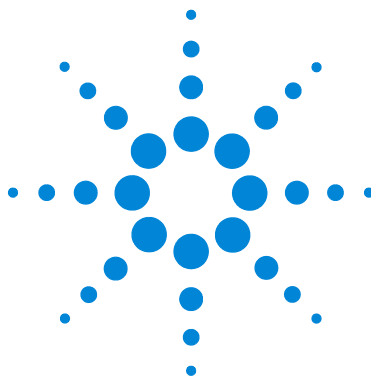




MSD 5975/5977 Agilent para sistema de dados de cromatografia OpenLAB

Manual de operação



Agilent Technologies

Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2016

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

Nº de peça do manual

G7077-98027

Edição

Primeira edição, setembro de 2016

Impresso nos EUA

Agilent Technologies, Inc.
5301 Stevens Creek Boulevard
Santa Clara, CA 95051

Garantia

O material contido neste documento é fornecido “como está” e está sujeito a alterações nas edições futuras, sem aviso prévio. Além disso, até onde permitido pelas leis vigentes, a Agilent se isenta de qualquer garantia, seja expressa ou implícita, relacionada a este manual e às informações aqui contidas, incluindo as garantias implícitas de comercialização e adequação a um propósito em particular, mas não se limitando a estas. A Agilent não deve ser responsabilizada por erros ou por danos incidentais ou consequentes relacionados ao suprimento, uso ou desempenho deste documento ou das informações aqui contidas. Caso a Agilent e o usuário tenham outro acordo por escrito com termos de garantia que cubram o material deste documento e sejam conflitantes com estes termos, devem prevalecer os termos de garantia do acordo em separado.

Avisos de segurança

CUIDADO

Um aviso de **CUIDADO** indica 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

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

Sobre este manual

Este manual contém informações para a operação e manutenção do MSD (Detector Seletivo de Massas) da Agilent, das séries 5975 a 5977, equipados com software sistema de dados de cromatografia OpenLAB. O sistema de dados de cromatografia OpenLAB da Agilent é um novo sistema operacional para instrumentos Agilent.

O Detector Seletivo de Massas (MSD) da Agilent Série 5977B é o instrumento base descrito neste manual. Os instrumentos Agilent fabricados antes da série 5977B compartilham muitos recursos e hardware com este novo instrumento. As diferenças entre os modelos mais antigos da Agilent e o 5977B são indicadas. Consulte a documentação de operação e manutenção entregue com seu instrumento, se alguma outra diferença de hardware for encontrada.

1 “Introdução”

O capítulo 1 descreve as informações gerais sobre os MSDs da Série 5977B, incluindo uma descrição do hardware, os avisos gerais de segurança e as informações de segurança com hidrogênio.

2 “Instalação de colunas de GC 7890/7820/6890/6850”

O capítulo 2 mostra como preparar uma coluna capilar para uso com o MSD, instalá-la no forno GC e conectá-la ao MSD usando a interface GC/MSD.

3 “Manutenção da coluna de GC Intuvo 9000”

O capítulo 3 mostra como instalar uma coluna Intuvo da Agilent, conectar um caminho de fluxo da coluna através da linha de transferência do MS e para dentro da fonte de íon e manter o Guard Chip da coluna.

4 “Operação no modo de EI”

O capítulo 4 descreve as tarefas básicas, tais como a configuração de temperaturas, o monitoramento de pressões, os ajustes, a ventilação/quebra de vácuo e a geração de vácuo. Grande parte das informações neste capítulo também se aplica à operação com CI.

5 “Manutenção geral”

O capítulo 5 descreve os procedimentos de manutenção comuns a ambos os instrumentos EI e CI.

Informações de Hardware para o Usuário

MSD 5977B

Seu hardware e software são acompanhados de uma coleção abrangente de manuais, vídeos, aplicações de usuário e ferramentas de desenvolvimento de métodos. Eles estão no DVD com o conjunto de ferramentas e manuais de usuário para GC e GC/MS da Agilent.

Consulte o documento Início Rápido do Sistema MSD Agilent série 5977B (G7077-90103) para obter mais detalhes sobre como instalar estas informações em seu computador.

MSD Série 5975/5977 anteriores ao MSD 5977B

Os usuários de instrumentos MSD da Agilent fabricados antes da série 5977B devem consultar a documentação entregue com o modelo MSD adquirido. As informações contidas neste manual são destinadas a completar essa documentação. As informações aqui incluídas o ajudarão a usar o sistema operacional do sistema de dados de cromatografia OpenLAB com seus instrumentos.

Além disso, existe um extenso material de ajuda e aprendizagem on-line fornecido com o OpenLAB.

Conteúdo

1 Introdução

Versão MSD Série 5977B	10
Abreviações utilizadas	11
MSD Série 5977B	13
Descrição de hardware do MSD	15
Avisos importantes de segurança	16
Segurança com hidrogênio	18
Precauções do GC	19
Precauções	22
Certificações de segurança e regulamentação	24
Uso pretendido	27
Limpeza/Reciclagem do produto	27
Derramamento acidental de líquido	27
Movimentação ou armazenamento do MSD	27
Substituir os fusíveis primários	28

2 Instalação de colunas de GC 7890/7820/6890/6850

Colunas	32
Instalar uma coluna capilar em um injetor com divisor/sem divisor	35
Condicionar uma coluna capilar	38
Instalar uma coluna capilar na interface do GC/MS usando a porca da coluna de auto-aperto (Self-Tightening)	39
Instalar uma coluna capilar na interface GC/MS utilizando uma porca de coluna padrão	44
Para instalar o selo da ponta da interface	47

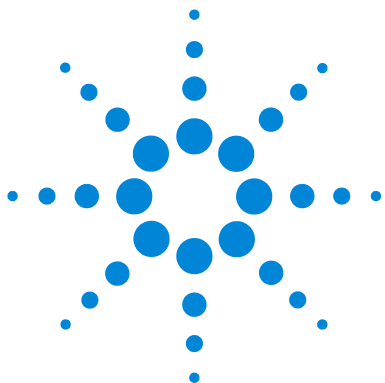
	Calibrar a velocidade linear do fluxo da coluna	49
	A interface de GC/MSD para um GC da série 7890B	52
3	Manutenção da coluna de GC Intuvo 9000	
	Colunas	56
	Condicionamento de colunas	57
	Dicas e sugestões	57
	Substituir uma coluna de GC Intuvo	59
	Substituição do anel de vedação do GC Intuvo 9000	63
	Instalação de um Guard Chip ou de um Jumper Chip da coluna	65
	Substituição da extremidade terminal (Tail) do GC/MS 9000	69
	Condicionar uma coluna capilar Intuvo	75
	Instalação do selo de vedação da extremidade da interface	77
	A interface de GC/MS para um GC da série 9000 GC	78
4	Operação no modo de EI	
	Operação do detector espectrométrico de massas (MSD) pelo DS	82
	Operação do MSD com base no painel de controle do GC	83
	Configurar o MSD através da Interface Web (WUI)	87
	Alterar as configurações de rede do MSD	87
	Operação do MSD 5975/5977 com base no painel de controle local (LCP)	90
	Modos de operação	90
	Visualizar o status do sistema durante a inicialização	93
	Leitura do mini visor do módulo eletrônico	97
	LED de status dos instrumentos no painel frontal	97
	A interface de GC/MSD	98

Antes de ligar o MSD	100
Bombeamento	101
Controle de temperaturas	101
Controle de fluxo de coluna	102
Quebrar o vácuo/Vent o MSD	102
Definir temperaturas do analisador MS	103
Habilitar a interface e o forno de GC/MS	105
Visualizar temperaturas e vácuo do MSD	106
Executar um autotune	108
Abrir as coberturas/tampas do MSD	109
Quebrar Vácuo/Vent o MSD	110
Gerar vácuo/Pump down o MS	112
Movimentar ou armazenar o MSD	115

5 Manutenção geral

Antes de iniciar	118
Manutenção do sistema de vácuo	123
Manutenção do analisador	124
Abrir a câmara do analisador	126
Remover a fonte de alta eficiência do EI	128
Conectar/Desconectar a fiação para a fonte de alta eficiência de EI	130
Desmontar a fonte de alta eficiência de EI	131
Limpar a fonte de alta eficiência de EI	134
Montar a fonte de alta eficiência de EI	137
Remover os filamentos da fonte de alta eficiência de EI	142

Instalar os filamentos da fonte de alta eficiência de EI	144
Instalar a fonte de alta eficiência de EI	145
Remover a fonte de XTR, SS ou inerte de EI	146
Conectar/Desconectar a fiação de XTR, SS e inerte de EI	147
Desmontar o SS de EI ou a fonte inerte de EI	148
Desmontar a fonte de XTR de EI	151
Limpar uma fonte de XTR, SS ou inerte de EI	154
Montar uma fonte SS ou fonte inerte de EI	159
Montar a fonte de XTR de EI	162
Substituir um filamento em uma fonte de XTR, SS ou fonte inerte de EI	165
Instalar a fonte de XTR, SS ou fonte inerte de EI	167
Substituir a eletromultiplicadora	168
Fechar a câmara do analisador	170



1

Introdução

Versão MSD Série 5977B	10
Abreviações utilizadas	11
MSD Série 5977B	13
Descrição de hardware do MSD	15
Avisos importantes de segurança	16
Segurança com hidrogênio	18
Certificações de segurança e regulamentação	24
Uso pretendido	27
Limpeza/Reciclagem do produto	27
Derramamento acidental de líquido	27
Movimentação ou armazenamento do MSD	27
Substituir os fusíveis primários	28

Este capítulo descreve informações gerais sobre o MSD, incluindo uma descrição de hardware, avisos gerais de segurança e informações de segurança com hidrogênio.



Versão MSD Série 5977B

Os MSDs da Série 5977B estão equipados com uma bomba turbomolecular (turbo) e uma escolha entre quatro bombas foreline/mecânicas ou uma bomba difusora combinada com uma bomba foreline/mecânica Pfeiffer DUO 2.5. Há três tipos de fontes de ionização por elétrons (EI) disponíveis no detector espectrométrico de massas (MSD) da série 5977B, uma fonte padrão de aço inoxidável (SS) de EI, uma fonte de extrator de EI (XTR) disponível no modelo Inert+ do MSD e uma fonte de alta eficiência (HES). A etiqueta com o número de série exibe um número de produto, que indica o tipo de MSD. (Consulte [Tabela 1](#)).

Tabela 1 Bombas de alto vácuo disponíveis

Nome do modelo	Número do produto*	Descrição	Modo de ionização/Tipo
Bomba diff. de MSD 5977B	G7080B	Bomba difusora	EI/SS
Bomba turbo de MSD 5977B	G7081B	Bomba turbo	EI/SS
MSD 5977B Inert+ EI Turbo	G7077B	Bomba turbo do MSD	EI/XTR
MSD 5977B EI/CI	G7078B	Bomba turbo do MSD	EI/XTR CI/PCI, NCI
MSD com fonte de alta eficiência 5977B	G7079B	Bomba turbo do MSD	Fonte de alta eficiência de EI campo atualizável para CI

* A operação no modo CI ou com a opção JetClean é incompatível no sistema de dados de cromatografia OpenLAB 2.1.

Abreviações utilizadas

As abreviações na [Tabela 2](#) são utilizadas nas discussões sobre este produto. Elas estão relacionadas aqui por conveniência.

Tabela 2 Abreviações

Abreviação	Definição
AC	Corrente alternada
ALS	Amostrador automático de líquido
BFB	Bromofluorbenzeno (solução calibrante)
CC	Corrente contínua
CI	Ionização química
DA	Análise de dados
DFTPP	Decafluortrifetilfosfina (solução de calibrante)
DIP	Probe de inserção direta
DS	Sistema de dados
EI	Ionização por impacto de elétrons
EM	Eletromultiplicadora (detector)
EMV	Tensão da eletromultiplicadora
EPC	Controle eletrônico de pressão
eV	Elétron-volt
Fonte de alta eficiência	Fonte de alta eficiência. Nova geração de fonte de EI construída de material inerte
GC	Cromatógrafo a gás
HED	Dínodo de alta energia (refere-se ao detector e sua fonte de alimentação)
id	Diâmetro interno
Inerte	Fonte EI padrão construída de materiais inertes
Inerte+	Designação de modelo de MSD equipado com uma fonte de XTR de EI

Tabela 2 Abreviações (continuação)

Abreviação	Definição
LAN	Rede de área local
LCP	Painel de controle local
LVDS	Sinalização de diferencial de baixa tensão
<i>m/z</i>	Proporção de massa-carga
MFC	Controlador de fluxo de massa
MSD	Detector seletivo de massa
NCI	CI Negativa
OFN	Octofluornaftaleno (solução calibrante)
PCI	CI Positiva
PFDTD	Perfluor-5,8-dimetil-3,6,9-trioxidodecano (solução calibrante)
PFHT	2,4,6-tri(perfluorheptil)-1,3,5-triazina (solução calibrante)
PFTBA	Perfluortributilamina (solução calibrante)
Quad	Filtro de massa quadrupolo
RF	Radiofrequência
RFPA	Amplificador de potência de radiofrequência
SS	Aço inoxidável
Torr	Unidade de pressão, 1 mm Hg
Turbo	Turbomolecular (bomba)
WUI	Interface de usuário na Web
XTR	Fonte de extração de EI

MSD Série 5977B

O detector espectrométrico de massas (MSD) da série 5977B é um detector para GC capilar autônomo para uso com um cromatógrafo a gás (GC) da série 7890B ou 7820 da Agilent. Os recursos do MSD:

- Interface Web (WUI) para monitoramento local e operação do MSD
- Uma bomba de vácuo turbo com uma de quatro bombas de quebra de vácuo ou bomba de vácuo de difusão com uma bomba de quebra de vácuo Pfeiffer DUO 2.5
- Quatro tipos diferentes de fontes de ionização por elétrons (EI) independentemente aquecidas disponíveis:
 - Fonte padrão em material SS
 - Fonte padrão em material inerte
 - Fonte XTR
 - Fonte de alta eficiência
- Quadrupolo hiperbólico aquecido do MSD, de modo independente
- Dínodo de alta energia EM
- Interface GC/MSD independentemente aquecida pelo GC

Descrição física

O espaço para acomodar o MSD Série 5977B deve possuir cerca de 41 cm de altura, 30 cm de largura e 54 cm de profundidade. O peso é de 39 kg para a estrutura central com bombas de difusão, 44 kg para a estrutura central de processamento da bomba turbo de EI padrão e 46 kg para a estrutura principal da bomba turbo EI/CI. A bomba de vácuo (vácuo) pesa 11 kg adicionais (bomba padrão) e normalmente fica localizada no piso atrás do MSD.

Os componentes básicos do instrumento são:

- Conjuntos de tampa/estrutura
- Sistema de vácuo
- Interface do GC
- Componentes eletrônicos
- Analisador

Medidor de vácuo

O MSD pode ser equipado (ou adquirido) com um medidor de alto vácuo. O software sistema de dados de cromatografia OpenLAB Acquisition pode ser usado para ler a pressão (alto vácuo) no manifold a vácuo. A operação do controlador do medidor é descrita neste manual.

Tabela 3 Recursos do MSD Série 5977B

Recurso		
Bomba de alto vácuo	Difusora	Turbo
Fluxo ideal de Hélio na coluna em ml/min.	1	1 a 2
Máximo recomendado fluxo de gás, ml/min	1,5	4
Fluxo de gás máximo, ml/min [†]	2	6,5
Diâm. máximo da coluna	0,25 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)
Fontes de íons inertes disponíveis	Sim	Sim
Compatibilidade com GC	Série 6890/7820/7890	Série 6890/7820/7890
Bombas foreline/ mecânicas disponíveis	Pfeiffer Duo 2.5	Pfeiffer Duo 2.5, MVP-070-3, MVP-070-3C, IDP3 24V
Compatibilidade com DIP [‡] (produto de terceiros)	Sim	Sim

* Fluxo de gás total para o MSD: fluxo da coluna mais fluxo de gás reagente (se aplicável). Baseado na utilização de gás hélio. Para outros gases, o fluxo máximo variará.

† Degradação esperada de desempenho e sensibilidade espectral.

‡ Probe de inserção direta.

Descrição de hardware do MSD

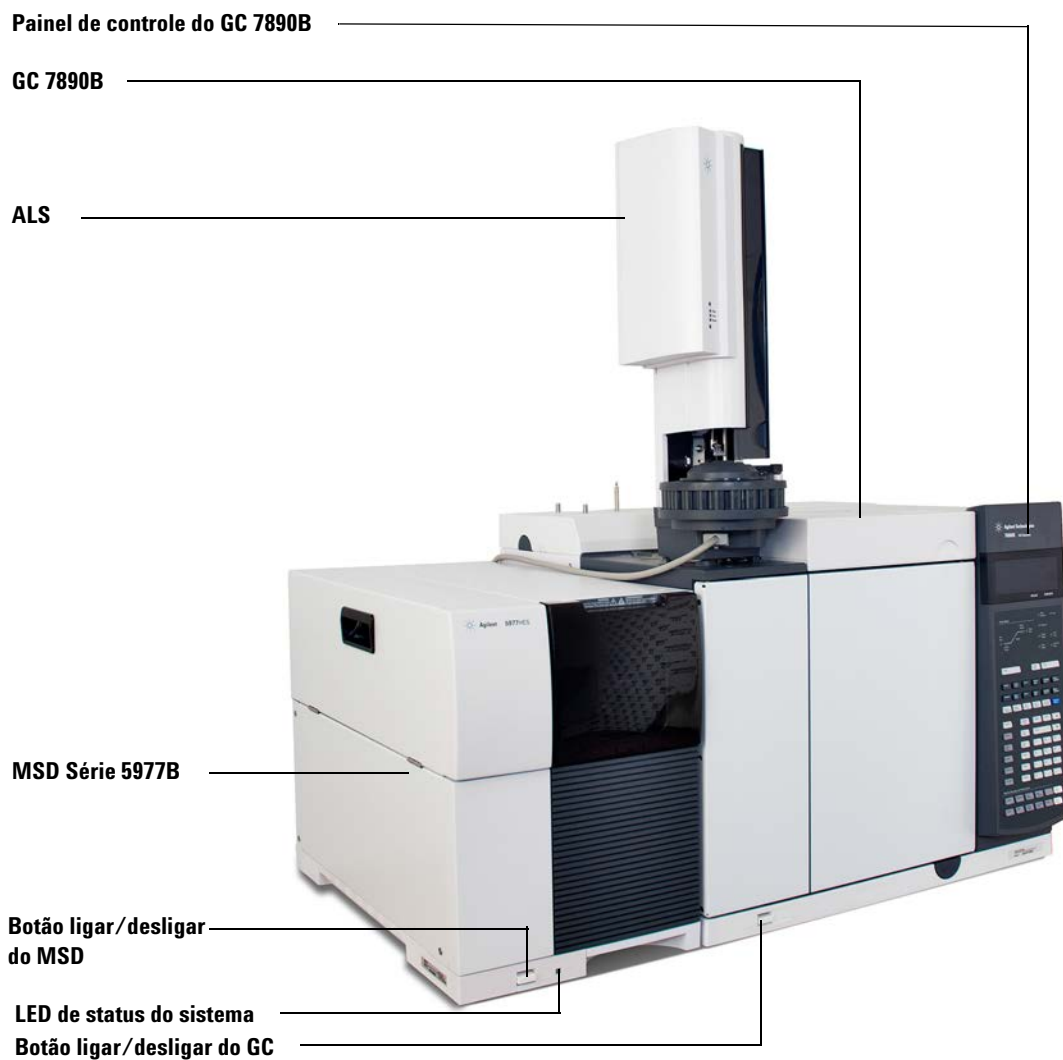


Figura 1 Sistema GC/MSD série 5977B exibido com um GC da série 7890B da Agilent

Avisos importantes de segurança

Existem vários avisos importantes de segurança que devem sempre ser lembrados ao utilizar o MSD.

Muitas peças internas do MSD conduzem tensões perigosas

Se o MSD estiver conectado a uma fonte de energia, mesmo se a chave de alimentação estiver desligada, tensões potencialmente perigosas continuam existindo nos locais a seguir:

- A fiação entre o cabo elétrico do MSD e a fonte de alimentação CA
- A fonte de energia de CA
- A fiação e a fonte de energia de CA para o botão de ligar/desligar

Com o botão ligar/desligar ligado, existem tensões potencialmente perigosas nos seguintes locais:

- Em todas as placas eletrônicas do instrumento
- Nos fios internos e nos cabos conectados a essas placas
- Nos fios de qualquer tipo de aquecedor (forno, detector, entrada de alimentação, caixa de válvula)

AVISO

Todas essas peças são isoladas por tampas/coberturas. Com as coberturas no lugar, é pouco provável que haja algum contato acidental com tensões perigosas. A menos que você seja especificamente orientado a fazê-lo, jamais retire uma tampa/cobertura, exceto se o detector, a entrada ou o forno estiverem desligados.

AVISO

Se o isolamento do cabo de alimentação estiver desgastado ou esgarçado, será preciso substituir o cabo. Entre em contato com um representante de atendimento da Agilent.

Se um dos fusíveis primários tiver falhado, o MSD já estará desligado, mas, por segurança, desligue o MSD e desconecte o cabo de alimentação. Não é necessário deixar o ar entrar da câmara de analisador.

AVISO

Nunca substitua os fusíveis primários enquanto o MSD estiver conectado a uma fonte de alimentação.

A descarga eletrostática representa uma ameaça aos componentes eletrônicos do MSD

As placas de circuito impresso no MSD podem ser danificadas por uma descarga eletrostática. Não toque em nenhuma das placas, a menos que seja absolutamente necessário. Se for preciso manuseá-los, coloque uma pulseira aterrada e tome outras precauções antiestáticas.

Muitas peças ficam perigosamente quentes

Várias peças no GC/MSD funcionam, ou atingem temperaturas altas o suficiente para provocar queimaduras graves. Estas peças incluem, entre outras, às abaixo listadas:

- Os injetores do GC
- O forno do GC e seu conteúdo, incluindo as porcas da coluna que fixam a coluna um injetor do GC, a interface do GC/MS ou o detector do GC
- O detector do GC
- A caixa de válvula do GC
- A bomba foreline/mecânica
- A bomba difusora
- A fonte de íons do MSD aquecida, a interface e o quadrupolo

Sempre deixe essas áreas do sistema esfriarem até atingirem a temperatura ambiente antes de trabalhar nelas. Elas esfriam mais rápido quando primeiro a temperatura da zona aquecida é definida com a temperatura ambiente. Desligue a zona depois que ela atingir o setpoint. Se for preciso fazer manutenção nas peças quentes, use uma chave inglesa e luvas térmicas protetoras. Sempre que possível, primeiro esfrie a peça do instrumento na qual você fará a manutenção e só depois comece a trabalhar nela.

AVISO

Tenha cuidado quando for trabalhar atrás do instrumento. Durante os ciclos de resfriamento, o GC emite exaustão quente, que pode provocar queimaduras.

AVISO

O isolamento em torno dos injetores e detectores do GC, da caixa de válvula e dos copos de isolamento é feito de fibras cerâmicas refratárias. Para evitar a inalação de partículas de fibra, recomendamos os seguintes procedimentos de segurança:

- Ventilar a área de trabalho
 - Usar manga longa, luvas, óculos de segurança e respirador descartável de poeira/névoa
 - Descartar o isolamento em uma embalagem de plástico vedada
 - Lavar as mãos com sabonete suave e água fria depois de manusear o isolamento
-

O recipiente de óleo sob a bomba de vácuo pode apresentar um risco de incêndio

Panos com óleo, toalhas de papel e absorventes similares no recipiente/bandeja de óleo podem inflamar e danificar a bomba e outras peças do MSD.

AVISO

Materiais combustíveis (ou materiais de absorção inflamáveis/não inflamáveis) colocados sob, em cima e em volta da bomba de vácuo constituem um risco de incêndio. Mantenha o recipiente/bandeja limpo, mas não deixe nenhum material absorvente, como toalhas de papel, nele.

Segurança com hidrogênio

AVISO

O uso de hidrogênio como gás de arraste ou gás detector de combustível do GC é potencialmente perigoso.

AVISO

Quando for usar o hidrogênio (H_2) como gás de arraste ou como gás de combustível, saiba que o hidrogênio pode entrar no forno do GC e criar um perigo de explosão. Sendo assim, desligue o suprimento até que todas as conexões sejam feitas, e verifique se as conexões de coluna do injetor e do detector estão ligadas a uma coluna ou tampadas sempre que houver fornecimento de hidrogênio para o instrumento.

O hidrogênio é inflamável. Vazamentos, quando confinados em espaços fechados, podem provocar incêndio ou perigo de explosão. Sempre que for usar hidrogênio, verifique se não há vazamento, testando todas as conexões, linhas e válvulas antes de usar o instrumento. Sempre desligue o fornecimento de hidrogênio na fonte para trabalhar com o instrumento.

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

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

Precauções do GC

Ao usar o hidrogênio como gás de arraste, remova a cobertura/tampa grande e redonda de plástico da linha de transferência MSD localizada no painel lateral esquerdo do GC. Na improvável ocorrência de uma explosão, essa cobertura poderá ser deslocada.

Perigos exclusivos da operação do GC/MSD

O hidrogênio apresenta vários perigos. Alguns são gerais, outros são exclusivos da operação do GC ou GC/MSD. Esses perigos incluem, mas não se limitam a:

- Combustão do vazamento de hidrogênio
- Combustão decorrente de rápida expansão do hidrogênio de um cilindro de alta pressão
- Acúmulo de hidrogênio no forno do GC e sua subsequente combustão (consulte a documentação do GC e a etiqueta na parte superior da porta do forno do GC)
- Acúmulo de hidrogênio no MSD e sua subsequente combustão

Acúmulo de hidrogênio em um MSD

AVISO

O MSD não consegue detectar vazamentos no injetor ou nos fluxos de gás do detector. Por esse motivo, é de suma importância que as conexões da coluna estejam sempre ligadas a uma coluna, que estejam cobertas, ou com um plugue instalado.

Todos os usuários devem estar cientes dos mecanismos pelos quais o hidrogênio pode se acumular e saber quais precauções tomar, se eles souberem ou suspeitarem que houve acúmulo de hidrogênio. (Consulte [Tabela 4](#) na página 21). Esses mecanismos se aplicam a **todos** os espectrômetros de massa, incluindo o MSD.

Tabela 4 Mecanismos de acúmulo de hidrogênio

Mecanismo	Resultados
MS desligado	Um espectrômetro de massa pode ser desligado deliberadamente. Ele também pode ser desligado acidentalmente, por uma falha interna ou externa. Existe um recurso de segurança que desativará o fluxo do gás de arraste em caso de desligamento de uma bomba foreline/mecânica do MSD. Entretanto, se este recurso falhar, o hidrogênio poderá se acumular lentamente no espectrômetro de massa.
Válvulas de retenção automatizadas do MS fechadas	Alguns espectrômetros de massa estão equipados com válvulas de isolamento de bombas difusoras automatizadas. Nesses instrumentos, uma ação deliberada do operador ou várias falhas podem fazer com que as válvulas de isolamento se fechem. O fechamento das válvulas de isolamento não corta o fluxo do gás de arraste. Como resultado, o hidrogênio pode se acumular lentamente no espectrômetro de massa.
Válvulas de retenção manual do MS fechadas	Alguns espectrômetros de massa estão equipados com válvulas manuais de isolamento de bombas difusoras. Nesses instrumentos, o operador pode fechar as válvulas de isolamento. O fechamento das válvulas de isolamento não corta o fluxo do gás de arraste. Como resultado, o hidrogênio pode se acumular lentamente no espectrômetro de massa.
GC desligado	Um GC pode ser desligado deliberadamente. Ele também pode ser desligado acidentalmente, por uma falha interna ou externa. GCs diferentes reagem de maneiras diferentes. Se um GC Série 7890 equipado com controle de pressão eletrônico (EPC) for desligado, o EPC cortará o fluxo do gás de arraste. Se o fluxo de arraste do GC não estiver sob o controle do EPC, ele aumenta até seu limite máximo. Esse fluxo pode ser mais do que alguns espectrômetros de massa podem bombear, resultando no acúmulo de hidrogênio no espectrômetro de massa. Se o espectrômetro de massa for desligado ao mesmo tempo, o acúmulo pode ser bem rápido.
Falha de energia	Se a energia falhar, tanto o GC quanto o espectrofotômetro de massa serão desligados. O gás de arraste, entretanto, não será necessariamente cortado. Em alguns GCs, uma falha de energia pode fazer com que o fluxo de gás de arraste seja ajustado ao máximo. Como resultado, o hidrogênio pode se acumular no espectrômetro de massa.

AVISO

Assim que o hidrogênio estiver acumulado em um espectrômetro de massa, será necessária extrema cautela para removê-lo. A inicialização incorreta de um espectrômetro de massa cheio de hidrogênio pode provocar explosão.

AVISO

Depois de uma falha de energia, o espectrômetro de massa pode se iniciar e começar o processo de geração de vácuo automaticamente. Isso não garante que todo o hidrogênio tenha sido removido do sistema ou que não haja perigo de explosão.

Precauções

Considere as seguintes precauções, ao operar o sistema de GC/MSD ou o sistema de GC/MS com hidrogênio como gás de arraste.

AVISO

Você deve remover a cobertura/tampa de plástico sobre a janela de vidro, na frente de um MSD Série 5977B. Na improvável ocorrência de uma explosão, essa cobertura poderá ser deslocada.

AVISO

Você PRECISA verificar se o parafuso superior na placa lateral do analisador passou por aperto manual. Não aperte demais o parafuso; isso pode causar vazamentos de gás.

AVISO

Falha ao proteger seu MSD, como descrito acima, aumenta enormemente a chance de ferimentos pessoais em caso de uma explosão.

Precauções laboratoriais gerais

- Evite vazamentos nas linhas de gás de arraste. Use equipamento de verificação de vazamentos, para verificar periodicamente vazamentos de hidrogênio.
- Elimine, do laboratório, o máximo de fontes de ignição possíveis (chamas abertas, dispositivos que podem soltar faíscas, fontes de eletricidade estática etc.).
- Não permita que o hidrogênio de um cilindro de alta pressão passe diretamente para a atmosfera (perigo de autoignição).
- Use um gerador de hidrogênio, em vez de hidrogênio em cilindros.

Precauções operacionais

- Desligue o hidrogênio na sua fonte/alimentação, sempre que você desligar o GC ou MSD.
- Desligue o hidrogênio na sua fonte, sempre que você fizer a ventilação no MSD. (Não aqueça a coluna capilar sem fluxo de gás de arraste).

- Desligue o hidrogênio na sua fonte, sempre que as válvulas de retenção no MSD estiverem fechadas. (Não aqueça a coluna capilar sem fluxo de gás de arraste).
- Desligue o hidrogênio na sua fonte/alimentação, se ocorrer uma falha de energia.
- Se ocorrer uma falha de energia quando não houver ninguém perto do sistema GC/MSD, mesmo se o sistema tiver se reiniciado sozinho:
 - 1 Desligue imediatamente o hidrogênio na sua fonte/alimentação.
 - 2 Desligue o GC.
 - 3 Desligue o MSD e deixe-o resfriar por 1 hora.
 - 4 Elimine **todas** as potenciais fontes de ignição na sala.
 - 5 Abra a manifold a vácuo do MSD para atmosfera.
 - 6 Espere, pelo menos, 10 minutos, para permitir que o hidrogênio se dissipe.
 - 7 Inicie o GC e o MSD, normalmente.

Ao utilizar hidrogênio, verifique se há vazamentos no sistema para evitar possíveis riscos de incêndio e explosão com base nos requisitos locais da Saúde, Segurança e Meio Ambiente (SSMA). Sempre verifique se há vazamentos, após trocar um cilindro ou fazer manutenções nas linhas de gás. Verifique se a exaustão da bomba de vácuo e a ventilação da porta de injeção do GC estão direcionadas para uma coifa/capela.

Certificações de segurança e regulamentação

O MSD Série 5977B está em conformidade com as seguintes normas de segurança:

- Canadian Standards Association (CSA): CAN/CSA-C222 No 61010-1-04
- CSA/Nationally Recognized Test Laboratory (NRTL): UL 61010-1
- International Electrotechnical Commission (IEC): 61010-1
- EuroNorm (EN): 61010-1

O MSD da série 5977B está em conformidade com as seguintes regulamentações de compatibilidade eletromagnética (EMC) e interferência de radiofrequência (RFI):

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

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



O MSD Série 5977B foi projetado e fabricado sob um sistema de qualidade registrado conforme a norma ISO 9001.

O MSD Série 5977B está em conformidade com a Diretiva RoHS.

Informações

O MSD da série 5977B da Agilent Technologies atende às seguintes classificações da IEC: Equipamento Classe I, Equipamento de Laboratório, Categoria de Instalação II e Grau de Poluição 2.

Este aparelho foi projetado e testado de acordo com normas de segurança reconhecidas, e foi projetado para o uso em ambientes fechados. Se o instrumento for utilizado de uma forma não especificada pelo fabricante, a segurança deste poderá ser comprometida. Sempre que a proteção da segurança do MSD tiver sido comprometida, desconecte a unidade de todas as fontes de energia e proteja a unidade contra a operação não intencional.

Use serviço de pessoal qualificado. A substituição de peças ou a realização de modificações não autorizadas no instrumento pode resultar em risco grave.

Símbolos

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

Veja as informações relacionadas para obter mais informações.



Indica superfície quente.



Indica tensões perigosas.



Indica terminal terra.



Indica risco potencial de explosão.



ou



Indica risco de radioatividade.



