tabela 7 Recomendações do método de Suspensão

Componente do GC	Comentário
Colunas	• Reduza a temperatura para economizar energia. • Desligue para salvar a maior parte da energia. • Mantenha algum fluxo de gás de arraste para proteger as colunas.
Injetores	Para todas os injetores: • Reduza temperaturas. Reduza temperaturas para 40 °C ou para Desligado para salvar a maior parte da energia.
Com divisor/sem divisor	• Utilize o modo com divisor para prevenir a difusão de contaminantes da linha de vent. Usado para reduzir a razão de divisão. • Reduza a pressão. Considere utilizar os níveis atuais do economizador de gás, se aplicável.
Multimodo	• Utilize o modo com divisor para prevenir a difusão de contaminantes da linha de vent. Usado para reduzir a razão de divisão. • Reduza a pressão. Considere utilizar os níveis atuais do economizador de gás, se aplicável.
Detectores	
FID	• Apague a chama. (Isso desliga o hidrogênio e o fluxo de ar.) • Reduza temperaturas. (Mantenha a ou acima de 100 °C para reduzir a contaminação e a condensação.) • Desligue o fluxo auxiliar.

Tabela 7 Recomendações do método de Suspensão

Componente do GC	Comentário
FPD+	• Apague a chama. (Isso desliga o hidrogênio e o fluxo de ar.) • Reduza temperaturas. (Mantenha a ou acima de 100 °C para reduzir a contaminação e a condensação.) • Desligue o fluxo auxiliar.
ECD	• Reduza o fluxo auxiliar. Tente utilizar 15–20 mL/min e teste os resultados. • Mantenha a temperatura para evitar longos períodos de recuperação/estabilização.
NPD	• Mantenha fluxos e temperaturas. Suspender não é recomendado por conta dos tempos de recuperação e também porque o ciclo térmico pode reduzir o tempo de vida da Pérola.
TCD	• Mantenha o filamento ligado. • Mantenha a temperatura do bloco. • Reduza os fluxos de referência e auxiliar.
Outros dispositivos	
Caixa da válvula	• Reduza temperaturas. (Mantenha a temperatura da caixa de válvulas alta o suficiente para prevenir a condensação de amostras, se aplicável.)
Zonas térmicas auxiliares	• Reduza ou desligue. Consulte também os manuais dos dispositivos conectados (por exemplo, do MSD conectado).
Pressões ou fluxos auxiliares	• Reduza ou desligue conforme apropriado para colunas conectadas, linhas de transferência etc. Sempre consulte o manual dos dispositivos ou instrumentos conectados (por exemplo, de um MSD conectado) para manter pelo menos os fluxos ou pressões mínimos recomendados.

Métodos de Despertar e Condicionamento

O GC pode ser programado para despertar de várias maneiras:

- Carregando o último Método Ativo usado antes da suspensão
- Carregando o método DESPERTAR
- Correndo um método chamado CONDICIONAMENTO e, em seguida, carregando o último Método Ativo
- Executando um método chamado CONDICIONAMENTO e, em seguida, carregando o método DESPERTAR

NOTA

O GC também pode armazenar os métodos despertar, suspender e condicionamento que tenham sido criados pela IU do navegador ou por um sistema de dados conectado. Embora esses métodos não estejam sendo visualmente exibidos no GC, uma vez transferidos para o GC a partir do sistema de dados, eles podem ser usados pela funcionalidade do agendador do GC.

Essas opções oferecem flexibilidade em como se prepara o GC após um ciclo de suspensão.

Um método Despertar define a temperatura e os fluxos. O programa da temperatura do forno é isotérmico, já que o GC não inicia uma corrida. Quando o GC carrega um método **Despertar**, ele permanece nessas configurações até que você carregue outro método usando a touchscreen ou o sistema de dados ou iniciando uma sequência.

Um método **Despertar** pode incluir qualquer configuração, no entanto, ele geralmente irá:

- Restaurar injetor, detector, coluna e fluxo da linha de transferência.
- Restaurar temperaturas.
- Acender a chama do FID ou FPD^+.
- Restaurar modos de injetor.

Um método Condicionamento define fluxos e temperaturas para a duração do programa do forno do método. Quando o programa termina, o GC carrega o método **Despertar** ou o último Método Ativo antes de suspender, como especificado na agenda do instrumento (ou quando se sai manualmente do estado de suspensão).

Um uso possível para o método Condicionamento é definir temperaturas e fluxos mais altos do que o normal para eliminar qualquer contaminação possível que possa ter sido coletada durante o modo de suspensão do GC.

Para Configurar o GC para Economizar Recursos

Configure o GC para economizar recursos criando e utilizando uma **Agenda do Instrumento**:

1 Pressione Parâmetros na faixa de controle da touchscreen. A exibição dos Parâmetros aparece. Consulte a Figura 62.

Figura 62 Exibição dos Parâmetros

2 Pressione **Agendador**. A página Agenda do Instrumento é exibida. Consulte a Figura 63.

Figura 63 Página Agenda do Instrumento

3 Crie a **Agenda do Instrumento**. Você não precisa agendar eventos para todos os dias. Por exemplo, você pode agendar o GC para suspender na sexta-feira à noite e para despertar na segunda-feira de manhã, mantendo-o continuamente em condições de operação durante os dias da semana.

   a Insira a **Hora de Despertar** para cada dia desejado. Use a caixa com a lista suspensa correspondente para especificar **AM** ou **PM**.

   b Insira a **Hora de Suspender** para cada dia desejado. Use a caixa com a lista suspensa correspondente para especificar **AM** ou **PM**.

   c Selecione **Despertar** para cada dia desejado, conforme aplicável. Isso fará com que o método Despertar seja executado assim que o GC despertar nos dias escolhidos. (Consulte “Métodos de Despertar e Condicionamento” na página 153).

   d Selecione **Suspender** para cada dia desejado, conforme aplicável. Isso fará com que o método suspender seja executado antes de o GC entrar em suspensão nos dias escolhidos. (Consulte “Métodos de Suspensão” na página 151).

4 Role pela área Opções do Agendador. Consulte a Figura 64.

Figura 64 Área Opções do Agendador

5 Decida como restaurar fluxos. Escolha as opções desejadas:

- Despertar no último método ativo antes da suspensão: No momento especificado, o GC restaurará o último Método Ativo utilizado antes do início da suspensão.
- Executar corrida de condicionamento antes de despertar: No momento especificado, o GC carregará o método condicionamento. Esse método é executado uma vez. Consulte "Métodos de Despertar e Condicionamento" na página 153).

6 Pressione **Aplicar**. As configurações são salvas no GC.

11
Programação

Programação do tempo do relógio 158
Uso de eventos de tempo do relógio 158
Adicionar eventos à tabela de relógio 158
Excluir eventos de horário do relógio 159

Programação do tempo do relógio

A programação do tempo do relógio permite que determinados setpoints mudem automaticamente em um horário especificado durante um dia de 24 horas. Assim, um evento programado para ocorrer às 14h35 ocorrerá às 2h35 da tarde. Uma análise ou sequência em execução tem precedência sobre quaisquer eventos da tabela de relógio que ocorram durante esse período. Quando isso acontece, esses eventos não são executados.

Possíveis eventos de horário do relógio incluem:

- Controle de válvula
- Carregamento de sequência e método
- Iniciar sequências
- Iniciar corridas em branco e preparar corridas
- Mudanças na compensação da coluna
- Ajustes do offset do detector
- Iniciar corridas em branco e preparar corridas

Uso de eventos de tempo do relógio

A função Tabela de Relógio permite programar eventos para ocorrer durante um dia, com base no relógio de 24 horas. Os eventos da tabela de relógio que ocorreram durante uma execução ou sequência são ignorados.

Por exemplo, a tabela de relógio poderia ser usada para fazer uma corrida em branco antes mesmo de você começar a trabalhar de manhã.

Adicionar eventos à tabela de relógio

1. Selecione **Parâmetros** na touchscreen.
2. Selecione **Agendador** na coluna esquerda das opções.
3. Selecione a seta para baixo no lado direito para visualizar a tabela de relógio.
4. Selecione **+Adicionar**.
5. Escolha o seu tipo de relógio e frequência de seus respectivos menus suspensos.
6. Defina a hora em que você deseja que este evento ocorra.
7. Selecione **Adicionar** para incluir esta entrada na tabela de relógio.
8. Repita este processo até que todas as entradas sejam adicionadas.

Excluir eventos de horário do relógio

1. Selecione **Parâmetros** na touchscreen.
2. Selecione **Agendador** na coluna esquerda das opções.
3. Selecione a seta para baixo no lado direito para visualizar a tabela de relógio.
4. Selecione o **X** à direita do evento desejado. Será solicitado que você confirme a exclusão.
5. Selecione **Sim** para excluir o evento.

12
Verificação Cromatográfica

Sobre a Verificação Cromatográfica 162
Preparando a Verificação Cromatográfica 163
Para Verificar a Performance do FID 164
Para Verificar a Performance do TCD 169
Para Verificar a Performance do NPD 174
Para Verificar a Performance do ECD 178
Para Verificar a Performance do FPD$^+$ (Amostra 5188-5953) 183
- Preparação 183
- Performance do fósforo 184
- Performance do enxofre 187

Para Verificar a Performance do FPD$^+$ (amostra 5188-5245, Japão) 190
- Preparação 190
- Performance do fósforo 191
- Performance do enxofre 195

Esta seção descreve o procedimento geral para a verificação de performance em relação aos padrões de fábrica originais. Os procedimentos de verificação descritos aqui pressupõem um GC que esteja em uso há algum período de tempo. Portanto, os procedimentos pedem que você realize o condicionamento térmico (bakeout), substitua os consumíveis e instale a coluna de verificação etc. Para a instalação de um novo GC, consulte o *Manual de Instalação do Intuvo 9000 Agilent* para saber quais são as etapas que você pode ignorar nesse caso.

Sobre a Verificação Cromatográfica

Os testes descritos nesta seção fornecem 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 10 µL, na maior parte dos casos. Contudo, uma seringa de 5 µL é aceitável como substituta.
- Uso de septos e de outro hardware (liners, filtros etc.) descrito. Se você substituir por outro hardware, a performance pode variar.

Preparando 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 em qualquer trap de fornecimento de gás. Substitua/recondicione os traps.
2. Instale novos consumíveis para o injetor e prepare a seringa correta do autoinjetor (com agulha, caso necessário).

Tabela 8 Peças recomendadas para cada verificação de injetor

Peça recomendada para verificação	Código de peça
Injetor com divisor/sem divisor	
Seringa de 10µL	5181-1267
O-ring	5188-5365
Septo	5183-4757
Liner	5062-3587 ou 5181-3316
Injetor multimodo	
Seringa de 10µL	5181-1267
O-ring	5188-6405
Septo	5183-4757
Liner	5190-3163

Para Verificar a Performance do FID

1. Reúna o seguinte:
   - Coluna de avaliação, HP-5 30 m x 0,32 mm x 0,25 µm (19091S-413UI-INT)
   - Amostra de avaliação de performance do FID (verificação) (5188-5372)
   - Iso-octano grau cromatografia
   - Frascos de 4-mL para solventes e descarte ou equivalente para autoinjetor
   - Vials de amostra de 2-mL ou equivalente, para amostras
   - Hardware do injetor e autoinjetor (Veja "Preparando a Verificação Cromatográfica" na página 163.)
2. Verifique o seguinte:
   - Gases de classe cromatográfica supridos e configurados: hélio como gás de arraste, nitrogênio, hidrogênio e ar.
   - Esvazie os vials de descarte posicionados na torre de amostragem.
   - Vial de solvente de 4-mL com tampa, preenchido com isoctano e inserido na posição Solvente A do autoinjetor.
3. Substitua os consumíveis (liner, septo, traps, seringa etc.) conforme necessário, para a verificação. Consulte "Preparando a Verificação Cromatográfica" na página 163.
4. Instale a coluna de avaliação. (Consulte o procedimento do injetor SS ou MMI no manual *Manutenção do GC - Cromatógrafo a Gás Intuvo 9000 Agilent*.)
   - Faça bakeout da coluna de avaliação por, no mínimo, 30 min a 180 °C. (Consulte o procedimento do injetor SS ou MMI no manual *Manutenção do GC - Cromatógrafo a Gás Intuvo 9000 Agilent*.)
5. Verifique a saída da linha de base do FID. (Consulte o procedimento do detector do FID no manual *Manutenção do GC - Cromatógrafo a Gás Intuvo 9000 Agilent*.) O sinal de saída deve estar entre 5 pA e 20 pA e ser relativamente estável. (Se usar um gerador de gás ou gás ultra-puro, o sinal poderá se estabilizar abaixo de 5 pA.) Se o sinal de saída estiver fora da faixa ou for instável, resolva o problema antes de continuar.
6. Se o sinal de saída for muito baixo:
   - Certifique-se de que o eletrômetro está ligado.
   - Verifique se a chama está acesa.

- Verifique se o sinal está sendo coletado para o detector correto.

7 Crie ou carregue um método com os valores de parâmetros listados em Tabela 9.

Tabela 9 Condições de Verificação do FID

Coluna e amostra	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091S-413UI-INT)
Amostra	Verificação do FID 5188-5372
Fluxo da coluna	6,5 mL/min
Modo da coluna	Fluxo constante
Injetor com divisor/sem divisor	
Temperatura	250 °C
Modo	Sem divisor
Fluxo de purga	40 mL/min
Tempo de purga	0,5 min
Purga do septo	3 mL/min
Economizador de gás	Desl.
Modo do aquecedor do chip de proteção	Temperatura por rampa
Setpoint do aquecedor do chip de proteção	300 °C
Configuração do aquecedor do "bus"	Usar padrão
Injetor multimodo	
Modo	Sem divisor
Temperatura do injetor	75 °C
Tempo inicial	0,1 min
Taxa 1	720 °C/min
Temp. final 1	250 °C
Tempo final 1	5,0 min
Tempo de purga	1,0 min
Fluxo de purga	40 mL/min
Purga do septo	3 mL/min

Tabela 9 Condições de Verificação do FID (cont.)

Modo do aquecedor do chip de proteção	Temperatura por rampa
Setpoint do aquecedor do chip de proteção	300 °C
Configuração do aquecedor do "bus"	Usar padrão
Detector	
Temperatura	300 °C
Fluxo H2	30 mL/min
Fluxo de ar	400 mL/min
Fluxo auxiliar (N2)	25 mL/min
Lit offset	Normalmente 2 pA
Forno	
Temp. inicial	75 °C
Tempo inicial	0,5 min
Taxa 1	20 °C/min
Temp. final	190 °C
Tempo final	0 min
Configurações do ALS (se instalado)	
Lavagens com amostra	2
Bombeamentos de amostra	6
Volume da lavagem de amostra	8 (máximo)
Volume de injeção	1 µL
Tamanho da seringa	10 µL
Pré-lavagem de solvente A	2
Pós-lavagem de solvente A	2
Volume de lavagem de solvente A	8
Pré-lavagem de solvente B	0
Pós-lavagem de solvente B	0
Volume de lavagem de solvente B	0
Modo de injeção (7693A)	Normal
Volume do intervalo de ar (7693A)	0,20
Atraso de viscosidade	0

Tabela 9 Condições de Verificação do FID (cont.)

