

Série Agilent 5977C GC/MSD

Manual de operação



Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2023

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

Nº de peça do manual

G7077-98039

Edição

Segunda edição, junho de 2023

Impresso nos EUA

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

Garantia

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

Avisos de segurança

CUIDADO

O 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

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

Sobre este manual

Este manual contém informações para a operação e manutenção do detector seletivo de massa (MSD) da série 5977C da Agilent.

1 "Introdução"

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

2 "Instalar colunas de GC 8890"

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

3 "Instalar as colunas GC Intuvo 9000"

O Capítulo 3 mostra como instalar uma coluna Intuvo da Agilent, conectar o caminho do fluxo a partir do injetor mediante o guard chip, componentes do Bus e a coluna ao conjunto de tail do MS e manter o guard chip da coluna.

4 "Operação no modo de EI"

O capítulo 5 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 "Operação no modo de CI"

O capítulo 6 descreve tarefas adicionais necessárias para operar em modo CI.

6 "Manutenção geral"

O capítulo 7 descreve os procedimentos de manutenção comuns a ambos os instrumentos EI e CI.

7 "Manutenção de CI"

O capítulo 8 descreve os procedimentos de manutenção do MSDs CI.

Onde encontrar mais informações

Seu hardware e software são acompanhados de uma coleção abrangente de manuais, vídeos, aplicativos de usuário e ferramentas de desenvolvimento de métodos.

Para acessar a biblioteca de hardware do GC

- 1 Abra um navegador em um computador ou outro dispositivo que compartilhe o mesmo gateway do GC.
- 2 Insira esta URL `http://xxx.xxx.xxx.xxx/info`, na qual `xxx.xxx.xxx.xxx` é o endereço IP ou nome host do GC. Por exemplo, insira `http://10.1.1.101/info`.
- 3 Quando a tela **Página Principal de Ajuda & Informações do GC** abrir, selecione **Base de conhecimentos**, em seguida role pra baixo e selecione **PDFs do Manual de Usuário**.
- 4 Selecione o manual do GC da tela de **PDFs do Manual de Usuário**.



Para instalar a biblioteca de hardware de MS

Insira o cartão de memória na porta USB e siga as instruções.

A instalação pode ser feita por qualquer pessoa com autoridade para copiar informações para o computador de destino.



Para instalar a biblioteca de software

Insira o cartão de memória na porta USB e siga as instruções.

A instalação pode ser feita por qualquer pessoa com autoridade para copiar informações para o computador de destino.

Consulte o documento de início rápido do GC/MS 5977C com MassHunter da Agilent para obter informações sobre como encontrar e instalar a documentação disponível sobre esses USBs.

Índice

	Sobre este manual	3
	Onde encontrar mais informações	4
1	Introdução	
	Versão MSD Série 5977C	14
	Abreviações utilizadas	15
	MSD Série 5977C	17
	Descrição física	17
	Medidor de vácuo	18
	Descrição de hardware do MSD	19
	Avisos importantes de segurança	21
	Várias peças internas do MSD conduzem tensões perigosas	21
	A descarga eletrostática representa uma ameaça aos componentes eletrônicos do MSD	22
	Muitas peças ficam perigosamente quentes	22
	O recipiente de óleo sob a bomba de vácuo pode apresentar um risco de incêndio	23
	Segurança no Uso de Hidrogênio	24
	Precauções do GC	24
	Perigos exclusivos da operação do GC/MSD	25
	Acúmulo de hidrogênio em um MSD	25
	Precauções	27
	Certificações de segurança e regulamentação	30
	Informações	31
	Símbolos	31
	Compatibilidade eletromagnética	32
	Declaração de emissão sonora	32
	Uso pretendido	33

Limpeza/Reciclagem do produto	33
Derramamento acidental de líquido	33
Movimentação ou armazenamento do MSD	33
Substituir os fusíveis primários	34

2 Instalar colunas de GC 8890

Colunas	38
Condicionamento de colunas	39
Condicionando as anilhas	39
Dicas e sugestões	39
Instalar uma coluna capilar em um injetor Split/Splitless	41
Condicionar uma Coluna Capilar	44
Instalar uma coluna capilar na interface de GC/MSD usando a porca para coluna com autoajuste	45
Instalar uma coluna capilar na interface de GC/MSD utilizando uma porca de coluna padrão	51
Instalar o tip seal da interface de GC/MSD	55
A interface de GC/MSD para um GC da série 8890	57