Indica risco de descarga eletrostática.



Indica que este produto eletroeletrônico não deve ser descartado em lixo doméstico.



Compatibilidade eletromagnética

Este dispositivo está em conformidade com os requisitos da norma CISPR 11. A operação está sujeita a estas duas condições:

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

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

- 1 Mude de lugar o rádio ou a antena.
- 2 Afaste o dispositivo do rádio ou da televisão.
- 3 Ligue o dispositivo em outra tomada elétrica, para que o dispositivo fique em um circuito elétrico diferente de onde está o rádio ou a televisão.
- 4 Assegure-se de que todos os dispositivos periféricos também sejam certificados.
- 5 Assegure-se de que os cabos adequados para conectar o dispositivo ao equipamento periférico estão sendo usados.
- 6 Consulte o revendedor do equipamento, a Agilent Technologies, ou um técnico experiente para obter assistência.

Modificações que não tenham sido expressamente aprovadas pela Agilent Technologies podem anular a autoridade do usuário para operar o equipamento.

Declaração de emissão sonora

Pressão sonora

Pressão sonora L_p <70 dB em conformidade com a norma EN 27779:1991.

Pressão sonora L_p <70 dB em conformidade com a norma EN ISO 3744:1995

Uso pretendido

Os produtos da Agilent somente devem ser usados conforme descrito nos guias de usuário da Agilent. Qualquer outro uso pode resultar em danos ao produto ou ferimentos pessoais. A Agilent não é responsável por quaisquer danos causados, no todo ou em parte, pelo uso impróprio dos produtos, alterações não autorizadas, ajustes ou modificações nos produtos, falha no cumprimento dos procedimentos descritos nos guias de usuário da Agilent ou uso dos produtos em violação às leis, regras ou regulamentações válidas.

Limpeza/Reciclagem do produto

Para limpar a unidade, desligue a energia e use um pano umedecido sem fiapos. Para obter informações sobre reciclagem, entre em contato com um escritório de vendas local da Agilent.

Derramamento acidental de líquido

Não derrame líquidos no MSD. Desligue a energia se houver derramamento acidental de líquido no MSD. Quando o MSD for desconectado de todas as fontes de alimentação, seque as peças afetadas. Se o derramamento de líquido afetar os componentes eletrônicos, espere pelo menos 24 horas, dependendo da umidade do ambiente. Enquanto espera as peças secarem, ligue para o representante local da Agilent.

Movimentação ou armazenamento do MSD

A melhor maneira de manter seu MSD funcionando adequadamente é mantê-lo em vácuo e aquecido, com o fluxo de gás de arraste. Se pretende movimentar ou armazenar seu MSD, precauções adicionais são necessárias:

- O MSD deve permanecer na posição vertical em todos os momentos; isso requer um cuidado especial quando ao movimentá-lo.
- O MSD não deve ser deixado sem vácuo por longos períodos.

Substituir os fusíveis primários

Materiais necessários

- Fusível, T12.5A, 250 V (2110-1398) - 2 necessários
- Chave de fenda, ponta chata (8730-0002)

A causa mais provável de falha dos fusíveis primários é algum problema com a bomba de vácuo. Se os fusíveis primários de seu MSD falharem, verifique a bomba foreline/mecânica.



Procedimento

- 1 Faça ventilação do MSD e desconecte o cabo elétrico da tomada elétrica.
Se um dos fusíveis primários tiver falhado, o MSD já estará desligado, mas, por segurança, desligue o MSD e desconecte o cabo de alimentação. Não é necessário deixar o ar entrar da câmara de analisador.

AVISO

Nunca substitua os fusíveis primários enquanto o MSD estiver conectado a uma fonte de alimentação.

AVISO

Caso esteja usando hidrogênio como gás de arraste, o fluxo de gás hidrogênio deve estar desativado antes de desligar a alimentação do MSD. Se a bomba foreline estiver desligada, haverá acúmulo de hidrogênio no MSD, o que pode causar uma explosão. Leia “[Segurança com hidrogênio](#)” na página 18 antes de operar o MSD com gás de hidrogênio.

- 2 Gire um dos porta-fusíveis no sentido anti-horário até que ele ressalte.
Os porta-fusíveis são de ação por mola. (Consulte [Figura 2](#) na página 29).
- 3 Remova o fusível antigo do porta-fusível.
- 4 Instale um novo fusível no porta-fusível.
- 5 Reinstale o porta-fusível.

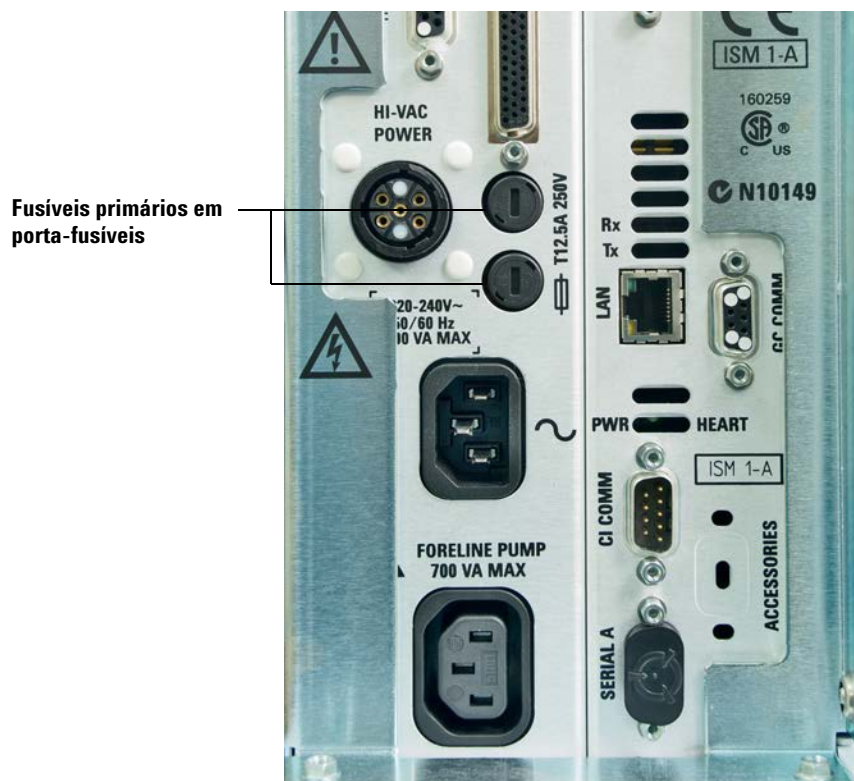
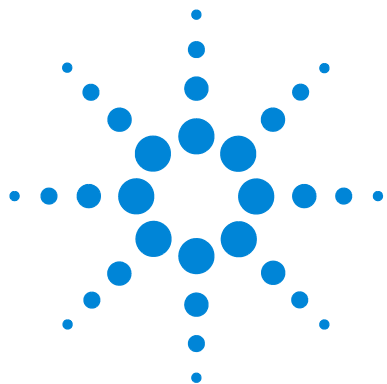


Figura 2 Fusíveis primários

- 6** Repita os passos 3 a 5 para o outro fusível. Sempre substitua ambos os fusíveis.
- 7** Reconecte o cabo de alimentação do MSD à tomada elétrica.
- 8** Bombeie o MSD.



2

Instalação de colunas de GC 7890/7820/6890/6850

Colunas 32

Instalar uma coluna capilar em um injetor com divisor/sem divisor 35

Condicionar uma coluna capilar 38

Instalar uma coluna capilar na interface do GC/MS usando a porca da
coluna de auto-aperto (Self-Tightening) 39

Instalar uma coluna capilar na interface GC/MS utilizando uma porca de
coluna padrão 44

Para instalar o selo da ponta da interface 47

Calibrar a velocidade linear do fluxo da coluna 49

A interface de GC/MSD para um GC da série 7890B 52

Antes de operar o sistema GC/MSD, você deve selecionar, instalar e condicionar uma coluna para GC. Este capítulo mostrará como se instalar e condicionar uma coluna. Para a seleção correta de coluna e fluxo, você precisa saber qual é o tipo de sistema de vácuo de seu MSD.



Colunas

Muitos tipos de colunas de GC podem ser usadas com o MSD, havendo, contudo, algumas restrições.

Durante o tune ou aquisição de dados, a taxa do fluxo da coluna no MSD não deve exceder o fluxo máximo recomendado. Portanto, existem limites para o comprimento, o diâmetro e o fluxo da coluna. Exceder o fluxo recomendado resulta na degradação do desempenho espectral de massa e sensibilidade.

Lembre-se de que os fluxos da coluna variam muito com a temperatura do forno. (Consulte “[Calibrar a velocidade linear do fluxo da coluna](#)” na página 49 para obter instruções sobre como medir o fluxo real em sua coluna). Utilize o software Flow Calculation e a [Tabela 5](#) para determinar se dada coluna fornecerá um fluxo aceitável com pressão realista no topo.

Tabela 5 Fluxos de gás

Recurso	Fluxos de gás	
	Difusora	Turbo
Bomba de alto vácuo		
Fluxo ideal de Hélio na coluna em ml/min.	1	1 a 2
Fluxo de gás máximo recomendado, ml/min [*]	1,5	4
Fluxo de gás máximo, ml/min [†]	2	6,5
Diâm. máximo da coluna	0,53 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)
Capacidade de hardware de CI e JetClean [‡]	Não	Sim

^{*} Fluxo de gás total para o MSD: fluxo da coluna mais fluxo de gás reagente (se aplicável). Baseado na utilização de gás hélio. Para outros gases, o fluxo máximo variará.

[†] Degradação esperada de desempenho e sensibilidade espectral.

[‡] A operação no modo CI ou com a opção JetClean é incompatível no sistema de dados de cromatografia OpenLAB 2.1.

Condicionamento de colunas

É essencial que uma coluna seja condicionada antes de ser conectada à interface do GC/MSD. (Consulte “Condicionar uma coluna capilar” na página 38).

Uma pequena porção da fase estacionária de coluna capilar é geralmente carregada pelo gás de arraste. Isto leva o nome de sangramento de coluna. O sangramento de coluna deposita traços da fase estacionária na fonte de íons do MSD. Isto diminui a sensibilidade do MSD e faz com que a limpeza da fonte de íons seja necessária.

O sangramento de coluna é mais comum em colunas novas ou com "crosslink" ruim. É muito pior existir traços de oxigênio no gás de arraste quando a coluna está aquecida. Para minimizar o sangramento da coluna, todas as colunas capilares devem ser condicionadas **antes** de serem instaladas na interface do GC/MSD.

Condicionando as anilhas

Aquecer as anilhas algumas vezes até a temperatura máxima de operação estimada antes de instalá-las pode reduzir seu sangramento químico. O ciclo térmico das anilhas até as suas temperaturas máximas de operação, antes de executar a aplicação, ajudará a reduzir os vazamentos pelo conjunto.

Dicas e sugestões

- Os procedimentos de instalação de coluna para os MSDs Série 5977B podem ser diferentes daqueles aplicáveis aos MSDs anteriores. A utilização de procedimentos aplicáveis a outro instrumento pode **não** funcionar, além de causar danos à coluna ou ao MSD.
- Utilize sempre um gás de arraste que seja, no mínimo, 99,9995% puro.
- Por conta da expansão térmica, anilhas novas podem afrouxar depois de serem aquecidas e resfriadas por algumas vezes. Verifique a condição de aperto após dois ou três ciclos de aquecimento ou utilize as porcas de colunas autotravantes (self tightening).
- Utilize sempre luvas limpas ao manipular colunas, especialmente a extremidade que será inserida na interface GC/MSD.

AVISO

Se estiver utilizando hidrogênio como gás de arraste, não inicie o fluxo de arraste até que a coluna esteja instalada no MSD e o MSD estiver com vácuo. Se as bombas de vácuo estiverem desligadas, o hidrogênio se acumulará no MSD, o que pode causar uma explosão. Consulte **“Segurança com hidrogênio”** na página 18.

AVISO

Utilize sempre óculos de proteção ao manipular colunas capilares. Tome cuidado para não perfurar a pele com a extremidade da coluna.

Instalar uma coluna capilar em um injetor com divisor/sem divisor

Materiais necessários

- Luvas limpas
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Régua métrica
- Chave de boca, fixa, 1/4 pol. e 5/16 pol. (8710-0510)
- Coluna capilar
- Cortador de coluna, cerâmica (5181-8836) ou diamante (5183-4620)
- Anilhas
 - DI de 0,27 mm, para colunas com DI de 0,10 mm (5062-3518)
 - DI de 0,37 mm, para colunas com DI de 0,20 mm (5062-3516)
 - DI de 0,40 mm, para colunas com DI de 0,25 mm (5181-3323)
 - DI de 0,5 mm, para colunas com DI de 0,32 mm (5062-3514)
 - DI de 0,8 mm, para colunas com DI de 0,53 mm (5062-3512)
- Porca de coluna para o injetor (5181-8830 para Agilent Séries 7890 e 7820)
- Lupa
- Septo (pode ser antigo, septo do injetor usado)

Para instalar colunas em outros tipos de injetores, consulte as informações do usuário de GC.

AVISO

O GC opera a altas temperaturas. Toque nas peças do GC apenas quando você tiver certeza de que ele está frio.

AVISO

Utilize sempre óculos de proteção ao manipular colunas capilares. Tome cuidado para não perfurar a pele com a extremidade da coluna.

CUIDADO

Utilize sempre luvas limpas quando estiver manipulando peças que vão dentro do GC ou da câmara do analisador.



Procedimento

- 1 Resfrie o forno e o injetor até a temperatura ambiente.
- 2 Utilizando luvas limpas, pressione a coluna através do septo (isso exige um pouco de pressão). Em seguida, deslize a porca da coluna e a anilha condicionada na extremidade livre da coluna. (Consulte [Figura 3](#)). A extremidade cônica da anilha deve ficar em posição inversa à porca da coluna.

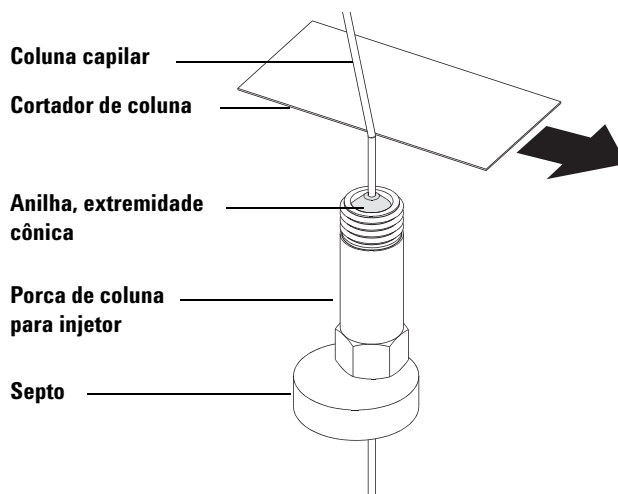


Figura 3 Preparação de uma coluna capilar para instalação

- 3 Use o cortador de coluna para fazer um vinco a 2 cm ou mais da extremidade.
- 4 Enquanto segura a coluna, quebre a extremidade da coluna na altura do vinco.
- 5 Verifique na extremidade se há bordas serrilhadas ou com rebarbas. Se a quebra não ficar lisa e plana, repita os passos 3 e 4.
- 6 Limpe a parte exterior da extremidade livre da coluna com um pano macio e sem fiapos, umedecido com metanol.

- 7 Posicione a coluna de forma que ela se estenda por 4 a 6 mm além da extremidade da anilha. (Consulte Figura 4).

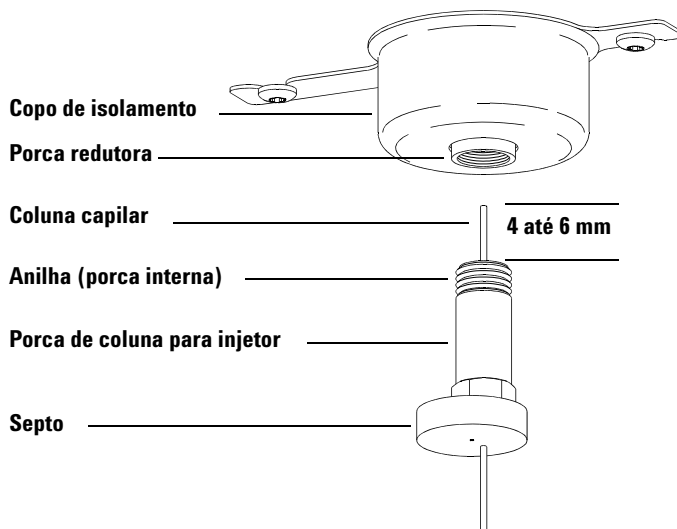


Figura 4 Instalação de coluna capilar para um injetor com divisor/sem divisor

- 8 Deslize o septo até a parte inferior da porca para fixar corretamente o pedaço de coluna inserido.
- 9 Instale a coluna no injetor.
- 10 Deslize a porca pela coluna até a base do injetor e aperte a porca manualmente.
- 11 Ajuste a posição da coluna até que o septo esteja paralelo à parte de baixo da porca da coluna.
- 12 Aperte a porca da coluna com 1/4 a 1/2 de volta adicional. A coluna não deve deslizar caso seja puxada levemente.
- 13 Inicie o fluxo de gás de arraste.
- 14 Verifique o fluxo mergulhando a extremidade livre da coluna em isopropanol. Veja se há bolhas.

Veja também

Para obter mais informações sobre como instalar uma coluna capilar, consulte *Optimizing Splitless Injections on Your GC for High Performance MS Analysis*, uma publicação da Agilent Technologies número 5988-9944EN.

Condicionar uma coluna capilar

Materiais necessários

- Gás de arraste, (99,9995% de pureza ou melhor)
- Chave de boca, fixa, 1/4 pol. e 5/16 pol. (8710-0510)

AVISO

Não condicione a coluna capilar com hidrogênio. O acúmulo de hidrogênio no forno do GC pode levar a uma explosão. Caso esteja planejando utilizar hidrogênio como gás de arraste, faça primeiro o condicionamento da coluna com gás inerte ultrapuro (99,999% ou melhor), tal como hélio, nitrogênio ou argônio.

AVISO

O GC opera sob altas temperaturas. Toque nas peças do GC apenas quando você tiver certeza de que ele está frio.



Procedimento

- 1 Instale a coluna no injetor do GC. (Consulte “[Instalar uma coluna capilar em um injetor com divisor/sem divisor](#)” na página 35).
- 2 Defina uma velocidade mínima de 30 cm/s, ou a que for recomendada pelo fabricante da coluna. Deixe o gás de arraste fluir pela coluna à temperatura ambiente por 15 a 30 minutos para remover o ar.
- 3 Programe o forno partindo da temperatura ambiente até o limite máximo de temperatura da coluna.
- 4 Aumente a temperatura a uma taxa de 10 ou 15 °C/min.
- 5 Mantenha à temperatura máxima por 30 minutos.

CUIDADO

Nunca exceda a temperatura máxima da coluna, seja na interface GC/MS, no forno do GC ou no injetor.

- 6 Ajuste a temperatura do forno do GC em 30 °C e espere até que o GC esteja pronto.
- 7 Conecte a coluna à interface do GC. (Consulte “[Instalar uma coluna capilar na interface do GC/MS usando a porca da coluna de auto-aperto \(Self-Tightening\)](#)” na página 39).

Instalar uma coluna capilar na interface do GC/MS usando a porca da coluna de auto-aperto (Self-Tightening)

Este procedimento é aplicável à instalação de uma coluna capilar diretamente no analisador usando a porca autotravante (Self-Tightening) de coluna recomendada pela Agilent.

Materiais necessários

- Selo da ponta da interface (G3870-20542) (Consulte a [Figura 6](#) na página 41.) (Não usado com fonte SS ou inerte de EI)
- Mola do "Tip Seal" (G7005-20024)
- Cortador de coluna, cerâmica (5181-8836) ou diamante (5183-4620)
- Lanterna
- Lupa
- Luvas limpas
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Porca autotravante (Self-Tightening) de coluna para interface GC\MS (5190-5233)
- Anilhas, Vespel
 - DI de 0,27 mm, para colunas com DI de 0,10 mm (5062-3518)
 - DI de 0,37 mm, para colunas com DI de 0,20 mm (5062-3516)
 - DI de 0,40 mm, para colunas com DI de 0,25 mm (5181-3323)
 - DI de 0,5 mm, para colunas com DI de 0,32 mm (5062-3514)
 - DI de 0,8 mm, para colunas com DI de 0,53 mm (5062-3512)
- Septo (pode ser antigo, septo do injetor usado)
- Óculos de proteção



Procedimento

CUIDADO

Utilize sempre luvas limpas quando estiver manipulando peças que vão dentro do GC ou da câmara do analisador.

AVISO

O analisador, a interface GC/MS e os outros componentes na câmara do analisador operam a temperaturas muito altas. Não toque em quaisquer partes até que você tenha certeza de que elas estão frias.

- 1 Condicione a coluna. (Consulte “[Condicionar uma coluna capilar](#)” na página 38).

AVISO

Dentro da câmara do analisador existem tensões perigosas, as quais podem causar ferimentos fatais. Não abra a porta da câmara do analisador por nenhuma razão. Se for necessário o acesso, funcionários de suporte treinados devem primeiro desconectar o instrumento da fonte de energia da edificação.

- 2 Ventile o MSD e abra a câmara do analisador. (Consulte “[Quebrar Vácuo/Ventilar o MSD](#)” na página 110 e “[Abrir a câmara do analisador](#)” na página 126.) Certifique-se de que possa ver a extremidade da interface GC/MS.

AVISO

O GC opera sob altas temperaturas. Toque nas peças do GC apenas quando você tiver certeza de que elas estão frias.

- 3 Se instalada, remova a ponta de isolamento da extremidade da interface de GC/MS.
- 4 Deslize uma porca de interface e uma anilha condicionada na extremidade livre da coluna para GC. A extremidade cônica da anilha deve apontar em direção à porca.
- 5 Deslize a coluna na interface GC/MS.
- 6 Use o cortador de coluna para fazer um vinco a 2 cm de sua extremidade.
- 7 Enquanto segura a coluna contra o cortador usando o polegar, quebre a coluna com a borda do cortador.
- 8 Verifique na extremidade se há bordas serrilhadas ou com rebarbas. Se a quebra não ficar lisa e plana, repita os passos 6 e 7.
- 9 Limpe a extremidade com álcool.

- 10** Ajuste a coluna de modo que esta distância especificada se estenda a partir da extremidade da linha de transferência.

Para uma instalação de fonte XTR de EI, SS ou fonte inerte (consulte a [Figura 5](#)), a coluna se estende cerca de 1 mm.

Para uma instalação de fonte de alta eficiência de EI (consulte a [Figura 6](#)), a coluna se estende cerca de 4 a 5 mm.

Utilize a lanterna e a lupa, se necessário, para ver o fim da coluna no interior da câmara do analisador. Não use o dedo para sentir a ponta da coluna.



Figura 5 Instalação de uma coluna capilar na interface de GC/MS em uma fonte de EI EXT, SS ou fonte inerte.

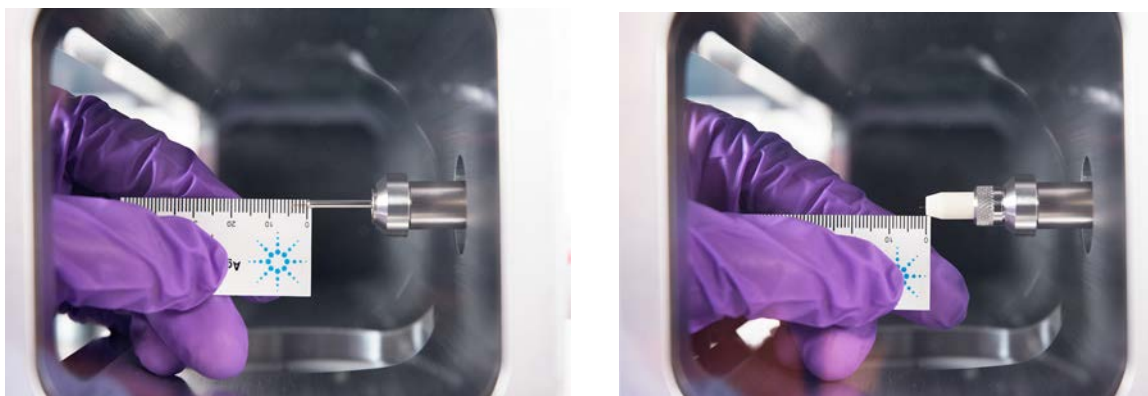


Figura 6 A instalação de uma coluna capilar na interface GC/MS em uma fonte de alta eficiência de EI.

- 11 Aperte a porca com a mão. Certifique-se de que a posição da coluna não mude conforme você aperta a porca. Não aperte demais a porca.
- 12 Aperte a porca no sentido horário. Continue a apertar até sentir que a anilha prendeu a coluna.
- 13 Verifique o forno do GC para ter certeza de que a coluna não está tocando em suas paredes.



Figura 7 Instalar uma coluna capilar na interface GC/MS

CUIDADO

Cuidado ao colocar o selo de isolamento na interface de GC/MS para evitar danificar a coluna.

14 Instale o selo e a mola da ponta na interface de GC/MS. (Consulte “[Para instalar o selo da ponta da interface](#)” na página 47). Não use um selo ou mola de ponta com fonte de SS ou inerte de EI. A tomada de interface dessas fontes não permite o encaixe da instalação do selo de ponta. (Consulte [Figura 44](#) na página 149).

15 *Cuidadosamente* confira o alinhamento da fonte de íons e o selo da ponta da interface.

Quando a fonte de íons estiver corretamente alinhada, a câmara do analisador pode ser fechada por completo sem resistência exceto pela tensão da mola do selo da ponta da interface.

CUIDADO

Forçar o fechamento da porta do analisador se as peças estiverem desalinhadas danificará o selo da ponta, a interface ou a fonte de íons, ou impedirá vedação da placa lateral.

16 Você pode alinhar a fonte de íons e o "tip seal" da interface. Se a porta ainda não fechar, contate seu representante de serviços da Agilent Technologies.

17 Feche a porta da câmara do analisador. (Consulte “[Fechar a câmara do analisador](#)” na página 170).

Instalar uma coluna capilar na interface GC/MS utilizando uma porca de coluna padrão

Este procedimento é para a instalação de uma coluna capilar diretamente no analisador. Existem dois tipos de porcas de colunas que podem ser usados na interface GC/MS: A porca para coluna padrão é explicada aqui, e a porca para coluna com autoaperto é explicada em [“Instalar uma coluna capilar na interface do GC/MS usando a porca da coluna de auto-aperto \(Self-Tightening\)”](#) na página 39.

Materiais necessários

- Selo da ponta da interface (G3870-20542) (Consulte a [Figura 5](#) na página 41 e a [Figura 6](#) na página 41.) (Não usado com fonte SS ou inerte de EI)
- Mola do selo da ponta (G7005-20024) (Não usada com fonte SS ou inerte de EI)
- Cortador de coluna, cerâmica (5181-8836) ou diamante (5183-4620)
- Lanterna
- Lupa
- Luvas limpas
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Porca de coluna de interface (05988-20066)
- Anilhas
 - DI de 0,3 mm, para colunas com DI de 0,10 mm (5062-3507)
 - DI de 0,4 mm, para colunas com DI de 0,20 mm e 0,25 mm (5062-3508)
 - DI de 0,5 mm, para colunas com DI de 0,32 mm (5062-3506)
 - DI de 0,8 mm, para colunas com DI de 0,53 mm (5062-3512)
- Septo (pode ser antigo, septo do injetor usado)
- Óculos de proteção
- Chave de boca, fixa, 1/4 pol. e 5/16 pol. (8710-0510)



Procedimento

CUIDADO

Utilize sempre luvas limpas quando estiver manipulando peças que vão dentro do GC ou da câmara do analisador.

AVISO

O analisador, a interface GC/MS e os outros componentes na câmara do analisador operam a temperaturas muito altas. Não toque em quaisquer partes até que você tenha certeza de que elas estão frias.

- 1 Condicione a coluna. (Consulte “[Condicionar uma coluna capilar](#)” na página 38).

AVISO

Dentro da câmara do analisador existem tensões perigosas, as quais podem causar ferimentos fatais. Não abra a porta da câmara do analisador por nenhuma razão. Se em algum momento for necessário o acesso, funcionários de suporte treinados devem primeiro desconectar o instrumento da fonte de energia do edifício.

- 2 Ventile o MSD e abra a câmara do analisador. (Consulte “[Quebrar Vácuo/Vent o MSD](#)” na página 110 e “[Abrir a câmara do analisador](#)” na página 126.)
Certifique-se de que possa ver a extremidade da interface GC/MS.

AVISO

O GC opera sob altas temperaturas. Toque nas peças do GC apenas quando você tiver certeza de que ele está frio.

- 3 Se instalada, remova a ponta de isolamento da extremidade da interface de GC/MS.
- 4 Deslize uma porca de interface e uma anilha condicionada na extremidade livre da coluna para GC. A extremidade cônica da anilha deve apontar em direção à porca.
- 5 Deslize a coluna na interface GC/MS.
- 6 Use o cortador de coluna para fazer um vinco a 2 cm da extremidade.
- 7 Enquanto segura a coluna contra o cortador usando o polegar, quebre a coluna com a borda do cortador.
- 8 Verifique na extremidade se há bordas serrilhadas ou com rebarbas. Se a quebra não ficar lisa e plana, repita os passos 6 e 7.
- 9 Limpe a extremidade com álcool.

- 10** Ajuste a coluna de modo que esta distância especificada se estenda a partir da extremidade da linha de transferência.

Para uma instalação de fonte de XTR, SS ou fonte inerte (Consulte a [Figura 5](#) na página 41.), a coluna se estende cerca de 1 mm.

Para uma instalação de fonte de alta eficiência de EI (consulte a [Figura 6](#) na página 41), a coluna se estende cerca de 4 a 5 mm.

Utilize a lanterna e lupa, se necessário, para ver a extremidade da coluna no interior da câmara do analisador. Não use o dedo para sentir a ponta da coluna.

- 11** Aperte a porca com a mão. Certifique-se de que a posição da coluna não mude conforme você aperta a porca. Não aperte demais a porca.
- 12** Verifique o forno do GC para ter certeza de que a coluna não está tocando nas paredes.
- 13** Aperte a porca 1/4 a 1/2 de volta usando uma chave de boca.
- 14** Verifique o aperto da porca após um ou dois ciclos de aquecimento; aperte novamente conforme apropriado.

CUIDADO

Cuidado ao colocar o "tip seal" na extremidade da interface GC/MS para evitar danificar a coluna.

- 15** Instale o selo e a mola da ponta na interface de GC/MS. (Consulte "[Para instalar o selo da ponta da interface](#)" na página 47). Não use um selo ou mola de ponta com fonte de SS ou inerte de EI. A tomada de interface dessas fontes não permite o encaixe da instalação do selo de ponta. (Consulte [Figura 44](#) na página 149).

- 16** *Cuidadosamente* confira o alinhamento da fonte de íons e o selo da ponta da interface.

Quando a fonte de íons estiver corretamente alinhada, a câmara do analisador pode ser fechada por completo sem resistência exceto pela tensão da mola do selo da ponta da interface.

CUIDADO

Forçar o fechamento da porta do analisador se as peças estiverem desalinhadas danificará o selo da ponta, a interface ou a fonte de íons, ou impedirá vedação da placa lateral.

- 17 Você pode alinhar a fonte de íons e o "tip seal" da interface. Se a porta ainda não fechar, contate seu representante de serviços da Agilent Technologies.
- 18 Feche a porta da câmara do analisador. (Consulte “Fechar a câmara do analisador” na página 170).

Para instalar o selo da ponta da interface

Materiais necessários

- Vedação da ponta da interface (G3870-20542)
O selo da ponta da interface deve ser colocado para a fonte de XTR de EI e para a fonte de alta eficiência.

CUIDADO

Descargas eletrostáticas nos componentes do analisador são conduzidas para a placa lateral, onde elas podem danificar componentes sensíveis. Use uma pulseira antiestática aterrada e tome outras precauções antiestáticas **antes** de abrir a câmara do analisador.



Procedimento

- 1 Verifique se a fonte de XTR de EI ou a fonte de alta eficiência está instalada. Este selo da ponta e sua mola não devem estar instalados quando uma fonte SS de EI ou uma fonte inerte estiver instalada.
- 2 Coloque a mola do selo da ponta ao fim da interface.
- 3 Remova o selo da ponta da interface da caixa de armazenamento da fonte de íons e a coloque sobre a extremidade da interface.

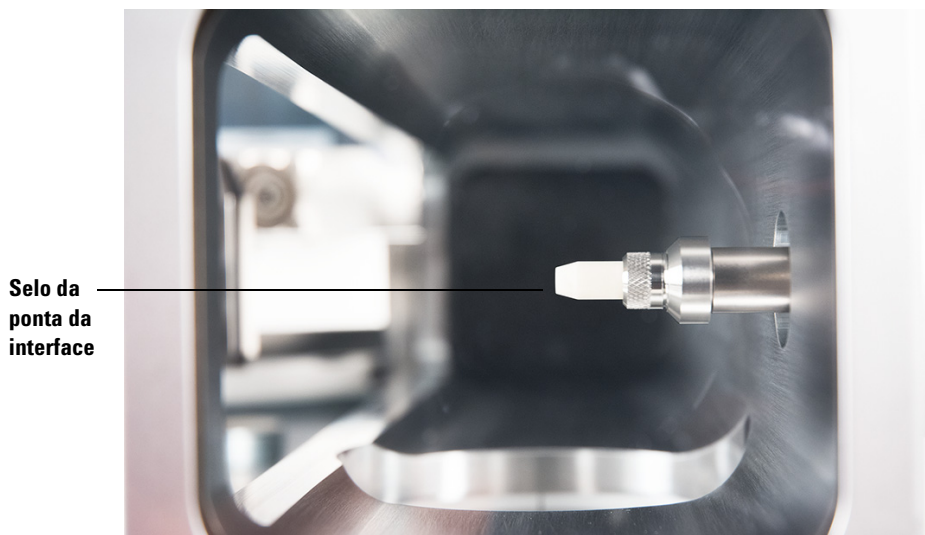


Figura 8 Selo da ponta da interface

- 4** Verifique *com cuidado* o alinhamento do analisador e da interface.