Velocidade de dispensa da injeção (7693A)	6000
Espera de pré-injeção	0
Espera da pós-injeção	0
Injeção manual	
Volume de injeção	1 µL
Sistema de dados	
Taxa de dados:	5 Hz

8 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 estiver usando um sistema de dados, crie uma sequência de amostra usando a touchscreen do GC.

9 Dê início na corrida.

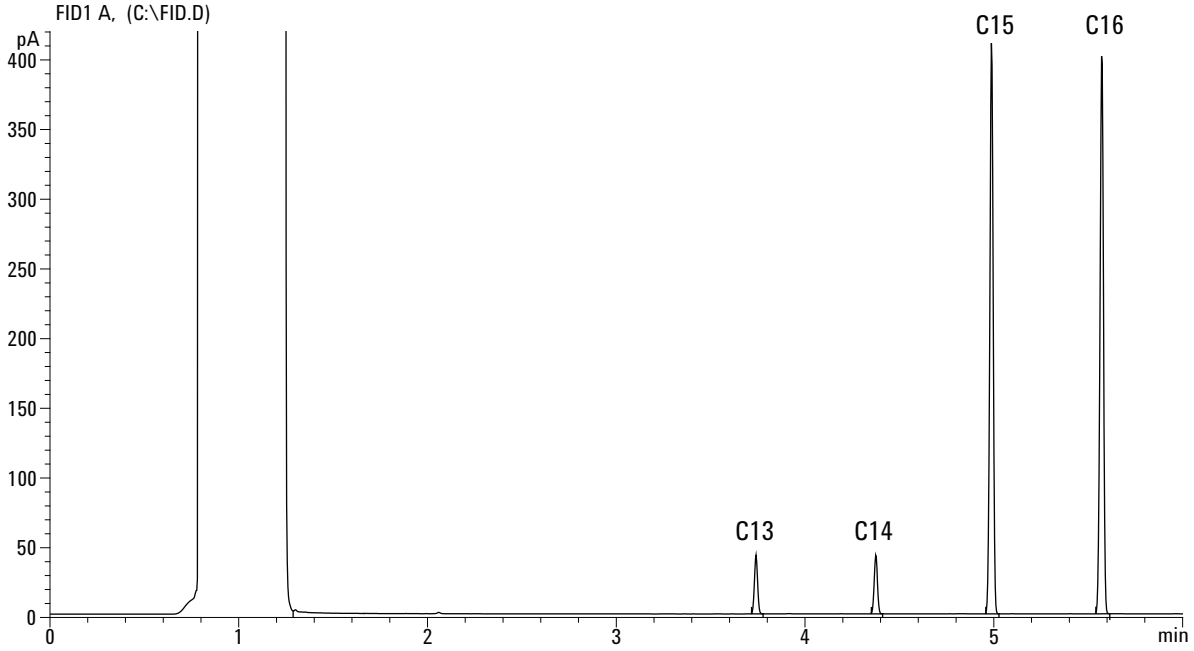
Ao realizar uma injeção utilizando um amostrador automático, inicie a corrida utilizando o sistema de dados ou, então, vá até a tela **Status** na touchscreen do GC e, depois, pressione **Iniciar** ▶.

Se realizar uma injeção manual (com ou sem sistema de dados):

a Pressione **Prep. para Corrida** para preparar o injetor para a injeção sem divisor.

b Assim que o GC estiver pronto, injete 1 µL da amostra de verificação e pressione **Iniciar** ▶.

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


FID1 A, (C:\FID.D)
pA
400
350
300
250
200
150
100
50
0
C13
C14
C15
C16
0
1
2
3
4
5
min

Para Verificar a Performance do TCD

1. Reúna o seguinte:
   - Coluna de avaliação, HP-5 30 m x 0,32 mm x 0,25 µm (19091S-413UI-INT)
   - Amostra de avaliação de performance do FID/TCD (verificação) (18710-60170)
   - Frascos de 4-mL para solventes e descarte ou equivalente para autoinjetor
   - Hexano grau cromatografia
   - Vials de amostra de 2-mL ou equivalente, para amostras
   - Hélio de classe cromatográfica como gás de arraste, auxiliar e referência
   - Hardware do injetor e autoinjetor (Veja "Preparando a Verificação Cromatográfica" na página 163.)
2. Verifique o seguinte:
   - Gases de classe cromatográfica supridos e configurados: hélio como gás de arraste e gás de referência.
   - Esvazie os vials de descarte posicionados na torre de amostragem.
   - Vial de solvente de 4-mL com tampa preenchido com hexano e inserido na posição Solvente A do autoinjetor.
3. Substitua os consumíveis (liner, septo, traps, seringa etc.) conforme necessário, para a verificação. Consulte "Preparando a Verificação Cromatográfica" na página 163.
4. Instale a coluna de avaliação. (Consulte o procedimento do injetor SS ou MMI no manual *Manutenção do GC - Cromatógrafo a Gás Intuvo 9000 Agilent*.)
   - Faça bakeout da coluna de avaliação por, no mínimo, 30 min a 180 °C. (Consulte o procedimento do injetor SS ou MMI no manual *Manutenção do GC - Cromatógrafo a Gás Intuvo 9000 Agilent*.)
5. Crie ou carregue um método com os valores de parâmetros listados em Tabela 10.

Tabela 10 Condições de Verificação de TCD

Coluna e amostra	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091S-413UI-INT)
Amostra	Verificação de FID/TCD 18710-60170
Fluxo da coluna	6,5 mL/min
Modo da coluna	Fluxo constante
Injetor com divisor/sem divisor	
Temperatura	250 °C
Modo	Sem divisor
Fluxo de purga	60 mL/min
Tempo de purga	0,75 min
Purga do septo	3 mL/min
Modo do aquecedor do chip de proteção	Temperatura por rampa
Setpoint do aquecedor do chip de proteção	300 °C
Configuração do aquecedor do "bus"	Usar padrão
Injetor multimodo	
Modo	Sem divisor
Temperatura do injetor	40 °C
Tempo inicial	0,1 min
Taxa 1	720 °C/min
Temp. final 1	350 °C
Tempo final 1	2 min
Tempo de purga	1,0 min
Fluxo de purga	40 mL/min
Purga do septo	3 mL/min
Modo do aquecedor do chip de proteção	Temperatura por rampa
Setpoint do aquecedor do chip de proteção	300 °C
Configuração do aquecedor do "bus"	Usar padrão

Tabela 10 Condições de Verificação de TCD (cont.)

Detector	
Temperatura	300 °C
Fluxo de referência (He)	20 mL/min
Fluxo auxiliar (He)	2 mL/min
Saída linha de base	< 30 contagens exibidas no Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition (< 750 µV)
Forno	
Temp. inicial	40 °C
Tempo inicial	0 min
Taxa 1	20 °C/min
Temp. final	90 °C
Tempo final	0 min
Taxa 2	15 °C/min
Temp. final	170 °C
Tempo final	0 min
Configurações do ALS (se instalado)	
Lavagens com amostra	2
Bombeamentos de amostra	6
Volume da lavagem de amostra	8 (máximo)
Volume de injeção	1 µL
Tamanho da seringa	10 µL
Pré-lavagem de solvente A	2
Pós-lavagem de solvente A	2
Volume de lavagem de solvente A	8
Pré-lavagem de solvente B	0
Pós-lavagem de solvente B	0
Volume de lavagem de solvente B	0
Modo de injeção (7693A)	Normal
Volume do intervalo de ar (7693A)	0,20
Atraso de viscosidade	0
Velocidade de dispensa da injeção (7693A)	6000

Tabela 10 Condições de Verificação de TCD (cont.)

Espera de pré-injeção	0
Espera da pós-injeção	0
Injeção manual	
Volume de injeção	1 µL
Sistema de dados	
Taxa de dados:	5 Hz

6 Exiba a saída do sinal. Uma saída estável a qualquer valor entre 12,5 e 750 µV (inclusive) é aceitável.

- Se a saída da linha de base for < 0,5 unidades de exibição (< 12,5 µV), verifique se o filamento detector está ligado. Se o resultado ainda for < 0,5 unidades de exibição (< 12,5µV), é preciso fazer a manutenção de seu detector.
- Se a saída da linha de base for > 30 unidades de exibição (> 750 µV), poderá haver contaminação química contribuindo para o sinal. Faça o bakeout do TCD. (Consulte o procedimento de bakeout no manual *Manutenção do GC - Cromatógrafo a Gás Intuvo 9000 Agilent*.) Se limpezas repetidas não oferecem um sinal aceitável, cheque a pureza do gás. Use gases de maior pureza e/ou instale traps.

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.

8 Dê início na corrida.

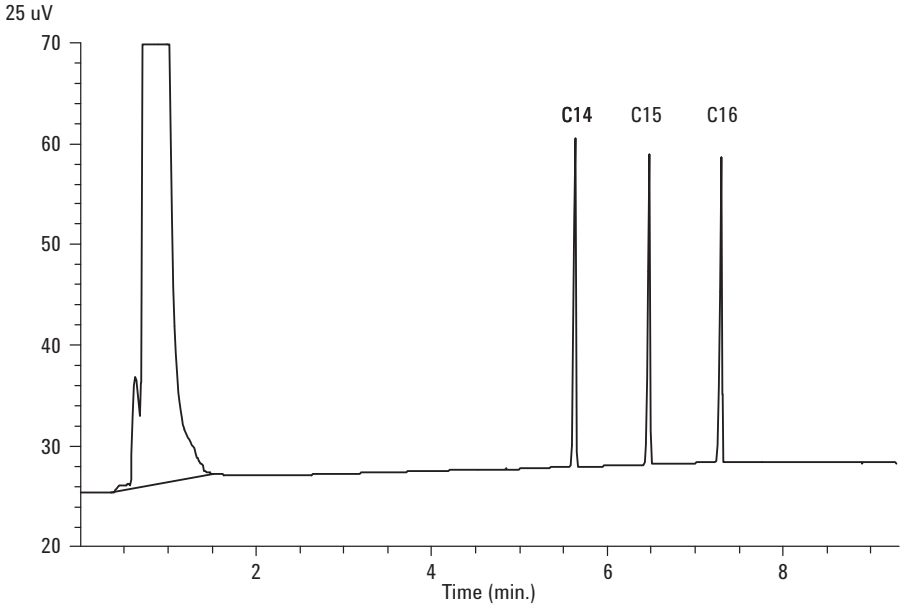
Ao realizar uma injeção utilizando um amostrador automático, inicie a corrida utilizando o sistema de dados ou, então, vá até a tela **Status** na touchscreen do GC e, depois, pressione **Iniciar** ▶.

Se realizar uma injeção manual (com ou sem sistema de dados):

a Pressione **Prep. para Corrida** para preparar o injetor para a injeção sem divisor.

b Assim que o GC estiver pronto, injete 1 µL da amostra de verificação e pressione **Iniciar** ▶.

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


25 uV
70
60
50
40
30
20
C14
C15
C16
2
4
6
8
Time (min.)

Para Verificar a Performance do NPD

1. Reúna o seguinte:
   - Coluna de avaliação, HP-5 30 m x 0,32 mm x 0,25 µm (19091S-413UI-INT)
   - Amostra de avaliação de performance do NPD (verificação) (18789-60060)
   - Frascos de 4-mL ou equivalente para solvente e descarte para o autoinjetor.
   - Iso-octano grau cromatografia
   - Vials de amostra de 2-mL ou equivalente, para amostras
   - Hardware do injetor e autoinjetor (Veja "Preparando a Verificação Cromatográfica" na página 163.)
2. Verifique o seguinte:
   - Gases de classe cromatográfica supridos e configurados: hélio como gás de arraste, nitrogênio, hidrogênio e ar.
   - Esvazie os vials de descarte posicionados na torre de amostragem.
   - Vial de 4-mL com tampa preenchido com isoctano e inserido na posição Solvente A do autoinjetor.
3. Substitua os consumíveis (liner, septo, traps, seringa etc.) conforme necessário, para a verificação. Consulte "Preparando a Verificação Cromatográfica" na página 163.
4. Se houver, remova qualquer tampa de proteção das aberturas de vent dos controladores de pressão dos injetores.
5. Instale a coluna de avaliação. (Consulte o procedimento do injetor SS ou MMI no manual *Manutenção do GC - Cromatógrafo a Gás Intuvo 9000 Agilent*.)
   - Faça bakeout da coluna de avaliação por, no mínimo, 30 min a 180 °C. (Consulte o procedimento do injetor SS ou MMI no manual *Manutenção do GC - Cromatógrafo a Gás Intuvo 9000 Agilent*.)
6. Crie ou carregue um método com os valores de parâmetros listados em Tabela 11.

Tabela 11 Condições de Verificação do NPD

Coluna e amostra	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091S-413UI-INT)
Amostra	Verificação do NPD 18789-60060
Modo da coluna	Fluxo constante
Fluxo da coluna	6,5 mL/min (hélio)
Injetor com divisor/sem divisor	
Temperatura	200 °C
Modo	Sem divisor
Fluxo de purga	60 mL/min
Tempo de purga	0,75 min
Purga do septo	3 mL/min
Modo do aquecedor do chip de proteção	Temperatura por rampa
Setpoint do aquecedor do chip de proteção	300 °C
Configuração do aquecedor do "bus"	Usar padrão
Injetor multimodo	
Modo	Sem divisor
Temperatura do injetor	60 °C
Tempo inicial	0,1 min
Taxa 1	720 °C/min
Temp. final 1	350 °C
Tempo final 1	2 min
Tempo de purga	1,0 min
Fluxo de purga	60 mL/min
Purga do septo	3 mL/min
Modo do aquecedor do chip de proteção	Temperatura por rampa
Setpoint do aquecedor do chip de proteção	300 °C
Configuração do aquecedor do "bus"	Usar padrão

Tabela 11 Condições de Verificação do NPD (cont.)

Detector	
Temperatura	300 °C
Fluxo H2	3 mL/min
Fluxo de ar	60 mL/min
Fluxo auxiliar (N2)	Auxiliar + coluna = 10 mL/min
Saída	30 unidades de exibição (30 pA)
Forno	
Temp. inicial	60 °C
Tempo inicial	0 min
Taxa 1	20 °C/min
Temp. final	200 °C
Tempo final	3 min
Configurações do ALS (se instalado)	
Lavagens com amostra	2
Bombeamentos de amostra	6
Volume da lavagem de amostra	8 (máximo)
Volume de injeção	1 µL
Tamanho da seringa	10 µL
Pré-lavagem de solvente A	2
Pós-lavagem de solvente A	2
Volume de lavagem de solvente A	8
Pré-lavagem de solvente B	0
Pós-lavagem de solvente B	0
Volume de lavagem de solvente B	0
Modo de injeção (7693A)	Normal
Volume do intervalo de ar (7693A)	0,20
Atraso de viscosidade	0
Velocidade de dispensa da injeção (7693A)	6000
Espera de pré-injeção	0
Espera da pós-injeção	0

Tabela 11 Condições de Verificação do NPD (cont.)

Injeção manual	
Volume de injeção	1 µL
Sistema de dados	
Taxa de dados:	5 Hz

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.