Quando alinhado corretamente, o analisador pode ser fechado completamente sem resistência, exceto pela tensão da mola da vedação da ponta da interface.

CUIDADO

Forçar o fechamento do analisador caso estas peças estejam desalinhadas causará danos na vedação, na interface ou na fonte de íons, ou impedirá que a placa lateral fique vedada.

- 5** Você pode alinhar o analisador e a interface movendo a placa lateral em sua dobradiça. Se mesmo assim o analisador não fechar, entre em contato com o representante de atendimento da Agilent Technologies.

Calibrar a velocidade linear do fluxo da coluna

As colunas capilares devem ser calibradas antes de sua utilização com o MS.

Procedimento

- 1 Defina a aquisição de dados para injeção manual splitless e configure um gráfico de tempo real para monitorar m/z 28.
- 2 Pressione **[Prep Run]** no teclado do GC.
- 3 Injete 1 μ L de ar no injetor do GC e pressione **[Iniciar execução]**.
- 4 Aguarde até que um pico eluda a 28 m/z . Observe o tempo de retenção.
- 5 No OpenLAB, selecione layouts de Método, e clique em **Agilent GC > Configuração > Colunas**.
- 6 Selecione na tabela a sua coluna.
- 7 Clique no botão **Calibrar** para exibir a caixa de diálogo **Coluna de calibragem**.

- 8 Clique no botão **Calcular comprimento** na seção **Se o tempo de espera não retido for conhecido** para exibir a caixa de diálogo **Calcular o comprimento da coluna**. (Consulte Figura 9).

Calcular Diâmetro Coluna

Condições GC

Se as medições tiverem sido feitas em condições diferentes das do método carregado, insira-as abaixo.

Temperatura: 30 °C

Pressão dentro da coluna: 10 psi

Pressão fora da coluna: 0 psi

☒ Vácuo

Tipo de Gás: He

Tempo Retenção Pico Não-Retido: 1.1887 min

	Atual	Calculado
Comprimento	30 m	30 m
▶ Diâmetro	250 µm	250 µm
Holdup	1.1887 min	1.1887 min

OK Cancelar

Figura 9 Caixa de diálogo Calcular o comprimento da coluna

- 9 Certifique-se de que os parâmetros listados (temperatura, pressões de entrada, saída e o tipo de gás) foram os utilizados no método para determinar o tempo de retenção. Mude os parâmetros que estiverem diferentes dos que foram utilizados em seu método.
- 10 Insira o tempo de retenção registrado no campo **Holdup Time**. Mova o cursor para outro campo de parâmetro para que então o comprimento da coluna calibrada apareça.
- 11 Clique em **OK** para salvar as alterações e sair da caixa de diálogo.
- 12 Clique em **OK** na caixa de diálogo **Calibrar colunas** para salvar a calibração.

Com as colunas capilares, tais como as utilizadas com o MSD, a velocidade linear normalmente é medida, em vez da taxa de fluxo volumétrico.

Cálculo da velocidade linear média

$$\text{Velocidade linear média (cm/s)} = \frac{100 L}{t}$$

onde:

L = Comprimento da coluna em metros

t = Tempo de retenção em segundos

Cálculo da taxa de fluxo volumétrico

$$\text{Taxa de fluxo volumétrico (ml/min)} = \frac{0.785 D^2 L}{t}$$

onde:

D = Diâmetro interno da coluna em milímetros

L = Comprimento da coluna em metros

t = Tempo de retenção em minutos

A interface de GC/MSD para um GC da série 7890B

A interface de GC/MSD é um condutor aquecido dentro do MSD para a coluna capilar. (Consulte [Figura 10](#)). Ela está parafusada no lado direito da câmara do analisador, com uma vedação O-ring. Possui uma cobertura de proteção que não deve ser removida.

Uma extremidade da interface passa pela lateral do GC e se estende até o forno. Esta extremidade é rosqueada para permitir a conexão da coluna com uma porca e uma anilha. A outra extremidade da interface se encaixa na fonte de íons. A extremidade da coluna capilar se estende um pouco além da extremidade do tubo da guia da coluna e entra na câmara de ionização.

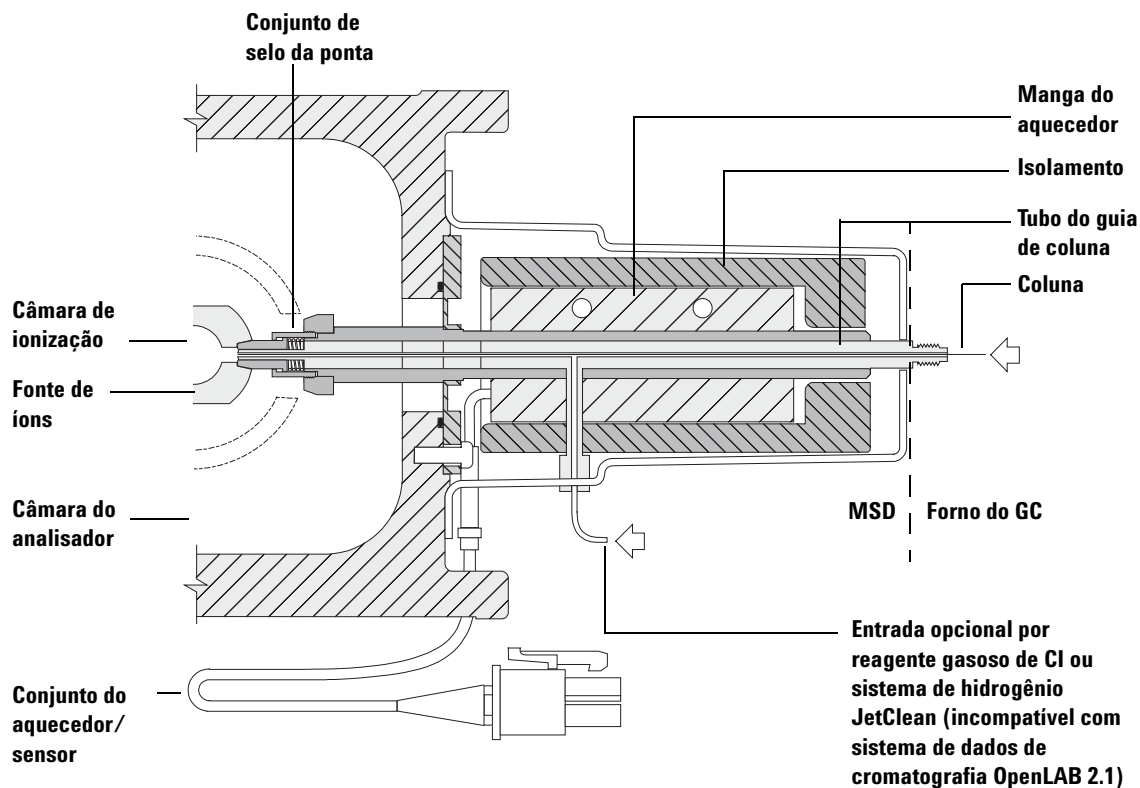


Figura 10 Interface de GC/MSD para GC 7890B com fontes de XTR, fonte de alta eficiência de EI e CI

A interface GC/MSD é aquecida por um aquecedor de cartucho elétrico. Normalmente, o aquecedor é alimentado e controlado pela zona aquecida Aux Térmica nº 2 do GC. A temperatura da interface pode ser definida pelo software MassHunter GC/MS Acquisition da Agilent ou no GC. Um sensor tipo termopar na interface monitora a temperatura.

A interface de GC/MSD deve ser operada na faixa de 250 ° a 350 °C. A temperatura de interface deve ser ligeiramente mais elevada do que a temperatura máxima do forno GC, mas **nunca** mais elevada do que a temperatura máxima da coluna.

A interface de GC/MSD pode ser usada com fontes de EI ou de CI. As fontes de XTR, fonte de alta eficiência de EI e as fontes de CI precisam de um conjunto de selo de ponta. A mola e o selo de ponta interferem e devem ser removidos ao usar fonte de SS e fonte inerte de EI.

(Consulte “Instalar uma coluna capilar na interface do GC/MS usando a porca da coluna de auto-aperto (Self-Tightening)” na página 39 e “Instalar uma coluna capilar na interface GC/MS utilizando uma porca de coluna padrão” na página 44).

AVISO

A interface GC/MSD opera em altas temperaturas. Se for tocada quando estiver quente, ela causará queimaduras.



3

Manutenção da coluna de GC Intuvo 9000

Colunas	56
Substituir uma coluna de GC Intuvo	59
Substituição do anel de vedação do GC Intuvo 9000	63
Instalação de um Guard Chip ou de um Jumper Chip da coluna	65
Substituição da extremidade terminal (Tail) do GC/MS 9000	69
Instalação do selo de vedação da extremidade da interface	77
A interface de GC/MS para um GC da série 9000 GC	78

Este capítulo demonstra como instalar uma coluna Intuvo da Agilent, um caminho de fluxo através da interface GC/MS para dentro da fonte de íon e como manter o Guard Chip da coluna.

Se estiver utilizando a *coluna de cromatografia gasosa Intuvo 9000 da Agilent* com o MS, a Ionização Química (CI) e o sistema JetClean são incompatíveis.



Colunas

Muitos tipos de colunas de GC Intuvo 9000 podem ser usados com o MS, havendo, contudo, algumas restrições.

Durante o ajuste ou aquisição de dados, a taxa do fluxo da coluna no MS não deve exceder o fluxo máximo recomendado. Portanto, existem limites para o comprimento e fluxo de coluna. Se o fluxo recomendado for excedido, haverá degradação do desempenho espectral de massa e sensibilidade.

Lembre-se de que o fluxo da coluna varia bastante com a temperatura do forno, precisando de medições do fluxo atual. Use a [Tabela 6](#) para determinar um fluxo de coluna aceitável.

Tabela 6 Fluxo de gás

Recurso	Fluxos de gás
Bomba de alto vácuo	Turbo
Fluxo de gás de coluna He mais eficiente, mL/min. (gás de arraste)	1 a 2
Fluxo de gás máximo recomendado, mL/min.*	4 a 6
Fluxo de gás máximo, mL/min [†]	6,5
Diâm. máximo da coluna	0,53 mm (30 m de comprimento)

* Fluxo de gás total para o MS = fluxo de coluna

† Degradação esperada de desempenho e sensibilidade espectral

Condicionamento de colunas

É essencial que uma coluna seja condicionada antes de ser conectada à interface do GC/MS.

Uma pequena porção da fase estacionária de coluna capilar é geralmente carregada pelo gás de arraste. Isto leva o nome de sangramento de coluna. O sangramento de coluna deposita traços da fase estacionária na fonte de íons do MS. Isto diminui a sensibilidade do MS e faz com que a limpeza da fonte de íons seja necessária.

O sangramento de coluna é mais comum em colunas novas ou em colunas entrecruzadas deficientes. É muito pior existir traços de oxigênio no gás de arraste quando a coluna está aquecida. Para minimizar o sangramento da coluna, todas as colunas capilares devem ser condicionadas antes de serem instaladas na interface do GC/MS. (Consulte [“Condicionar uma coluna capilar Intuvo”](#) na página 75.)

Dicas e sugestões

- Utilize sempre um gás de arraste que seja, no mínimo, 99,9995% puro.
- Sempre use luvas limpas quando manusear os conectores clicar e executar (click and run) de um componente.
- Sempre use luvas limpas quando manusear um anel de vedação.
- Sempre use luvas limpas quando manusear a extremidade terminal do GC/MS 9000.

AVISO

Se estiver usando hidrogênio como gás de arraste, o fluxo do gás hidrogênio deve estar desativado antes de desligar a alimentação do MS. Se a bomba de vácuo estiver desligada, haverá acúmulo de hidrogênio no MS, o que pode causar uma explosão. Leia [“Segurança com hidrogênio”](#) na página 18 antes de operar o MS com gás de hidrogênio.

Manuseio da coluna de GC Intuvo 9000 e dos componentes do conjunto (Bus)

A coluna de cromatografia gasosa Intuvo 9000 da Agilent (Intuvo 9000 GC) não usa as anilhas e porcas tradicionais na maioria das vedações de coluna e de caminho de fluxo. Em uma conexão de cromatografia gasosa tradicional, a vedação é feita pela deformação de uma anilha maleável em volta da periferia de uma coluna ou tubo, com uma segunda vedação feita entre a anilha e a conexão/porca. Em vez disso, os conectores clicar e executar da coluna de GC Intuvo 9000 usam um sistema de vedação baseado no contato entre superfícies planas. Comparados com as vedações de anilhas tradicionais, essas conexões são à prova de vazamento e fáceis de fazer.

Quando fizer essas vedações, siga algumas orientações simples:

- Não toque as superfícies vedantes dos conectores clicar e executar sem luvas ou com luvas sujas. A oleosidade e a sujeira da pele podem contaminar as superfícies do caminho de fluxo.
- Use somente a chave torque do Intuvo 9000 GC fornecida para apertar as conexões Intuvo de compressão.
- Evite riscar ou deformar as superfícies vedantes dos conectores clicar e executar.
- Se for necessário limpar uma superfície vedante, use ar comprimido limpo.
- Use um novo anel de vedação cada vez que instalar uma coluna ou um Chip Intuvo.

Substituir uma coluna de GC Intuvo

Este procedimento se aplica aos GC com uma coluna. Para a substituição de duas colunas, consulte o manual *Manutenção do cromatógrafo gasoso Intuvo 9000 da Agilent*.

Materiais necessários

- Luvas limpas e sem fiapos (Grande 8650-0030) (Pequena 8650-0029)
- Pinça (8710-2460)
- Anel de vedação Intuvo, poliimida 5/pk, para temperaturas < 350 °C (5190-9072)
- Anel de vedação Intuvo, níquel, 5/pk, para temperaturas de 350 °C até 450 °C (5190-9073)
- Chave de torque Intuvo armazenada na porta do forno (5190-9571)



Procedimento

AVISO

O injetor, o detector, os componentes do conjunto (Bus) e a coluna podem estar quentes e causar queimaduras. Esfrie as zonas aquecidas até uma temperatura de manuseio segura antes de continuar.

CUIDADO

Sempre use luvas limpas quando manusear quaisquer peças que estejam no caminho de fluxo indo para o analisador ou peças localizadas dentro do analisador.

- 1 Prepare o GC para manutenção.
No painel do CG, selecione **Maintenance > Column > Perform Maintenance > Install Column > Start Maintenance**. Esse procedimento esfria o injetor, o detector, a coluna, o Guard Chip e outros componentes nas zonas aquecidas do caminho de fluxo para < 40 °C e configura o GC. Siga as solicitações na tela do GC.
- 2 Utilizando o MassHunter Data Acquisition, faça quebra de vácuo/vent do MS (consulte “Quebrar Vácuo/Vent o MSD” na página 110.)

- 3 Se estiver usando hidrogênio ou outro gás inflamável como um gás de arraste, feche a válvula manual de fornecimento de gás do instrumento antes de desligar a energia do MS.

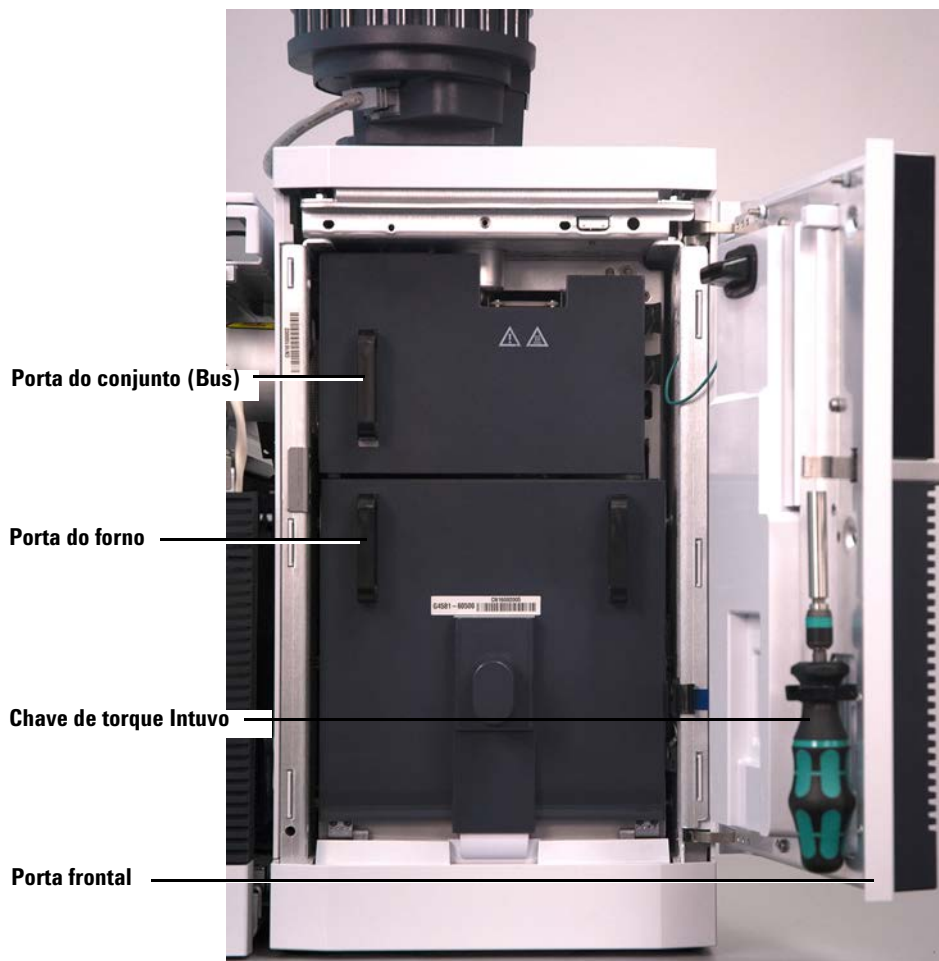


Figura 11 Porta frontal, porta do conjunto (Bus), porta do forno e chave torque Intuvo do GC 9000

- 4 Abra a porta frontal do GC.

- 5 Abra e remova a porta do conjunto (Bus) levantando-a verticalmente dos pinos de dobradiça.
- 6 Abaixe a porta do forno.
- 7 Quando usar a chave de torque Intuvo, gire todos os quatro grampos liberando o anel retentor da coluna.

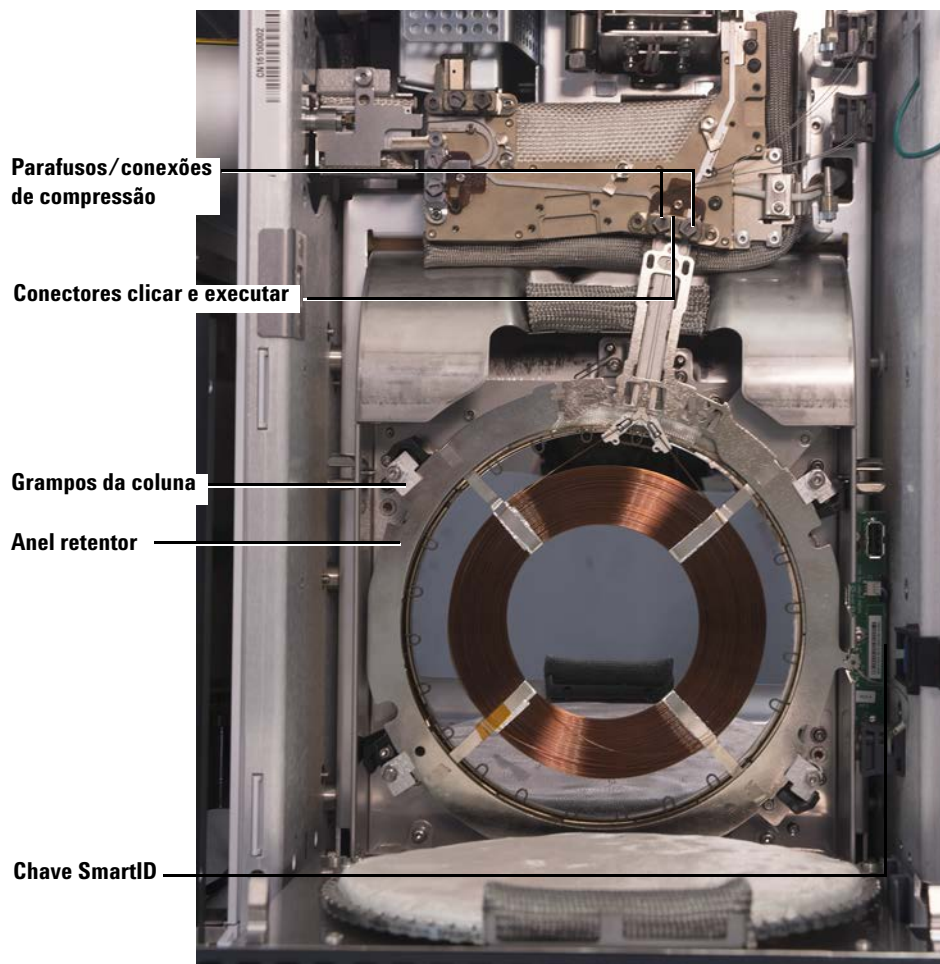


Figura 12 A coluna 9000 GC e as respectivas peças

- 8 Desconecte a chave SmartID da coluna da porta USB inferior.

- 9 Utilizando a chave de torque Intuvo, remova os dois parafusos de compressão que vedam os conectores clicar e executar da coluna ao conjunto (Bus) e armazene para uso posterior.
- 10 Remova e armazene a coluna para uso posterior de acordo com as recomendações do fabricante.
- 11 Substitua o anel de vedação por um anel de vedação novo classificado para a temperatura máxima da coluna esperada com o método a ser utilizado. (Consulte “Substituição do anel de vedação do GC Intuvo 9000” na página 63).
- 12 Certifique-se que todos os anéis de vedação Intuvo no caminho de fluxo são classificados para a temperatura máxima esperada com o método a ser utilizado. Substitua qualquer anel de vedação que tenha uma classificação de temperatura mais baixa por um que tenha uma classificação de temperatura compatível com o método a ser utilizado.
- 13 Coloque o conector clicar e executar da coluna no encaixe de coluna única do conjunto (Bus). Consulte o manual do GC para instalar duas colunas no GC.
- 14 Insira a chave Intuvo SmartID fixada na coluna na conexão USB inferior mostrada.
- 15 Fixe a coluna nova girando a lingueta **1 c** dos quatro grampos da coluna sobre o seu anel retentor usando a chave de torque Intuvo.
- 16 Verifique se as conexões de clicar e executar da coluna estão assentadas planamente contra o anel de vedação.
- 17 Instale frouxamente os dois parafusos/conexões de compressão.

CUIDADO

Use a chave de torque Intuvo para apertar o parafuso/conexão de compressão até ouvir um clique. Apertar demais poderá danificar o caminho de fluxo e as conexões além causar vazamentos.

-
- 18 Aperte os parafusos de compressão até ouvir um clique da chave de torque Intuvo.
 - 19 Feche a porta da coluna.
 - 20 Instale a porta do conjunto (Bus).
 - 21 Feche a porta frontal do GC.

Substituição do anel de vedação do GC Intuvo 9000

Este procedimento pressupõe que a extremidade da coluna do GC/MS 9000 já tenha sido removida, ou outra peça assentada sobre o anel de vedação e que os componentes do instrumento estão abaixo de 40 °C.

Materiais necessários

- Luvas limpas e sem fiapos (Grande 8650-0030) (Pequena 8650-0029)
- Pinça (8710-2460)
- Anel de vedação Intuvo, poliimida 5/pk, para temperaturas < 350 °C (5190-9072)
- Anel de vedação Intuvo, níquel, 5/pk, para temperaturas de 350 °C até 450 °C (5190-9073)

Procedimento

AVISO

O injetor, o detector, os componentes do conjunto (Bus) e a coluna podem estar quentes e causar queimaduras. Esfrie as zonas aquecidas até uma temperatura de manuseio segura antes de continuar.

CUIDADO

Sempre use luvas limpas quando manusear quaisquer peças que estejam no caminho de fluxo indo para o analisador ou peças localizadas dentro do analisador.

- 1 Remova a lingueta (tab) do anel de vedação do pino de alinhamento e descarte o anel de vedação usado. Pinças auxiliam durante o uso obrigatório de luvas.
- 2 Se necessário, instale um injetor ou chips de detecção. Todos os chips devem ser instalados antes da instalação de um anel de vedação novo.
- 3 Remova cuidadosamente o novo anel de vedação de sua embalagem. Inspeccione o anel de vedação para verificar se ele não está deformado. Os dois lóbulos arredondados são as superfícies de vedação.
- 4 Insira cuidadosamente os lóbulos do anel de vedação arredondados no encaixe clicar e encaixar do conjunto (Bus). O anel de vedação é dupla face.

- 5** Posicione o orifício do anel de vedação sobre o pino de alinhamento no encaixe do conjunto (Bus) e pressione planamente o corpo do anel de vedação contra o conjunto (Bus).
- 6** Verifique se os lóbulos arredondados do anel de vedação se ajustam de modo plano contra o encaixe de clicar e executar do conjunto (Bus).

O novo anel de vedação está pronto para a fixação do Chip ou da coluna.

Instalação de um Guard Chip ou de um Jumper Chip da coluna

O Guard Chip e o Jumper Chip da coluna são peças consumíveis de uso único. A instalação deforma parte do Chip para fazer uma boa vedação, de forma que um Chip instalado erroneamente não pode ser reutilizado. O Guard Chip não pode ser limpo ou condicionado.

Materiais necessários

- Luvas limpas e sem fiapos (Grande 8650-0030) (Pequena 8650-0029)
- Pinça (8710-2460)
- Guard Chip Intuvo para injetor com Divisor/sem Divisor, 2/pk (G4587-60565)
- Guard Chip Intuvo para injetor Multimodo, 2/pk (G4587-60665)
- Chip Jumper Intuvo para injetor com Divisor/sem Divisor, 2/pk (G4587-60575)
- Jumper Chip Intuvo para injetor Multimodo, 2/pk (G4587-60675)
- Anel de vedação Intuvo, poliimida 5/pk, para temperaturas < 350 °C (5190-9072)
- Anel de vedação Intuvo, níquel, 5/pk, para temperaturas de 350 °C até 450 °C (5190-9073)
- Chave de torque Intuvo armazenada na porta do forno (5190-9571)
- Chave de boca de 7/16 polegadas



Procedimento

AVISO

O injetor, o detector, os componentes do conjunto (Bus) e a coluna podem estar quentes e causar queimaduras. Esfrie as zonas aquecidas até uma temperatura de manuseio segura antes de continuar.

CUIDADO

Sempre use luvas limpas quando manusear quaisquer peças que estejam no caminho de fluxo indo para o analisador ou peças localizadas dentro do analisador.

- 1 Prepare o GC para manutenção. Usando o painel do GC, selecione **Maintenance > Inlets > Guard Chip > Prepare for Maintenance > Replace Liner and Guard Chip > Start Maintenance**. Esse procedimento esfria o injetor, o detector, a coluna, o Guard Chip e outros componentes nas zonas aquecidas do caminho de fluxo para $< 40^{\circ}\text{C}$ e configura o GC. Siga as solicitações na tela do GC.
- 2 Utilizando o MassHunter Data Acquisition, faça quebra de vácuo/vent do MS (consulte “[Quebrar Vácuo/Vent o MSD](#)” na página 110.)
- 3 Aguarde até o GC estar pronto, o que indica que os componentes estão resfriados abaixo de 40°C e que o instrumento passou pela etapa de quebra de vácuo/vent, antes de continuar os passos deste procedimento.
- 4 Se estiver usando hidrogênio ou outro gás inflamável como um gás de arraste para o sistema JetClean, feche a válvula manual de fornecimento de gás para o instrumento antes de desligar o MS.
- 5 Remova o amostrador ALS do injetor se ele estiver instalado.
- 6 Remova a tampa do injetor.

Tampa do injetor do GC removida

Placa de acesso dos parafusos de compressão

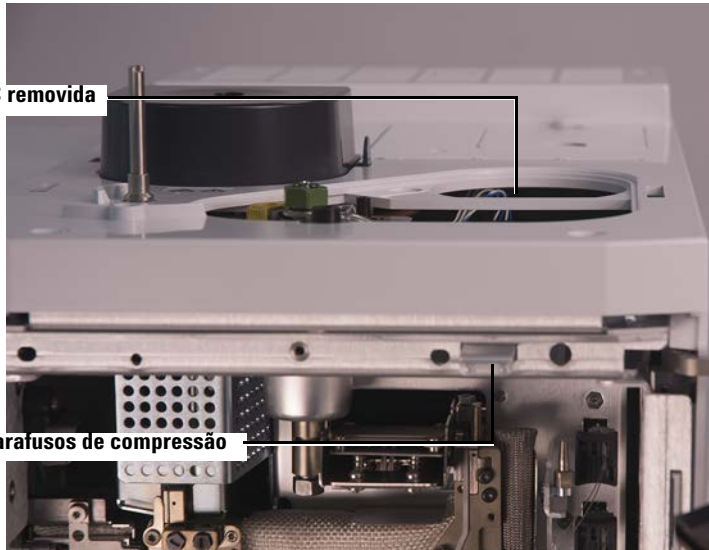


Figura 13 Tampa do injetor do GC e placa de acesso dos parafusos de compressão

- 7 Abra a porta frontal do GC.

- 8 Abra e remova a porta do conjunto (Bus) levantando-a verticalmente dos pinos de dobradiça.
- 9 Puxe para fora a placa de acesso dos parafusos de compressão para dar acesso à chave de torque ao parafuso de compressão do Guard chip.



Figura 14 Guard chip e as respectivas peças

- 10 Use uma chave de boca de 7/16 polegadas para afrouxar o parafuso do Guard Chip na base do injetor.
- 11 Use o dedo para girar cuidadosamente a frente do conjunto de aquecimento do Guard Chip para baixo e expor o Guard Chip.
- 12 Afrouxe o parafuso de compressão do Guard Chip com a chave de torque Intuvo.
- 13 Levante o lado direito da guia do Guard Chip por cima da saliência e depois gire e retire o Guard Chip da conexão do conjunto (Bus).
- 14 Remova o lado esquerdo do Guard Chip da base do injetor.
- 15 Instale um Guard Chip novo. Primeiro, insira a extremidade maior do Guard Chip na base do injetor, depois, a extremidade menor é girada para dentro da conexão do conjunto (Bus), levantando a lingueta por cima da saliência e para dentro da ranhura da montagem do conjunto (Bus).
- 16 Aperte com a mão o parafuso/conexão de compressão.
- 17 Suspenda o aquecedor do Guard Chip.

18 Aperte com a mão o parafuso do Guard Chip na base do injetor.

19 Aperte o parafuso do Guard Chip na base do injetor com uma chave de boca de 7/16 polegadas.

CUIDADO

Use a chave de torque Intuvo para apertar o parafuso/conexão de compressão até ouvir um clique. Apertar demais poderá danificar o caminho de fluxo e as conexões além causar vazamentos.

20 Aperte o parafuso/conexão de compressão do Guard Chip usando a chave de torque fornecida até ouvir um clique.

21 Instale a tampa do injetor.

22 Instale a porta do conjunto (Bus) nas suas braçadeiras e a feche.

23 Feche a porta frontal do GC.

24 Instale o amostrador ALS se ele foi removido.

Substituição da extremidade terminal (Tail) do GC/MS 9000

Este procedimento é necessário se você estiver trocando para uma fonte que requer uma extremidade terminal (Tail) do GC/MS 9000 diferente, substituindo um anel de vedação com vazamento ou uma extremidade terminal (Tail) do GC/MS 9000 contaminada ou separando o GC 9000 do MS.

Materiais necessários

- Luvas limpas e sem fiapos (Grande 8650-0030) (Pequena 8650-0029)
- Pinça (8710-2460)
- Extremidade terminal do (Tail) GC/MS 9000, usada com uma fonte padrão (G4590-60009)
- Extremidade terminal (Tail) do GC/MS 9000, usada com uma fonte de alta eficiência (G4590-60109)
- Anel de vedação Intuvo, poliimida 5/pk, para temperaturas < 350 °C (5190-9072)
- Anel de vedação Intuvo, níquel, 5/pk, para temperaturas de 350 °C até 450 °C (5190-9073)
- Chave de torque Intuvo armazenada na porta do forno (5190-9571)
- Chave de boca de 7/16 polegadas



Procedimento

AVISO

O injetor, o detector, os componentes do conjunto (Bus) e a coluna podem estar quentes e causar queimaduras. Esfrie as zonas aquecidas até uma temperatura de manuseio segura antes de continuar.

CUIDADO

Sempre use luvas limpas quando manusear quaisquer peças que estejam no caminho de fluxo indo para o analisador ou peças localizadas dentro do analisador.

- 1** Quebre o vácuo/Vent o MS (consulte “[Quebrar Vácuo/Vent o MSD](#)” na página 110.) Quando solicitado, configure a temperatura da fonte de íons, dos quads, do injetor, do detector, da coluna, do Guard Chip, da extremidade terminal (Tail) do GC/MS 9000 e de outros componentes nas zonas aquecidas do caminho de fluxo para < 40 °C.
- 2** Se estiver usando hidrogênio ou outro gás inflamável como um gás de arraste, feche a válvula manual de fornecimento de gás do instrumento antes de desligar a energia do MS.
- 3** Aguarde até o GC estar pronto, o que indica que os componentes estão resfriados abaixo de 40 °C antes de continuar os passos deste procedimento.
- 4** Abra a câmara do analisador. (Consulte “[Abrir a câmara do analisador](#)” na página 126).
- 5** Desaperte o selo da ponta do suporte do selo da ponta e remova o selo da ponta e a mola da interface de GC/MS. (Consulte “[Selo da ponta da interface](#)” na página 78.)
- 6** Certifique-se de que o MS está alinhado corretamente com o GC. Se o GC/MS não estiver alinhado corretamente, será difícil apertar o parafuso do grampo da linha de transferência.
- 7** Abra a porta frontal do GC.
- 8** Abra e remova a porta do conjunto (Bus) levantando-a verticalmente dos pinos de dobradiça.
- 9** Usando a chave de torque Intuvo, remova o parafuso/conexão de compressão que prende a conexão clicar e executar do conjunto (Bus) da extremidade terminal (Tail) do GC/MS 9000. Remova também o parafuso da conexão do conjunto (Bus) vazia.

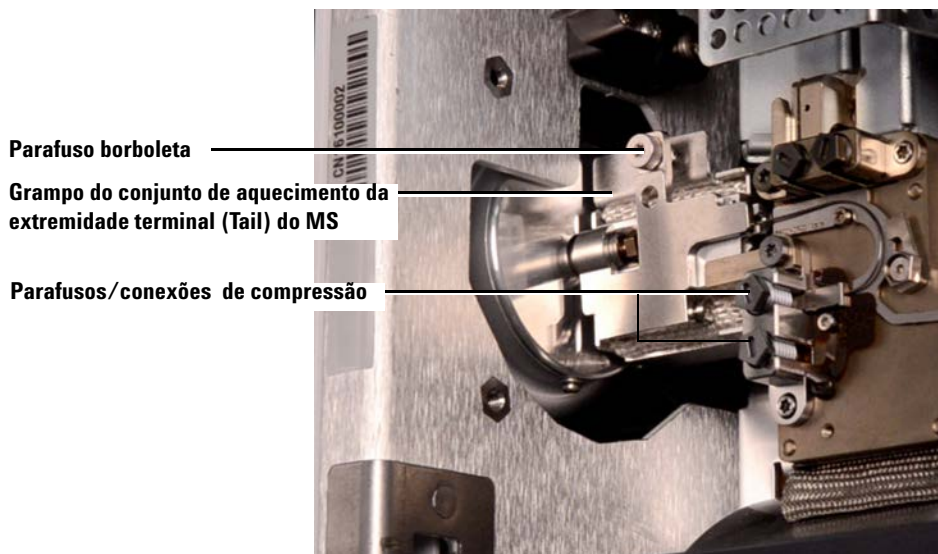


Figura 15 Grampo do conjunto de aquecimento da extremidade terminal (Tail) do MS fechado

- 10** Abra o conjunto de aquecimento da extremidade terminal (Tail) do MS afrouxando o parafuso borboleta no topo do grampo e girando o grampo para baixo.
- 11** Empurre o conjunto de aquecimento da extremidade terminal (Tail) do MS para trás por alguns milímetros. Um ímã mantém afastado o conjunto de aquecimento da extremidade terminal (Tail) do GC/MS 9000.

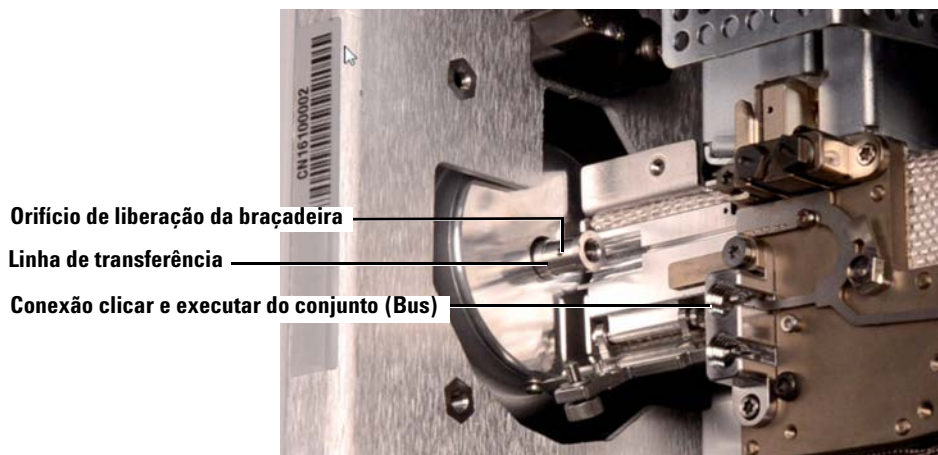


Figura 16 Grampo do conjunto de aquecimento do MS aberto com a extremidade terminal (Tail) do GC/MS 9000 removida

- 12** Remova a extremidade terminal (Tail) do GC/MS 9000 da linha de transferência e do conjunto (Bus).
Se a braçadeira ficar presa, pressione com um objeto pontiagudo, por exemplo; um grampo de papel, no sentido do orifício de liberação da braçadeira ao fim da linha de transferência.



Figura 17 Extremidade terminal (Tail) do GC/MS 9000 removida da interface do GC/MS

- 13** Substitua o anel de vedação. (Consulte “[Substituição do anel de vedação do GC Intuvo 9000](#)” na página 63).
- 14** Cuidadosamente, deslize a extremidade terminal (Tail) do GC/MS 9000 para dentro da interface do GC/MS e cuidadosamente coloque a conexão clicar e executar na conexão do conjunto (Bus).

- 15 Verifique se encaixe de clicar e executar da extremidade terminal (Tail) do GC/MS 9000 se assenta planamente contra o anel de vedação na conexão do conjunto (Bus).
- 16 Parafuse com a mão a porca da coluna da extremidade terminal (Tail) do GC/MS 9000 no conector rosqueado da linha de transferência, depois use uma chave de boca de ¼ de polegada para apertar a porca por 20 até 30 graus adicionais.
- 17 Instale frouxamente os dois parafusos/conexões de compressão.

CUIDADO

Use a chave de torque Intuvo para apertar o parafuso/conexão de compressão até ouvir um clique. Apertar demais poderá danificar o caminho de fluxo e as conexões além causar vazamentos.

- 18 Aperte somente um parafuso/conexão de compressão até ouvir um clique da chave de torque Intuvo.
- 19 Instale frouxamente o outro parafuso/conexão de compressão no conector clicar e executar o conjunto (Bus).
- 20 Puxe o conjunto de aquecimento da extremidade terminal (Tail) do MS alguns milímetros na direção da extremidade terminal do GC/MS 9000 até que o contato seja feito.
- 21 Feche o grampo do conjunto de aquecimento da extremidade terminal (Tail) do MS e aperte com a mão o parafuso borboleta para prendê-lo.
- 22 Instale a porta do conjunto (Bus) nas suas braçadeiras e a feche.
- 23 Feche a porta frontal do GC.
- 24 Instale o selo e a mola da ponta na interface de GC/MS. Alinhe, deslize com cuidado e rosqueie o selo da ponta no suporte do selo da ponta. (Consulte [“Instalação do selo de vedação da extremidade da interface”](#) na página 77.)
- 25 **Cuidadosamente** confira o alinhamento da fonte de íons e o "tip seal" da interface.

Quando a fonte de íons está corretamente alinhada, a câmara frontal do analisador pode ser fechada por completo sem resistência exceto pela tensão da mola do "tip seal" da interface.

CUIDADO

Forçar o fechamento da porta do analisador se as peças estiverem desalinhadas danificará o selo da ponta, a interface ou a fonte de íons, ou impedirá vedação da placa lateral.

- 26** Você pode alinhar a fonte de íons e o "tip seal" da interface. Se a porta ainda não fechar, contate seu representante de serviços da Agilent Technologies.
- 27** Feche a câmara do analisador. (Consulte [“Fechar a câmara do analisador”](#) na página 170).

Condicionar uma coluna capilar Intuvo

Materiais necessários

- Gás de arraste, (99,9995% de pureza ou melhor)
- Luvas limpas e sem fiapos (Grande 8650-0030) (Pequena 8650-0029)
- Pinça (8710-2460)
- Chave de torque Intuvo (5190-9571)
- Anel de vedação Intuvo, poliimida 5/pk, para temperaturas < 350 °C (5190-9072)
- Anel de vedação Intuvo, níquel, 5/pk, para temperaturas de 350 °C até 450 °C (5190-9073)
- Chave de boca, fixa, 1/4 pol. e 5/16 pol. (8710-0510)

Procedimento

AVISO

O injetor, o detector, os componentes do conjunto (Bus) e a coluna podem estar quentes e causar queimaduras. Esfrie as zonas aquecidas até uma temperatura de manuseio segura antes de continuar.

CUIDADO

Sempre use luvas limpas quando manusear quaisquer peças que estejam no caminho de fluxo indo para o analisador ou peças localizadas dentro do analisador.

- 1 Instale a coluna que precisa de condicionamento. (Consulte [“Substituir uma coluna de GC Intuvo”](#) na página 59.)
- 2 Defina uma velocidade mínima de 30 cm/s, ou a que for recomendada pelo fabricante da coluna. Deixe o gás fluir pela coluna à temperatura ambiente por 15 a 30 minutos para remover o ar.
- 3 Aumente a temperatura da coluna para 120 °C.
- 4 Mantenha a essa temperatura máxima por 30 minutos.
- 5 Use o MassHunter para executar uma verificação de ar e água. Siga para a próxima etapa, se o ar e água estiverem dentro dos limites.
- 6 Programe a temperatura da coluna para aumentar de 120 °C para o limite de temperatura máxima para a coluna a uma vazão de 10 a 15 °C/min.

CUIDADO

Nunca exceda a temperatura máxima da coluna, seja na interface de GC/MS, no forno do GC ou no injetor.

7 Mantenha à temperatura máxima por 30 minutos.

A coluna é condicionada e está pronta para uso com o seu método.

Instalação do selo de vedação da extremidade da interface

Materiais necessários

- Vedação da ponta da interface (G3870-20542)

O selo da ponta da interface deve ser colocado para a fonte CI, para fonte XTR e EI e para a fonte de alta eficiência HES.

CUIDADO

Descargas eletrostáticas nos componentes do analisador são conduzidas para a placa lateral, onde elas podem danificar componentes sensíveis. Use uma pulseira antiestática aterrada, e tome outras precauções antiestáticas **antes** de abrir a câmara do analisador.



Procedimento

- 1 Verifique se a fonte CI, a fonte de XTR de EI ou a fonte de alta eficiência está instalada. Este selo da ponta e sua mola não devem estar instalados quando uma fonte SS de EI ou uma fonte inerte estiver instalada. (Consulte [Figura 18](#)).
- 2 Remova o selo da ponta da interface, a mola, o retentor da porca serrilhada da caixa de armazenamento da fonte de íons. Nesta ordem, deslize a mola, o selo da ponta e o retentor do selo da ponta serrilhada sobre a mangueira da coluna.
- 3 Rosqueie, com aperto manual, o retentor do selo da ponta serrilhada no suporte de selo da ponta.



Figura 18 Selo da ponta da interface

- 4 Verifique **com cuidado** o alinhamento do analisador e da interface.

Quando alinhado corretamente, o analisador pode ser fechado completamente sem resistência, exceto pela tensão da mola da vedação da ponta da interface.

CUIDADO

Forçar o fechamento do analisador caso estas peças estejam desalinhadas causará danos na vedação, na interface ou na fonte de íons, ou impedirá que a placa lateral fique vedada.

- 5 Você pode alinhar o analisador e a interface movendo a placa lateral em sua dobradiça. Se mesmo assim o analisador não fechar, entre em contato com o representante de atendimento da Agilent Technologies.

A interface de GC/MS para um GC da série 9000 GC

A interface GC/MS é um conduíte aquecido dentro do MS para a manutenção do vácuo do MS e uma temperatura de efluente de coluna adequada. (Consulte [Figura 19](#)). Ela está parafusada no lado direito da câmara do analisador, com um o-ring, além de ter uma tampa protetora que não deve ser removida.

Uma extremidade da interface passa pela lateral do GC e é acessada pelo lado interno da porta frontal do GC. Isso permite a conexão da porca da coluna da extremidade terminal (Tail) do GC/MS 9000. A extremidade terminal do GC/MS 9000 inclui uma braçadeira estampada e uma porca de coluna para fixar o lado do GC da interface GC/MS. A extremidade terminal do GC/MS 9000 transporta o efluente da coluna do conector do conjunto (Bus) da coluna aquecido no GC, através da interface GC/MS aquecida e sai um pouco além do fim do tubo guia da coluna e para dentro da câmara de ionização. A extremidade terminal do GC/MS 9000 mantém a temperatura em vários níveis ao longo de sua extensão por um conjunto de aquecimento, um conjunto de aquecimento da extremidade terminal do MS e uma interface do GC/MS.

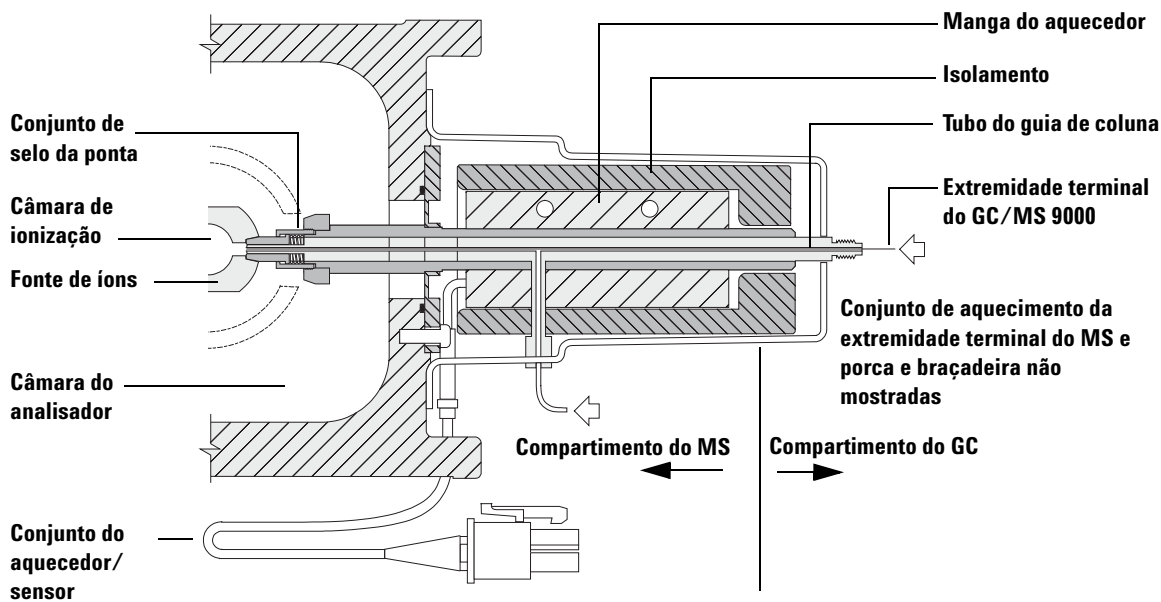
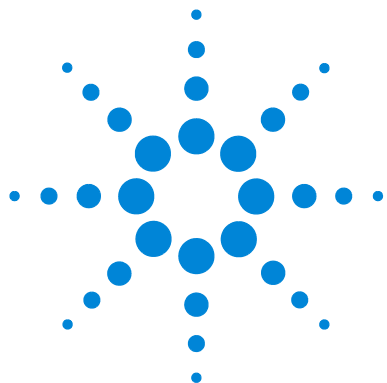


Figura 19 A interface de GC/MS para um GC da série 9000 (não plotado em escala)

A extremidade terminal do GC/MS 9000 é aquecida por um aquecedor de cartucho elétrico. O aquecedor é alimentado e controlado por uma zona aquecida do GC 9000. A temperatura da extremidade terminal do GC/MS 9000 pode ser configurada usando o software MassHunter GC/MS Acquisition da Agilent ou usando o GC. Um sensor (termopar) na interface monitora a temperatura.

O conjunto de vedação da ponta da linha de transferência é necessário ao usar a fonte EI XTR ou a fonte de alta eficiência.

A extremidade terminal do GC/MS 9000 deve ser usada na faixa de 250 ° a 350 °C. Além desta restrição, a temperatura da linha de transferência deve ficar ligeiramente acima da temperatura da coluna.



4 Operação no modo de EI

Operação do detector espectrométrico de massas (MSD) pelo DS	82
Operação do MSD com base no painel de controle do GC	83
Configurar o MSD através da Interface Web (WUI)	87
Operação do MSD 5975/5977 com base no painel de controle local (LCP)	90
Leitura do mini visor do módulo eletrônico	97
LED de status dos instrumentos no painel frontal	97
A interface de GC/MSD	98
Antes de ligar o MSD	100
Bombeamento	101
Controle de temperaturas	101
Controle de fluxo de coluna	102
Quebrar o vácuo/Vent o MSD	102
Definir temperaturas do analisador MS	103
Habilitar a interface e o forno de GC/MS	105
Visualizar temperaturas e vácuo do MSD	106
Executar um autotune	108
Abrir as coberturas/tampas do MSD	109
Quebrar Vácuo/Vent o MSD	110
Gerar vácuo/Pump down o MS	112
Movimentar ou armazenar o MSD	115

Este capítulo descreve como executar alguns procedimentos básicos de operação para o GC/MSD série 5975/5977 da Agilent, usando ionização por impacto de elétrons.



Operação do detector espectrométrico de massas (MSD) pelo DS

O software sistema de dados de cromatografia Agilent OpenLAB automatiza tarefas como criação de vácuo/pump down, configurações de monitoramento, configuração de temperaturas, ajustes e quebra de vácuo/vent do MSD. Estas tarefas estão descritas neste capítulo. Informações adicionais estão descritas nos manuais e ajuda online fornecidos com o software sistema de dados de cromatografia OpenLAB.

CUIDADO

O software e firmware são revisados periodicamente. Se as etapas nesses processos não coincidem com seu sistema de dados de cromatografia OpenLAB, consulte os manuais e a ajuda online fornecidos com o software para obter mais informações.

Operação do MSD com base no painel de controle do GC

Esta seção se aplica somente ao MSD 5977B. Para modelos MSD anteriores 5975/5977, consulte “Operação do MSD 5975/5977 com base no painel de controle local (LCP)” na página 90.

O painel de controle do GC 7890B pode mostrar a temperatura real e a pressão do MSD ou iniciar uma tarefa no MSD sem usar o software sistema de dados de cromatografia Agilent OpenLAB. Você pode acessar funções, tais como configuração de quebra de vácuo/vent e temperaturas, diretamente do painel de controle do GC. Recursos limitados estão disponíveis no painel de controle do GC. O software sistema de dados de cromatografia OpenLAB é o controlador completo para a maioria das operações de controle de instrumentos.

Tecla dedicada ao MSD no painel de controle do GC

A tecla **MS/Aux Det** no painel de controle do GC 7890B permite o acesso aos parâmetros de controle e de configuração no MSD. Para os modelos 7890 mais antigos com firmware atualizado, esta tecla é chamada **Aux Det #**, que pode ser substituída pela tecla **MS/Aux Det** nos procedimentos que se seguem.

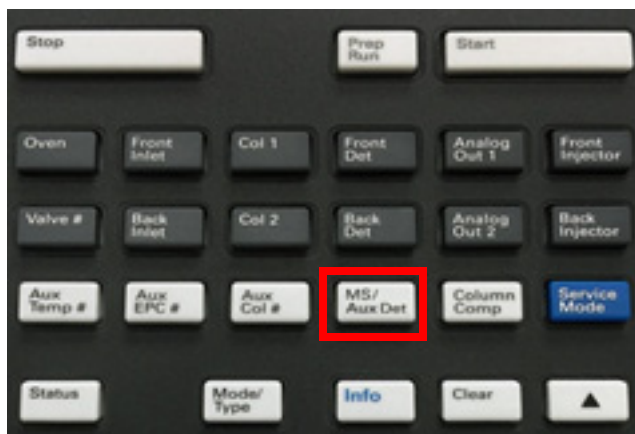


Figura 20 teclado do GC 7890B

Alterar as temperaturas do MSD a partir do painel de controle do GC

- 1 Pressione **MS/Aux Det** para exibir o menu do MSD 5977B.
- 2 Pressione a seta para baixo para rolar até **Quad temp**, **Source temp** ou **Transfer line**.
- 3 Use o teclado do GC para introduzir a temperatura desejada.
- 4 Pressione **Enter** para aplicar as alterações.

Visualizar a pressão de vácuo do MSD e a velocidade do turbo/pressão foreline do painel de controle do GC

- 1 Pressione **MS/Aux Det** para exibir o menu do MSD 5977B.
- 2 Pressione a seta para baixo para rolar até **HiVac Pressure**, ou **Turbo Speed % of full/Foreline Pressure**.

Quebrar Vácuo/Vent o MSD a partir do painel de controle do GC

- 1 Com o MSD purgado, pressione **MS/Aux Det** para abrir o menu do MSD 5977B.
- 2 Pressione a seta para baixo para rolar até **Start MSD Vent?**.
(Pressione **Off/No** para cancelar o ciclo de quebrar vácuo/vent e gerar vácuo/pump down o MS).
- 3 Pressione **ON/Yes** para iniciar o ciclo de ventilação.
- 4 Quando solicitado, abra a válvula de quebrar vácuo/vent.

Gerar Vácuo/Pump Down o MSD a partir do painel de controle do GC

- 1 Pressione **MS/Aux Det** para exibir o menu do MSD 5977B.
- 2 Pressione a seta para baixo para rolar até **Start MSD Vent?**.
- 3 Pressione **ON/Yes** para iniciar o ciclo de purga.
- 4 Quando solicitado, abra a válvula de quebrar vácuo/vent.

Visualizar a versão do firmware do MSD a partir do painel de controle do GC

- 1 Pressione **MS/Aux Det** para abrir o menu do MSD 5977B.
- 2 Pressione a seta para baixo para rolar até **Firmware**.

Visualizar o número de série do MSD a partir do painel de controle do GC

- 1 Pressione **MS/Aux Det** para abrir o menu do MSD 5977B.
- 2 Pressione a seta para baixo para rolar até **Serial#**.

Definir as configurações de rede para o MSD a partir do painel de controle do GC

- 1 Pressione **Config**, e então pressione **MS/Aux Det** para abrir o menu CONFIGURE MS DETECTOR.
- 2 Configurar o **IP**: parâmetro, use o teclado do GC para introduzir o novo endereço IP para o MSD, em seguida, pressione **Enter** para concluir a entrada.
- 3 Aguarde até que o GC exiba o novo endereço IP. Reinicie o MSD ou prosseguir para o endereço do gateway com o botão de seta para baixo
- 4 Pressione a seta para baixo para rolar até **GW**: e use o teclado do GC para introduzir o novo endereço de gateway para a LAN e pressione **Enter** para concluir a entrada.
- 5 Pressione a seta para baixo para rolar até **SW**: e use o teclado do GC para inserir a nova máscara de sub-rede para a LAN e pressione **Enter** para concluir a entrada.
- 6 Reinicie o MSD. (Ver abaixo)

Reiniciar o MSD a partir do painel de controle do GC

- 1 Pressione **Config**, e então pressione **MS/Aux Det** para abrir o menu CONFIGURE MS DETECTOR.
- 2 Pressione a seta para baixo para rolar até **Request MSD Reboot?**.
- 3 Pressione **On/Yes** para reiniciar o MSD e aguarde até que o MSD complete este ciclo antes de tentar acessá-lo.

Habilitar/desabilitar BOOTP no MSD

Por padrão, o BOOTP está desabilitado. Se a sua LAN usar um servidor BootP, habilitar BOOTP faz o servidor atribuir automaticamente um endereço IP ao MSD.

- 1 Pressione **Config**, e então pressione **MS/Aux Det** para abrir o menu CONFIGURE MS DETECTOR.
- 2 Pressione a seta para baixo para rolar até **MSD BOOTP**.
- 3 Para habilitar o BOOTP, pressione **On/Yes**.
Para desabilitar o BOOTP, pressione **Off/No**.
- 4 Aguarde até o MSD confirmar a alteração no painel de controle do GC.
- 5 Reinicie o MSD. Veja acima.

Habilitar/desabilitar LVDS no MSD

- 1 Pressione **Config**, e então pressione **MS/Aux Det** para abrir o menu CONFIGURE MS DETECTOR.
- 2 Pressione a seta para baixo para rolar até **Lvds communication**.
Se quiser habilitar o LVDS, pressione **On/Yes**.
Se você quiser desabilitar o LVDS, pressione **Off/No**.
- 3 Aguarde até o MSD confirmar a alteração no painel de controle do GC.

Configurar o MSD através da Interface Web (WUI)

Se o GC for incompatível com as comunicações LVDS com um GC Agilent, você pode usar a WUI para definir as configurações de rede do MSD. As razões para um GC não suportar a configuração de rede de um MSD 5977B a partir do painel de controle do GC incluem qualquer um dos motivos a seguir:

- Não há comunicação LVDS entre o GC e o MSD.
- O GC não é um modelo 7890A+ ou 7890B da Agilent com o firmware correto.

Alterar as configurações de rede do MSD

Este procedimento pressupõe que o operador tem acesso a um PC localizado na mesma sub-rede LAN que o MSD.

- 1 Abra a cobertura articulada no MSD para acessar o analisador para visualizar a leitura no mini visor do módulo eletrônico (eModule).
- 2 Pressione o botão **Ligar/Desligar MSD** para iniciar o instrumento. Quando o instrumento tiver concluído a sua inicialização, ele exibe as informações do endereço IP atual na leitura do mini visor e completa um ciclo através dele durante cerca de 10 minutos.
- 3 Anote os endereços IP, da porta de ligação e da máscara de sub-rede da leitura do mini visor. Os padrões para cada um são 192.168.254.12, 0.0.0.0 e 255.255.255.0, respectivamente.
- 4 Digite o endereço IP em uma URL do navegador Web do PC para exibir a página de menu principal da WUI. (Consulte [Figura 21](#) na página 88).



Figura 21 Menu principal do WUI

- 5 Clique **Definir relógio de tempo real ou Editar NetConfig** e vá para a seção **Editar NetConfig (Configuração da rede do MSD)**. (Consulte [Figura 22](#)).

The image shows the 'Edit NetConfig (MSD network configuration)' screen. It has a light blue background. At the top, the title 'Edit NetConfig (MSD network configuration)' is centered. Below the title, a note reads: 'NOTE: BOOTP = ON controls other NetConfig items below it.' There are two radio buttons for 'BOOTP', with 'OFF' selected. Below this, there are four input fields: 'MSD IP Address' with the value '192.168.254.12', 'Gateway IPA' which is empty, 'SubNet Mask' with the value '255.255.255.0', and 'SubNet Mask' with the value '255.255.255.0'. At the bottom, there are three buttons: 'Submit', 'Reset', and 'Return to Main Menu'.

Figura 22 Editar NetConfig da WUI

- 6 Confirme que **BootP** está definido para **OFF**. Se a sua LAN atribui endereços IP usando um servidor BootP, clique **LIGAR** e pule o próximo passo.
- 7 Para atualizar o **MSD IP address**, o **Gateway IPA**, e a **SubNet Mask** insira os novos valores. Antes de clicar em enviar, você pode recuperar as configurações anteriores clicando **Voltar para o menu principal** e depois retornar aqui.
- 8 Clique em **Submit** para carregar estas configurações de rede ao MSD.

Uma caixa de diálogo é aberta para confirmar que o processo de configuração de rede foi iniciado. (Consulte [Figura 23](#)).

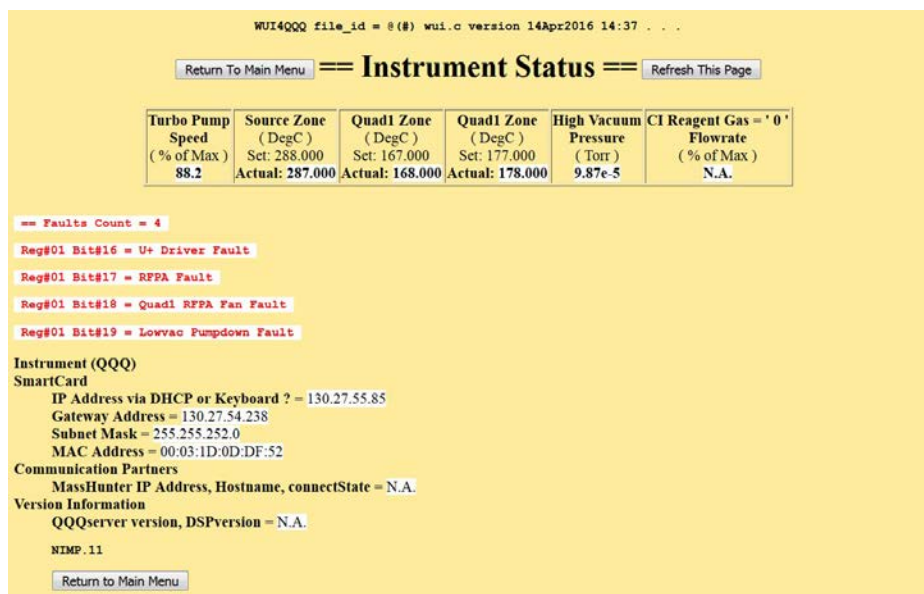


Figura 23 Mensagem de configuração de endereço IP iniciado

- 9 Clique em **OK** para fechar a janela e aguarde a solicitação para **Reiniciar manualmente do MSD/SmartCard para ativar as novas configurações**.
- 10 Use o botão **Iniciar/Desligar MSD** para reiniciar o SmartCard do MSD.

Operação do MSD 5975/5977 com base no painel de controle local (LCP)

Os modelos Agilent 5975 e 5977 introduzidos antes do MSD 5977B tem um painel de controle local (LCP). O LCP mostra o status do MSD ou inicia uma tarefa no MSD sem usar o software de aquisição de dados.

Apenas certos recursos estão disponíveis no LCP. O software de aquisição de dados é o controlador completo para a maioria das operações de controle de instrumentos.

Modos de operação

O LCP tem dois modos de operação: Status e Menu.

O modo *Status* não requer interação e simplesmente exibe o status atual do instrumento MSD ou de suas várias conexões de comunicação. Se você selecionar **[Menu]**, então **[Não/Cancelar]**, você será devolvido ao modo de Status.

O modo *Menu* lhe permite consultar vários aspectos do GC/MSD e iniciar algumas ações como a execução de um método ou sequência ou a preparação para quebrar vácuo/vent o sistema.

Para acessar uma opção de menu especial:

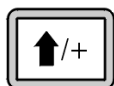


Pressione **[Menu]** até que o menu desejado seja exibido.

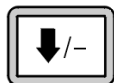


Pressione **[Item]** até que o item de menu desejado seja exibido.

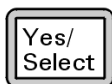
Use uma ou mais das seguintes teclas, conforme apropriado, para responder aos alertas ou selecione opções:



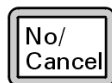
Utilize **[Up]** para aumentar o valor exibido ou para rolar para cima (como em uma lista de mensagens).



Use **[Down]** para diminuir o valor exibido ou para se deslocar para baixo (como em uma lista de mensagens).



Utilize [**Sim/Selecionar**] para aceitar o valor atual.



Use [**Não/Cancelar**] para voltar ao modo de Status.

Depois de fazer a sua seleção, ou se percorrer todos os menus disponíveis, o visor volta automaticamente ao modo de Status.

Pressionar [**Menu**] e [**Não/Cancelar**], sempre exibirá o modo de Status.

Pressionar [**Não/Cancelar**] duas vezes sempre retornará ao modo de Status.

Mensagens de status LCP

As seguintes mensagens podem ser exibidas no LCP para o informar sobre o status do sistema MSD. Se o LCP está em modo Menu, percorra os menus para voltar ao modo de status. Nenhuma mensagem será exibida se o software de aquisição de dados não estiver controlando controle do MSD.

Carregando ChemStation <timestamp>

O software sistema de dados de cromatografia Agilent OpenLAB está iniciando.

Executando tune<type>

Um procedimento de ajuste está em andamento (tipo = QuickTune ou Autotune).

Instrumento disponível <timestamp>

O software de sistema de dados de cromatografia Agilent OpenLAB não está em execução.

Carregando método <method name>

Parâmetros do método estão sendo enviados para o MSD.

Carregando o firmware do MSD

O firmware do MSD está sendo inicializado.

As seguintes mensagens aparecem alternadamente no LCP, se o MSD *NÃO* completar sua sequência de inicialização corretamente:

Servidor não encontrado
Verificar a conexão de LAN

Buscando servidor
Consulta Bootp xxx

Essas mensagens indicam que o MSD não recebeu o endereço IP exclusivo do Windows Service. Se as mensagens persistirem depois de ter entrado em sua conta no programa sistema de dados de cromatografia Agilent OpenLAB, consulte a seção de resolução de problemas do manual de instalação do software.

Carregando OS

O sistema operacional do controlador do instrumento está sendo inicializado.