8 Dê início na corrida.

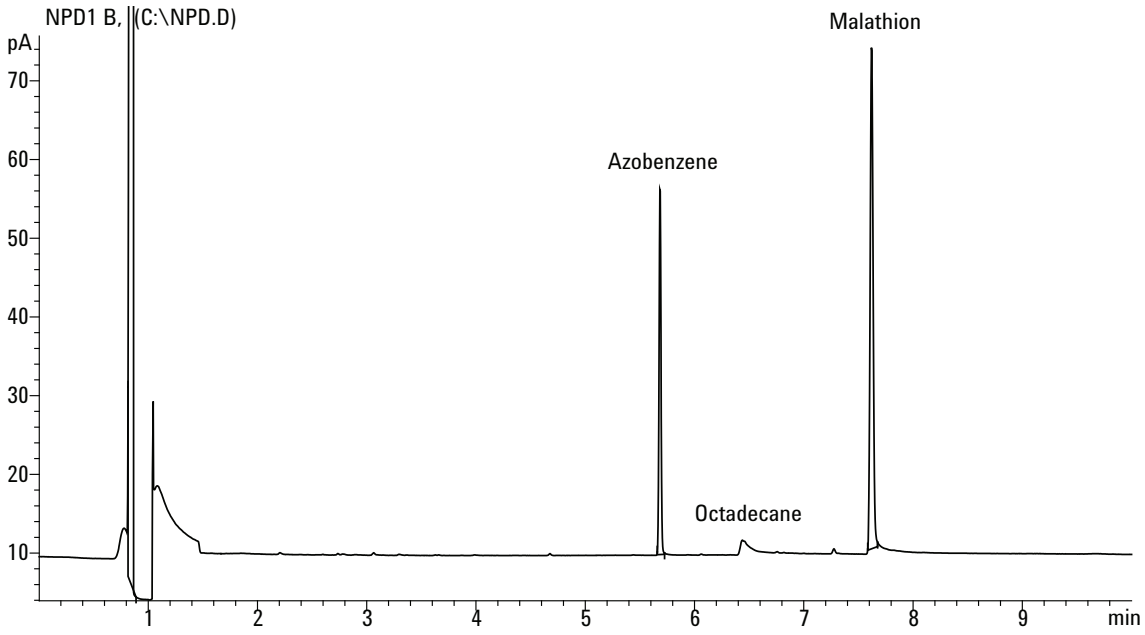
Ao realizar uma injeção utilizando um amostrador automático, inicie a corrida utilizando o sistema de dados ou, então, vá até a tela **Status** na touchscreen do GC e, depois, pressione **Iniciar** ▶.

Se realizar uma injeção manual (com ou sem sistema de dados):

a Pressione **Prep. para Corrida** para preparar o injetor para a injeção sem divisor.

Assim que o GC estiver pronto, injete 1 µL da amostra de verificação e pressione **Iniciar** ▶.

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



Para Verificar a Performance do ECD

1. Reúna o seguinte:
   - Coluna de avaliação, HP-5 30 m x 0,32 mm x 0,25 µm (19091S-413UI-INT)
   - Amostra de avaliação de performance do ECD (verificação) (18713-60040, Japão: 5183-0379)
   - Frascos de 4-mL ou equivalente para solvente e descarte para o autoinjetor.
   - Iso-octano grau cromatografia
   - Vials de amostra de 2-mL ou equivalente, para amostras
   - Hardware do injetor e autoinjetor (Veja "Preparando a Verificação Cromatográfica" na página 163.)
2. Verifique o seguinte:
   - Gases de classe cromatográfica supridos e configurados: hélio como gás de arraste, nitrogênio como auxiliar.
   - Esvazie os vials de descarte posicionados na torre de amostragem.
   - Vial de 4-mL com tampa preenchido com hexano e inserido na posição Solvente A do autoinjetor.
3. Substitua os consumíveis (liner, septo, traps, seringa etc.) conforme necessário, para a verificação. Consulte "Preparando a Verificação Cromatográfica" na página 163.
4. Instale a coluna de avaliação. (Consulte o procedimento do injetor SS ou MMI no manual *Manutenção do GC - Cromatógrafo a Gás Intuvo 9000 Agilent*.)
   - Faça bakeout da coluna de avaliação por, no mínimo, 30 minutos a 180 °C. (Consulte o procedimento do injetor SS ou MMI no manual *Manutenção do GC - Cromatógrafo a Gás Intuvo 9000 Agilent*.)
5. Exiba a saída de sinal para determinar o sinal da linha de base. Uma saída estável com linha de base de qualquer valor entre 0,5 e 1.000 Hz (unidades de exibição do OpenLAB CDS ChemStation Edition) (inclusive) é aceitável.
   - Se a saída da linha de base for < 0,5 Hz, verifique se o eletrômetro está ligado. Se a saída ainda for de < 0,5 Hz, seu detector precisa de manutenção.

- Se a saída da linha de base for > 1000 Hz, poderá haver contaminação química contribuindo para o sinal. Faça bakeout do ECD. (Consulte o procedimento de bakeout do ECD no manual *Manutenção do GC - Cromatógrafo a Gás Intuvo 9000 Agilent*.) Se limpezas repetidas não oferecem um sinal aceitável, cheque a pureza do gás. Use gases de maior pureza e/ou instale traps.

6 Crie ou carregue um método com os valores de parâmetros listados em Tabela 12.

Tabela 12 Condições de Verificação do ECD

Coluna e amostra	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091S-413UI-INT)
Amostra	Verificação do ECD (18713-60040 ou Japão: 5183-0379)
Modo da coluna	Fluxo constante
Fluxo da coluna	6,5 mL/min (hélio)
Injetor com divisor/sem divisor	
Temperatura	200 °C
Modo	Sem divisor
Fluxo de purga	60 mL/min
Tempo de purga	0,75 min
Purga do septo	3 mL/min
Modo do aquecedor do chip de proteção	Temperatura por rampa
Setpoint do aquecedor do chip de proteção	300 °C
Configuração do aquecedor do "bus"	Usar padrão
Injetor multimodo	
Modo	Sem divisor
Temperatura do injetor	80 °C
Tempo inicial	0,1 min
Taxa 1	720 °C/min
Temp. final 1	250 °C
Tempo final 1	5 min
Tempo de purga	1,0 min

Tabela 12 Condições de Verificação do ECD (cont.)

Fluxo de purga	60 mL/min
Purga do septo	3 mL/min
Modo do aquecedor do chip de proteção	Temperatura por rampa
Setpoint do aquecedor do chip de proteção	300 °C
Configuração do aquecedor do "bus"	Usar padrão
Detector	
Temperatura	300 °C
Fluxo auxiliar (N2)	30 mL/min (constante + auxiliar)
Saída linha de base	Deve ser de < 1000 contagens de exibição. Em Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition (< 1.000 Hz)
Forno	
Temp. inicial	80 °C
Tempo inicial	0 min
Taxa 1	15 °C/min
Temp. final	180 °C
Tempo final	10 min
Configurações do ALS (se instalado)	
Lavagens com amostra	2
Bombeamentos de amostra	6
Volume da lavagem de amostra	8 (máximo)
Volume de injeção	1 µL
Tamanho da seringa	10 µL
Pré-lavagem de solvente A	2
Pós-lavagem de solvente A	2
Volume de lavagem de solvente A	8
Pré-lavagem de solvente B	0
Pós-lavagem de solvente B	0
Volume de lavagem de solvente B	0
Modo de injeção (7693A)	Normal
Volume do intervalo de ar (7693A)	0,20

Tabela 12 Condições de Verificação do ECD (cont.)

Atraso de viscosidade	0
Velocidade de dispensa da injeção (7693A)	6000
Espera de pré-injeção	0
Espera da pós-injeção	0
Injeção manual	
Volume de injeção	1 µL
Sistema de dados	
Taxa de dados:	5 Hz

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.

8 Dê início na corrida.

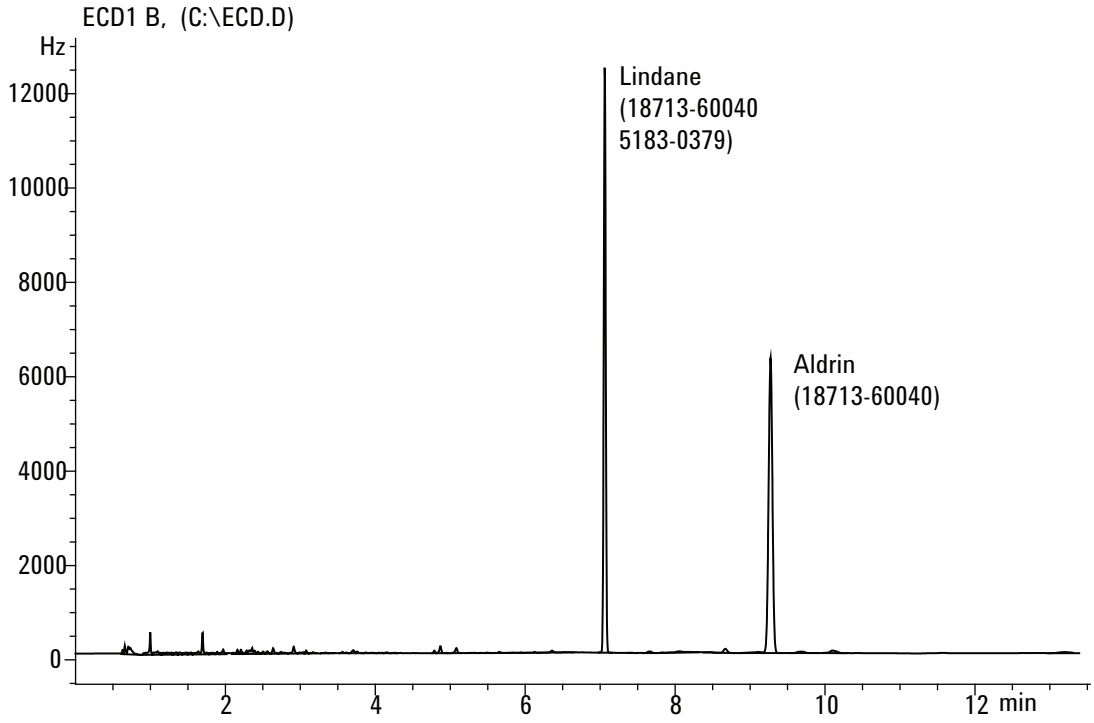
Ao realizar uma injeção utilizando um amostrador automático, inicie a corrida utilizando o sistema de dados ou, então, vá até a tela **Status** na touchscreen do GC e, depois, pressione **Iniciar** ▶.

Se realizar uma injeção manual (com ou sem sistema de dados):

a Pressione **Prep. para Corrida** para preparar o injetor para a injeção sem divisor.

b Assim que o GC estiver pronto, injete 1 µL da amostra de verificação e pressione **Iniciar** ▶.

O seguinte cromatograma mostra resultados típicos para um detector novo, com consumíveis novos instalados. O pico de Aldrin não estará presente quando se utilizar a amostra japonesa 5183-0379.


ECD1 B, (C:\ECD.D)
Hz
12000
10000
8000
6000
4000
2000
0
Lindane
(18713-60040
5183-0379)
Aldrin
(18713-60040)
2
4
6
8
10
12
min

Para Verificar a Performance do FPD$^+$ (Amostra 5188-5953)

Para verificar a performance do FPD$^+$, verifique primeiro a performance de fósforo e, em seguida, a performance de enxofre.

Preparação

1 Reúna o seguinte:
   - Coluna de avaliação, HP-5 30 m x 0,32 mm x 0,25 µm (19091S-413UI-INT)
   - Amostra de avaliação (verificação) de performance do FPD (5188-5953), 2,5 mg/L (± 0,5%) metil-paration em isoctano
   - Filtro de fósforo
   - Filtro de enxofre e espaçador de filtro
   - Frascos de 4-mL ou equivalente para solvente e descarte para o autoinjetor.
   - Vials de amostra de 2-mL ou equivalente, para amostras
   - Isoctano de classe cromatográfica para solvente de lavagem de seringa.
   - Hardware do injetor e autoinjetor (Veja "Preparando a Verificação Cromatográfica" na página 163.)
2 Verifique o seguinte:
   - Gases de classe cromatográfica supridos e configurados: hélio como gás de arraste, nitrogênio, hidrogênio e ar.
   - Esvazie os vials de descarte posicionados na torre de amostragem.
   - Vial de 4-mL com tampa preenchido com isoctano e inserido na posição Solvente A do autoinjetor.
3 Substitua os consumíveis (liner, septo, traps, seringa etc.) conforme necessário, para a verificação. Consulte "Preparando a Verificação Cromatográfica" na página 163.
4 Verifique se **Lit Offset** está configurado corretamente. Normalmente, deve estar a cerca de 2,0 pA para o método de verificação.
5 Instale a coluna de avaliação. (Consulte o procedimento do injetor SS ou MMI no manual *Manutenção do GC - Cromatógrafo a Gás Intuvo 9000 Agilent*.)

- Configure o forno, o injetor e o detector para 250 °C e aqueça por pelo menos 15 minutos. (Consulte o procedimento do injetor SS ou MMI no manual *Manutenção do GC - Cromatógrafo a Gás Intuvo 9000 Agilent*.)

Performance do fósforo

1 Se ainda não estiver instalado, instale o filtro de fósforo. (Consulte o procedimento de substituição do filtro de comprimento de onda do FPD no manual *Manutenção do GC - Cromatógrafo a Gás Intuvo 9000 Agilent*.)

2 Crie ou carregue um método com os valores de parâmetros listados em Tabela 13.

Tabela 13 Condições de Verificação do FPD$^+$ (P)

Coluna e amostra	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091S-413UI-INT)
Amostra	Verificação do FPD (5188-5953)
Modo da coluna	Pressão constante
Pressão da coluna	25 psi
Injetor com divisor/sem divisor	
Temperatura	200 °C Com divisor/sem divisor
Modo	Sem divisor
Fluxo de purga	60 mL/min
Tempo de purga	0,75 min
Purga do septo	3 mL/min
Modo do aquecedor do chip de proteção	Temperatura por rampa
Setpoint do aquecedor do chip de proteção	300 °C
Configuração do aquecedor do "bus"	Usar padrão
Injetor multimodo	
Modo	Sem divisor
Temperatura do injetor	75 °C
Tempo inicial	0,1 min
Taxa 1	720 °C/min

Tabela 13 Condições de Verificação do FPD$^+$ (cont.)(P)

Temp. final 1	250 °C
Tempo final 1	5,0 min
Tempo de purga	1,0 min
Fluxo de purga	60 mL/min
Purga do septo	3 mL/min
Modo do aquecedor do chip de proteção	Temperatura por rampa
Setpoint do aquecedor do chip de proteção	300 °C
Configuração do aquecedor do "bus"	Usar padrão
Detector	
Temperatura	200 °C (Ligado)
Fluxo de hidrogênio	60 mL/min (Ligado)
Fluxo de ar (oxidante)	60 mL/min (Ligado)
Modo	Fluxo auxiliar constante DESLIGADO
Fluxo auxiliar	60 mL/min (Ligado)
Tipo de gás auxiliar:	Nitrogênio
Chama	Ligado
Lit offset	Normalmente 2 pA
Tensão no PMT	Ligado
Bloco de Emissão	125 °C
Forno	
Temp. inicial	70 °C
Tempo inicial	0 min
Taxa 1	25 °C/min
Temp. final	150 °C
Tempo final	0 min
Taxa 2	5 °C/min
Temp. final	190 °C
Tempo final	4 min
Configurações do ALS (se instalado)	
Lavagens com amostra	2

Tabela 13 Condições de Verificação do FPD$^+$ (cont.)(P)

Bombeamentos de amostra	6
Volume da lavagem de amostra	8 (máximo)
Volume de injeção	1 µL
Tamanho da seringa	10 µL
Pré-lavagem de solvente A	2
Pós-lavagem de solvente A	2
Volume de lavagem de solvente A	8
Pré-lavagem de solvente B	0
Pós-lavagem de solvente B	0
Volume de lavagem de solvente B	0
Modo de injeção (7693A)	Normal
Volume do intervalo de ar (7693A)	0,20
Atraso de viscosidade	0
Velocidade de dispensa da injeção (7693A)	6000
Espera de pré-injeção	0
Espera da pós-injeção	0
Injeção manual	
Volume de injeção	1 µL
Sistema de dados	
Taxa de dados:	5 Hz

3 Acenda a chama do FPD se ela não estiver acesa.

4 Exiba a saída do sinal e monitore-a. Esse resultado normalmente se encontra entre 40 e 55, mas pode chegar a 70. Aguarde até que o resultado se estabilize. Isso leva cerca de 1 hora.

   Se a linha de base estiver muito alta:

   - Verifique se há vazamentos.
   - Aqueça o detector e a coluna a 250 °C.
   - Fluxos incorretos definidos para filtro instalado.

   Se a linha de base de saída é zero, verifique se o eletrômetro está ligado e se a chama está acesa.

5 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.

6 Dê início na corrida.

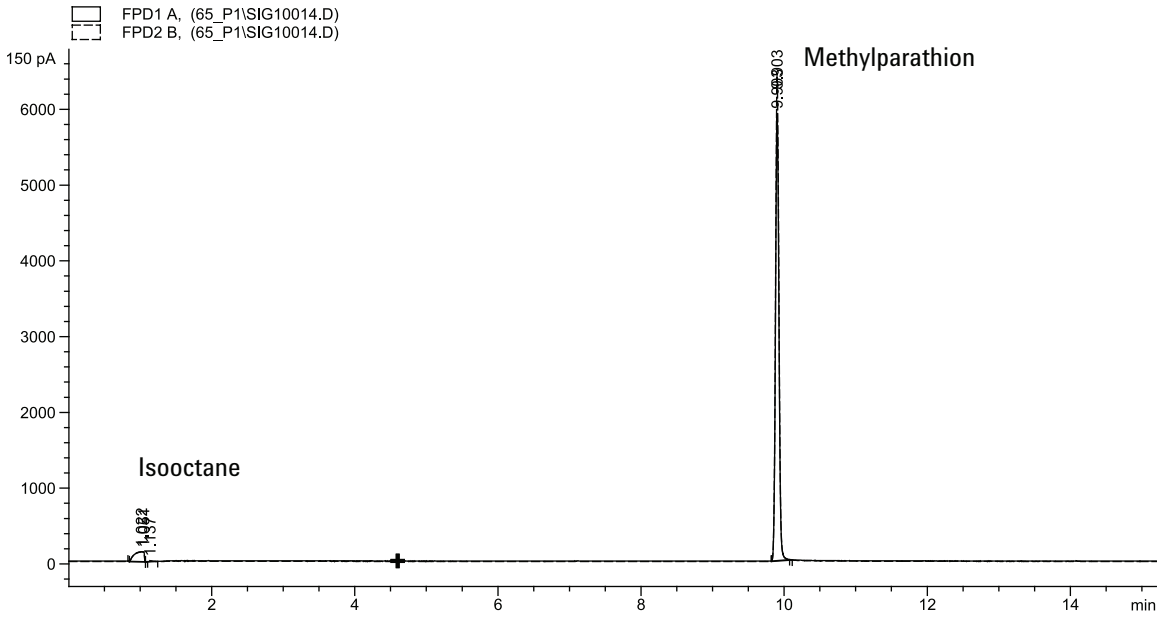
Ao realizar uma injeção utilizando um amostrador automático, inicie a corrida utilizando o sistema de dados ou, então, pressione **Iniciar** no GC.

Se realizar uma injeção manual (com ou sem sistema de dados):

a Pressione **Prep. para Corrida** para preparar o injetor para a injeção sem divisor.

b Assim que o GC estiver pronto, injete 1 µL da amostra de verificação e pressione **Iniciar** no GC.

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



Performance do enxofre

1 Instale o filtro do enxofre e o espaçador de filtro. (Consulte o procedimento de substituição do filtro de comprimento de onda do FPD no manual *Manutenção do GC - Cromatógrafo a Gás Intuvo 9000 Agilent*.)

2 Acenda a chama do FPD se ela não estiver acesa.

3 Exiba a saída do sinal e monitore-a. Esse resultado normalmente se encontra entre 50 e 60, mas pode chegar a 70. Aguarde até que o resultado se estabilize. Isto leva cerca de 1 hora.

   Se a linha de base estiver muito alta:

   - Verifique se há vazamentos.
   - Aqueça o detector e a coluna a 250 °C.
   - Fluxos incorretos definidos para filtro instalado.

   Se a linha de base de saída é zero, verifique se o eletrômetro está ligado e se a chama está acesa.

4 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.

5 Dê início na corrida.

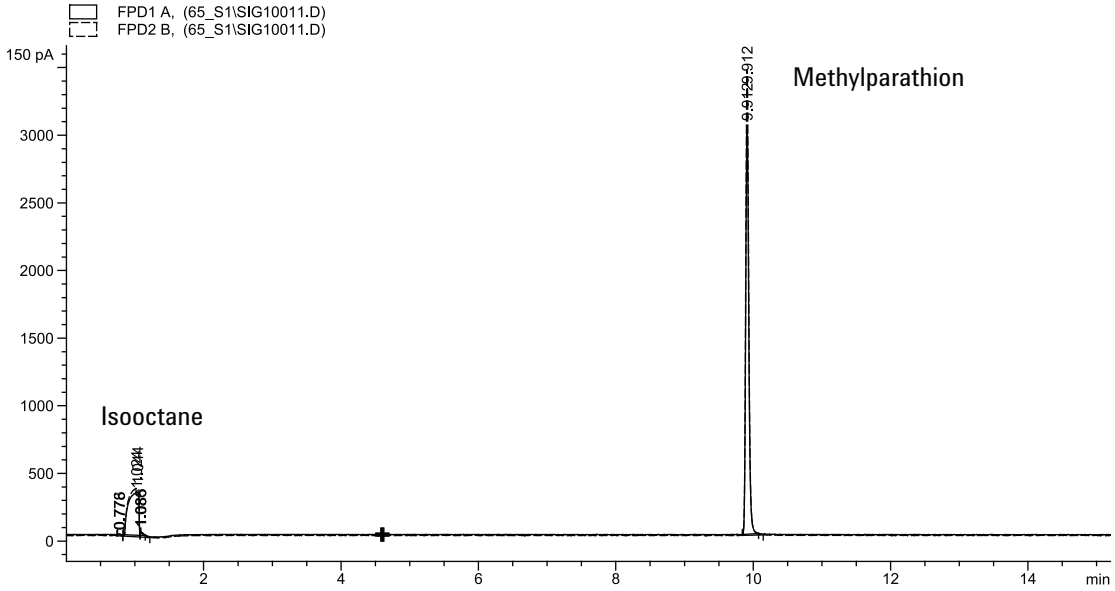
   Ao realizar uma injeção utilizando um amostrador automático, inicie a corrida utilizando o sistema de dados ou, então, vá até a tela **Status** na touchscreen do GC e, depois, pressione **Iniciar** ▶.

   Se realizar uma injeção manual (com ou sem sistema de dados):

   a Pressione **Prep. para Corrida** para preparar o injetor para a injeção sem divisor.

   b Assim que o GC estiver pronto, injete 1 µL da amostra de verificação e pressione **Iniciar** ▶.

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


FPD1 A, (65_S1\SIG10011.D)
FPD2 B, (65_S1\SIG10011.D)
150 pA
3000
2500
2000
1500
1000
500
0
Isooctane
Methylparathion
0.778
9.912
2
4
6
8
10
12
14
min

Para Verificar a Performance do FPD$^+$ (amostra 5188-5245, Japão)

Para verificar o desempenho do FPD$^+$, verifique primeiro a performance do fósforo e, em seguida, a performance do enxofre.

Preparação

1 Reúna o seguinte:
   - Coluna de avaliação, DB5 15 m x 0,32 mm x 1,0 µm (19091S-413UI-INT)
   - Amostra de avaliação (verificação) de performance do FPD (5188-5245, Japão), composição: n-dodecano 7.499 mg/L (± 5%), dodecanetiol 2,0 mg/L (± 5%), tributil fosfato 2,0 mg/L (± 5%), tert-butildissulfídeo 1,0 mg/L (± 5%), em isoctano como solvente.
   - Filtro de fósforo.
   - Filtro de enxofre e espaçador de filtro.
   - Frascos de 4-mL ou equivalente para solvente e descarte para o autoinjetor.
   - Vials de amostra de 2-mL ou equivalente, para amostras
   - Isoctano de classe cromatográfica para solvente de lavagem de seringa.
   - Hardware do injetor e autoinjetor (Veja “Preparando a Verificação Cromatográfica” na página 163.)

2 Verifique o seguinte:
   - Gases de classe cromatográfica supridos e configurados: hélio como gás de arraste, nitrogênio, hidrogênio e ar.
   - Esvazie os vials de descarte posicionados na torre de amostragem.
   - Vial de 4-mL com tampa preenchido com isoctano e inserido na posição Solvente A do autoinjetor.

3 Substitua os consumíveis (liner, septo, traps, seringa etc.) conforme necessário, para a verificação. Consulte “Preparando a Verificação Cromatográfica” na página 163.

4 Verifique se o Lit Offset está configurado corretamente. Normalmente, deve estar a cerca de 2,0 pA para o método de verificação.

5 Instale a coluna de avaliação. (Consulte o procedimento do injetor SS ou MMI no manual *Manutenção do GC - Cromatógrafo a Gás Intuvo 9000 Agilent*.)

- Configure o forno, o injetor e o detector para 250 °C e aqueça por pelo menos 15 minutos. (Consulte o procedimento do injetor SS ou MMI no manual *Manutenção do GC - Cromatógrafo a Gás Intuvo 9000 Agilent*.)

Performance do fósforo

1 Se ainda não estiver instalado, instale o filtro de fósforo. (Consulte o procedimento de substituição do filtro de comprimento de onda do FPD no manual *Manutenção do GC - Cromatógrafo a Gás Intuvo 9000 Agilent*.)

2 Crie ou carregue um método com os valores de parâmetros listados em Tabela 14.

Tabela 14 Condições de Verificação do Fósforo do FPD+

Coluna e amostra	
Tipo	DB-5MS, 15 m x 0,32 mm x 1,0 µm (123-5513)
Amostra	Verificação do FPD (5188-5245)
Modo da coluna	Fluxo constante
Fluxo da coluna	7,5 mL/min
Injetor com divisor/sem divisor	
Temperatura	250 °C
Modo	Sem divisor
Fluxo de purga total	69,5 mL/min
Fluxo de purga	60 mL/min
Tempo de purga	0,75 min
Purga do septo	3 mL/min
Modo do aquecedor do chip de proteção	Temperatura por rampa
Setpoint do aquecedor do chip de proteção	300 °C
Configuração do aquecedor do "bus"	Usar padrão
Injetor multimodo	
Modo	Sem divisor
Temperatura do injetor	80 °C
Tempo inicial	0,1 min

Tabela 14 Condições de Verificação do Fósforo do FPD$^+$ (cont.)

Taxa 1	720 °C/min
Temp. final 1	250 °C
Tempo final 1	5,0 min
Tempo de purga	1,0 min
Fluxo de purga	60 mL/min
Purga do septo	3 mL/min
Modo do aquecedor do chip de proteção	Temperatura por rampa
Setpoint do aquecedor do chip de proteção	300 °C
Configuração do aquecedor do "bus"	Usar padrão
Detector	
Temperatura	200 °C (Ligado)
Fluxo de hidrogênio	60,0 mL/min (Ligado)
Fluxo de ar (oxidante)	60,0 mL/min (Ligado)
Modo	Fluxo auxiliar constante DESLIGADO
Fluxo auxiliar	60,0 mL/min (Ligado)
Tipo de gás auxiliar:	Nitrogênio
Chama	Ligado
Lit offset	Normalmente 2 pA
Tensão no PMT	Ligado
Bloco de Emissão	125 °C
Forno	
Temp. inicial	70 °C
Tempo inicial	0 min
Taxa 1	10 °C/min
Temp. final	105 °C
Tempo final	0 min
Taxa 2	20 °C/min
Temp. final	190 °C
Tempo final	7,25 min para enxofre 12,25 min para fósforo

Tabela 14 Condições de Verificação do Fósforo do FPD$^+$ (cont.)

Configurações do ALS (se instalado)	
Lavagens com amostra	2
Bombeamentos de amostra	6
Volume da lavagem de amostra	8 (máximo)
Volume de injeção	1 µL
Tamanho da seringa	10 µL
Pré-lavagem de solvente A	2
Pós-lavagem de solvente A	2
Volume de lavagem de solvente A	8
Pré-lavagem de solvente B	0
Pós-lavagem de solvente B	0
Volume de lavagem de solvente B	0
Modo de injeção (7693A)	Normal
Volume do intervalo de ar (7693A)	0,20
Atraso de viscosidade	0
Velocidade de dispensa da injeção (7693A)	6000
Espera de pré-injeção	0
Espera da pós-injeção	0
Injeção manual	
Volume de injeção	1 µL
Sistema de dados	
Taxa de dados:	5 Hz

3 Acenda a chama do FPD se ela não estiver acesa.

4 Exiba a saída do sinal e monitore-a. Esse resultado normalmente se encontra entre 40 e 55, mas pode chegar a 70. Aguarde até que o resultado se estabilize. Isso leva cerca de 1 hora.

Se a linha de base estiver muito alta:

- Verifique se há vazamentos.
- Aqueça o detector e a coluna a 250 °C.
- Fluxos incorretos definidos para filtro instalado.

Se a linha de base de saída é zero, verifique se o eletrômetro está ligado e se a chama está acesa.

5 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.

6 Dê início na corrida.

Ao realizar uma injeção utilizando um amostrador automático, inicie a corrida utilizando o sistema de dados ou, então, vá até a tela **Status** na touchscreen do GC e, depois, pressione **Iniciar** ▶.

Se realizar uma injeção manual (com ou sem sistema de dados):

a Pressione **Prep. para Corrida** para preparar o injetor para a injeção sem divisor.

b Assim que o GC estiver pronto, injete 1 µL da amostra de verificação e pressione **Iniciar** ▶.