<method> Completo <timestamp>

A execução e o tratamento dos dados são feitas. A mesma mensagem é exibida mesmo que a operação tenha terminado prematuramente.

Método carregado <method name>

Parâmetros do método foram enviados para o MSD.

MS bloqueado pelo <computer name>

Os parâmetros de MS só podem ser alterados no software sistema de dados de cromatografia Agilent OpenLAB.

Pressionar placa lateral

Um lembrete durante a inicialização para pressionar a placa lateral MSD para garantir uma vedação de vácuo adequada.

Executar: <method> Adquirindo <datafile>

A execução está em andamento; os dados estão sendo adquiridos para o arquivo de dados designado.

Visualizar o status do sistema durante a inicialização

- 1 As seguintes mensagens são exibidas na tela durante a inicialização do LCP:
 - **Pressionar placa lateral**
 - **Carregando OS**
 - **Pressionar placa lateral**
 - **Carregando o firmware do MSD**
- 2 Continue a pressionar a placa lateral do MSD até que a mensagem **MSD pronto** apareça. Isso ajuda o instrumento a gerar vácuo/pump down mais rapidamente.

Menus LCP

Para acessar a uma determinada opção de menu, pressione [**Menu**] até que o menu desejado seja exibido; pressione [**Item**] até que o item de menu desejado seja exibido. [Tabela 7](#) a [Tabela 12](#) listam os menus e seleções.

NOTA

Muitos itens de menu, especialmente nos menus ChemStation, Parâmetros MS e Manutenção, não tem efeito quando o instrumento está adquirindo dados.

Tabela 7 Menu ChemStation

Ação	Descrição
Método de execução	Exibe o nome do método atual e inicia uma análise.
Sequência de execução	Exibe a sequência atual e inicia uma sequência.
Executar tune atual	Exibe o arquivo de tune atual e inicia um autotune.
Número de mensagens	Exibe o número de mensagens e o texto da mensagem mais recente. Utilize as teclas de seta para ver as mensagens anteriores (até 20).
Liberar ChemStation	Desassocia o sistema de dados de cromatografia OpenLAB do MSD.
Status da conexão	Exibe o status da conexão LAN para o MSD. Remoto = conectado à sessão online do sistema de dados de cromatografia OpenLAB Local = não conectado à sessão online do OpenLAB CDS
Nome do instrumento	Exibe o nome do instrumento se estiver conectado à sessão online do sistema de dados de cromatografia OpenLAB. O nome do instrumento é o nome atribuído ao MSD pelo sistema de dados de cromatografia OpenLAB.

Tabela 8 Menu Manutenção

Ação	Descrição
Preparar para quebrar vácuo/vent	Lembre-se de que você deve desligar o GC e preparar o instrumento para quebrar vácuo/vent quando [Sim/Selecionar] estiver pressionado.
Pumpdown	Inicia uma sequência para iniciar o vácuo (Pumpdown).

Tabela 9 Menu Parâmetros de MS

Ação	Descrição
Pressão a alto vácuo	Apenas com um medidor de vácuo Micro-Ion instalado.
Velocidade da bomba turbo	Exibe a velocidade da bomba turbo.
Pressão foreline.	Exibe a pressão foreline.
Status de falha do MSD	Informa um código de status de falha resumido (número) em formato "dec" (decimal) e "hex" (hexadecimal), considerando todas as combinações de falha possíveis.
Temperatura da fonte de íons, °C	Exibe e define a temperatura da fonte de íons.
Temperatura do filtro de massa, °C	Exibe e define a temperatura do filtro de massa.
Reagente do CI	Exibe o reagente gasoso de CI e a taxa de fluxo (se instalado).

NOTA

Os parâmetros de MS não podem ser definidos a partir do LCP quando uma sessão online do sistema de dados de cromatografia OpenLAB estiver conectada ao MSD.

Tabela 10 Menu Rede

Ação	Descrição
MSD IP via teclado	Exibe o endereço IP para o MSD.
Endereço IP do gateway	Exibe o endereço IP do gateway para o MSD.
Máscara de sub-rede	Exibe a máscara de sub-rede para o MSD.
IP do ChemStation	Exibe o endereço IP para o sistema de dados de cromatografia OpenLAB PC.

Tabela 10 Menu Rede (continuação)

Ação	Descrição
Endereço IP do GC	Exibe o endereço IP para o GC.
Fazer ping no gateway	Verifica a comunicação com o gateway.
Fazer ping no ChemStation	Exibe o endereço IP para o sistema de dados de cromatografia OpenLAB PC.
Fazer ping no GC	Verifica a comunicação com o GC.
MAC do controlador MS	Exibe o endereço MAC do SmartCard no MSD.

Tabela 11 Menu Versão

Ação	Descrição
Controle de firmware	Exibe a versão do firmware do MSD.
Sistema operacional	Exibe a versão do sistema operacional do sistema de dados de cromatografia OpenLAB.
Painel frontal	Exibe a versão do LCP.
Amplificador de log	Exibe informações da versão.
Placa lateral	Exibe o tipo da placa lateral.
Placa principal	Exibe o tipo da placa principal.
Número de série	É atribuído ao MSD pelo sistema de dados de cromatografia OpenLAB.

Tabela 12 Menu Controlador

Ação	Descrição
Reinicializar o controlador	Inicia o cartão de controle do LAN/MS.
Testar LCP?	Inicializa um teste de diagnóstico do display de duas linhas.
Testar o link HTTP para o ChemStation do GC/MSD?	Verifica o status do servidor HTTP.

Leitura do mini visor do módulo eletrônico

Esta seção se aplica somente ao MSD 5977B. Modelos MSD anteriores 5975/5977 não têm esse recurso.

O mini visor do módulo eletrônico, acessível quando a cobertura da porta do analisador está aberta, permite ao operador visualizar a configuração LAN do instrumento incluindo o seu endereço IP, a máscara de sub-rede, o gateway padrão e endereço MAC. Esta configuração LAN pode ser alterada usando o painel de controle do GC ou a página de interface de usuário (WUI) a partir de um navegador web.

LED de status dos instrumentos no painel frontal

Esta seção se aplica somente ao MSD 5977B. Modelos MSD anteriores 5975/5977 não têm esse recurso.

Através do LED de status dos instrumentos no painel frontal, o operador pode visualizar o status atual do instrumento usando códigos de cores e o controle de tempo liga/desliga do LED.

Tabela 13 Códigos do LED de status de instrumentos no painel frontal

Status do instrumento	Código do LED
Pronto	Verde sólido
Adquirindo dados	Verde intermitente (<2 segundos)
Não pronto	Amarelo sólido
Não ligado ao DS	Amarelo intermitente (<2 segundos)
Pronto e não conectado ao DS	Azul sólido
Iniciar (antes da carga de FW)	Vermelho intermitente (<2 segundos)
Falha	Vermelho sólido

A interface de GC/MSD

A interface GC/MSD ([Figura 24](#) na página 99) é um condutor aquecido dentro do MSD para a coluna capilar. Ela está parafusada no lado direito da câmara do analisador, com uma vedação O-ring. Possui uma cobertura de proteção que não deve ser removida.

Uma extremidade da interface GC/MSD passa pela lateral do cromatógrafo a gás e se estende no forno do GC. Esta extremidade é rosqueada para permitir a conexão da coluna com uma porca e uma anilha. A outra extremidade da interface se encaixa na fonte de íons. Os últimos 1 a 2 milímetros da coluna capilar se estendem além da extremidade do tubo guia, e entra na câmara de ionização.

A interface GC/MSD é aquecida por um aquecedor de cartucho elétrico. Normalmente, o aquecedor é alimentado e controlado pela zona aquecida Aux Térmica nº 2 do GC. A temperatura da interface pode ser configurada a partir do OpenLAB ou a partir do cromatógrafo gasoso. Um sensor (termopar) na interface monitora a temperatura.

A interface de GC/MSD deve ser operada no intervalo de 250 °C a 350 °C. Além desta restrição, a temperatura da interface deve ficar ligeiramente maior do que a temperatura máxima do forno do GC, mas **nunca** ultrapassando a temperatura máxima da coluna.

A fonte extratora de íons precisa de um selo da ponta (G3870-20542). As fontes EI padrão construídas em aço inoxidável ou de matéria inerte não precisam de um selo da ponta.

Veja também

“Instalar uma coluna capilar na interface do GC/MS usando a porca da coluna de auto-aperto (Self-Tightening)” na página 39.

AVISO

A interface GC/MSD opera em altas temperaturas. Se for tocada quando estiver quente, ela causará queimaduras.

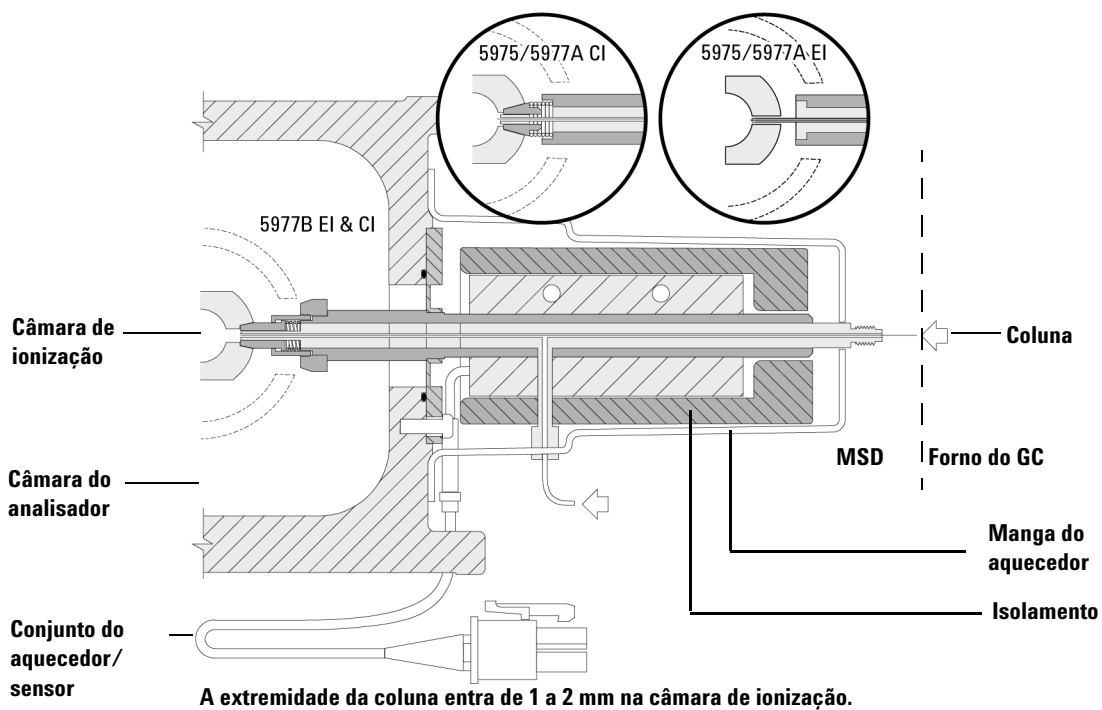


Figura 24 A interface de GC/MSD

Antes de ligar o MSD

Verifique o seguinte **antes de** ligar ou tentar operar o MSD.

- A válvula de quebrar vácuo/vent deve estar fechada (o botão virado totalmente no sentido horário).
- Todas as outras vedações de vácuo e conexões, devem estar instaladas e fixadas corretamente. O parafuso da placa da frente não deve ser apertado, a menos que gases de arraste ou reagentes gasosos perigosos estejam em uso.
- O MSD está conectado a uma fonte de alimentação aterrada.
- A interface de GC/MSD se estende para dentro do forno GC.
- Uma coluna capilar condicionada está instalada na entrada do GC e na interface do GC/MSD.
- O GC está ligado, mas as zonas aquecidas para a interface GC/MSD, a entrada de GC e o forno estão desligados.
- O gás de transporte de pelo menos 99,9995% de pureza está conectado por tubos ao GC com os coletores recomendados.
- Se o hidrogênio for usado como gás de transporte, o fluxo de gás de transporte deve estar desligado e o parafuso da placa lateral do painel frontal deve estar frouxamente fixado.
- A exaustão da bomba foreline está devidamente em "vent".

AVISO

A exaustão da bomba foreline contém solventes e produtos químicos que você está analisando. Se utilizar a bomba foreline padrão, ela também contém vestígios de óleo da bomba. Se você estiver usando solventes tóxicos ou analisando substâncias químicas tóxicas, remova o coletor de óleo/névoa (bomba padrão) e instale uma mangueira (11 mm id) para levar a exaustão da bomba foreline para o exterior ou para uma coifa (exaustão). Certifique-se de estar em conformidade com as regulamentações locais. O coletor de óleo fornecido com a bomba padrão retém apenas o óleo da bomba. Ela não retém ou filtra produtos químicos tóxicos.

AVISO

Se estiver usando hidrogênio como gás de arraste, não inicie o fluxo de gás de arraste até que o MSD esteja em vácuo (pumpdown). Se as bombas de vácuo estiverem desligadas, o hidrogênio se acumulará no MSD, o que pode causar uma explosão. Leia **"Segurança com hidrogênio"** na página 18 antes de operar o MSD com hidrogênio como gás de transporte.

Bombeamento

O sistema de dados ajuda a gerar vácuo/pump down o MSD. O processo é em grande parte automatizado. Depois de fechar a válvula de ventilação e ligar a chave de alimentação principal (enquanto pressiona a placa lateral), o MSD quebra vácuo/vent por si só. O software do sistema de dados monitora e exibe o status do sistema durante a purga. Quando a pressão estiver baixa o suficiente, o programa ativa os aquecedores da fonte de íons e do filtro de massa e solicita que ligue o aquecedor da interface do GC/MSD. O MSD se desligará se não puder purgar corretamente.

Do painel de status do instrumento, o sistema de dados de cromatografia OpenLAB pode exibir:

- A velocidade do motor para MSDs com turbo bomba (percentual de velocidade de centrifugação)
- Pressão foreline para MSDs com bomba difusora
- Pressão da câmara do analisador (vácuo) para MSDs equipados com controlador do medidor de micro-íon opcional (G3397A para o 5975 e G3397B para o 5977).

Controle de temperaturas

As temperaturas do MSD são controladas através do sistema de dados. O MSD possui aquecedores independentes e sensores de temperatura para a fonte de íons e o filtro de massas quadrupolo. Você pode ajustar os pontos de ajuste e visualizar estas temperaturas a partir do sistema de dados ou a partir do painel de controle local.

Normalmente, o aquecedor de interface GC/MSD é alimentado e controlado pela zona aquecida Aux Térmica nº 2 do GC. A temperatura da interface do GC/MSD pode ser definida e monitorada a partir do sistema de dados ou do painel de controle do GC 7890B.

Controle de fluxo de coluna

O fluxo de gás de transporte é controlado pela pressão de entrada no GC. Para uma determinada pressão de entrada, o fluxo de coluna diminuirá à medida que a temperatura do forno do GC aumentar. Com o controle eletrônico pneumático (EPC) e o modo de coluna definido como **fluxo constante**, o mesmo fluxo da coluna é mantido independentemente da temperatura.

O MSD pode ser usado para medir o fluxo da coluna real. Você injeta uma **pequena** quantidade de ar ou outro produto químico não retido e cronometra o tempo que ele leva para chegar ao MSD. Com esta medição de tempo, você pode calcular o fluxo de coluna. Consulte [“Calibrar a velocidade linear do fluxo da coluna”](#) na página 49.

Quebrar o vácuo/Vent o MSD

Um programa no sistema de dados o orienta através do processo de ventilação. Ele desliga os aquecedores do GC e do MSD e o aquecedor da bomba difusora ou a turbo bomba no tempo correto. Ele também permite que você monitore as temperaturas no MSD e indica quando quebrar vácuo/vent o MSD.

O MSD **será** danificado por uma ventilação incorreta. Uma bomba difusora inverterá o fluxo do fluido vaporizado da bomba para o analisador se o MSD estiver em "vent" antes que a bomba difusora esteja completamente fria. Uma turbo bomba será danificada se estiver em "vent" enquanto girar a mais de 50% da sua velocidade operacional normal.

AVISO

Certifique-se de que as zonas da interface do GC/MSD GC e do analisador estejam frias (abaixo de 100 °C) antes de quebrar vácuo/vent o MSD. Uma temperatura de 100 °C é quente o suficiente para queimar a pele; sempre use luvas de tecido quando manusear as peças do analisador.

AVISO

Caso esteja usando hidrogênio como gás de transporte, o fluxo do gás de transporte deve estar desativado antes de desligar a alimentação do MSD. Se a bomba foreline estiver desligada, haverá acúmulo de hidrogênio no MSD, o que pode causar uma explosão. Leia [“Segurança com hidrogênio”](#) na página 18 antes de operar o MSD com hidrogênio como gás de transporte.

CUIDADO

Nunca quebre vácuo/vent o MSD, permitindo que o ar entre em qualquer das extremidades da mangueira foreline. Use a válvula de quebrar vácuo/vent ou remova a porca da coluna e a coluna.

Não quebre vácuo/vent enquanto a turbo bomba ainda estiver girando a mais de 50%.

Não exceda o fluxo de gás total máximo recomendado. Consulte “Versão MSD Série 5977B” na página 10.

Definir temperaturas do analisador MS

Os pontos de ajuste para a fonte de íons do MSD e das temperaturas do filtro de massa (temperatura quad) estão armazenados no arquivo de tune (*.u) atual. Quando um método é carregado, os setpoints no arquivo de tune associado com tal método são baixados automaticamente.

- 1 Habilite o controle de tune e clique em **Tune manual > Parâmetros**.
- 2 Digite o temporário Fonte (°C) e Temp. do Quad. (°C) (filtro de massa).

A interface GC/MSD, a fonte de íons e as zonas aquecidas do quadrupolo interagem. Os aquecedores do analisador talvez não consigam controlar precisamente as temperaturas se o setpoint para uma zona for muito diferente daquele de uma zona adjacente.

CUIDADO

Não ultrapasse 200°C para o quadrupolo ou 350°C para a fonte.

- 3 Clique em **Download de arquivo de tune** para baixar estes valores nominais de temperatura para o MS e alterar as temperaturas de controle atuais para estes valores.
- 4 Clique em **Salvar os parâmetros de tune** para fazer esses ajustes de temperatura parte deste arquivo de tune ou clique em **Salvar arquivo de tune como** para criar um novo arquivo de tune com esses valores.
- 5 Execute um autotune se quiser essas novas temperaturas em um arquivo de autotune.

4 Operação no modo de EI

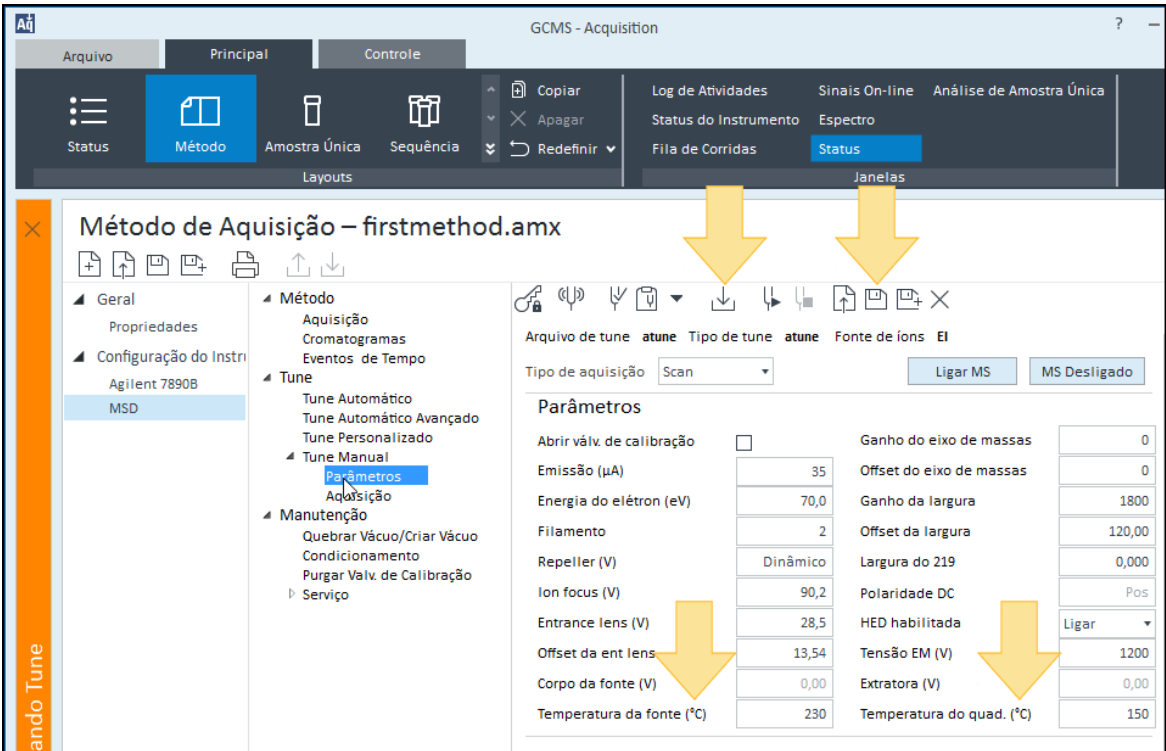


Figura 25 Selecionar as temperaturas quad e da fonte

6 Liberar o controle do tune.

Habilitar a interface e o forno de GC/MS

Procedimento

- 1 Clique em **Método > Configurar instrumento > GC > Aquecedores Aux.**
- 2 Selecione **On** para **Thermal Aux 2**.
- 3 Clique em **Forno** e selecione **On**.
- 4 Clique em **Método de download** para habilitar essas zonas de temperatura no GC.
- 5 Salve o método.

Visualizar temperaturas e vácuo do MSD

O monitoramento de pressão precisa de um medidor de vácuo de micro-íon (G3397A para o 5975 e G3397B para a série 5977).

AVISO

Caso você esteja utilizando hidrogênio como gás de transporte, não ligue o medidor de vácuo micro-íon se houver possibilidade de que o hidrogênio tenha se acumulado na câmara do analisador. Leia “Segurança com hidrogênio” na página 18 antes de operar o MSD com hidrogênio como gás de transporte.

Selecione **Status do instrumento** na área de janelas e clique **MSD** para exibir os valores reais do MSD, incluindo a origem e as temperaturas do quad. e a pressão de vácuo da câmara do quad.

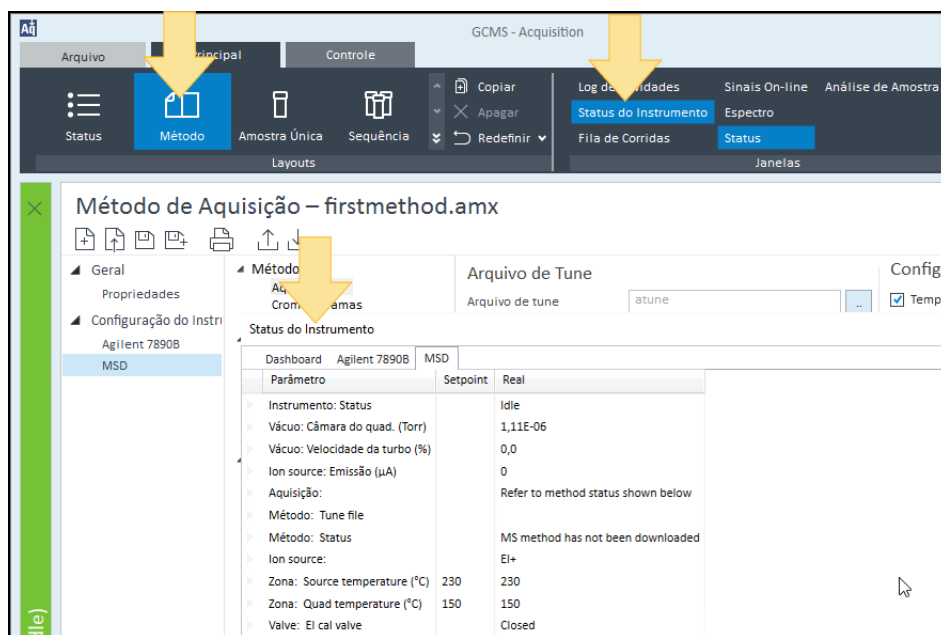


Figura 26 A tela de status do instrumento MSD

A maior influência sobre a pressão operacional no modo EI é o fluxo do gás de transporte (coluna). A [Tabela 14](#) lista pressões típicas para os vários fluxos de gás de transporte de hélio. Estas pressões são números aproximados e podem variar de instrumento para instrumento em até 30%.

Tabela 14 Leitura do medidor de vácuo de íons

Fluxo de coluna, ml/min	Leitura do medidor opcional, Torr <i>Desempenho turbo</i>	Leitura do medidor, Torr <i>Bomba difusora</i>	Leitura foreline, mTorr <i>Bomba difusora</i>
0,5	3.18E-06	2.18E-05	34,7
0,7	4.42E-06	2.59E-05	39,4
1	6.26E-06	3.66E-05	52,86
1,2	7.33E-06	4.46E-05	60,866
2	1.24E-05	7.33E-05	91,784
3	1.86E-05	1.13E-04	125,76
4	2.48E-05		
6	3.75E-05		

Se a pressão estiver consistentemente maior do que aquelas listadas, consulte a ajuda online no software Data Acquisition para obter informações sobre solução de problemas de vazamentos de ar e outros problemas de vácuo.

O vácuo também pode ser lido no painel de controle 7890B GC ou na exibição Tune manual > Parâmetros no OpenLAB.

Executar um autotune

Uma execução de autotune completa leva cerca de 15 a 20 minutos. Quando a opção **Tune rápido** não for selecionada, o autotune requer menos de cinco minutos. Alternativamente, você pode executar um autotune a partir do painel.

Procedimento

- 1 Habilite o controle de tune e selecione **Tune > Autotune**. O arquivo de tune usado por ajustar o método atual é carregado.
- 2 Para usar um arquivo de tune diferente, clique em **Abrir arquivo de tune** e selecione-o.
- 3 Marque **Tune rápido**, se as abundâncias relativas das três massas são a valores aceitáveis, a menos que seja necessário um autotune completo.
- 4 Opcionalmente, para enviar o relatório Autotune para a impressora, na área **Relatórios**, selecione **Imprimir relatório**.
- 5 Clique em **Iniciar Autotune**. O procedimento de autotune é executado.

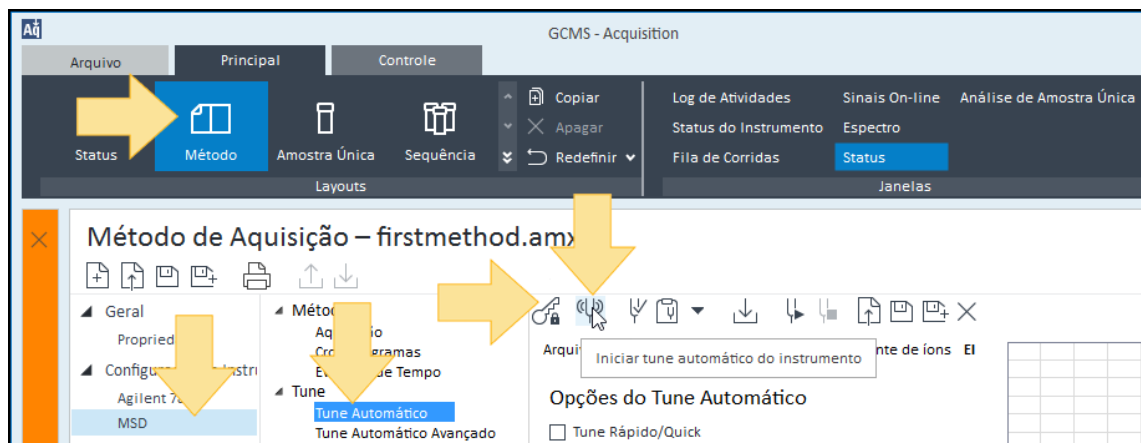


Figura 27 Executar um autotune

- 6 Liberar o controle do tune.
- 7 Conforme o necessário, gere um relatório Avaliar o Tune.

Abrir as coberturas/tampas do MSD

Se precisar abrir uma das coberturas do MSD, siga estes procedimentos.

Remover a cobertura da janela do analisador



Pressione sobre a área arredondada na parte superior da janela, incline a janela ligeiramente para a frente e levante do MSD.

CUIDADO

Não utilize força excessiva ou as presilhas de plástico que prendem a cobertura à unidade central de processamento se quebrarão.

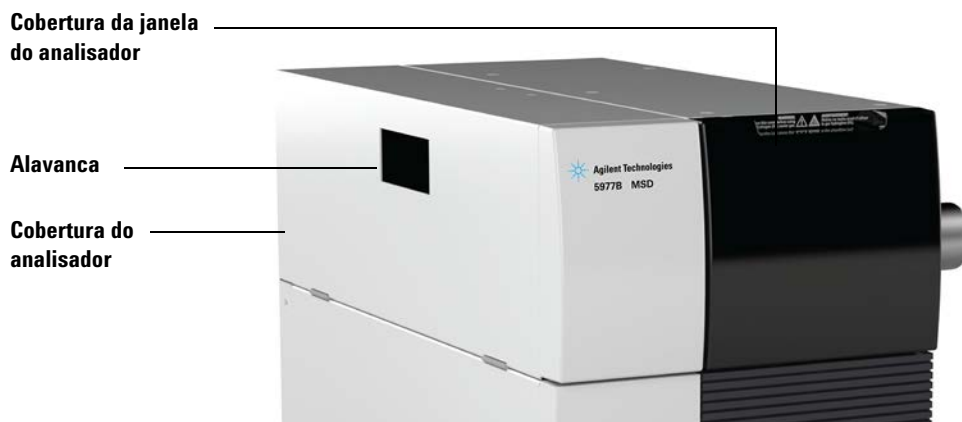


Figura 28 Tampas do analisador

Abrir a cobertura do analisador



Puxe a alavanca ao lado do MSD para a esquerda e para baixo para soltar a trava magnética e abra a cobertura. A cobertura é mantida no lugar por suas dobradiças.

AVISO

Não remova nenhuma outra cobertura. Existem tensões perigosas no âmbito de outras coberturas.

Quebrar Vácuo/Vent o MSD



Procedimento

- 1 Selecione **Método > MSD > Manutenção > Quebrar Vácuo/Criar Vácuo** e clique em **Quebrar Vácuo/Vent** para iniciar o processo. Siga as instruções apresentadas.

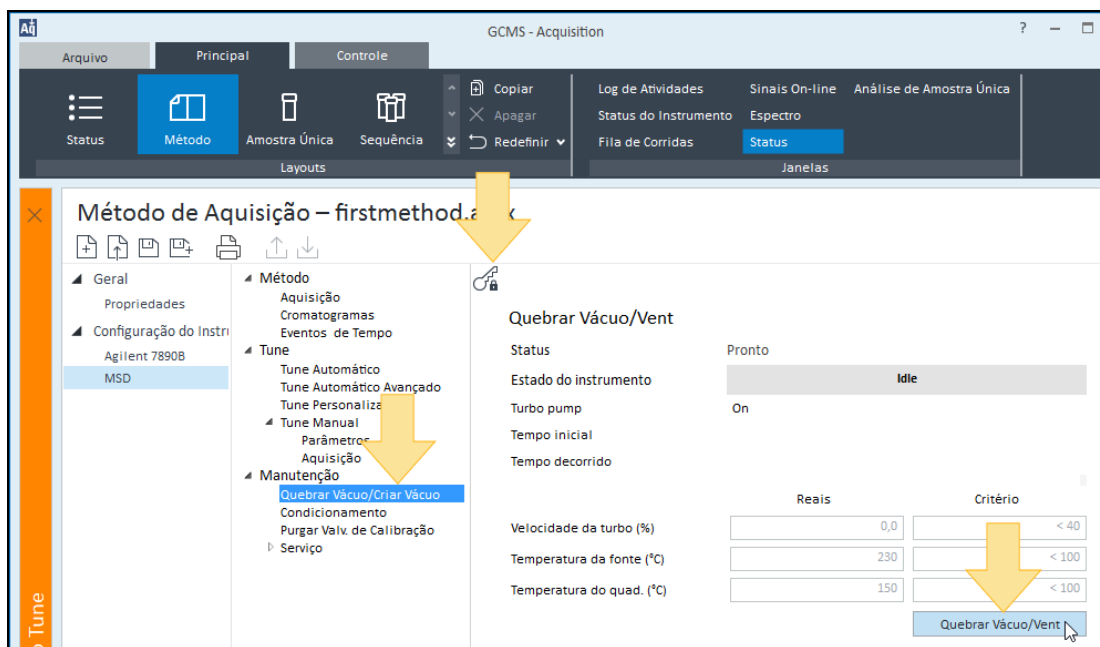


Figura 29 Quebrar Vácuo/Vent o MSD

- 2 Quando solicitado, gire o botão da válvula de quebrar vácuo/vent no sentido anti-horário apenas 3/4 de volta ou até ouvir o som sibilante de ar fluindo para dentro da câmara do analisador.

Botão da válvula de
quebrar vácuo/vent



Figura 30 Botão da válvula de quebrar vácuo/vent

AVISO

Caso esteja usando hidrogênio como gás de transporte, o fluxo do gás de transporte deve estar desativado antes de desligar a alimentação do MSD. Se a bomba foreline estiver desligada, haverá acúmulo de hidrogênio no MSD, o que pode causar uma explosão. Leia “Segurança com hidrogênio” na página 18 antes de operar o MSD com hidrogênio como gás de transporte.

CUIDADO

Certifique-se de que o forno GC e a interface MSD/GC estão frias antes de desligar o fluxo de gás de transporte para evitar danos à coluna.