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

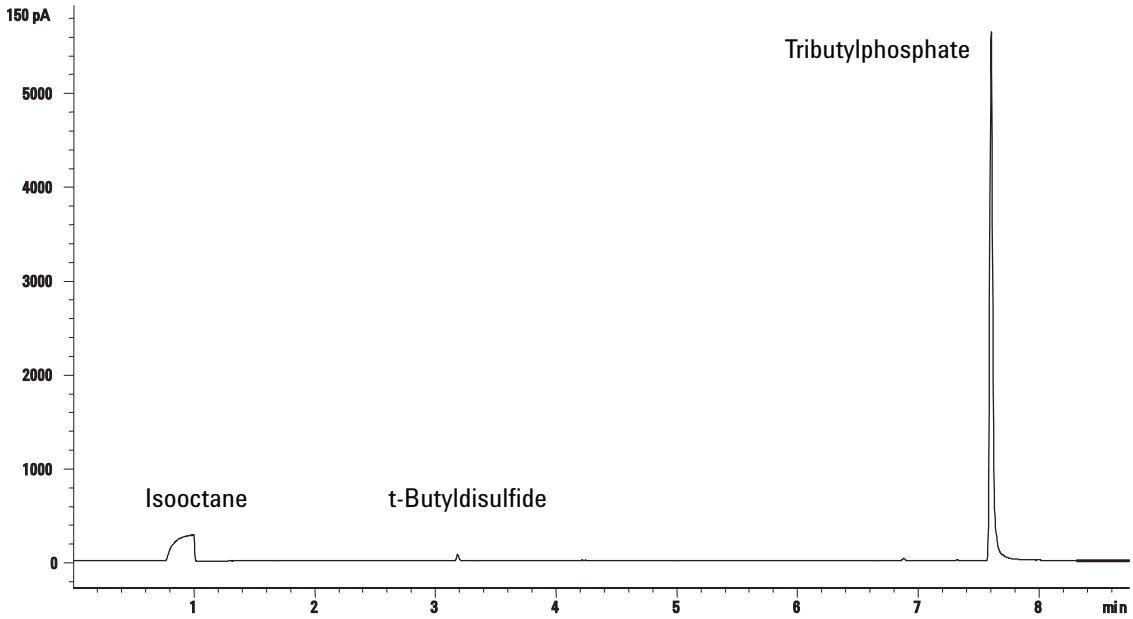


Tabela 15 Avaliar corridas de verificação

Filtro do FPD P	Faixa típica após 24 horas	Limites na instalação
MDL (pg/s)	0,06 a 0,08	≤ 0,10
Área de pico	19.000 a 32.000	≤ 19.000
Altura de sinal	5.000 a 11.000	—
Ruído	1,6 a 3,0	≤ 4
Metade da largura (min)	0,05 a 0,07	—
Saída	34 a 80	≤ 80

Performance do enxofre

1. Instale o filtro de enxofre. (Consulte o procedimento de substituição do filtro de comprimento de onda do FPD no manual *Manutenção do GC - Cromatógrafo a Gás Intuvo 9000 Agilent*.)
2. Acenda a chama do FPD se ela não estiver acesa.
3. Exiba a saída do sinal e monitore-a. Esse resultado normalmente se encontra entre 50 e 60, mas pode chegar a 70. Aguarde até que o resultado se estabilize. Isto leva cerca de 2 horas.

   Se a linha de base estiver muito alta:

   - Verifique se há vazamentos.
   - Aqueça o detector e a coluna a 250 °C.
   - Fluxos incorretos definidos para filtro instalado.

   Se a linha de base de saída é zero, verifique se o eletrômetro está ligado e se a chama está acesa.
4. 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.
5. Dê início na corrida.

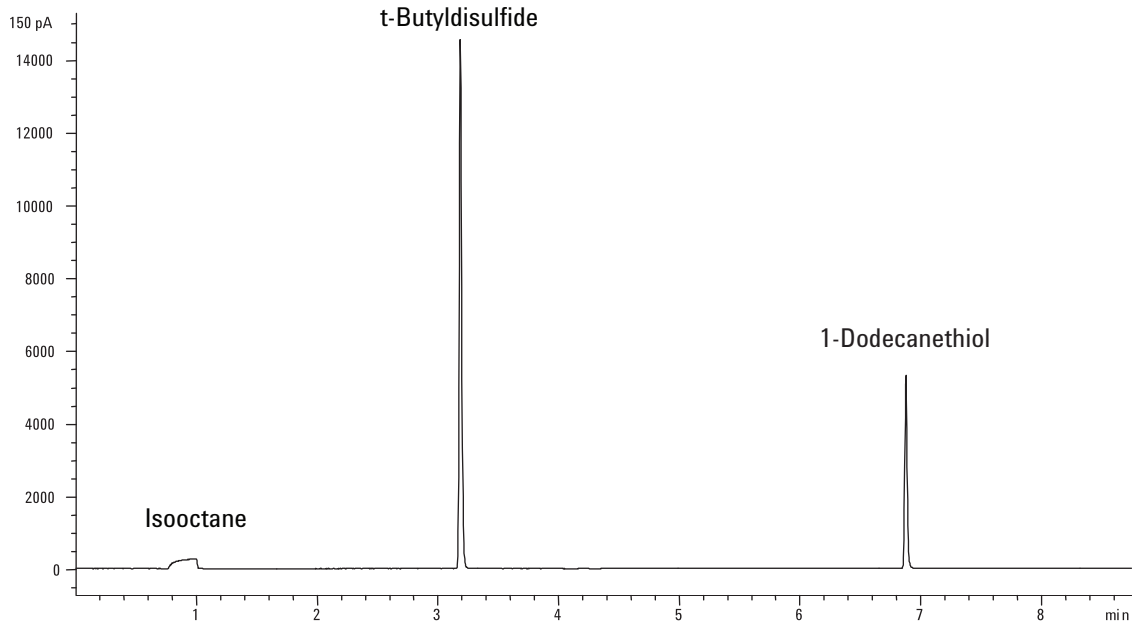
   Ao realizar uma injeção utilizando um amostrador automático, inicie a corrida utilizando o sistema de dados ou, então, vá até a tela **Status** na touchscreen do GC e, depois, pressione **Iniciar** ▶.

Se realizar uma injeção manual (com ou sem sistema de dados):

a Pressione **Prep. para Corrida** para preparar o injetor para a injeção sem divisor.

b Assim que o GC estiver pronto, injete 1 µL da amostra de verificação e pressione **Iniciar**.

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



13
Recursos Inteligentes do Instrumento

Comunicações no nível do sistema 198
Sistemas GC/MS 199
Realizar o vent do MS 199
Eventos de desligamento do MS 199
Eventos de desligamento de pressão do GC 200

O GC Intuvo 9000 suporta os recursos de instrumento inteligente da Agilent. Quando vários instrumentos que suportam essa tecnologia são configurados como um sistema, as comunicações avançadas e o compartilhamento de dados realizados entre eles oferecem recursos e capacidades que não estão disponíveis em sistemas anteriores que se comunicam somente através de sinal remoto de início/parada.

Esta seção descreve os recursos adicionais de um GC Intuvo 9000 quando configurado adequadamente como parte de um sistema com outros instrumentos inteligentes, como um MS ou amostrador headspace (HS).

Comunicações no nível do sistema

Quando o GC Intuvo 9000 e outros instrumentos da Agilent que suportam comunicações avançadas, como um MS ou HS, são configurados juntos, eles se comunicam uns com os outros e reagem uns aos outros. Os instrumentos compartilham eventos e dados, para oferecer interação e eficiência. Conforme o estado de um instrumento muda, os outros instrumentos reagem de acordo. Por exemplo, quando você inicia o vent de um MS, o GC automaticamente altera fluxos e temperaturas. Se o GC entrar em estado de suspensão para preservar recursos, o MS e o HS farão o mesmo. Ao programar o HS, ele automaticamente incorpora os setpoints atuais do método do GC para calcular o tempo e o rendimento.

Uma das principais vantagens das comunicações avançadas é que os instrumentos podem se proteger e a cada um contra danos. Eventos que causam esse tipo de interação incluem:

- Desligamentos do GC
- Vent do MS
- Desligamentos do MS

Outra vantagem das comunicações aperfeiçoadas é a conveniência fornecida no nível do sistema:

- Rastreamento de EMF consolidado
- Relógios do instrumento sincronizados (requer sistema de dados da Agilent)
- Agendas de instrumentos sincronizadas (suspender/despertar)
- Exibição dos erros do instrumento conectado à touchscreen do GC

Sistemas GC/MS

Esta seção descreve os comportamentos e recursos do GC que exigem um MS ou MSD que suporte comunicações avançadas do GC-MS. (Consulte a documentação do MS.)

Realizar o vent do MS

Quando você utiliza o teclado do MS para iniciar o vent rápido ou quando você utiliza o sistema de dados Agilent para iniciar o vent, o MS alerta o GC. O GC carrega o método especial de vent do MS. O GC mantém o método de vent do MS carregado até que:

- O MS fique pronto novamente.
- Você possa limpar manualmente o estado do vent do MS.

Durante o processo de vent, o MS notificará o GC de que o vent foi concluído. O GC, em seguida, definirá fluxos muito baixos para cada dispositivo controlado por fluxo ou pressão, orientando-o de volta à sequência de configuração da coluna para o injetor. Por exemplo, para uma configuração que utiliza uma união purgada na linha de transferência, o GC definirá a pressão na união purgada para 1,0 psi, e a pressão no injetor para 1,25 psi.

Se for utilizado hidrogênio como gás de arraste, o GC simplesmente desligará o gás para evitar acúmulo de hidrogênio no MS.

Observe que enquanto estiver no estado de vent do MS, o GC não fará o desligamento do MS após perder comunicação com o MS.

Eventos de desligamento do MS

Quando configurados com um MS ou MSD que suporte as comunicações avançadas do GC-MS, os eventos abaixo causarão desligamento do MS no GC:

- Perda de comunicação com o MS, quando não houver vent do MS. (Não requer comunicação por um determinado período de tempo.)
- O MS relata uma falha na bomba de alto vácuo.

Quando o GC entra no desligamento do MS:

- O GC aborta qualquer corrida atual.
- A temperatura da linha de transferência do MS é desligada.

- Se for utilizado um gás de arraste inflamável, o gás é desativado até que o forno seja resfriado (apenas no caminho de fluxo da coluna do MS).
- Se gás de arraste inflamável não estiver sendo utilizado, o GC definirá fluxos muito baixos para cada dispositivo controlado por fluxo ou pressão, orientando-o de volta à sequência de configuração da coluna para o injetor. Por exemplo, para uma configuração que utiliza uma união purgada na linha de transferência, o GC definirá a pressão na união purgada para 1,0 psi, e a pressão no injetor para 1,25 psi.
- O GC exibe um estado de erro e registra os eventos em logs.

O GC não poderá ser utilizado até que o estado de erro desapareça ou até que o MS seja desconfigurado no GC.

Se o MS for reparado ou não tiver mais erros, ou, se a comunicação for restabelecida, o GC automaticamente removerá esse estado de erro.

Eventos de desligamento de pressão do GC

Se o GC entrar em desligamento de pressão do gás de arraste que está seguindo para a linha de transferência do MS, o MS registrará esse evento em log. Como parte das etapas de desligamento, o GC também desligará a linha de transferência do MS.

14
Divisor Operacional e Acessórios de Backflush

Acessório de Backflush para D1 Entre Colunas G7322A com EPC 202
Acessório de Backflush para D2/MS Entre Colunas G7323A com EPC 205
Acessório de Backflush para D1 Pós-coluna G7324A com EPC 208
Acessório de Backflush para D2/MS Pós-coluna G7325A com EPC 212
Acessório do Divisor do Injetor G7326A para 2 Colunas 216
Acessório Divisor do Detector D1-MS 1:1 G7329A 219

Esta seção fornece uma visão geral das opções de backflush e divisor disponíveis no GC Intuvo 9000 Agilent. É possível encontrar detalhes e procedimentos específicos de cada acessório nos respectivos manuais de instruções de instalação.

Acessório de Backflush para D1 Entre Colunas G7322A com EPC

O Acessório de Backflush para D1 Entre Colunas G7322A com EPC Agilent fornece recursos de backflush de coluna capilar ao detector na posição D1, quando instalado em um GC Intuvo 9000.

Introdução

A instalação do Acessório de Backflush para D1 Entre Colunas G7322A com EPC, que contém um módulo de controle eletrônico de pressão (EPC) chamado de dispositivo de comutação pneumática (PSD), fornece recursos de backflush ao sistema GC Intuvo 9000 Agilent. O backflush utiliza uma fonte de pressão adicional ao fim de uma coluna para que o gás de arraste flua em sentido contrário pela coluna e para fora do split vent do injetor. Dessa forma, compostos com alto ponto de ebulição são removidos do topo da coluna, o que reduz o carryover e os efeitos contaminantes da matriz e aumenta o volume de processamento da amostra.

Princípios de Operação

Em uma configuração de backflush entre colunas, são utilizadas duas colunas. A coluna um é a coluna de backflush, e a coluna dois é a coluna analítica. Uma fonte de pressão adicional, o dispositivo de comutação pneumática (PSD), é colocada entre as duas colunas para ajustar o fluxo de gás de arraste em um dos dois modos. Na operação de fluxo regular, o PSD adiciona uma quantidade pequena de fluxo além do fluxo da coluna 1 para fornecer fluxo para a coluna 2. Dessa forma, os analitos passam da coluna 1 para a coluna 2 como se estivessem em uma única coluna contínua. Os analitos são arrastados pela coluna 2 até chegar ao detector. Consulte a Figura 65 na página 202.

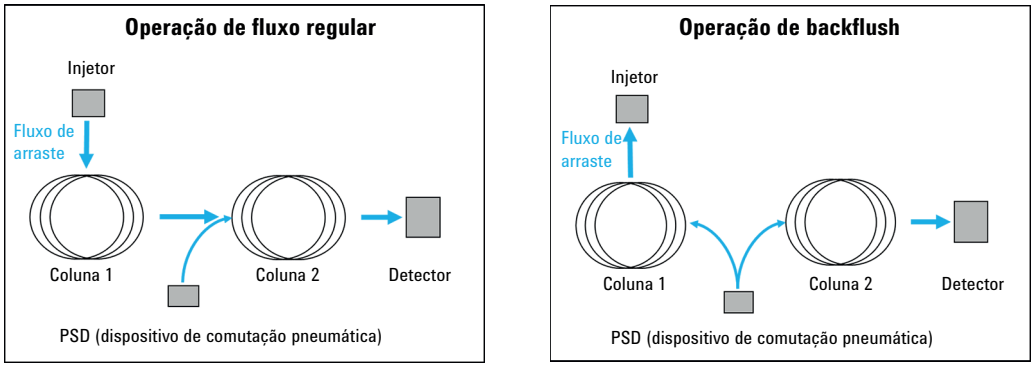


Figura 65 Fluxo regular e operação de backflush

Durante a operação de backflush, em um momento específico após a introdução da amostra (ou seja, o momento de backflush), a pressão do injetor é reduzida. O PSD é compensado para manter a mesma taxa de fluxo através da coluna 2, como ocorreu antes de a operação de backflush começar. No entanto, como a pressão do injetor é agora inferior à pressão do PSD, o fluxo que passa pela coluna 1 é invertido e flui para fora através do trap do split vent do injetor.

Ao conectar a linha da fonte de gás do backflush ao módulo de EPC do PSD para o acessório de backflush, use uma conexão em T no suprimento de gás de arraste e conecte a nova linha ao módulo de EPC para o acessório de backflush, usando uma conexão Swagelok de 1/8 pol. Talvez seja necessário aumentar a pressão do gás de arraste fornecida ao GC, de acordo com as configurações de backflush. O setpoint de pressão de EPC do PSD varia conforme a aplicação. O fluxo de purga do EPC do PSD deve ser definido inicialmente como 3 mL/min.

Operação

Considerações sobre a Coluna

O objetivo de qualquer separação cromatográfica é obter a quantidade necessária de resolução entre analitos de interesse ao realizar a separação no tempo mais rápido possível. Cada uma das análises será diferente e exigirá diferentes colunas, mas é necessário seguir algumas diretrizes gerais como as seguintes. Uma configuração de backflush comum usa uma coluna de backflush de 5 m e uma coluna analítica de 15 m. No backflush entre colunas, a primeira coluna geralmente possui revestimento. O uso da fase estacionária (em relação à coluna de backflush sem revestimento) ajuda a separar os analitos de interesse dos compostos indesejáveis e, além disso, fornece foco à proporção de fase de analitos pesados, que os manterá no topo da coluna de backflush para facilitar o backflush. As dimensões variarão de acordo com as diferentes amostras e análises, portanto, escolha colunas compatíveis com a amostra requerida. Geralmente, a primeira coluna é uma coluna curta, usada para captar compostos de matriz e analitos pesados, e a coluna analítica conta com o tempo que for necessário para realizar a separação requerida. No entanto, a quantidade máxima de colunas que o GC Intuvo 9000 comporta é de duas colunas com diâmetro interno de 30 m x 320 µm.

Considerações sobre o Injetor

Qualquer injetor compatível com um modo de divisão pode ser usado com o sistema de backflush entre colunas.

Considerações sobre o Detector

O chip de fluxo de backflush entre colunas funciona com qualquer um dos detectores que podem ser utilizados na plataforma GC Intuvo 9000 na posição D1. A única limitação é que o detector escolhido precisa ser compatível com as taxas de fluxo que saem da coluna 2.

Considerações da Taxa de Fluxo da Coluna

A coluna dois, que é a coluna analítica, deverá ser operada a uma taxa de fluxo ideal para realizar a separação necessária. Há duas limitações principais relacionadas ao fluxo da coluna. Uma delas é que a coluna dois possui um fluxo, no mínimo, 10% superior ao fluxo da coluna um. Por exemplo, se a coluna 1 estiver definida como 2,0 mL/min, a coluna dois deverá ser de, pelo menos, 2,2 mL/min ou mais. Além disso, a taxa de fluxo da coluna dois deve ser definida de modo que não exceda a faixa operacional do detector.

Determinar Parâmetros de Backflush

O tempo do backflush é o tempo em que o backflush ocorre após a introdução da amostra. Isso é feito quando o último analito de interesse é eluído da coluna 1. O usuário pode especificar esse tempo diretamente, executando uma corrida sem backflush e estimando o tempo de inversão do fluxo na coluna um. A Agilent também oferece um Assistente de Backflush que auxilia o usuário na realização de uma série de injeções e na determinação do tempo ideal de backflush. A duração do backflush deverá ser de tal forma que, pelo menos, dois volumes de colunas sejam esvaziados. (O Assistente de Backflush utiliza cinco volumes.) Se for observado carryover, esse valor deverá ser aumentado.

Acessório de Backflush para D2/MS Entre Colunas G7323A com EPC

O Acessório de Backflush para D2/MS Entre Colunas G7323A com EPC Agilent fornece recursos de backflush de coluna capilar ao detector no acessório D2 ou MS, quando instalado em um GC Intuvo 9000.

Introdução

A instalação do Acessório de Backflush para D1 Entre Colunas G7322A com EPC, que contém um módulo de controle eletrônico de pressão (EPC) chamado de dispositivo de comutação pneumática (PSD), fornece recursos de backflush ao sistema GC Intuvo 9000 Agilent. O backflush utiliza uma fonte de pressão adicional ao fim de uma coluna para que o gás de arraste flua em sentido contrário pela coluna e para fora do split vent do injetor. Dessa forma, compostos com alto ponto de ebulição são removidos do topo da coluna, o que reduz o carryover e os efeitos contaminantes da matriz, evita contaminação da fonte do espectômetro de massa e aumenta o volume de processamento da amostra.

Princípios de Operação

Em uma configuração de backflush entre colunas, são utilizadas duas colunas. A coluna um é a coluna de backflush, e a coluna dois é a coluna analítica. Uma fonte de pressão adicional, o dispositivo de comutação pneumática (PSD), é colocada entre as duas colunas para ajustar o fluxo de gás de arraste em um dos dois modos. Na operação de fluxo regular, o PSD adiciona uma quantidade pequena de fluxo além do fluxo da coluna 1 para fornecer fluxo para a coluna 2. Dessa forma, os analitos passam da coluna 1 para a coluna 2 como se estivessem em uma única coluna contínua. Os analitos são arrastados pela coluna 2 até chegar ao detector. Consulte a Figura 66 na página 205.

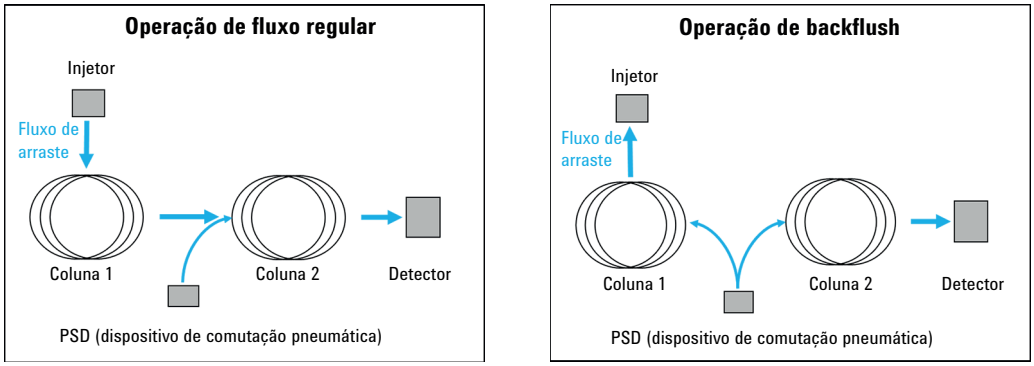


Figura 66 Fluxo regular e operação de backflush

Durante a operação de backflush, em um momento específico após a introdução da amostra (ou seja, o momento de backflush), a pressão do injetor é reduzida. O PSD mantém a mesma taxa de fluxo na coluna 2. No entanto, como a pressão do injetor é agora inferior à pressão do PSD, o fluxo que passa pela coluna 1 é invertido e flui para fora através do trap do split vent do injetor.

Ao conectar a linha da fonte de gás do backflush ao módulo de EPC para o acessório de backflush, use o mesmo gás como gás de arraste. Use uma conexão em T no suprimento de gás de arraste e conecte a nova linha ao módulo de EPC para o acessório de backflush com uma conexão Swagelok de 1/8 pol. Talvez seja necessário aumentar a pressão do gás de arraste fornecida ao GC, de acordo com as configurações de backflush. O setpoint de pressão de EPC varia conforme a aplicação. O fluxo de purga de EPC deve ser inicialmente definido para 3 mL/min.

Operação

Considerações sobre a Coluna

O objetivo de qualquer separação cromatográfica é obter a quantidade necessária de resolução entre analitos de interesse ao realizar a separação no tempo mais rápido possível. Cada uma das análises será diferente e exigirá diferentes colunas, mas é necessário seguir algumas diretrizes gerais como as seguintes. Uma configuração de backflush comum usa uma coluna de backflush de 5 m e uma coluna analítica de 15 m. No backflush entre colunas, a primeira coluna geralmente possui revestimento. O uso da fase estacionária (em relação à coluna de backflush sem revestimento) ajuda a separar os analitos de interesse dos compostos indesejáveis e, além disso, fornece foco à proporção de fase de analitos pesados, que os manterá no topo da coluna de backflush para facilitar o backflush. As dimensões variarão de acordo com as diferentes amostras e análises, portanto, escolha colunas compatíveis com a amostra requerida. Geralmente, a primeira coluna é uma coluna curta, usada para captar compostos de matriz e analitos pesados, e a coluna analítica conta com o tempo que for necessário para realizar a separação requerida. No entanto, a quantidade máxima de colunas que o GC Intuvo 9000 comporta é de duas colunas com diâmetro interno de 30 m x 320 µm.

Considerações sobre o Injetor

Qualquer injetor compatível com um modo de divisão pode ser usado com o sistema de backflush entre colunas.

Considerações sobre o Detector

O chip de fluxo de backflush entre colunas funciona com qualquer um dos detectores que podem ser utilizados na plataforma GC Intuvo 9000. A única limitação é que o detector escolhido precisa ser compatível com as taxas de fluxo que saem da coluna 2.

Considerações da Taxa de Fluxo da Coluna

A coluna dois, que é a coluna analítica, deverá ser operada a uma taxa de fluxo ideal para realizar a separação necessária. Há duas limitações principais relacionadas ao fluxo da coluna. Uma delas é que a coluna dois possui um fluxo, no mínimo, 10% superior ao fluxo da coluna um. Por exemplo, se a coluna 1 estiver definida como 2,0 mL/min, a coluna dois deverá ser de, pelo menos, 2,2 mL/min ou mais. Além disso, a taxa de fluxo da coluna dois deve ser definida de modo que não exceda a faixa operacional do detector (ou seja, do MS).

Determinar Parâmetros de Backflush

O tempo do backflush é o tempo em que o backflush ocorre após a introdução da amostra. Isso é feito quando o último analito de interesse é eluído da coluna 1. O usuário pode especificar esse tempo diretamente, executando uma corrida sem backflush e estimando o tempo de inversão do fluxo na coluna um. A Agilent também oferece um Assistente de Backflush que auxilia o usuário na realização de uma série de injeções e na determinação do tempo ideal de backflush. A duração do backflush deverá ser de tal forma que, pelo menos, dois volumes de colunas sejam esvaziados. (O Assistente de Backflush utiliza cinco volumes.) Se for observado carryover, esse valor deverá ser aumentado.

Acessório de Backflush para D1 Pós-coluna G7324A com EPC

O Acessório de Backflush para D1 Pós-coluna G7324A com EPC Agilent fornece recursos de backflush de coluna capilar ao detector na posição D1, quando instalado em um GC Intuvo 9000.

Introdução

A instalação do Acessório de Backflush para D1 Entre Colunas G7322A com EPC, que contém um módulo de controle eletrônico de pressão (EPC) chamado de dispositivo de comutação pneumática (PSD), fornece recursos de backflush ao sistema GC Intuvo 9000 Agilent. O backflush utiliza uma fonte de pressão adicional ao fim de uma coluna para que o gás de arraste flua em sentido contrário pela coluna e para fora do split vent do injetor. Dessa forma, compostos com alto ponto de ebulição são removidos do topo da coluna, o que reduz o carryover e os efeitos contaminantes da matriz, evita contaminação do detector e aumenta o volume de processamento da amostra.

Princípios de Operação

Em uma configuração de backflush pós-coluna, uma única coluna analítica é usada em conjunto com um restritor de backflush situado entre a extremidade da coluna analítica e o detector. O restritor de backflush está incorporado ao chip de fluxo do Backflush Pós-coluna G7324A Agilent, o que torna o backflush do GC Intuvo 9000 fácil de usar. Uma fonte de pressão adicional, o EPC do PSD, é conectada através de um nó (também incorporado ao chip de fluxo do Backflush Pós-coluna), entre a coluna e o restritor, para ajustar o fluxo do gás de arraste em um dos dois modos.

Na operação de fluxo regular, o EPC do PSD adiciona uma quantidade pequena de gás de arraste, além do gás de arraste da coluna, para fornecer fluxo pelo restritor até o detector. Dessa forma, os analitos passam pela coluna, atravessam o restritor e chegam ao detector, como se estivessem em uma única coluna contínua. Consulte a Figura 67 na página 209.

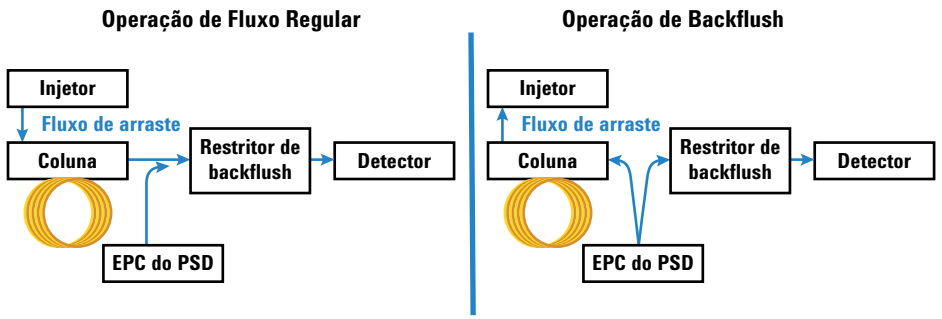


Figura 67 Fluxo regular e operação de backflush

Durante a operação de backflush, em um momento específico após a introdução da amostra (ou seja, o momento de backflush), a pressão do injetor cai (geralmente para 1-2 psi). A pressão de EPC do PSD é elevada para inverter o fluxo do gás de arraste e eliminar os analitos restantes através do trap do split vent do injetor.

Para habilitar a operação de backflush, o usuário especifica um tempo para que o sistema execute o backflush. O tempo de backflush geralmente é contado a partir do final da corrida, quando o último pico de interesse é eluído da coluna e é detectado. No tempo do backflush, a pressão do injetor é reduzida, enquanto, simultaneamente, a pressão do PSD é aumentada. Quanto mais a pressão do PSD é elevada durante o backflush, mais rápido o backflush ocorrerá. No entanto, quando a pressão do PSD aumenta durante o backflush, parte do fluxo também é enviada através do restritor até o detector. O fluxo durante o backflush não pode ser maior do que os limites operacionais do detector.

Ao conectar a linha da fonte de gás do backflush ao módulo de EPC para o acessório de backflush, use o mesmo gás como gás de arraste. Use uma conexão em T no suprimento de gás de arraste e conecte a nova linha ao módulo de EPC para o acessório de backflush com uma conexão Swagelok de 1/8 pol.

Talvez seja necessário aumentar a pressão do gás de arraste fornecida ao GC, de acordo com as configurações de backflush. O setpoint de pressão de EPC do PSD varia conforme a aplicação. O fluxo de purga do EPC do PSD deve ser definido inicialmente como 3 mL/min.