Gerar vácuo/Pump down o MS

Também é possível usar o painel de controle do 7890B GC para executar essa tarefa. Consulte “[Operação do MSD com base no painel de controle do GC](#)” na página 83.

AVISO

Certifique-se de que seu MSD cumpra com todas as condições listadas na introdução deste capítulo ([página 98](#)) antes de inicializá-lo e bombeá-lo. Você pode sofrer danos caso isso não seja feito.

AVISO

Se estiver usando hidrogênio como gás de arraste, não inicie o fluxo de gás de arraste até que o MSD esteja em vácuo (pumpdown). Se as bombas de vácuo estiverem desligadas, o hidrogênio se acumulará no MSD, o que pode causar uma explosão. Leia “[Segurança com hidrogênio](#)” na página 18 antes de operar o MSD com hidrogênio como gás de transporte.

Procedimento

- 1 Remova a cobertura da janela do analisador (consulte “[Abrir as coberturas/tampas do MSD](#)” na página 109)
- 2 Feche a válvula de ventilação do MS girando-a no sentido horário. .



Botão da válvula de
quebrar vácuo/vent



Figura 31 Botão da válvula de quebrar vácuo/vent

- 3 Conecte o cabo de alimentação do MS em uma tomada elétrica aterrada.
- 4 Ligue o interruptor de alimentação do MS.
- 5 Pressione levemente a caixa de metal da placa do controlador quadrupolo do analisador para garantir uma vedação correta.
- 6 Inicialize o programa OpenLAB Data Acquisition. Se o MS tiver sido configurado para vários tipos de fontes de íons, você será perguntado sobre o tipo de fonte de íons que está atualmente instalado. Se solicitado, clique no tipo de fonte instalada.
- 7 Se a fonte de íons selecionada no passo anterior não corresponder à fonte usada no arquivo de tune do método atual, você será solicitado a inserir um método com o tipo de fonte de íons correto. Carregue o método correto para o seu tipo de fonte.
- 8 Habilite o controle de tune e clique em **Manutenção**.
- 9 Clique em **Gerar Vácuo/Pump Down** para iniciar este procedimento.

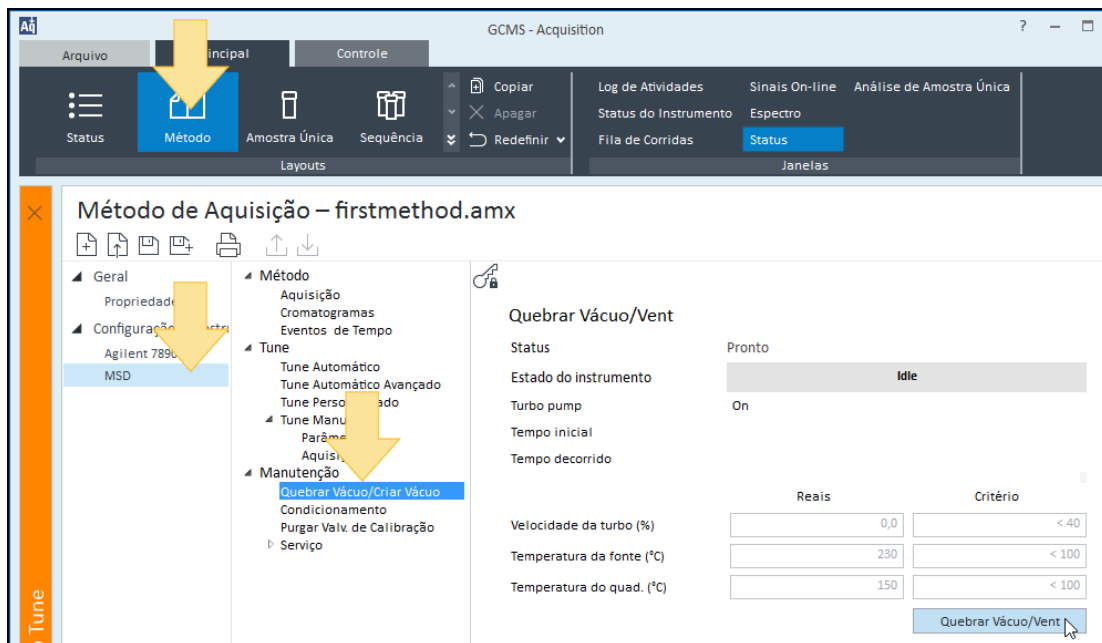


Figura 32 Gerar vácuo/Pump down o MSD

CUIDADO

Não ligue nenhuma zona aquecida do GC até que o fluxo de gás de transporte esteja ligado. Uma coluna aquecida sem fluxo de Gás de transporte sofrerá danos.

- 10 Você será solicitado a ligar o aquecedor da linha de transferência e o forno GC. Clique em **OK** quando isto for feito.
- 11 O software ligará os aquecedores da fonte de íons e do filtro de massa (quadrupolo). Os pontos de ajuste de temperatura ficam armazenados no arquivo de autotune atual. O status do processo de gerar vácuo/pump down e "os parâmetros reais MSD" em comparação com "critérios necessários para o processo pump down/criação de vácuo concluído" é mostrado.
- 12 Espere até o MS alcançar o equilíbrio térmico.

Depois que a mensagem **Ok para executar** for exibida, espere duas horas para o MS alcançar o equilíbrio térmico. Os dados adquiridos antes de o MS ter atingindo o equilíbrio térmico podem não ser reproduzíveis.

- 13 Quando o processo de gerar vácuo/pump down for concluído, clique em **OK** para limpar a janela de status do processo de gerar vácuo/pump down.
- 14 Ligue o MS.

Movimentar ou armazenar o MSD

Materiais necessários

- Anilha, lisa (5181-3308)
- Porca de coluna de interface (05988-20066)
- Chave de boca, fixa, 1/4 pol. × 5/16 pol. (8710-0510)

Procedimento

- 1 Quebre o vácuo/Vent o MSD (Consulte [“Quebrar Vácuo/Vent o MSD”](#) na página 110).
- 2 Remova a coluna e instale uma anilha lisa e interface de porca.
- 3 Aperte a válvula de quebrar vácuo/vent.
- 4 Mova o MSD para longe do GC (veja o manual de resolução de problemas e manutenção série 5977B MSD).
- 5 Desconecte o cabo do aquecedor de interface de GC/MSD e o cabo LVDS do GC, se usado.
- 6 Abra a cobertura do analisador (Consulte [“Abrir as coberturas/tampas do MSD”](#) na página 109).
- 7 Aperte manualmente os parafusos da placa lateral.

Parafuso dianteiro

Parafuso traseiro

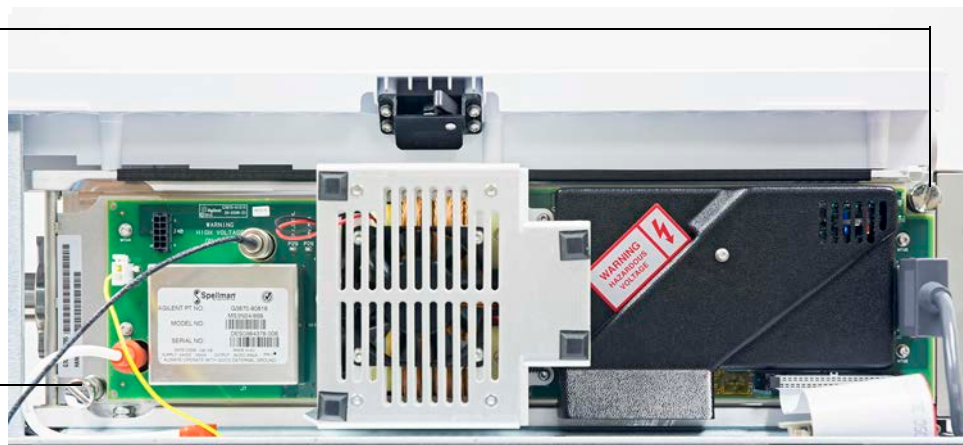


Figura 33 Locais do parafuso da placa lateral

CUIDADO

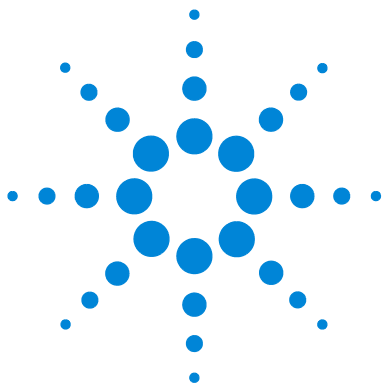
Não aperte demais os parafusos da placa lateral. Um aperto excessivo retirará os fios na câmara do analisador. Ele também deformará a placa lateral e causará vazamentos.

- 8 Conecte o cabo de alimentação do MSD.
- 9 Ligue o MSD para estabelecer um vácuo forte. Verifique se a velocidade da turbo bomba é maior do que 50%, ou se a pressão foreline é de ~ 1 Torr.
- 10 Desligue o MSD.
- 11 Feche a cobertura do analisador.
- 12 Desconecte os cabos de LAN, remotos e de energia.

O MSD agora pode ser armazenado ou transportado. A bomba foreline não pode ser desconectada; ela deve ser movido com o MSD. Verifique se o MSD permanece na posição vertical e nunca é inclinado para um lado ou invertido.

CUIDADO

O MSD deve permanecer na posição vertical em todos os momentos. Se você precisar enviar o seu MSD para outro local, entre em contato com o representante de serviço da Agilent Technologies para o consultoria sobre embalagem e transporte.



5 Manutenção geral

Antes de iniciar	118
Manutenção do sistema de vácuo	123
Manutenção do analisador	124
Abrir a câmara do analisador	126
Remover a fonte de alta eficiência do EI	128
Conectar/Desconectar a fiação para a fonte de alta eficiência de EI	130
Desmontar a fonte de alta eficiência de EI	131
Limpar a fonte de alta eficiência de EI	134
Montar a fonte de alta eficiência de EI	137
Remover os filamentos da fonte de alta eficiência de EI	142
Instalar os filamentos da fonte de alta eficiência de EI	144
Instalar a fonte de alta eficiência de EI	145
Remover a fonte de XTR, SS ou inerte de EI	146
Conectar/Desconectar a fiação de XTR, SS e inerte de EI	147
Desmontar o SS de EI ou a fonte inerte de EI	148
Desmontar a fonte de XTR de EI	151
Limpar uma fonte de XTR, SS ou inerte de EI	154
Montar uma fonte SS ou fonte inerte de EI	159
Montar a fonte de XTR de EI	162
Substituir um filamento em uma fonte de XTR, SS ou fonte inerte de EI	165
Instalar a fonte de XTR, SS ou fonte inerte de EI	167
Substituir a eletromultiplicadora	168
Fechar a câmara do analisador	170



Antes de iniciar

Você pode executar a maior parte da manutenção exigida pelo seu MSD. Para a sua segurança, leia todas as informações nesta introdução antes de executar quaisquer tarefas de manutenção.

Tabela 15 Cronograma de manutenção

Tarefa	Frequência
Verificar o nível do óleo da bomba foreline/mecânica	Semanalmente
Verificar os vials de calibração	Semestralmente
Trocar o óleo da bomba foreline/mecânica *	Semestralmente
Substituir o fluido da bomba difusora	Anualmente
Substituir o selo de vedação da bomba foreline a seco	Anualmente
Verificar a bomba foreline/mecânica a seco (sem óleo)	Conforme necessário
Ligar o MSD	Conforme necessário
Substituir o filtro de exaustão da bomba foreline/mecânica	Conforme necessário
Limpar a fonte de íons	Conforme necessário
Verificar os filtros do gás de arraste do GC e do MSD	Conforme necessário
Substituir as peças desgastadas	Conforme necessário
Lubrificar os o-rings da placa lateral ou da válvula de quebrar vácuo/vent.†	Conforme necessário
Substituir os suprimentos de gás do GC	Conforme necessário
Verificação de vazamento no sistema	Conforme necessário

* Trimestralmente para MSDs CI utilizando amônia como gás reagente.

† Outras vedações de vácuo além dos o-rings da placa lateral e da válvula de quebrar vácuo/vent não precisam ser lubrificadas. A lubrificação de outras vedações pode interferir em seu correto funcionamento.

Manutenção programada

A execução destas tarefas comuns de manutenção conforme o programado pode reduzir problemas operacionais, além de prolongar a vida do sistema e reduzir os custos gerais de operação. (Consulte [Tabela 15](#) na página 118).

Mantenha um registro do desempenho do sistema (relatórios de tune) e das operações de manutenção realizadas. Isto facilita a identificação de variações na operação normal e a execução de ações corretivas.

Ferramentas, peças de reposição e suprimentos

Alguns dos suprimentos, ferramentas e peças sobressalentes necessários estão incluídos nos kits de remessa do GC e do MSD ou no kit de ferramentas do MSD. Você deve obter os outros elementos necessários. Cada procedimento de manutenção inclui uma lista de materiais exigidos para tal.

Precauções de alta tensão

Sempre que o MSD estiver plugado na tomada, mesmo se o chave de alimentação estiver desligada, haverá tensão perigosa em potencial (120VCA ou 200/240VCA):

- Na fiação e nos fusíveis entre o ponto de entrada do cabo de alimentação no instrumento e a chave de alimentação

Quando o botão ligar/desligar estiver ligado, haverá tensão perigosa em potencial:

- Nas placas de circuitos eletrônicos
- No transformador toroidal
- Nos fios e cabos entre estas placas
- Nos fios e cabos entre estas placas e os conectores no painel traseiro do MSD
- Em alguns conectores no painel traseiro (por exemplo, no soquete de energia para a bomba foreline/mecânica)

Normalmente, todas estas peças estão isoladas por coberturas/tampas de segurança. Desde que as coberturas/tampas permaneçam no lugar, é pouco provável que haja algum contato acidental com tensões perigosas.

AVISO

Não realize qualquer tipo de manutenção com o MSD ligado ou plugado em sua fonte de energia a menos que você seja assim instruído por um dos procedimentos neste capítulo.

Alguns destes procedimentos requerem o acesso à parte interior do MSD enquanto ele está ligado. Em nenhum destes casos remova alguma das coberturas/tampas de segurança dos componentes eletrônicos. Para reduzir o risco de choque elétrico, siga os procedimentos cuidadosamente.

Temperaturas perigosas

Várias peças no MSD funcionam a ou alcançam temperaturas altas o suficiente para provocar queimaduras graves. Estas peças são as seguintes, embora não se limitem a elas:

- Injetores do GC
- Forno do GC e seus componentes
- Detector do GC
- Caixa de válvulas do GC
- Bomba foreline/mecânica
- Fonte de íons MSD aquecida, interface e quadrupolo

AVISO

Nunca toque nestas peças enquanto o MSD estiver ligado. Depois de desligar o MSD, espere por tempo suficiente até que estas peças esfriem para que você possa manuseá-las.

AVISO

O aquecedor da interface GC/MSD é energizado por uma zona térmica no GC. O aquecedor da interface pode estar ligado, e a uma temperatura perigosamente alta, mesmo se o MSD estiver desligado. A interface GC/MSD é bem isolada. Mesmo depois de desligada, ela esfria bem lentamente.

AVISO

A bomba foreline/mecânica pode causar queimaduras se for tocada enquanto estiver operando. Ela possui uma cobertura/tampa de segurança para evitar que os usuários a toquem.

Os injetores do GC e o forno GC operam em temperaturas bem altas. Tome o mesmo cuidado ao operar próximo destas partes. Consulte a documentação fornecida com seu GC para saber mais informações.

Resíduo químico

Apenas uma pequena porção da amostra é ionizada pela fonte de íons. A maior parte das amostras passa pela fonte de íons sem ser ionizada. As amostras são bombeadas para fora pelo sistema a vácuo. Como resultado, a exaustão da bomba foreline/mecânica terá traços do gás de arraste e das amostras. A exaustão da bomba foreline/mecânica padrão contém também pequenos pingos do óleo da bomba foreline/mecânica.

Um filtro coletor para óleo é fornecido com a bomba foreline/mecânica padrão. Este coletor retém **apenas** as gotas da bomba de óleo. Ele **não** retém outras substâncias químicas. Se você estiver utilizando solventes tóxicos ou se estiver analisando substâncias químicas também tóxicas, não use este coletor de óleo. Para todas as bombas foreline/mecânicas, instale uma mangueira para levar a exaustão da bomba foreline para fora ou para uma coifa com ventilação para o exterior. Para a bomba foreline/mecânica padrão, isto requer a remoção do coletor de óleo. Certifique-se de estar cumprindo as regulamentações locais de qualidade de ar.

AVISO

O coletor de óleo fornecido com a bomba padrão retém apenas o óleo da bomba foreline/mecânica. Ela não retém ou filtra produtos químicos tóxicos. Se você estiver utilizando solventes tóxicos ou se estiver analisando substâncias químicas também tóxicas, remova o coletor de óleo. Não utilize o coletor se você tiver um MSD CI. Instale uma mangueira para levar a exaustão da bomba foreline/mecânica para fora ou para uma coifa ou capela.

Os fluidos na bomba difusora e na bomba foreline/mecânica padrão também coletam traços das amostras analisadas. Todo fluido de bomba utilizado deve ser considerado como perigoso e manuseado conforme tal. Descarte corretamente os fluidos utilizados, conforme especificado pelas regulamentações locais.

AVISO

Ao substituir o fluido da bomba, utilize luvas com resistência a substância químicas e óculos de segurança adequados. Evite qualquer contato com o fluido.

Descarga eletrostática

Todas as placas de circuito impresso no MSD contêm componentes que podem sofrer danos por causa de descargas eletrostáticas (ESD). Não manuseie ou toque nestas placas a menos que seja absolutamente necessário. Além disso, os fios, contatos e cabos podem conduzir ESD para as placas eletrônicas as quais eles estão conectados. Isto vale especialmente para os fios de contato do filtro de massa (quadrupolo), os quais podem carregar ESD para componentes sensíveis da placa lateral. Danos causados por ESD talvez não causem falha imediata, mas gradualmente degradarão o desempenho e a estabilidade do MSD.

Quando você trabalha em ou próximo a placas de circuito impresso ou quando você trabalha em componentes com fios, contatos ou cabos conectados a placas de circuito impresso, use sempre uma pulseira antiestática aterrada e tomar outras precauções antiestáticas. A pulseira deve ser conectada a um aterramento bom e conhecido. Caso não seja possível, ela deve ser conectada a uma peça condutora (metal) do conjunto no qual se está trabalhando, mas **não** a componentes eletrônicos, fios ou traços expostos, ou pinos em conectores.

Tome precauções extras, como um tapete antiestático aterrado, se você deve trabalhar em componentes ou conjuntos que foram removidos do MSD. Isto inclui o analisador.

CUIDADO

Para ser eficiente, a pulseira antiestática deve estar bem ajustada (não apertada). Uma pulseira solta fornece pouca ou nenhuma proteção.

Precauções antiestáticas não são 100% eficazes. Manuseie com placas de circuito eletrônico o mínimo possível e somente pelas bordas. Nunca toque em componentes, trilhas expostas ou pinos em conectores e cabos.

Manutenção do sistema de vácuo

Manutenção periódica

Algumas tarefas de manutenção do sistema de vácuo devem ser executadas periodicamente. (Consulte [Tabela 15](#) na página 118). Elas são:

- Verificar o fluido da bomba foreline/mecânica (semanalmente)
- Substituir o selo da ponta (anualmente)
- Verificar se há vazamentos (todos os meses)
- Verificar os vial(s) de calibração (semestralmente)
- Substituir o óleo da bomba de vácuo mecânica (a cada 6 meses; a cada 3 meses para CI do MSDs utilizando amoníaco como reagente gasoso)
- Apertar os parafusos da caixa da bomba foreline/mecânica (primeira troca de óleo após a instalação)
- Trocar o fluido da bomba difusora (anualmente)
- Substituir as vedações da bomba foreline a seco (uma vez por ano)

Se houver falha na execução dessas tarefas conforme programado, o desempenho do instrumento poderá ser reduzido. Danos ao seu instrumentos também poderão ocorrer.

Outros procedimentos

Tarefas como substituir um medidor de vácuo foreline/pré-vácuo ou medidor de vácuo Micro-Ion devem ser realizadas somente quando for necessário. Consulte o *manual de resolução de problemas e manutenção do MSD da série 5977B* e consulte a ajuda on-line no software MassHunter GC/MS Aquisition da Agilent para ver os sintomas que indicam que este tipo de manutenção é necessária.

Mais informações disponíveis

Se você precisa de mais informações sobre os locais ou funções dos componentes do sistema de vácuo, consulte o *manual de para a solução de problemas e manutenção do MSD da série 5977B da Agilent*.

A maioria dos procedimentos neste capítulo está ilustrada em vídeos no conjunto de DVD de ferramentas e manuais de usuário do aparelho de cromatografia gasosa/espectrometria de massas (GC/MS) da Agilent.

Manutenção do analisador

Programação

Nenhum dos componentes do analisador requer manutenção periódica. Algumas tarefas, no entanto, devem ser realizadas quando o comportamento do MSD indicar que elas são necessárias. Essas tarefas incluem:

- Limpeza da fonte de íons
- Substituir filamentos
- Substituição da eletromultiplicadora

O Manual de resolução de problemas e de manutenção do MSD Série 5977B da Agilent fornece informações sobre tunes que indicam a necessidade de manutenção do analisador. O material de solução de problemas na ajuda on-line do software MassHunter GC/MS Acquisition da Agilent fornece informações mais abrangentes.

Precauções

Limpeza

Mantenha os componentes limpos durante a manutenção do analisador. A manutenção do analisador envolve abrir a câmara do analisador e remover as suas peças. Durante os procedimentos de manutenção do analisador, tome cuidado para não contaminar o analisador ou o interior da câmara do analisador. Use luvas limpas durante todos os procedimentos de manutenção do analisador. Após a limpeza, as peças deverão ser completamente condicionadas antes de serem reinstaladas. Após a limpeza, as peças do analisador devem ser colocadas somente sobre panos limpos e que não soltem fiapos.

CUIDADO

Caso não seja feita corretamente, a manutenção do analisador pode introduzir contaminantes no MSD.

AVISO

O analisador opera a altas temperaturas. Não toque em quaisquer partes até que você tenha certeza de que elas estão frias.

Algumas peças podem ser danificadas por descargas eletrostáticas

Os fios, contatos e cabos conectados aos componentes do analisador podem carregar descargas eletrostáticas (ESD) para as placas eletrônicas às quais estão conectados. Isso se aplica principalmente aos fios de contato do filtro (quadrupolo) de massa que pode conduzir ESD para componentes sensíveis da placa lateral. Os danos do ESD podem não causar falha imediatamente, mas gradualmente reduzirão o desempenho e a estabilidade. (Consulte “[Descarga eletrostática](#)” na página 122 para obter mais informações.)

CUIDADO

Descargas eletrostáticas nos componentes do analisador são conduzidas para a placa lateral, onde elas podem danificar componentes sensíveis. Use uma pulseira antiestática aterrada (Consulte “[Descarga eletrostática](#)” na página 122) e tome outras precauções antiestáticas **antes** de abrir a câmara do analisador.

Algumas peças do analisador não devem ser tocadas

O filtro de massa (quadrupolo) não requer manutenção periódica. Em geral, o filtro de massa nunca deve ser tocado. Caso ocorra contaminação extrema, ele pode ser limpo, mas tal limpeza deverá ser feita somente por um representante de serviços treinado da Agilent Technologies. O isolador de cerâmica do HED jamais deve ser tocado.

CUIDADO

O manuseio ou limpeza incorreto do filtro de massa pode danificá-lo e causar um efeito negativo e grave no desempenho do instrumento. O isolador de cerâmica do HED nunca deve ser tocado.

Mais informações disponíveis

Se você precisa de mais informações sobre os locais ou funções dos componentes do analisador, consulte o *manual de para a solução de problemas e manutenção Agilent MSD Série 5977B*.

Muitos procedimentos neste capítulo são ilustrados com vídeos.

Abrir a câmara do analisador

A câmara de analisador só deve ser aberta para limpeza ou substituição da fonte de íons, substituição da EM do detector, ou substituição de um filamento.

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Pulseira aterrada, antiestática
 - Tamanho pequeno (9300-0969)
 - Tamanho médio (9300-1257)
 - Tamanho grande (9300-0970)

CUIDADO

Descargas eletrostáticas nos componentes do analisador são conduzidas para a placa do controlador quadrupolo, onde elas podem danificar componentes sensíveis. Use uma pulseira antiestática aterrada e tome outras precauções antiestáticas (consulte “[Descarga eletrostática](#)” na página 122), antes de abrir a câmara do analisador.



Procedimento

- 1 Quebrar o vácuo/Vent o MS. (Consulte “[Quebrar Vácuo/Vent o MSD](#)” na página 110).
- 2 Abra o painel do lado esquerdo. (Consulte “[Abrir a câmara do analisador](#)” na página 126).

AVISO

O analisador, a interface GC/MS e os outros componentes na câmara do analisador operam a temperaturas muito altas. Não toque em quaisquer partes até que você tenha certeza de que elas estão frias.

CUIDADO

Sempre use luvas limpas para evitar contaminação ao trabalhar na câmara do analisador.

- 3** Solte os parafusos da placa lateral do analisador, se eles estiverem apertados. (Consulte [Figura 34](#) na página 127).

O parafuso inferior na placa lateral do analisador deve ficar solto durante o uso normal. Ele só é apertado durante o transporte. O parafuso no topo da placa lateral frontal só deve ser fixado se o hidrogênio ou outras substâncias inflamáveis ou tóxicas forem utilizadas para o gás de arraste ou durante a operação CI.

CUIDADO

No próximo passo, se você sentir resistência, *interrompa o procedimento*. Não tente forçar a abertura da placa lateral. Verifique se o MS está em "vent" (sem vácuo). Verifique se ambos os parafusos, frontal e traseiro, da placa lateral estão completamente soltos.

- 4** *Suavemente* deslize a placa lateral para fora.

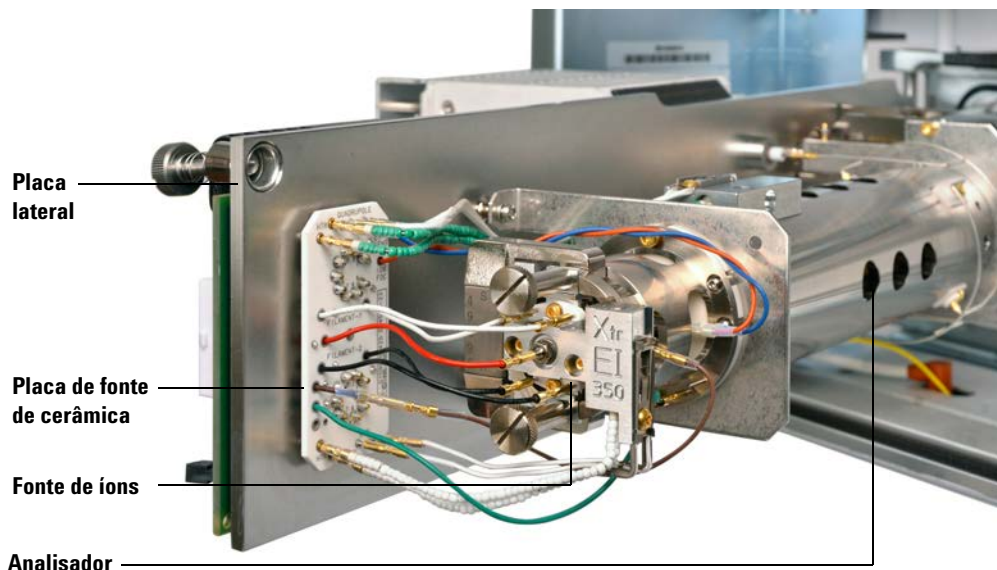


Figura 34 A câmara do analisador para um modelo Inert+ do MSD

Remover a fonte de alta eficiência do EI

Materiais necessários

- Luvas limpas e sem fiapos (Grande 8650-0030) (Pequena 8650-0029)
- Pinça (8710-2460)



Procedimento

- 1 Quebrar o vácuo/Vent o MS. (Consulte [“Quebrar Vácuo/Vent o MSD”](#) na página 110).

AVISO

Os analisadores, a interface GC/MS e os outros componentes na câmara do analisador operam a temperaturas muito altas. Não toque em quaisquer partes até que você tenha certeza de que elas estão frias.

CUIDADO

Sempre use luvas limpas para evitar contaminação ao trabalhar na câmara do analisador.

- 2 Abra a câmara do analisador. (Consulte [“Abrir a câmara do analisador”](#) na página 126).

CUIDADO

Certifique-se de usar uma pulseira antiestática aterrada e tomar outras precauções antiestáticas antes de tocar nos componentes do analisador.

CUIDADO

Ao desconectar cabos, puxe os conectores, não os fios.

- 3 Remova os dois parafusos grandes de aperto manual que mantém a fonte de íons no lugar. (Consulte [Figura 35](#) na página 129).
- 4 Desconecte os fios da fonte de alta eficiência de EI. (Consulte [Figura 35](#) na página 129). Não dobre os fios além do necessário. (Consulte [“Conectar/Desconectar a fiação para a fonte de alta eficiência de EI”](#) na página 130).

- 5 Utilizando o encaixe de origem, puxe a fonte de íons para fora do radiador fonte.

Os contatos fonte tem pinos de mola, portanto, aplique um pouco de força para puxar a fonte para fora.

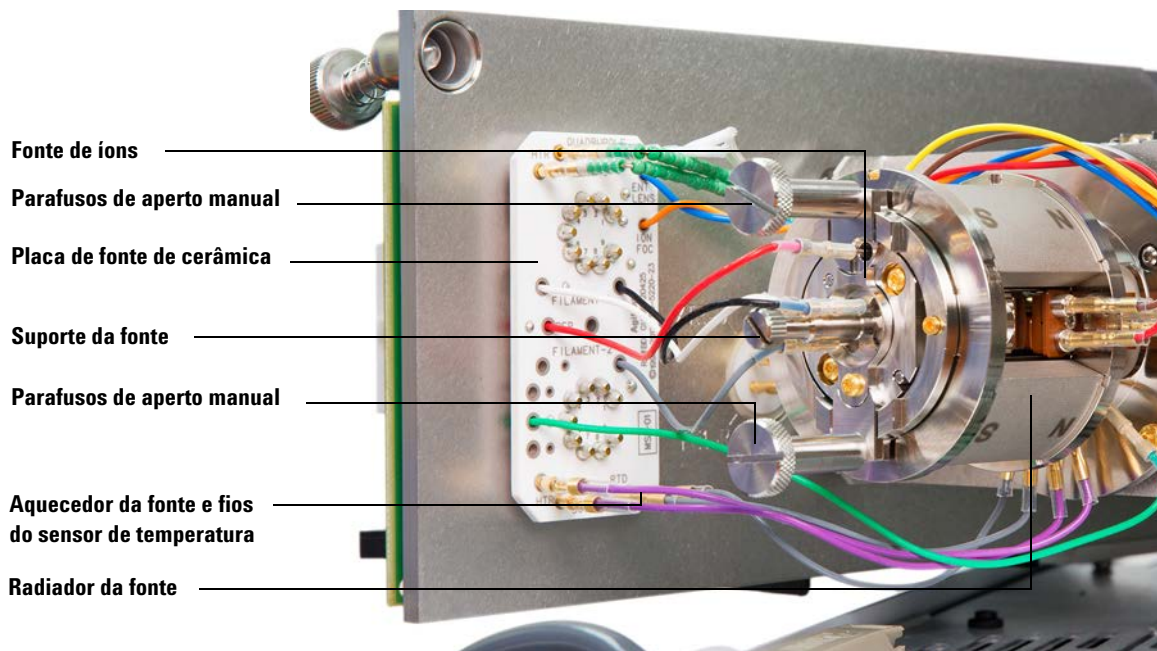


Figura 35 A câmara do analisador para um modelo de fonte de alta eficiência do MSD

Conectar/Desconectar a fiação para a fonte de alta eficiência de EI

Materiais necessários

- Luvas limpas e sem fiapos (Grande 8650-0030) (Pequena 8650-0029)
- Alicates, bico longo (8710-1094)
- Pinça (8710-2460)



Procedimento

- 1 Use pinças ou alicates com ponta agulha para conectar/desconectar os fios da fiação da placa de cerâmica (vermelho, branco, preto e cinza) nos conectores da fonte. (Consulte [Figura 36](#)).

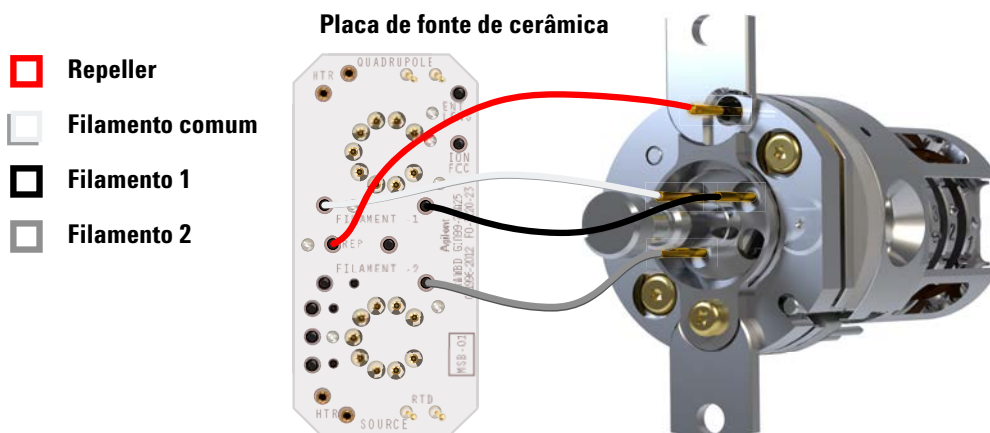


Figura 36 Fiação entre a placa da fonte de cerâmica e a fonte de alta eficiência de EI

Desmontar a fonte de alta eficiência de EI

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Panos, limpos (05980-60051)
- Chave de fenda T6 Torx (8710-2548)
- Pinça (8710-2460)

Procedimento



Consulte a vista explodida das peças na [Figura 37](#) e a lista de peças da fonte de alta eficiência de EI na [Tabela 16](#) na página 133, enquanto estiver usando este procedimento.