Operação

Considerações Gerais

O objetivo de qualquer separação cromatográfica é obter a quantidade necessária de resolução entre analitos de interesse ao realizar a separação no tempo mais rápido possível. O tempo de análise total é a soma do tempo de corrida da cromatografia, quaisquer suspensões pós-corrida necessárias para eluir analitos de alta ebulição (retidos por muito tempo) e o tempo de resfriamento antes de o sistema ficar termicamente pronto para a próxima corrida. Usar o backflush pós-coluna para inverter o fluxo após a eluição do último analito de interesse pode ajudar a reduzir a quantidade de tempo gasto com a fixação estendida das temperaturas para eluir significativamente os analitos retidos. O esvaziamento da coluna também pode ajudar a remover os contaminantes da matriz e ajudar a evitar carryover.

Considerações sobre o Injetor

Qualquer injetor compatível com um modo de divisão pode ser usado com o sistema de backflush pós-coluna.

Considerações sobre o Detector

O chip de fluxo de backflush pós-coluna funciona com qualquer um dos detectores que podem ser utilizados na plataforma GC Intuvo 9000. A única limitação é que o detector escolhido precisa ser compatível com a taxa de fluxo da coluna e a taxa de fluxo durante o backflush.

Considerações da Taxa de Fluxo da Coluna

A coluna analítica deverá ser operada a uma taxa de fluxo ideal para realizar a separação necessária. Há duas limitações principais relacionadas ao fluxo da coluna. Em primeiro lugar, o fluxo fornecido ao restritor de backflush do PSD deve ser, pelo menos, 10% superior ao fluxo da coluna analítica. Por exemplo, se a coluna 1 estiver definida com uma taxa de fluxo de 1,0 mL/min, o fluxo do restritor de backflush deverá ser de, pelo menos, 1,1 mL/min ou mais. Além disso, a taxa de fluxo que sai do restritor de backflush deve ser definida de modo que não exceda a faixa operacional do detector.

Determinar Parâmetros de Backflush

O tempo do backflush é o tempo em que o backflush ocorre após a introdução da amostra. Isso é feito quando o último analito de interesse é eluído do sistema. O usuário pode especificar esse tempo diretamente, executando uma corrida sem backflush e determinando o tempo de retenção do último pico de interesse. O backflush é uma operação pós-corrida. A duração do backflush deverá ser de tal forma que, pelo menos, dois volumes de colunas sejam esvaziados. (O Assistente de Backflush utiliza cinco volumes.) Se for observado carryover, esse valor deverá ser aumentado.

Acessório de Backflush para D2/MS Pós-coluna G7325A com EPC

O Acessório de Backflush para D2/MS Pós-coluna G7325A com EPC Agilent fornece recursos de backflush de coluna capilar ao detector no acessório D2 ou MS, quando instalado em um GC Intuvo 9000.

Introdução

A instalação do Acessório de Backflush para D1 Entre Colunas G7322A com EPC, que contém um módulo de controle eletrônico de pressão (EPC) chamado de dispositivo de comutação pneumática (PSD), fornece recursos de backflush ao sistema GC Intuvo 9000 Agilent. O backflush utiliza uma fonte de pressão adicional ao fim de uma coluna para que o gás de arraste flua em sentido contrário pela coluna e para fora do split vent do injetor. Dessa forma, compostos com alto ponto de ebulição são removidos do topo da coluna, o que reduz o carryover e os efeitos contaminantes da matriz, evita contaminação do detector ou MS e aumenta o volume de processamento da amostra.

Princípios de Operação

Em uma configuração de backflush pós-coluna, uma única coluna analítica é usada em conjunto com um restritor de backflush situado entre a extremidade da coluna analítica e o detector ou MS. O restritor de backflush está incorporado ao chip de fluxo do Backflush Pós-coluna G7325A Agilent, o que torna o backflush do GC Intuvo 9000 fácil de usar. Uma fonte de pressão adicional, o EPC do PSD, é conectada através de um nó (também incorporado ao chip de fluxo do Backflush Pós-coluna), entre a coluna e o restritor, para ajustar o fluxo do gás de arraste em um dos dois modos.

Na operação de fluxo regular, o EPC do PSD adiciona uma quantidade pequena de gás de arraste, além do gás de arraste da coluna, para fornecer fluxo pelo restritor até o detector ou MS. Dessa forma, os analitos passam pela coluna, atravessam o restritor e chegam ao detector ou MS, como se estivessem em uma única coluna contínua. Consulte a Figura 68 na página 213.

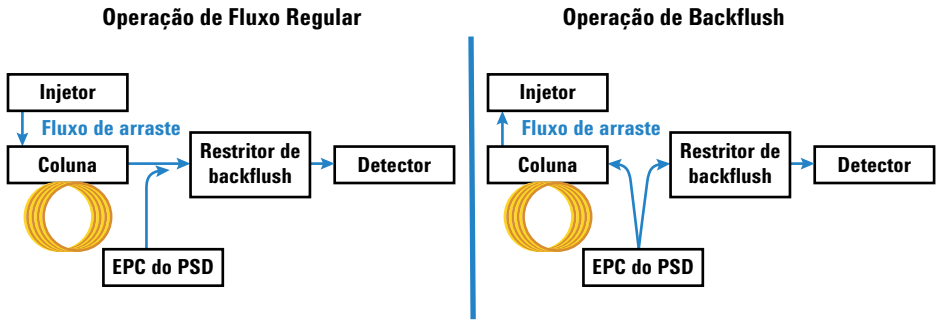


Figura 68 Fluxo regular e operação de backflush

Durante a operação de backflush, em um momento específico após a introdução da amostra (ou seja, o momento de backflush), a pressão do injetor cai (geralmente para 1-2 psi). A pressão de EPC do PSD é elevada para inverter o fluxo do gás de arraste e eliminar os analitos restantes através do trap do split vent do injetor.

Para habilitar a operação de backflush, o usuário especifica um tempo para que o sistema execute o backflush. O tempo de backflush geralmente é contado a partir do final da corrida, quando o último pico de interesse é eluído da coluna e é detectado. No tempo do backflush, a pressão do injetor é reduzida, enquanto, simultaneamente, a pressão do PSD é aumentada. Quanto mais a pressão do PSD é elevada durante o backflush, mais rápido o backflush ocorrerá. No entanto, quando a pressão do PSD aumenta durante o backflush, parte do fluxo também é enviada através do restritor até o detector ou MS. O fluxo durante o backflush não pode ser maior do que os limites operacionais do detector ou MS.

Ao conectar a linha da fonte de gás do backflush ao módulo de EPC para o acessório de backflush, use o mesmo gás como gás de arraste. Use uma conexão em T no suprimento de gás de arraste e conecte a nova linha ao módulo de EPC para o acessório de backflush com uma conexão Swagelok de 1/8 pol.

Talvez seja necessário aumentar a pressão do gás de arraste fornecida ao GC, de acordo com as configurações de backflush. O setpoint de pressão de EPC do PSD varia conforme a aplicação. O fluxo de purga do EPC do PSD deve ser definido inicialmente como 3 mL/min.

Operação

Considerações Gerais

O objetivo de qualquer separação cromatográfica é obter a quantidade necessária de resolução entre analitos de interesse ao realizar a separação no tempo mais rápido possível. O tempo de análise total é a soma do tempo de corrida da cromatografia, quaisquer suspensões pós-corrida necessárias para eluir analitos de alta ebulição (retidos por muito tempo) e o tempo de resfriamento antes de o sistema ficar termicamente pronto para a próxima corrida. Usar o backflush pós-coluna para inverter o fluxo após a eluição do último analito de interesse pode ajudar a reduzir a quantidade de tempo gasto com a fixação estendida das temperaturas para eluir significativamente os analitos retidos. O esvaziamento da coluna também pode ajudar a remover os contaminantes da matriz e ajudar a evitar carryover.

Considerações sobre o Injetor

Qualquer injetor compatível com um modo de divisão pode ser usado com o sistema de backflush pós-coluna.

Considerações sobre o Detector

O chip de fluxo de backflush pós-coluna funciona com qualquer um dos detectores que podem ser utilizados na plataforma GC Intuvo 9000. A única limitação é que o detector escolhido precisa ser compatível com a taxa de fluxo da coluna e a taxa de fluxo durante o backflush.

Considerações da Taxa de Fluxo da Coluna

A coluna analítica deverá ser operada a uma taxa de fluxo ideal para realizar a separação necessária. Há duas limitações principais relacionadas ao fluxo da coluna. Em primeiro lugar, o fluxo fornecido ao restritor de backflush do PSD deve ser, pelo menos, 10% superior ao fluxo da coluna analítica. Por exemplo, se a coluna 1 estiver definida com uma taxa de fluxo de 1,0 mL/min, o fluxo do restritor de backflush deverá ser de, pelo menos, 1,1 mL/min ou mais. Além disso, a taxa de fluxo que sai do restritor de backflush deve ser definida de modo que não exceda a faixa operacional do detector.

Determinar Parâmetros de Backflush

O tempo do backflush é o tempo em que o backflush ocorre após a introdução da amostra. Isso é feito quando o último analito de interesse é eluído do sistema. O usuário pode especificar esse tempo diretamente, executando uma corrida sem backflush e determinando o tempo de retenção do último pico de interesse. O backflush é uma operação pós-corrida. A duração do backflush deverá ser de tal forma que, pelo menos, dois volumes de colunas sejam esvaziados. (O Assistente de Backflush utiliza cinco volumes.) Se for observado carryover, esse valor deverá ser aumentado.

Acessório do Divisor do Injetor G7326A para 2 Colunas

O Acessório do Divisor do Injetor G7326A para 2 Colunas Agilent oferece suporte à alimentação de duas colunas e dois detectores por um único injetor, quando instalado em um GC Intuvo 9000.

Introdução

A instalação do Acessório de Backflush para D1 Entre Colunas G7322A com EPC fornece ao sistema do GC Intuvo 9000 Agilent a capacidade de suportar duas colunas e dois detectores alimentados por um único injetor.

O uso do divisor do injetor requer um detector atmosférico na posição D1 e um detector atmosférico ou detector de pressão abaixo da pressão ambiente na posição D2 (MSD ou acessório D2 instalado).

Princípios de Operação

O divisor do injetor é usado para dividir o efluente do injetor do GC para duas colunas separadas e seus respectivos detectores para detecção de analitos.

O divisor do injetor suporta o uso de duas colunas analíticas Intuvo e qualquer combinação de detectores:

Detectores de pressão atmosférica:

- FID (detector de ionização de chama)
- TCD (detector de condutividade térmica)
- NPD (detector de fósforo e nitrogênio)
- µECD (detector de captura de microelétrons)
- FPD+ (detector fotométrico de chama); Nota: o FPD+ não é suportado na posição D2 do Intuvo

Detectores de pressão abaixo da pressão ambiente

- MS (espectrômetro de massa)
- SCD (detector de quimioluminescência de enxofre)
- NCD (detector de quimioluminescência de nitrogênio)

O divisor do injetor é um chip de fluxo de uma peça que incorpora o chip de fluxo do injetor e o chip de fluxo do detector em uma única peça, dividindo o fluxo da coluna internamente. O divisor do injetor é desativado para evitar a adsorção ou decomposição de compostos ativos. O divisor do injetor também possui um volume mínimo interno projetado para minimizar qualquer enlargamento de banda extra da coluna.

O divisor do injetor Intuvo é um dispositivo passivo que não requer fonte de pressão adicional (por exemplo, um EPC de PSD). A taxa de divisão fornecida pelo divisor do injetor é determinada pelas dimensões das duas colunas analíticas. Por exemplo, um par de colunas idênticas forneceria uma divisão de 1:1 do efluente do injetor para ambos os detectores. Nos casos em que colunas de dimensões diferentes são escolhidas, a taxa de divisão eficaz pode ser calculada com base na proporção do fluxo de arraste que atravessa cada coluna. O fluxo de arraste que atravessa uma dada coluna pode ser determinado pela Calculadora de Pressão/Fluxo Agilent incluída no driver de software do instrumento.

Operação

Requisitos

O divisor do injetor requer o uso de duas colunas Intuvo, que exigem a instalação e o uso de um segundo aquecedor de topo de coluna.

O divisor do injetor também requer que um segundo detector, tanto um detector atmosférico quanto um detector de subambiente suportado, seja instalado como o segundo (D2) detector.

Considerações sobre a Coluna

A escolha do par de colunas que será utilizado com o divisor do injetor define a taxa de divisão eficaz.

Geralmente, o divisor do injetor é usado para implementar um par de colunas correspondentes, ou que possuem restrição similar, para oferecer uma taxa de divisão de 1:1 entre as colunas. Nessa configuração, normalmente, a composição da fase estacionária (ou seja, polaridade) é diferente entre as duas colunas, permitindo mudanças de confirmação no tempo de retenção dos analitos de referência ou introduzindo alterações na ordem de eluição ou na resolução de pico entre os pares críticos de picos.

Como alternativa, o mesmo tipo de coluna (tanto em dimensão quanto em composição de fase estacionária) pode ser utilizado em ambos os canais do divisor do injetor, embora dois detectores diferentes sejam usados.

NOTA A coluna 1 conecta o injetor Intuvo ao detector na posição D1. A coluna 2 conecta o injetor Intuvo ao detector na posição D2.

Considerações sobre o Detector

A escolha dos detectores que serão usados com o divisor do injetor depende do aplicativo. A configuração do detector geralmente é de um dos dois tipos:

- Cada detector é selecionado para diferentes classes de compostos.
- Um detector é designado para o trabalho quantitativo e a outro para identificação qualitativa (por exemplo, uma configuração FID-MSD).

Gás de Arraste

A escolha do tipo de gás de arraste e da taxa de fluxo deve ser determinada com base nas condições que fornecerão o desempenho cromatográfico ideal para a aplicação de interesse. A opção da taxa de fluxo do gás de arraste também deve ser feita com base nos detectores que estão sendo usados e se eles têm ou não taxas de fluxo recomendadas. Por exemplo, a taxa de fluxo total ideal recomendada que entra no MS Agilent é de 1,2 mL/min.

Ao configurar a taxa de fluxo do gás de arraste, esta pode ser definida apenas para a coluna 1. Como existe apenas uma fonte de pressão para fornecer fluxo de coluna (ou seja, o EPC do injetor), a pressão usada para fornecer o fluxo solicitado para a Coluna 1 será determinante do fluxo que passará pela Coluna 2.

Acessório Divisor do Detector D1-MS 1:1 G7329A

O Acessório Divisor do Detector D1-MS 1:1 G7329A divide igualmente o efluente da coluna entre o detector na posição D1 do GC e o MS conectado, quando instalado em um GC Intuvo 9000.

Ao conectar a linha da fonte de gás ao módulo de EPC do PSD para o acessório Divisor do Detector D1-MS 1:1, use o mesmo gás como gás de arraste. Use uma conexão em T no suprimento de gás de arraste e conecte a nova linha ao módulo de EPC do PSD para o acessório com uma conexão Swagelok de 1/8 pol.

O setpoint de pressão de EPC varia conforme a aplicação. O fluxo de purga do EPC deve ser inicialmente definido para 3 mL/min.

Princípios de Operação

O Divisor do Detector D1-MS 1:1 Intuvo é usado para dividir o efluente da coluna analítica em dois detectores diferentes, um detector operado a pressão atmosférica e o outro a pressão subambiente. O detector D1 pode ser qualquer um dos detectores atmosféricos suportados. O D2 é um espectrômetro de massa (MS). Consulte a Figura 69.

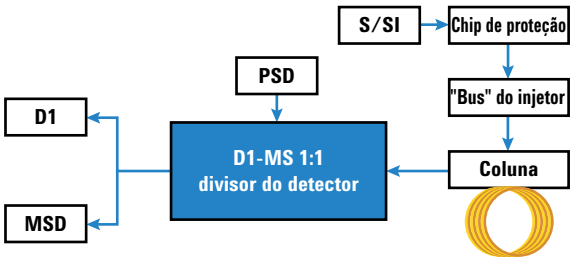


Figura 69 Diagrama de fluxo do Divisor do Detector D1-MS 1:1

O Divisor do Detector D1-MS 1:1 Intuvo requer a utilização de um módulo de controle eletrônico de pressão do dispositivo de comutação pneumática (EPC do PSD) Intuvo. O EPC do PSD fornece uma constante queda de pressão nas restrições incorporadas ao divisor, que são necessárias para compensar as diferenças de pressão operacional entre os detectores D1 e MS.

Detectores atmosféricos D1 suportados:

- FID (detector de ionização de chama)
- TCD (detector de condutividade térmica)

- NPD (detector de fósforo e nitrogênio)
- µECD (detector de captura de microelétrons)
- FPD+ (detector fotométrico de chama)

Espectrômetros de massa suportados:

- MS 5975A, 5977A, 5977B de único quadrupolo - Fonte de Alta Eficiência (HES) e não HES
- MS séries 7000 e 7010 de triplo quadrupolo - HES e não HES

O chip do Divisor do Detector D1-MS 1:1 é um dispositivo de divisão ativo. O EPC do PSD mantém uma pressão constante no ponto de divisão ao longo de todo o programa de temperatura. Ao manter uma pressão constante no ponto de divisão, a taxa de fluxo de arraste que vai até cada detector permanece constante durante toda a corrida. Ter uma taxa de fluxo de arraste constante é importante para se manter uma resposta constante nos detectores, como o MS.

A taxa de divisão fornecida pelo divisor é integrada ao Chip do Divisor do Detector D1-MS 1:1. É possível obter pequenas diferenças na taxa de divisão do efluente da coluna que está sendo direcionado para os diferentes detectores alterando-se os setpoints do método. No entanto, o chip do divisor D1-MS 1:1 foi designado para fornecer uma divisão de 1:1 para um conjunto específico de condições: tipo de gás de arraste, pressão de EPC do PSD e setpoints de temperatura.

Detalhes de Hardware

O Divisor do Detector D1-MS 1:1 Intuvo substitui o chip do fluxo do detector existente. O divisor fornece caminhos de fluxo para ambos os detectores, com restrição adicionada ao caminho do MS para alcançar a divisão de 1:1.

O GC, por outro lado, usa o hardware padrão (tails do detector, chip do injetor e assim por diante).

O EPC do PSD é calibrado para controlar todos os tipos de gases e faixas de pressão/fluxo suportados. Como resultado, nenhuma frita de restrição de fluxo especial ou específica precisa ser instalada no módulo.

EPC do PSD

O EPC do PSD deve ser fornecido com o mesmo tipo de gás do módulo de EPC do injetor do GC.

O EPC do PSD conta com dois canais de controle pneumático. O primeiro (principal) canal controla a pressão aplicada ao nó do Chip do Divisor do Detector D1-MS 1:1, onde o efluente da coluna é dividido. O segundo canal atua como um restritor de sangria projetado para o primeiro canal. O segundo canal é conhecido como Fluxo de Purga. Um fluxo de purga típico de 3 mL/min garante que o setpoint de pressão de EPC do PSD permaneça alto o suficiente para ser fácil de ser controlado.

O fluxo de purga é exaurido por um tubo de 1/8 polegada de diâmetro externo, que sai da parte traseira do GC. Se necessário, o tubo pode ser conectado a uma capela ou outro sistema adequado de ventilação.

Setpoints de EPC do PSD

Como as restrições integradas ao Chip do Divisor do Detector D1-MS 1:1 possuem tamanho preestabelecido e não podem ser alteradas, o divisor foi concebido para operar a uma divisão de 1:1 para o efluente da coluna sob os seguintes setpoints específicos de método:

- Gás de arraste = He
- Fluxo da coluna = 2,5 mL/min (constante)
- Temperatura máxima do programa do forno = 325 °C
- Pressão de EPC do PSD = 26,2 kPa (3,8 psig)

Se os parâmetros do método real utilizados se desviarem desses setpoints, essa taxa de divisão fornecida pelo Divisor do Detector D1-MS 1:1 também se desviará de 1:1. (Os fluxos reais que estão sendo fornecidos para cada detector em um determinado conjunto de condições serão exibidos na seção EPC do PSD do editor de método no GC.) O desempenho da taxa de divisão é mais sensível a desvios de temperatura e ao tipo de gás de arraste.

Colunas

Como o EPC do PSD controla a pressão no nó de divisão de efluente da coluna, a escolha da coluna é independente da divisão do detector. A pressão do injetor é ajustada adequadamente para compensar a saída da coluna analítica que está sob a pressão de EPC do PSD.

Normalmente, os métodos do MS usam o modo de fluxo constante. No entanto, ao controlar corretamente a pressão do injetor com base no EPC do PSD definindo a pressão de saída, todos os modos de operação de coluna ainda podem ser acessados: pressão constante, fluxo constante, pressão em rampa ou fluxo em rampa. Nos modos de controle de pressão, você precisará usar uma calculadora de fluxo ou utilitário de tradução de método para ajustar os setpoints de pressão do injetor.

Ajuste do MSD

É recomendável que o MS seja reajustado assim que o Divisor do Detector D1-MS 1:1 for instalado e os valores reais do Intuvo tenham alcançado os setpoints do método. Dessa forma, o ajuste do MS será garantido, com o mesmo fluxo sendo introduzido em sua fonte de íons durante a corrida analítica.

Gás de Arraste

A taxa de fluxo do gás de arraste deve ter 2,5 mL/min. A escolha do tipo de gás de arraste e da taxa de fluxo deve ser determinada com base nas condições que oferecerão o melhor desempenho cromatográfico para a aplicação de interesse.

Troca Rápida de Coluna

Além de fornecer a pressão do Divisor do Detector D1-MS 1:1, o EPC do PSD também pode ser usado para manter o fluxo no MS sem a necessidade de realizar o processo de vent enquanto é realizada a manutenção do injetor ou a substituição da coluna.

Para realizar a manutenção da coluna ou do injetor com o Divisor do Detector D1-MS 1:1, faça o seguinte:

1. Resfrie o injetor.
2. Verifique se a pressão de EPC do PSD é ³ 26,2 kPa (3,8 psig).
3. Remova a coluna existente.
4. Instale a coluna nova no caminho de fluxo. Use a chave de torque Intuvo para apertar apenas o parafuso da conexão do chip de fluxo do injetor.
5. Ative o gás de arraste para realizar a purga do ar da coluna.
6. Use a chave de torque Intuvo para apertar o parafuso da saída da coluna para o divisor do detector.
7. Retorne a pressão do divisor ao setpoint original.

Acessório Divisor do Detector D1-D2 1:1 G7328A

O Acessório Divisor do Detector D1-D2 1:1 G7328A divide o efluente da coluna analítica em dois detectores diferentes, cada um operando à pressão atmosférica, quando instalado em um GC Intuvo 9000.

Introdução

O Acessório de Backflush para D1 Entre Colunas G7322A com EPC é usado para dividir o efluente da coluna analítica em dois detectores diferentes, cada um operando à pressão atmosférica, quando instalado em um GC Intuvo 9000 Agilent.

Princípios de Operação

Como mencionado acima, o Acessório de Backflush para D1 Entre Colunas G7322A com EPC é usado para dividir o efluente da coluna analítica em dois detectores diferentes, cada um operando à pressão atmosférica.

O divisor do detector é passivo e não requer a utilização de um módulo de controle eletrônico de pressão do dispositivo de comutação pneumática (EPC do PSD) Intuvo. Com base na pressão de saída dos detectores D1 e D2 em pressão atmosférica, o efluente da coluna é uniformemente dividido entre dois detectores. Consulte a Figura 70.

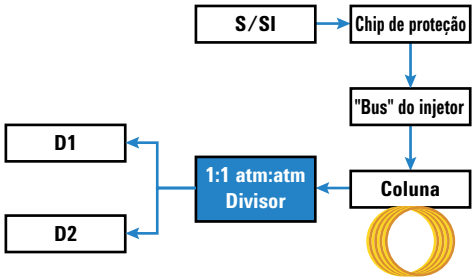


Figura 70 Princípios de operação

O divisor do detector suporta o uso de qualquer combinação de detectores de cada um destes dois grupos.

Detectores de pressão atmosférica para D1:

- FID (detector de ionização de chama)
- TCD (detector de condutividade térmica)
- NPD (detector de fósforo e nitrogênio)

- µECD (detector de captura de microelétrons)
- FPD+ (detector fotométrico de chama)

Detectores de pressão atmosférica para D2:

- FID (detector de ionização de chama)
- TCD (detector de condutividade térmica)
- NPD (detector de fósforo e nitrogênio)
- µECD (detector de captura de microelétrons)

Operação

Considerações sobre a Coluna

O divisor do detector é instalado após a coluna. Por isso, o uso do divisor não possui pré-requisitos em relação a quais colunas podem ser usadas.

Considerações sobre o Detector

A escolha dos detectores que serão usados com o divisor do detector não depende do uso do divisor. No entanto, como a quantidade injetada será dividida uniformemente entre os dois detectores, o usuário deverá ter cuidado ao trabalhar em níveis de concentração de traços, caso estejam sendo usados detectores com limites diferentes de detecção.

Considerações de Gás de Arraste

A escolha do tipo de gás de arraste e da taxa de fluxo não é impactada pelo uso do divisor do detector.

15
Teste de metrologia chinesa

Fatores de conversão de unidades do FPD+ e do ECD 226
Fatores de conversão do FPD^{+} 227
Fator de conversão do ECD 227
Utilizar os fatores de conversão 228
Referências 229

O GC 9000 está em conformidade com o seguinte padrão da empresa: Q31/0115000033C005-2016-02.

O teste de metrologia chinesa do GC 9000 é realizado de acordo com o padrão da empresa Q31/0115000033C005-2016-02.
Este capítulo contém informações e técnicas para identificar adequadamente ruídos e desvios nos testes do FPD+ ou ECD.

Fatores de conversão de unidades do FPD+ e do ECD

No momento da publicação, os testes de metrologia da China exigiram métricas de ruídos e desvios conforme abaixo:

Detector	Unidades de reportação
FID	A
TCD	mV
NPD	A
FPD^+	A
ECD	mV

Contudo, é necessário que a coleta de dados supere o resultado digital disponibilizado pelo GC e pelo sistema de dados. Para o FID, NPD e TCD, o sistema de dados fornece dados nas unidades de reportação desejadas. Porém, no caso do ECD e do FPD^+, a Agilent reporta o resultado de seus sistemas de dados em "unidades de exibição" (DU). Esta seção descreve como converter/escalar precisamente os resultados digitais do FPD^+ e do ECD de modo que eles fiquem consistentes com os requisitos da metrologia chinesa.

Os fatores de conversão do FPD^+ e do ECD utilizam o resultado da unidade de exibição do caminho digital do sistema de dados Agilent para obter um valor absoluto de corrente ou tensão. A Agilent desenvolveu os fatores de conversão empiricamente, com base em medições de um único sistema que resulta simultaneamente em dados digitais e analógicos. Os fatores de conversão também incorporam:

- A escala aplicada a sinais analógicos vs. digitais
- Uma configuração de faixa de sinal analógico de 5 (2^5) no GC
- O filtro exclusivo aplicado pelo ADC 35900
- As diferenças na largura de banda (BW) associadas ao canal digital do GC (5 Hz) e ao caminho analógico do ADC 35900 (3 Hz)

As diferenças de largura de banda do canal entre os caminhos do sinal analógico e digital podem ser levadas em consideração conforme abaixo:

BW = caminho do ADC 35900 / caminho digital do GC = √(3 Hz / 5 Hz) = 0,7

Fatores de conversão do FPD^+

Para o FPD^+, o fator de conversão é o mesmo, independentemente da utilização do filtro de fósforo ou enxofre:

FPD^+ (fósforo): 1 DU = 1 x 10^{-12} A

FPD^+ (enxofre): 1 DU = 1 x 10^{-12} A

Fator de conversão do ECD

Para o ECD, o padrão da metrologia da China foi estabelecido com base em um modelo anterior do ECD. A Agilent relaciona unidades de exibição e Hz (a unidade-base de medição do ECD) em uma proporção diferente para o ECD em comparação com o ECD utilizado para desenvolver o padrão. O ECD correlaciona a DU a 1 Hz, enquanto o ECD mais antigo correlaciona 1 DU a 5 Hz. Portanto, a conversão também inclui a diferença na reportação do sinal digital entre o ECD e o ECD. Para converter o resultado do ruído do ECD em um valor comparável à especificação do CMC, utilize a seguinte fórmula:

ECD: 1 DU = 0,2 mV

O fator de conversão do ECD mostra que o fator de conversão comparável do ECD seria 1 mV/DU = 1 mV/1 Hz.

Utilizar os fatores de conversão

Para usar os fatores de conversão, multiplique o ruído ASTM reportado pelo sistema de dados Agilent para o caminho do sinal digital do GC pelo fator de conversão apropriado.

Por exemplo, considere aplicar fatores de conversão do FPD^+ e do ECD a uma amostragem estatística de performances de ruídos digitais medidos pelos dois detectores da Agilent:

Ruído ASTM médio do FPD^+, DU[*][†]: 1,54

Ruído ASTM médio do ECD, DU[‡]: 0,16

Aplicando fatores de conversão:

FPD^+: 1,54 DU × (1×10^{-12} A/1 DU) = $1{,}54 \times 10^{-12}$ A

ECD: 0,16 DU × (0,2 mV/1 DU) = 0,032 mV

*. Os dados da Agilent para o ruído do FPD+, neste exemplo, representa apenas o modo de enxofre.

†. Os dados coletados por questões de comparação devem ser adquiridos com um desvio nominal do FPD de < 100 DU no modo de enxofre e < 20 DU no modo de fósforo e a uma taxa de dados de 5 Hz.

‡. Os dados coletados por questões de comparação devem ser adquiridos com uma linha de base nominal a ou abaixo de 150 DU e a uma taxa de dados de 5 Hz.

Referências

Publicação 5964-0282E “Cálculo de fatores de performance do cromatógrafo a gás HP 6890 utilizando diferentes dispositivos de manuseio de dados” da Agilent Technologies.

Publicação 5091-9207E “Cálculo de fatores de performance do cromatógrafo a gás HP 6890 utilizando diferentes dispositivos de manuseio de dados” da Agilent Technologies.

Publicação 5965 8901E “Cálculo de fatores de performance do cromatógrafo a gás HP 6890 utilizando diferentes dispositivos de manuseio de dados” da Agilent Technologies.

Agilent Technologies