- 1 Coloque um pano limpo na superfície de trabalho para segurar as peças da fonte de íons.
- 2 Use uma chave de fenda T6 Torx para remover o parafuso que prende o bloco de filamentos à montagem da fonte e, utilizando o encaixe, retire o bloco de filamento.
- 3 Remova o filamento duplo do bloqueio de filamento erguendo o corpo da fonte do bloqueio de filamento, enquanto seguro o bloqueio de filamento, para que o filamento duplo não caia e fique danificado.
- 4 Remova o suporte do bloco do filamento.
- 5 Use uma chave de fenda T6 Torx para remover os dois parafusos que prendem a fonte para montar o estrutura da fonte.
- 6 Use o aperto de dedo para remover a montagem da fonte do corpo da lente.
- 7 Retire o repeller e o conjunto do sensor de aquecimento do corpo da fonte.
- 8 Separe o repeller do conjunto do aquecedor.
- 9 Use uma chave de fenda T6 Torx para remover o parafuso e anel de segurança para o isolador das lentes que prende as lentes ao corpo da fonte, em seguida, retire as lentes.
- 10 Se necessário, use a gravidade para remover o isolador de cerâmica das lentes do corpo da fonte.

CUIDADO

Tenha cuidado ao remover as lentes do compartimento do isolador das lentes. Colocar força excessiva neste compartimento pode rachar ou quebrá-lo. Se isso acontecer, não tente operar com um isolador de lente com defeito, ele deve ser substituído.

11 Retire as cinco lentes do isolador/suporte de lente.

CUIDADO

Tenha cuidado ao remover o filamento do bloco de filamento. Colocar força excessiva pode rachar ou quebrá-lo. Se isso acontecer, não tente operar com um filamento com defeito, ele deve ser substituído.

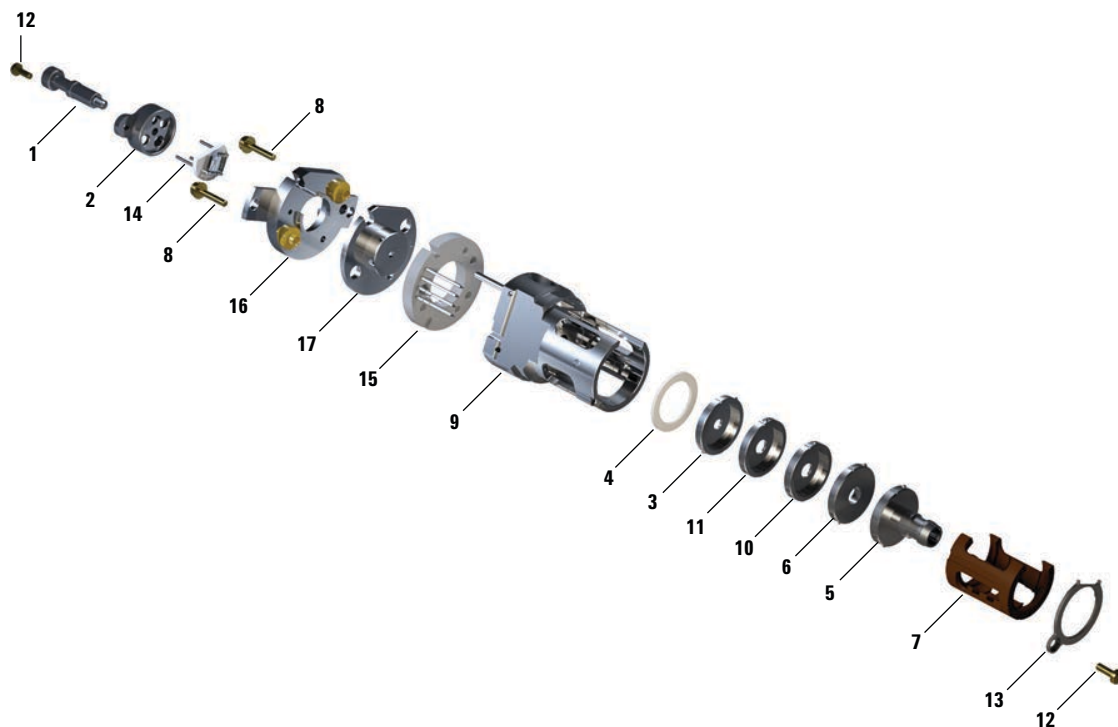


Figura 37 Vista explodida das peças da fonte de alta eficiência de EI

Tabela 16 Lista das peças da fonte de alta eficiência de EI (Figura 37)

Número do item	Descrição do item	Número de peça
1	Suporte da fonte	G7002-20008
2	Bloco do filamento	G7002-20019
3	Lente extratora (5)*, com 3 milímetros de abertura	G7002-20061
4	Isolador de cerâmica para extratora	G7002-20064
5	Conjunto de lentes de entrada, estendido, fonte de alta eficiência (1)*	G7002-20165
6	Lente Ion focus/ foco de ions (2)*	G7002-20068
7	Isolador da lente/suporte	G7002-20074
8	Parafuso dourado M2 x 0,4 x 12 mm de comprimento	G7002-20083
9	Corpo da fonte	G7002-20084
10	Lente Pós-Extratora 2 (3) *	G7002-20090
11	Lente Pós-Extratora 1 (4) *	G7002-20104
12	Parafuso dourado M2 x 6 milímetros	G7002-20109
13	Anel de travamento para isolador das lentes	G7002-20126
14	Filamento duplo de alta eficiência	G7002-60001
15	Conjunto de aquecedor/sensor	G7002-60043
16	Suporte da fonte 1,5 milímetros	G7002-60053
17	Conjunto do repeller	G7002-60057
Não mostrado	Conjunto de fonte de alta eficiência	G7004-67055

* O número entre parênteses é o número gravado na lente

Limpar a fonte de alta eficiência de EI

Materiais necessários

- Papel abrasivo (5061-5896)
- Pó de alumina abrasivo (393706201)
- Folha de alumínio, limpa
- Panos, limpos (05980-60051)
- Hastes de algodão (5080-5400)
- Béqueres de vidro, 500 ml
- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Solventes
 - Metanol (grau reagente)
 - Cloreto de metileno (grau reagente)
 - Acetona (grau reagente)
- Banho ultrassônico



Procedimento

- 1 Desmontar a fonte de alta eficiência de EI. (Consulte “Desmontar a fonte de alta eficiência de EI” na página 131).
- 2 Colete as seguintes partes a serem limpas: (Consulte Figura 38 na página 135).
 - Montagem do filamento
 - Montagem da fonte (não fica abrasiva ou limpa por ultrassom)
 - repeller
 - Corpo da fonte
 - Lente extratora (5)*
 - Lente Pós-Extratora 1 (4)
 - Lente Pós-Extratora 2 (3)
 - Lente Ion focus/ foco de íons (2)
 - Entrance Lens/Lente de entrada (1)

Essas são as peças que entram em contato com a amostra ou com o feixe de íons. Normalmente as outras peças não precisam de limpeza.

CUIDADO

Se os isoladores estiverem sujos, limpe-os com uma haste de algodão embebida em metanol grau reagente. Substitua os isoladores caso não seja possível limpá-los. Não limpe os isoladores de forma abrasiva ou ultrassônica.

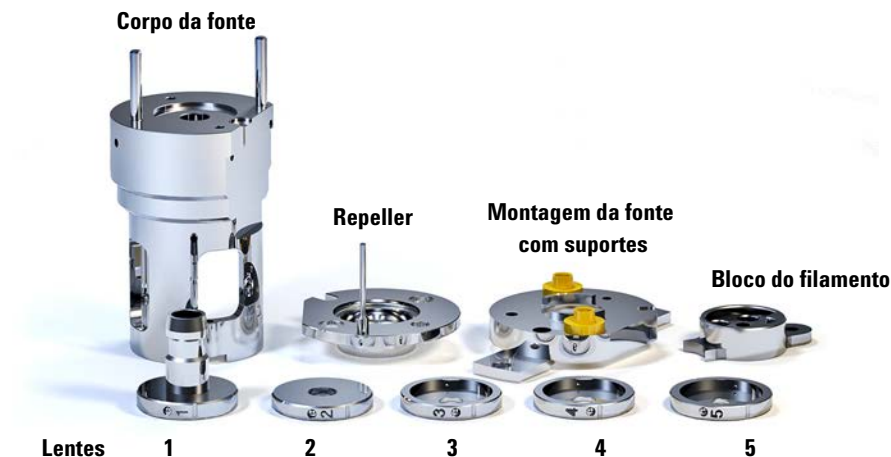


Figura 38 Peças da fonte de alta eficiência de EI a serem limpas

CUIDADO

Os filamentos, o conjunto do aquecedor da fonte e os isoladores não podem ser limpos de maneira ultrassônica. Substitua esses componentes se uma contaminação significativa ocorrer.

- 3** Se a contaminação for grave, como a de um "backflush" de óleo para dentro do analisador, considere seriamente a substituição das peças contaminadas

CUIDADO

Não use a pasta abrasiva nas buchas de montagem da fonte.

- 4 Limpe de forma abrasiva as superfícies que entram em contato com a amostra ou com o feixe de íons.

Utilize uma haste flexível com pasta fluida abrasiva de pó de alumina e metanol grau reagente. Utilize força o bastante para remover todas as descolorações. Não é necessário polir as peças, pequenos arranhões não afetarão o desempenho. Também limpe de forma abrasiva as descolorações por onde os elétrons dos filamentos entram no corpo da fonte.

- 5 Remova todos os resíduos abrasivos usando metanol grau reagente.

Certifique-se de que *todos os* resíduos abrasivos sejam lavados *antes da* limpeza ultrassônica. Se o metanol ficar turvo ou apresentar partículas visíveis, faça o enxágue novamente.

- 6 Separe as peças que foram limpas por abrasão das peças que não foram limpas desta forma.

CUIDADO

Sempre use luvas limpas para evitar contaminação ao trabalhar na câmara do analisador.

-
- 7 Limpe as peças por ultrassom (cada grupo separadamente) durante 15 minutos em cada um dos seguintes solventes:

- Cloreto de metileno (grau reagente)
- Acetona (grau reagente)
- Metanol (grau reagente)

AVISO

Todos estes solventes são perigosos. Trabalhe com um exaustor e tome todas as precauções adequadas.

-
- 8 Coloque as peças em um béquer limpo. *Levemente* cubra o béquer com uma folha de alumínio limpa (lado fosco para baixo).
 - 9 Seque as peças que foram limpas em um forno a 100 °C por 5 a 6 minutos.

Montar a fonte de alta eficiência de EI

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Chave de fenda T6 Torx (8710-2548)
- Pinça (8710-2460)



Procedimento

CUIDADO

Use sempre luvas limpas quando trabalhar na câmara do analisador para evitar contaminação.

Consulte a vista explodida das peças na [Figura 41](#) e a lista de peças da fonte de alta eficiência de EI na [Tabela 17](#) na página 140, enquanto estiver usando este procedimento.

- 1 Monte as cinco lentes no interior do isolante de lente. (Consulte [Figura 39](#) na página 138). O número da lente é gravado na circunferência exterior de cada lente.
 - a Começando com a lente de entrada 1, ajuste a lente para dentro da canaleta no fim do isolador da lente e gire a lente até sentir a esfera se ajustar ao recesso circular.
 - b Insira as próximas 4 lentes, em ordem numérica, no elemento de isolamento de lente. A extremidade aberta da câmara de lente sempre fica de frente para a lente de entrada 1. Gire cada lente até sentir a esfera se ajustar ao recesso circular.

É mais fácil inserir 5 lentes em um ângulo porque a pilha de lente faz com que, neste ponto, o isolador de lente seja menos flexível.

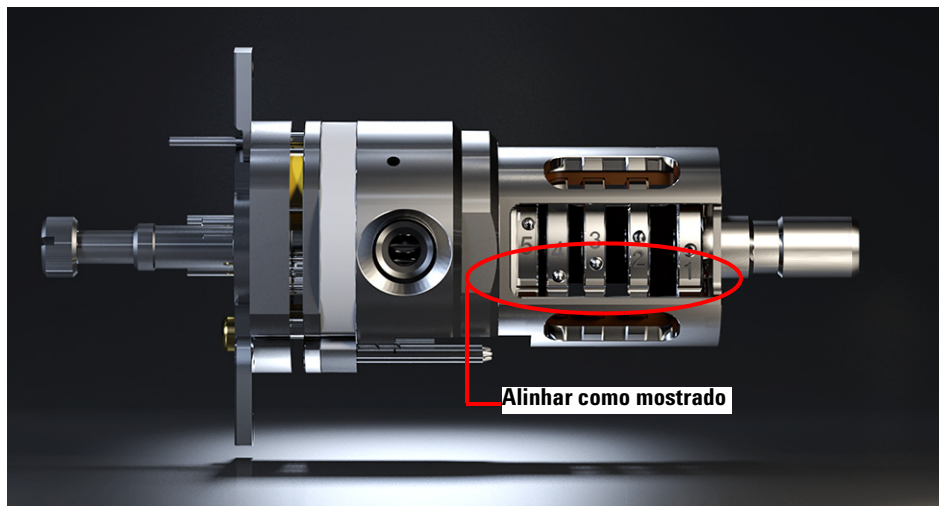


Figura 39 Fonte de alta eficiência de EI montada

- 2 Insira o isolador de cerâmica da extratora dentro do corpo da fonte.

CUIDADO

O isolador de cerâmica deve ser posicionado de modo plano contra a estrutura da fonte, ao inserir a pilha de lente no passo seguinte.

- 3 Insira a pilha de lente no isolador no corpo da fonte. (Consulte [Figura 41](#) na página 140). Os números gravados ficam de frente para a abertura total que se prolonga para a extremidade da estrutura da fonte. Verifique se a cerâmica está bem ajustada no fim do corpo da fonte.
- 4 Usando a chave T6 Torx, instale e fixe o parafuso dourado e bloqueie a lente do anel isolante que detém o conjunto da lente no lugar.



Figura 40 Fixe o parafuso da lente e bloqueie o anel isolante

- 5** Coloque o conjunto do aquecedor/sensor sobre os pinos de guia na estrutura da fonte com os quatro pinos elétricos orientados para baixo o lado plano da estrutura da fonte.
- 6** Insira o repeller sobre o conjunto do aquecedor/sensor com o lado plano da circunferência do repeller alinhado com o encaixe de interface no estrutura da fonte.
- 7** Coloque a montagem da fonte sobre o repeller.
- 8** Aperte os dois parafusos dourados usando uma chave de fenda T6 Torx para fixar a fonte para montar o estrutura da fonte.

CUIDADO

Não aperte demasiadamente os parafusos no corpo da fonte. Podem ocorrer danos ao repeller.

- 9** Prenda o encaixe no bloco de filamento.
- 10** No lado do bloco de filamento oposto do encaixe, oriente o suporte de cerâmica do filamento duplo, para que ele se alinhe com o bloco de filamento. Insira totalmente as três derivações de filamento no bloco do filamento.

11 Insira o bloqueio de filamento no suporte da fonte e use uma chave de fenda T6 Torx para prendê-lo ao suporte com o parafuso revestido em ouro.

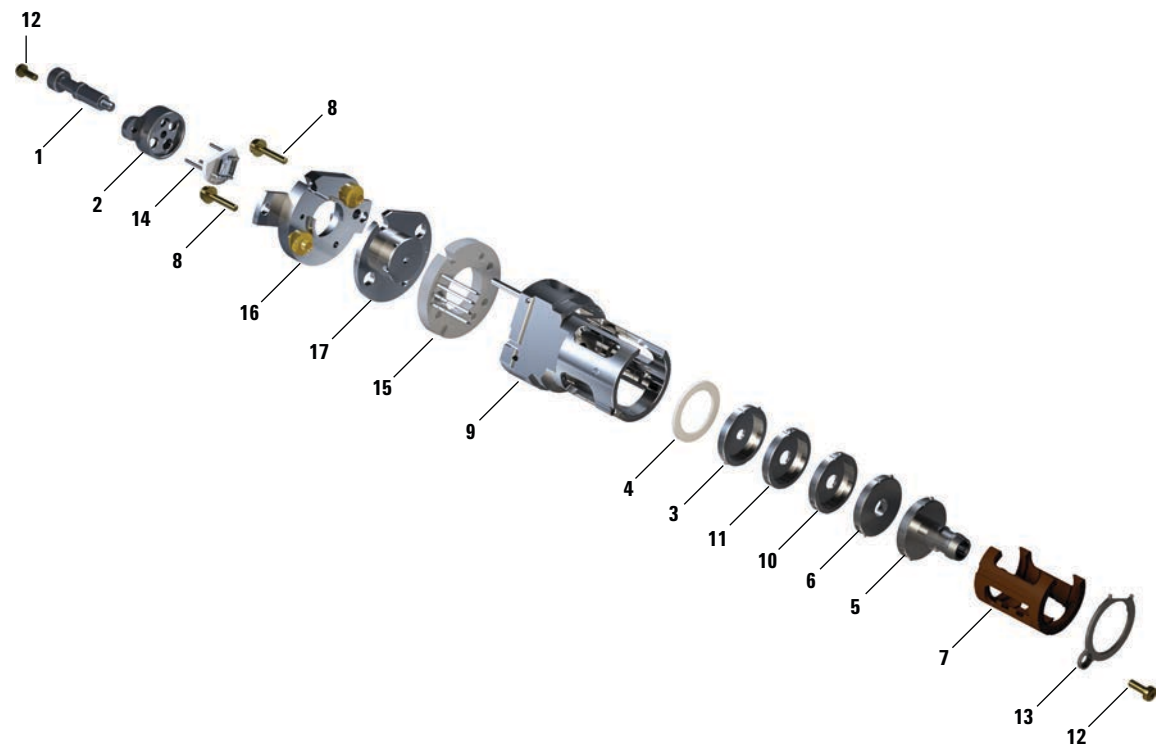


Figura 41 Montagem da fonte de alta eficiência de EI

Tabela 17 Lista das peças da fonte de alta eficiência de EI (Figura 41)

Número do item	Descrição do item	Número de peça
1	Suporte da fonte	G7002-20008
2	Bloco do filamento	G7002-20019
3	Lente extratora (5)*, com 3 milímetros de abertura	G7002-20061
4	Isolador de cerâmica para extratora	G7002-20064
5	Conjunto de lentes de entrada, estendido, fonte de alta eficiência (1)*	G7002-20165

Tabela 17 Lista das peças da fonte de alta eficiência de EI (Figura 41) (continuação)

Número do item	Descrição do item	Número de peça
6	Lente Ion focus/ foco de íons (2)*	G7002-20068
7	Isolador da lente/suporte	G7002-20074
8	Parafuso dourado M2 x 0,4 x 12 mm de comprimento	G7002-20083
9	Corpo da fonte	G7002-20084
10	Lente Pós-Extratora 2 (3) *	G7002-20090
11	Lente Pós-Extratora 1 (4) *	G7002-20104
12	Parafuso dourado M2 x 6 milímetros	G7002-20109
13	Anel de travamento para isolador das lentes	G7002-20126
14	Filamento duplo de alta eficiência	G7002-60001
15	Conjunto de aquecedor/sensor	G7002-60043
16	Suporte da fonte 1,5 milímetros	G7002-60053
17	Conjunto do repeller	G7002-60057
Não mostrado	Conjunto de fonte de alta eficiência	G7004-67055

* O número entre parênteses é o número gravado na lente

CUIDADO

Tenha cuidado ao inserir a lente da caixa do isolador de lente. Colocar força excessiva neste compartimento pode rachar ou quebrá-lo. Se isso acontecer, não tente operar com um isolador de lente com defeito, ele deve ser substituído.

Remover os filamentos da fonte de alta eficiência de EI

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Panos, limpos (05980-60051)
- Chave de fenda T6 Torx (8710-2548)



Procedimento

- 1 Quebrar o vácuo/Vent o MS. (Consulte [“Quebrar Vácuo/Vent o MSD”](#) na página 110).

CUIDADO

Sempre use luvas limpas para evitar contaminação ao trabalhar na câmara do analisador.

AVISO

O analisador, a interface GC/MS e os outros componentes na câmara do analisador operam a temperaturas muito altas. Não toque em quaisquer partes até que você tenha certeza de que elas estão frias.

- 2 Abra a câmara do analisador. (Consulte [“Abrir a câmara do analisador”](#) na página 126).
- 3 Remova a fonte de íons e coloque-o sobre um pano limpo na superfície de trabalho. (Consulte [“Remover a fonte de alta eficiência do EI”](#) na página 128).
- 4 Remova o parafuso de fixação do bloco do filamento para a montagem da fonte. (Consulte [Figura 42](#) na página 143).

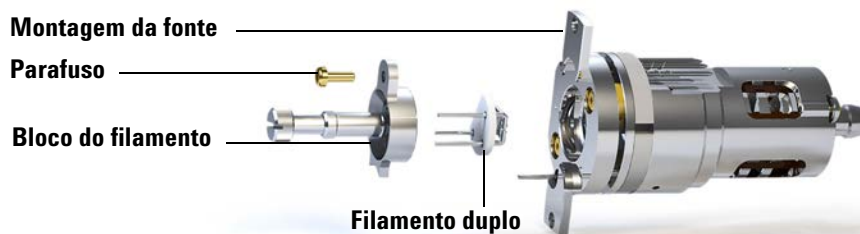


Figura 42 Substituição do duplo filamento

- 5 Use o aperto manual no bloco de filamentos para remover o bloco de filamento da fonte.

CUIDADO

Tenha cuidado extra ao remover o filamento duplo, pois ele é muito frágil.

- 6 Remova o filamento duplo do bloqueio de filamento erguendo o corpo da fonte do bloqueio de filamento, enquanto seguro o bloqueio de filamento, para que o filamento duplo não caia e fique danificado.

Instalar os filamentos da fonte de alta eficiência de EI

Materiais necessários

- Montagem de filamentos, filamento duplo de alta eficiência (G7001-60061)
- Chave hexagonal de ponta redonda, 1,5 mm (8710-1570)
- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Chave de fenda T6 Torx (8710-2548)



Procedimento

- 1 Remova o filamento antigo. (Consulte “Remover os filamentos da fonte de alta eficiência de EI” na página 142).
- 2 Insira os três pinos sobre o filamento duplo através da parte traseira do bloco de filamento. (Consulte [Figura 42](#) na página 143).
- 3 Coloque o bloco de filamento na montagem da fonte.
- 4 Use uma chave de fenda T6 Torx para apertar o parafuso de fixação do bloco de filamento à montagem da fonte.
- 5 Reinstale a fonte de íons. (Consulte “Instalar a fonte de alta eficiência de EI” na página 145).
- 6 Feche a câmara do analisador. (Consulte “Fechar a câmara do analisador” na página 170).
- 7 Bombeie o MSD. (Consulte “Gerar vácuo/Pump down o MS” na página 112).
- 8 Execute o autotune do MSD.

Instalar a fonte de alta eficiência de EI

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Pinça (8710-2460)



CUIDADO

Procedimento

Use sempre luvas limpas quando trabalhar na câmara do analisador para evitar contaminação.

- 1 Alinhe a fonte de alta eficiência de EI de modo que a abertura com ranhura para o grupo lentes, onde os números de lente são visíveis, seja no lado direito. Além disso, posicione-o para que as duas presilhas de fixação da montagem da fonte se alinhem com as ranhuras correspondentes no radiador de origem. Deslize a fonte de íons para dentro do radiador da fonte até sentir uma resistência.
- 2 Encaixe a fonte no lugar de modo que as presilhas de montagem da fonte estejam niveladas com a superfície acessória da montagem do radiador. Alguma força é necessária para vencer a resistência das superfícies de mola dos contatos elétricos.
- 3 Conecte os fios da fonte de alta eficiência do EI. (Consulte [“Conectar/Desconectar a fiação para a fonte de alta eficiência de EI”](#) na página 130).
- 4 Instale e aperte manualmente os parafusos da fonte. Não aperte demais os parafusos de aperto manual.
- 5 Feche a câmara do analisador. (Consulte [“Fechar a câmara do analisador”](#) na página 170).
- 6 Bombeie o MSD. (Consulte [“Gerar vácuo/Pump down o MS”](#) na página 112).
- 7 Sintonize o MSD. (Consulte [“Executar um autotune”](#) na página 108).

Remover a fonte de XTR, SS ou inerte de EI

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Alicates, bico longo (8710-1094)



Procedimento

- 1 Quebre o vácuo/Vent o MSD. (Consulte [“Quebrar Vácuo/Vent o MSD”](#) na página 110).

AVISO

Os analisadores, a interface GC/MS e os outros componentes na câmara do analisador operam a temperaturas muito altas. Não toque em quaisquer partes até que você tenha certeza de que elas estão frias.

CUIDADO

Sempre use luvas limpas para evitar contaminação ao trabalhar na câmara do analisador.

- 2 Abra a câmara do analisador. (Consulte [“Abrir a câmara do analisador”](#) na página 126).

CUIDADO

Certifique-se de usar uma pulseira antiestática aterrada e tomar outras precauções antiestáticas antes de tocar nos componentes do analisador.

CUIDADO

Para desconectar os fios condutores, puxe os conectores, não os fios.

- 3 Desconecte os fios da fonte de EI. Não dobre os fios além do necessário. (Consulte [“Conectar/Desconectar a fiação de XTR, SS e inerte de EI”](#) na página 147).
- 4 Remova os parafusos de aperto manual que mantém a fonte de íons no lugar. (Consulte [Figura 50](#) na página 167).
- 5 Remova a fonte de íons do radiador da fonte.

Conectar/Desconectar a fiação de XTR, SS e inerte de EI

Materiais necessários

- Luvas limpas e sem fiapos (Grande 8650-0030) (Pequena 8650-0029)
- Alicates, bico longo (8710-1094)
- Pinça (8710-2460)



Procedimento

- 1 Use pinças ou alicates com ponta agulha para conectar/desconectar os fios da fiação da placa de cerâmica nos conectores da fonte. (Consulte [Figura 43](#)).
- 2 Use pinças ou alicates com ponta agulha para conectar/desconectar os fios da fiação dos aquecedores da fonte na placa da fonte de cerâmica.

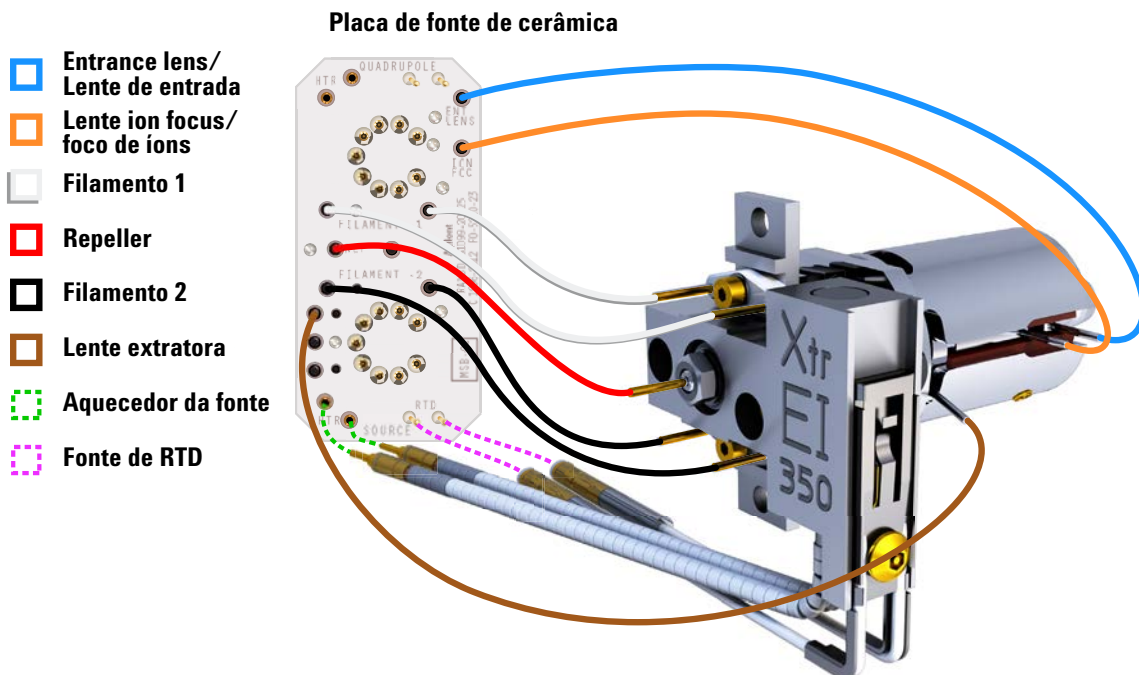


Figura 43 Fiação para a fonte XTR de EI

Desmontar o SS de EI ou a fonte inerte de EI

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Chave hexagonal de ponta redonda, 1,5 mm (8710-1570)
- Chave hexagonal de ponta redonda, 2,0 mm (8710-1804)
- Chave de boca, fixa, 10 mm (8710-2353)

Procedimento



Consulte a vista explodida das peças na [Figura 44](#) e a lista de peças de SS de EI e de fonte inerte de EI na [Tabela 18](#) na página 149, enquanto estiver usando este procedimento.

- 1 Remova a fonte EI. (Consulte “[Remover a fonte de alta eficiência do EI](#)” na página 128 ou “[Remover a fonte de XTR, SS ou inerte de EI](#)” na página 146.)
- 2 Remova os parafusos dourados dos filamentos e então remova os filamentos da fonte.
- 3 Solte os dois parafusos dourados do conjunto do bloco do aquecedor da fonte e separe o conjunto do repeller do corpo da fonte. Este conjunto inclui o bloco do aquecedor da fonte, o repeller e peças relacionadas.
- 4 Remova a porca e as arruelas do repeller e então remova o repeller do conjunto do bloco do aquecedor da fonte.
- 5 Remova os isoladores do repeller e o encaixe do bloco do repeller do conjunto do bloco do aquecedor da fonte.
- 6 Remova o parafuso de fixação dourado da lateral do corpo da fonte.
- 7 Empurre o "drawout" para tirar a lentes de entrada e de foco de íon, além do cilindro edo drawout da outra extremidade da fonte.
- 8 Desparafuse o soquete da interface. Uma chave fixa de 10 mm serve para os encaixes no soquete da interface.
- 9 Retire a lente de entrada e a lentes de foco de íons do isolador das lentes

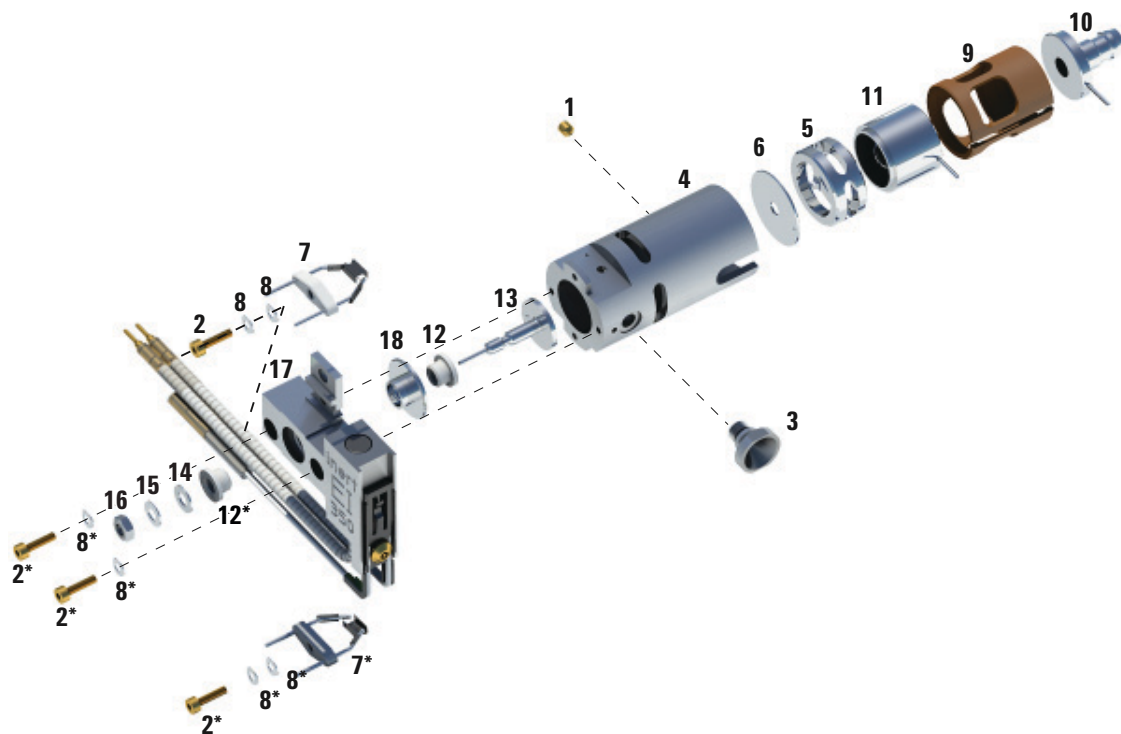


Figura 44 Desmontar o SS ou a fonte inerte de EI

Tabela 18 Lista de peças de SS ou fonte inerte de EI (Figura 44)

Número do item	Descrição do item	Número da peça (SS)	Número da peça (Inerte)
1	Parafuso de fixação dourado	G1999-20022	G1999-20022
2	Parafuso dourado	G3870-20021	G3870-20021
3	Soquete da interface	G1099-20136	G1099-20136
4	Corpo da fonte	G1099-20130	G2589-20043
5	Cilindro drawout	G1072-20008	G1072-20008
6	Placa drawout	05971-20134	G2589-20100

Tabela 18 Lista de peças de SS ou fonte inerte de EI (Figura 44) (continuação)

Número do item	Descrição do item	Número da peça (SS)	Número da peça (Inerte)
7	Filamento de 4 voltas	G7005-60061	G7005-60061
8	Arruela de pressão	3050-1374	3050-1374
8	Arruela plana	3050-0982	3050-0982
9	Isolador das lentes	G3170-20530	G3170-20530
10	Entrance lens/Lente de entrada	G3170-20126	G3170-20126
11	Lente ion focus/ foco de íons	05971-20143	05971-20143
12	Isolador do repeller	G1099-20133	G1099-20133
13	Repeller	G3870-60172	G3870-60173
14	Arruela plana	3050-0627	3050-0627
15	Arruela de pressão de belleville	3050-1301	3050-1301
16	Porca do repeller	0535-0071	0535-0071
17	Conjunto do bloco do aquecedor da fonte	G3870-60180	G3870-60179
18	Encaixe do bloco do repeller	G3870-20135	G3870-20135

Desmontar a fonte de XTR de EI

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Chave hexagonal de ponta redonda, 1,5 mm (8710-1570)
- Chave hexagonal de ponta redonda, 2,0 mm (8710-1804)
- Chave de boca, fixa, 10 mm (8710-2353)



Procedimento

Consulte a vista explodida das peças na [Figura 45](#) e a lista de peças de EXT de EI na [Tabela 19](#) na página 152, enquanto estiver usando este procedimento.

- 1** Remova a fonte de XTR de EI. (Consulte “[Remover a fonte de XTR, SS ou inerte de EI](#)” na página 146).
- 2** Remova os filamentos removendo os dois parafusos dourados e separando os filamentos da fonte.
- 3** Solte os dois parafusos dourados no conjunto do bloco do aquecedor da fonte e separe o conjunto do repeller do corpo da fonte. Este conjunto inclui o bloco do aquecedor da fonte, o repeller e peças relacionadas.
- 4** Remova o parafuso de fixação dourado da lateral da estrutura da fonte.
- 5** Empurre a lente de entrada e as lentes de foco de íons para removê-las do corpo da fonte.
- 6** Remova a lente e o isolador da extratora.
- 7** Separa a lente de entrada e as lentes de foco de íons do isolador de lentes.
- 8** Remova a porca do repeller, as arruelas e o isolante da lateral frontal do conjunto de blocos do aquecedor da fonte, e remova o repeller, o isolante e o insert do bloco do repeller da lateral oposta.

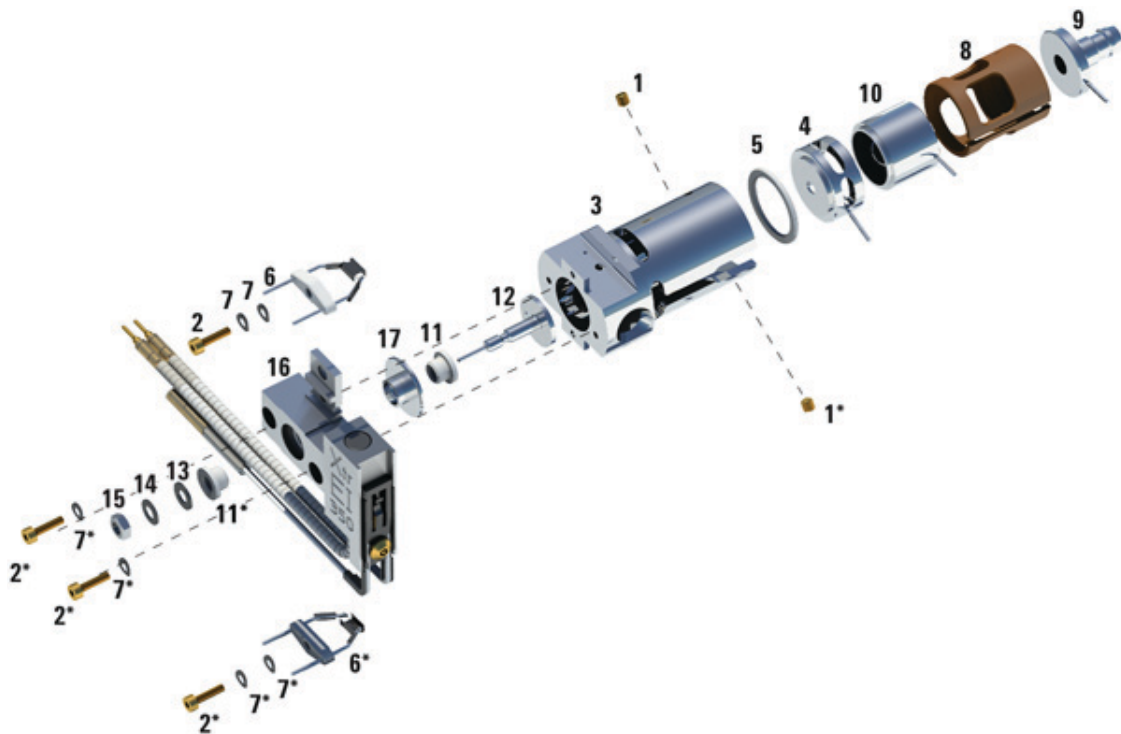


Figura 45 Desmontagem da fonte de XTR de EI

Tabela 19 Lista de peças para a fonte XTR de EI (Figura 45)

Item	Descrição	Número de peça
1	Parafuso de ajuste	G3870-20446
2	Parafusos	G3870-20021
3	Corpo da fonte	G3870-20440
4	Lente extratora	G3870-20444
5	Isolador da lente extratora	G3870-20445
6	Filamentos	G7005-60061

Tabela 19 Lista de peças para a fonte XTR de EI (Figura 45) (continuação)

Item	Descrição	Número de peça
7	Arruela de pressão	3050-1301
7	Arruela plana	3050-0982
8	Isolador das lentes	G3870-20530
9	Conjunto de lente de entrada, estendido	G7000-20026
10	Lente ion focus/ foco de ions	05971-20143
11	Isolador do repeller	G1099-20113
12	Repeller	G3870-60171
13	Arruela plana	3050-0891
14	Arruela de pressão de belleville	3050-1301
15	Porca do repeller	0535-0071
16	Conjunto do bloco do aquecedor da fonte	G3870-60177
17	Encaixe do bloco do repeller	G3870-20135
Não mostrado	Conjunto de fonte de XTR de EI	G7003-67720

Limpar uma fonte de XTR, SS ou inerte de EI

Materiais necessários

- Papel abrasivo (5061-5896)
- Pó de alumina abrasivo (8660-0791)
- Folha de alumínio, limpa
- Panos, limpos (05980-60051)
- Hastes de algodão (5080-5400)
- Béqueres de vidro, 500 ml
- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Solventes
 - Acetona, grau reagente
 - Metanol, grau reagente
 - Cloreto de metileno, grau reagente
- Banho ultrassônico

Preparação

- 1 Desmonte a fonte de íons. (Consulte “Desmontar o SS de EI ou a fonte inerte de EI” na página 148 ou “Desmontar a fonte de XTR de EI” na página 151.)
- 2 Colete as seguintes peças de uma fonte SS de EI a serem limpas: (Consulte [Figura 46](#) na página 156).
 - Repeller
 - Soquete da interface
 - Corpo da fonte
 - Encaixe do bloco do repeller
 - Placa drawout
 - Cilindro Drawout
 - Lente ion focus/ foco de íons
 - Entrance Lens/Lente de entrada

3 Colete as seguintes peças de uma fonte XTR de EI a serem limpas: (Consulte [Figura 46](#) na página 156).

- Repeller
- Encaixe do bloco do repeller
- Corpo da fonte
- Lente extratora
- Lente ion focus/ foco de íons
- Entrance Lens/Lente de entrada

Essas são as peças que entram em contato com a amostra ou com o feixe de íons. Normalmente as outras peças não precisam de limpeza.

CUIDADO

Se os isoladores estiverem sujos, limpe-os com uma haste de algodão embebida em metanol grau reagente. Substitua os isoladores caso não seja possível limpá-los. Não limpe os isoladores de forma abrasiva ou ultrassônica.

Peças da fonte SS de EI ou da fonte inerte de EI serem limpas



Peças da fonte de XTR de EI a serem limpas



Figura 46 Peças da fonte de a serem limpas


CUIDADO
Procedimento

Os filamentos, o conjunto do aquecedor da fonte e os isoladores não podem ser limpos de maneira ultrassônica. Substitua esses componentes se uma contaminação significativa ocorrer.

1 Se a contaminação for grave, como a de um "backflush" de óleo para dentro do analisador, considere seriamente a substituição das peças contaminadas.

2 Limpe de forma abrasiva as superfícies que entram em contato com a amostra ou com o feixe de íons.

Utilize uma haste flexível com pasta fluida abrasiva de pó de alumina e metanol grau reagente. Utilize força o bastante para remover todas as descolorações. Não é necessário polir as peças, pequenos arranhões não afetarão o desempenho. Também limpe de forma abrasiva as descolorações por onde os elétrons dos filamentos entram na estrutura da fonte.

3 Remova todos os resíduos abrasivos usando metanol grau reagente.

Certifique-se de que **todos os** resíduos abrasivos sejam lavados **antes da** limpeza ultrassônica. Se o metanol ficar turvo ou apresentar partículas visíveis, faça o enxágue três vezes seguidas.

4 Separe as peças que foram limpas por abrasão das peças que não foram limpas desta forma.

5 Limpe de forma ultrassônica as peças (cada grupo separadamente) durante 15 minutos. Para as peças sujas use todos os três solventes na ordem mostrada, limpando por 15 minutos, com cada um dos seguintes solventes:

- Cloreto de metileno (grau reagente)
- Acetona (grau reagente)
- Metanol (grau reagente)

Para a limpeza de rotina, metanol é suficiente.

AVISO

Todos estes solventes são perigosos. Trabalhe em uma capela e tome todas as precauções adequadas.

6 Coloque as peças em um béquer limpo. **Levemente** cubra o béquer com uma folha de alumínio limpa (lado fosco para baixo).

7 Seque as peças que foram limpas em um forno a 100 °C por 5 a 6 minutos.

AVISO

Deixe as peças esfriarem antes de manuseá-las.

NOTA

Tome cuidado para evitar recontaminação nas peças limpas e secas. Coloque luvas novas e limpas antes de manusear as peças. Não coloque as peças limpas em uma superfície que esteja suja. Coloque-as somente sobre panos limpos e que não soltem fiapos.

Montar uma fonte SS ou fonte inerte de EI

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Chave hexagonal de ponta redonda, 1,5 mm (8710-1570)
- Chave hexagonal de ponta redonda, 2,0 mm (8710-1804)
- Chave de boca, fixa, 10 mm (8710-2353)



Procedimento

Consulte a vista explodida das peças na [Figura 47](#) e a lista de peças de SS de EI e de fonte inerte de EI na [Tabela 20](#) na página 161, enquanto estiver usando este procedimento.

- 1 Monte o conjunto do repeller.
 - a Instale o encaixe do bloco do repeller no conjunto do bloco do aquecedor da fonte.
 - b Instale os isoladores do repeller no conjunto do bloco do aquecedor da fonte e no encaixe do bloco do repeller.
 - c Instale o repeller através dos isoladores do repeller. Depois, coloque a arruela plana seguida da arruela de pressão de belleville na extremidade do eixo do repeller e fixe, utilizando os dedos, a porca do repeller.
- 2 Deslize o drawout plate e o cilindro drawout para dentro do corpo da fonte.
- 3 Monte a lente ion focus, a lente entrance lens e o isolador de lentes.
- 4 Deslize essas peças montadas para dentro do corpo da fonte.
- 5 Instale o parafuso de fixação das lentes.

CUIDADO

Não aperte excessivamente a porca do repeller, pois os isoladores do repeller de cerâmica quebrarão quando a fonte for aquecida. A porca deve ser apertada apenas com os dedos.

- 6 Desaparafuse o soquete da interface.

- 7 Fixe o conjunto do repeller à estrutura da fonte usando os dois parafusos dourados e arruelas de pressão.
- 8 Instale os filamentos usando os dois parafusos dourados e as arruelas de pressão.

CUIDADO

Não aperte excessivamente o soquete da interface. Força excessiva poderá danificar as roscas.

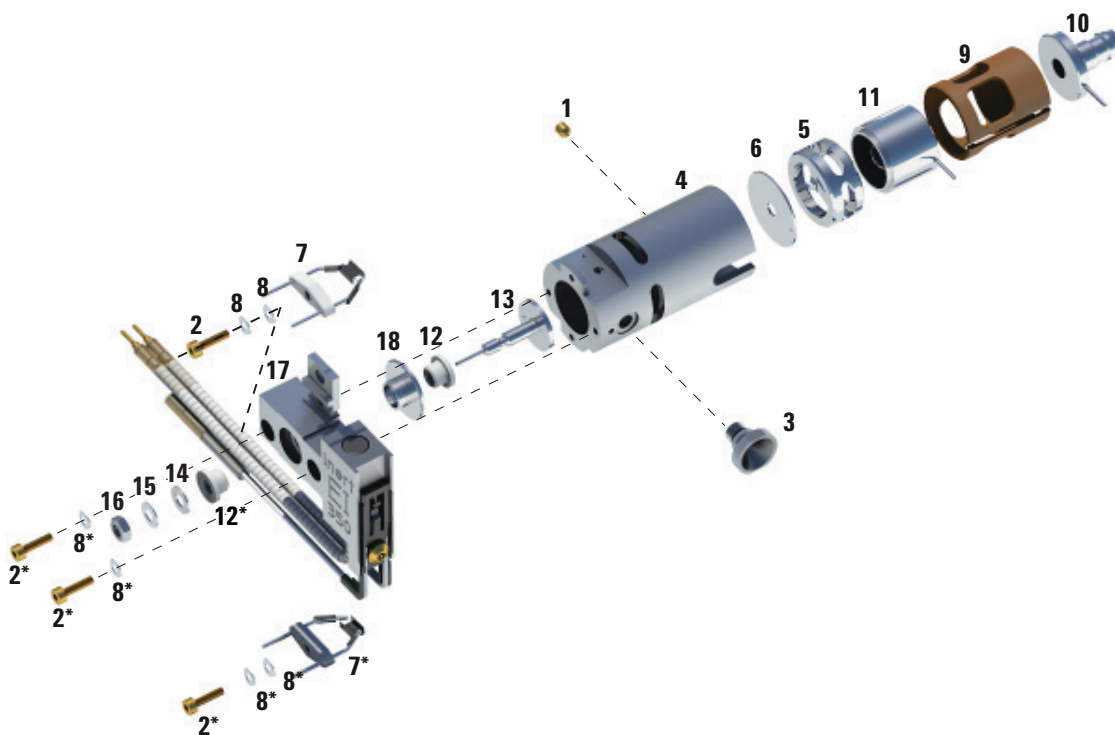


Figura 47 Desmontagem do padrão de EI ou da fonte inerte de EI

Tabela 20 Lista de peças para o padrão de EI ou para a fonte inerte de EI (Figura 47)

Número do item	Descrição do item	Número da peça (SSL)	Número da peça (Inerte)
1	Parafuso de fixação dourado	G1999-20022	G1999-20022
2	Parafuso dourado	G3870-20021	G3870-20021
3	Soquete da interface	G1099-20136	G1099-20136
4	Corpo da fonte	G1099-20130	G2589-20043
5	Cilindro drawout	G1072-20008	G1072-20008
6	Placa drawout	05971-20134	G2589-20100
7	Filamento de 4 voltas	G7005-60061	G7005-60061
8	Arruela de pressão	3050-1374	3050-1374
8	Arruela plana	3050-0982	3050-0982
9	Isolador das lentes	G3170-20530	G3170-20530
10	Entrance lens/Lente de entrada	G3170-20126	G3170-20126
11	Lente ion focus/ foco de ions	05971-20143	05971-20143
12	Isolador do repeller	G1099-20133	G1099-20133
13	Repeller	G3870-60172	G3870-60173
14	Arruela plana	3050-0627	3050-0627
15	Arruela de pressão de belleville	3050-1301	3050-1301
16	Porca do repeller	0535-0071	0535-0071
17	Conjunto do bloco do aquecedor da fonte	G3870-60180	G3870-60179
18	Encaixe do bloco do repeller	G3870-20135	G3870-20135

Montar a fonte de XTR de EI

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Chave hexagonal de ponta redonda, 1,5 mm (8710-1570)
- Chave hexagonal de ponta redonda, 2,0 mm (8710-1804)
- Chave de boca, fixa, 10 mm (8710-2353)



Procedimento

Consulte a vista explodida das peças na [Figura 48](#) e a lista de peças de XTR de EI na [Tabela 21](#) na página 164, enquanto estiver usando este procedimento.

- 1 Deslize a arruela de cerâmica para dentro do corpo da fonte.
- 2 Insira a lente do extrator na fonte no corpo da fonte, primeiro pelo lado plano.
- 3 Insira a lente de entrada e a lente de enfoque iônico no isolante conforme a ordem mostrada abaixo ([Figura 48](#) na página 163).
- 4 Deslize o isolante com o foco de íons e a lente de entrada para dentro da fonte, com a lente de foco de íon voltada contra a lente do extrator.
- 5 Instale os dois parafusos dourados de fixação que mantém as lentes no lugar.
- 6 Monte o conjunto do repeller.
 - a Instale o encaixe do bloco do repeller no conjunto do bloco do aquecedor da fonte.
 - b Instale os isoladores do repeller no conjunto do bloco do aquecedor da fonte e no encaixe do bloco do repeller.
 - c Instale o repeller através dos isoladores do repeller. Depois, coloque a arruela plana seguida da arruela de pressão de belleville na extremidade do eixo do repeller e fixe, utilizando os dedos, a porca do repeller.

CUIDADO

Não aperte excessivamente a porca do repeller, pois os isoladores do repeller de cerâmica quebrarão quando a fonte for aquecida. A porca deve ser apertada apenas com os dedos.

- 7 Fixe o conjunto do repeller à estrutura da fonte usando os dois parafusos dourados e arruelas de pressão.
- 8 Instale os filamentos usando os dois parafusos dourados e as arruelas de pressão.

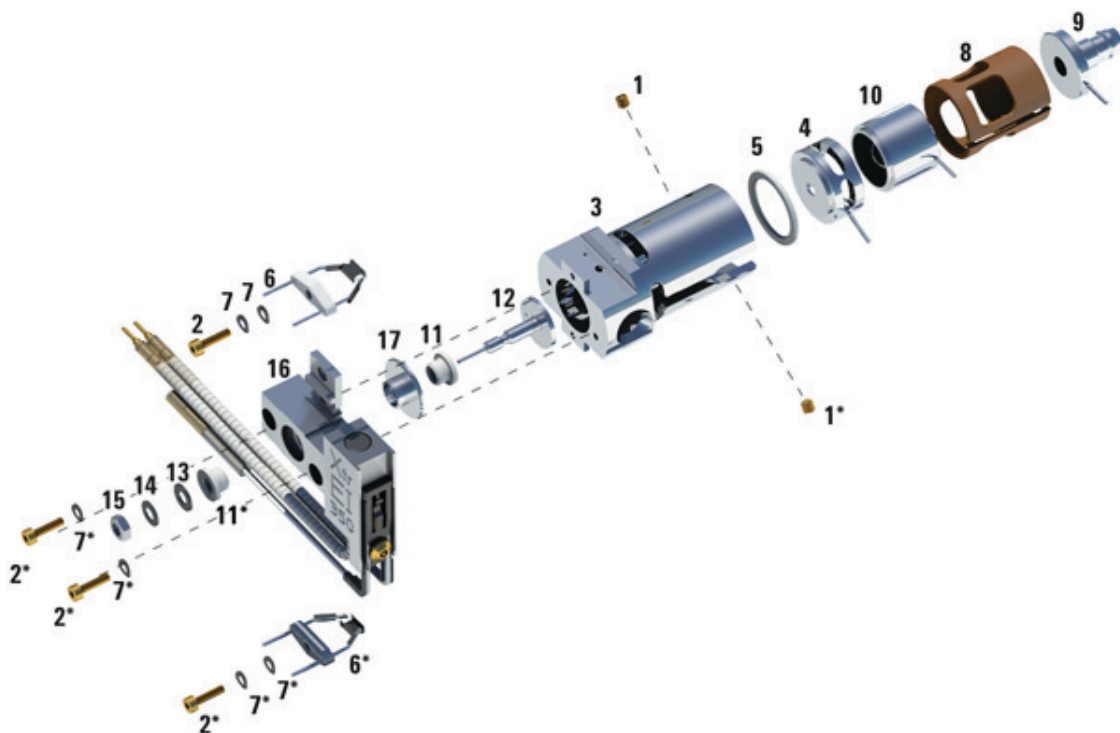


Figura 48 Montagem da fonte XTR de EI

Tabela 21 Lista de peças para a fonte XTR de EI (Figura 48)

Item	Descrição	Número de peça
1	Parafuso de ajuste	G3870-20446
2	Parafusos	G3870-20021
3	Corpo da fonte	G3870-20440
4	Lente extratora	G3870-20444
5	Isolador da lente extratora	G3870-20445
6	Filamentos	G7005-60061
7	Arruela de pressão	3050-1301
7	Arruela plana	3050-0982
8	Isolador das lentes	G3870-20530
9	Conjunto de lente de entrada, estendido	G7000-20026
10	Lente ion focus/ foco de ions	05971-20143
11	Isolador do repeller	G1099-20113
12	Repeller	G3870-60171
13	Arruela plana	3050-0891
14	Arruela de pressão de belleville	3050-1301
15	Porca do repeller	0535-0071
16	Conjunto do bloco do aquecedor da fonte	G3870-60177
17	Encaixe do bloco do repeller	G3870-20135
Não mostrado	Conjunto de fonte de XTR de EI	G7003-67720

Substituir um filamento em uma fonte de XTR, SS ou fonte inerte de EI

Materiais necessários

- Conjunto do filamento (G7005-60061)
- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Chave hexagonal de ponta redonda, 1,5 mm (8710-1570)



Procedimento

- 1 Quebre o vácuo/Vent o MSD. (Consulte [“Quebrar o vácuo/Vent o MSD”](#) na página 102).

AVISO

O analisador opera a altas temperaturas. Não toque em quaisquer partes até que você tenha certeza de que elas estão frias.

- 2 Abra a câmara do analisador. (Consulte [“Abrir a câmara do analisador”](#) na página 126).
- 3 Remova a fonte de íons. (Consulte [“Remover a fonte de XTR, SS ou inerte de EI”](#) na página 146).
- 4 Remova o parafuso revestido em ouro e a arruela dos filamentos. (Consulte [Figura 49](#) na página 166).

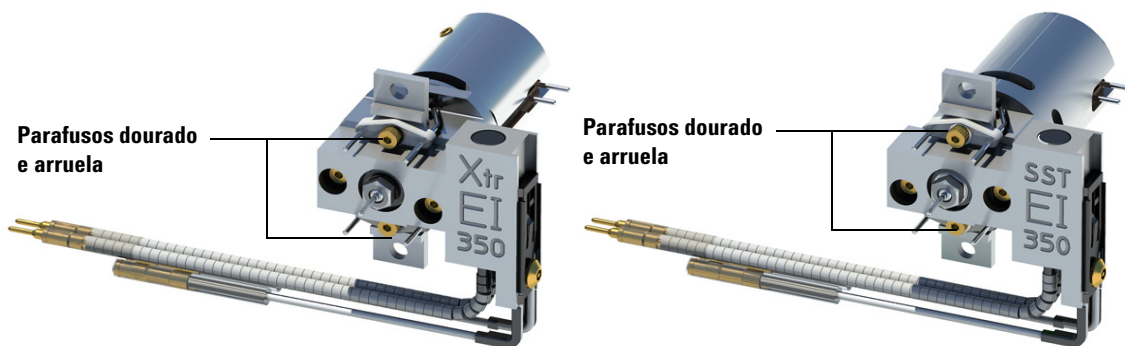


Figura 49 Troca do filamento

- 5 Fixe os novos filamentos usando o parafuso revestido em ouro e a arruela. (Consulte [Figura 49](#)).
- 6 Após a instalação do filamento, verifique se este não está aterrado ao corpo da fonte.
- 7 Instale a fonte EI. (Consulte “[Instalar a fonte de XTR, SS ou fonte inerte de EI](#)” na página 167).
- 8 Feche a câmara do analisador. (Consulte “[Fechar a câmara do analisador](#)” na página 170).
- 9 Bombeie o MSD. (Consulte “[Gerar vácuo/Pump down o MS](#)” na página 112).
- 10 Execute o autotune do MSD. (Consulte “[Executar um autotune](#)” na página 108).
- 11 Na caixa de diálogo Manual Tune, o parâmetro **Filament** permite que você insira **1** ou **2** para o número de filamentos. Qualquer que seja o número definido durante o autotune anterior, insira o outro número de filamento.
- 12 Execute novamente o autotune do MSD.
- 13 Insira o número de filamentos que gerou os melhores resultados.
Se você decidir utilizar primeiro número de filamento, execute novamente o autotune para ter certeza de que os parâmetros de tune são compatíveis com o filamento.
- 14 Selecione **Salvar os parâmetros do tune** do menu **Arquivo**.

Instalar a fonte de XTR, SS ou fonte inerte de EI

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Alicates, bico longo (8710-1094)



Procedimento

- 1 Deslize a fonte de íons para dentro do radiador da fonte. (Consulte [Figura 50](#)).

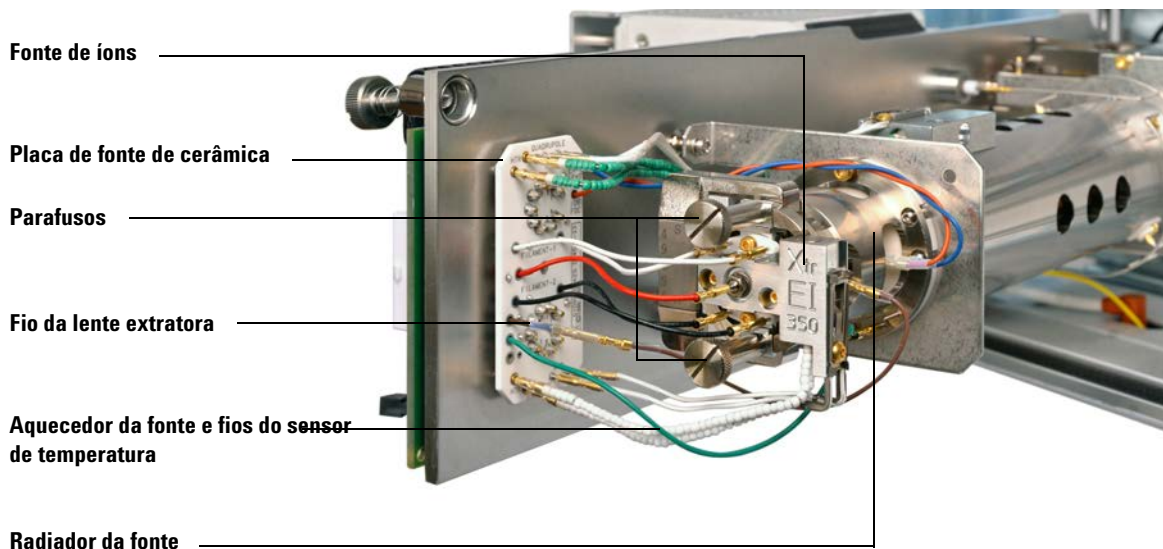


Figura 50 Instalação da fonte de EI

- 2 Insira e aperte manualmente os parafusos da fonte. Não aperte demais os parafusos de aperto manual. (Consulte [Figura 50](#)).
- 3 Conecte as fiações da fonte de íons. (Consulte “[Conectar/Desconectar a fiação de XTR, SS e inerte de EI](#)” na página 147).
- 4 Feche a câmara do analisador. (Consulte “[Fechar a câmara do analisador](#)” na página 170).

Substituir a eletromultiplicadora

O número da peça de reposição da EM para este detector Série 2 está estampado na face frontal do detector. É possível determinar qual série de detector você tem sem precisar verificar diretamente o detector. A série do detector é exibida como Triple Axis Series 2 na guia do detector de tune manual na seção do detector, na segunda página do relatório de tne na caixa de diálogo de bombeamento.

Materiais necessários

- Eletromultiplicadora (Detector G7002-80103 Série 2)
- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Alicates, bico longo (8710-1094)



Procedimento

- 1 Quebrar o vácuo/Vent o MS. (Consulte “Quebrar Vácuo/Vent o MSD” na página 110).

AVISO

O analisador, a interface GC/MS e os outros componentes na câmara do analisador operam a temperaturas muito altas. Não toque em quaisquer partes até que você tenha certeza de que elas estão frias.

CUIDADO

Sempre use luvas limpas para evitar contaminação ao trabalhar na câmara do analisador.

- 2 Abra a câmara do analisador. (Consulte “Abrir a câmara do analisador” na página 126).
- 3 Abra o grampo de retenção. (Consulte [Figura 51](#) na página 169). Levante o braço do grampo e retire o grampo da eletromultiplicadora.
- 4 Deslize o fio azul de sinal do conector na placa lateral.
- 5 Remova a eletromultiplicadora.
- 6 Segure a nova eletromultiplicadora com a ponta do fio azul de sinal para baixo, e instale o fio de sinal no conector na placa lateral.

- 7 Deslize a eletromultiplicadora para a sua posição.
- 8 Feche o clipe de retenção.
- 9 Feche a câmara do analisador. (Consulte “Fechar a câmara do analisador” na página 170).

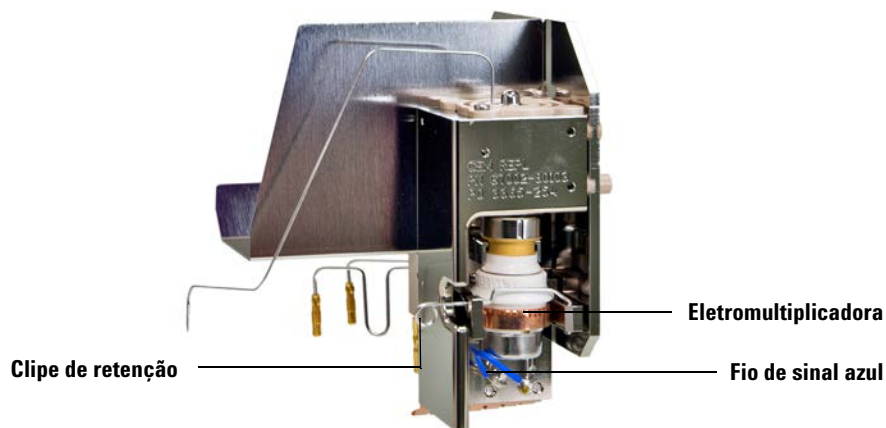


Figura 51 Substituição do conjunto da multiplicadora de elétrons em um detector da série II



Figura 52 Eletromultiplicadora

Fechar a câmara do analisador



Procedimento

- 1 Assegure-se de que todas as ligações elétricas internas do analisador estejam conectadas corretamente. A fiação não é a mesma para as duas fontes de EI e CI. (Consulte “[Conectar/Desconectar a fiação de XTR, SS e inerte de EI](#)” na página 147).

Verifique o o-ring da placa lateral.

Certifique-se de que ele está com uma camada *bem* fina de graxa de alto vácuo Apiezon L. Se não estiver bem seco, o o-ring talvez não resulte em uma vedação muito boa. Se o o-ring estiver brilhando, isto é sinal de que ele está com muita graxa. (Consulte o *[manual de resolução de problemas e de manutenção do MS da série 5977](#)* para ver as instruções de lubrificação).

CUIDADO

Não force a porta do analisador ao fechar, ou você pode danificar o quadrupolo.

- 2 Feche a placa lateral do analisador.
- 3 Certifique-se de que a válvula de quebrar vácuo/vent esteja fechada.
- 4 Se o hidrogênio ou outra substância inflamável ou tóxica forem usados para o gás de arraste, aperte *cuidadosamente* o parafuso superior na placa lateral do analisador.
- 5 Bombeie o MSD. (Consulte “[Gerar vácuo/Pump down o MS](#)” na página 112).

AVISO

O parafuso superior deve estar fixado caso o hidrogênio (ou outro gás perigoso) estiver sendo utilizado como gás de arraste do GC. No improvável caso de explosão, isso pode evitar que a placa lateral se abra.

CUIDADO

Não aperte demais o parafuso; isso pode causar vazamentos de gás ou evitar que a geração de vácuo/pump down seja bem-sucedida. Não utilize uma chave de fenda para apertar o parafuso.

- 6 Quando o MSD tiver passado pela geração bombeamento, feche a tampa esquerda do analisador e recoloque a tampa da janela.
- 7 Sintonize o MSD.



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

Impresso nos EUA, setembro de 2016



G7077-98027