3 Instalar as colunas GC Intuvo 9000

Colunas	60
Condicionamento de colunas	61
Dicas e sugestões	61
Substituir uma coluna de GC Intuvo	63
Substituição do anel de vedação do GC Intuvo 9000	68
Instalação de um Guard Chip ou de um Jumper Chip da coluna	70
Substituição da Tail do GC/MS 9000	74
Condicionar uma coluna capilar Intuvo	79

Instalar o tip seal da interface de GC/MSD **81**
A Interface de GC/MSD para um GC da Série 9000 **83**

4 Operação no modo de EI

Operação do detector espectrométrico de massas (MSD) pelo DS **86**
Configurar o MSD através da Interface Web (WUI) **87**
 Alterar as configurações de rede do MSD **87**
Leitura do mini visor do módulo eletrônico **90**
LED de status dos instrumentos no painel frontal **91**
Antes de ligar o MSD **92**
Bombeamento/Geração de Vácuo **94**
Controle de temperaturas **94**
Controle de fluxo de coluna **95**
Controle do fluxo de hidrogênio JetClean **95**
Quebrar o vácuo/Vent o MSD **96**
Visualizar a temperatura e o vácuo do MSD no tune manual **98**
Configurar monitores para o status de temperatura e de vácuo do MSD **100**
Definir as temperaturas do analisador pelo modo de exibição de controle de instrumento **104**
Definir a temperatura da interface GC/MSD pelo MassHunter **106**
Monitorar a pressão a alto vácuo **108**
Fazer tune do MSD no modo EI **110**
Definir o modo de operação para o sistema JetClean opcional **112**

Definir os parâmetros de JetClean para o modo somente limpeza **113**

Verificar o desempenho do sistema de EI **114**

Executar um teste de massa alta **115**

Abrir as coberturas/tampas do MSD **118**

Quebrar Vácuo/Vent o MSD **119**

Bombear o MSD **122**

5 Operação no modo de CI

Diretrizes gerais **126**

Tune automático de CI **127**

Operar o MSD CI **129**

Gerar vácuo no MSD em modo CI **130**

Configurar o software para operação de CI **131**

Operar o módulo de controle de fluxo de gás reagente **133**

Configurar o fluxo de gás metano como reagente **136**

Utilizar outros gases reagentes **139**

Executar um autotune de PCI (somente metano) **142**

Executar um autotune de NCI (gás metano como reagente) **144**

Verificar o desempenho do PCI **146**

Verificar o desempenho de NCI **147**

Monitorar a pressão de alto vácuo no modo CI **148**

6 Manutenção geral

Antes de iniciar **153**

Manutenção do sistema de vácuo **158**

Manutenção do analisador	159
Abrir a câmara do analisador	161
Remover a fonte EI HES	163
Conectar/Desconectar a fiação para a fonte de alta eficiência de EI	165
Desmontar a fonte EI HES	166
Limpar a fonte EI HES	169
Montar a fonte EI HES	172
Remover os filamentos da fonte EI HES	177
Instalar os filamentos da fonte de alta eficiência de EI	179
Instalar a fonte EI HES	180
Remover a fonte inerte ou HydroInert EI XTR, SS	181
Conectar/Desconectar a fiação das Fontes EI XTR, SS e Inerte	182
Conectar/Desconectar a fiação das fontes HydroInert EI	184
Desmontar a Fonte EI SS ou EI Inerte	186
Desmontar a fonte EI XTR	189
Desmontar a fonte HydroInert EI	192
Limpar uma fonte EI XTR, SS ou Inerte	195
Limpar a fonte HydroInerte EI	200
Montar uma fonte SS ou fonte inerte de EI	203
Montar a fonte de XTR de EI	206
Montar a fonte HydroInert EI	209
Substituir um filamento em uma fonte inerte ou HydroInert EI, XTR, SS	212

Instalar a fonte inerte ou HydroInert EI, XTR, SS **215**

Substituir a eletromultiplicadora **216**

Fechar a câmara do analisador **218**

7 Manutenção de CI

Informações gerais **222**

Configurar o MSD para operação de CI **222**

Alternar da fonte EI HES para a fonte CI **223**

Remova o radiador da fonte EI HES **224**

Conectar/Desconectar a fiação para a fonte de alta eficiência do radiador de EI **225**

Instalar o radiador da fonte CI **227**

Alternar entre a fonte CI e a fonte EI HES **229**

Remover o radiador da fonte CI **231**

Instalar o radiador da fonte EI HES **233**

Alternar entre a fonte XTR, SS ou EI inerte para a fonte CI **234**

Alternar da fonte CI para a fonte XTR, SS ou EI inerte **235**

Remover a fonte CI **236**

Conectar/Desconectar a fiação de um modelo que não é fonte de alta eficiência (HES) da fonte CI **238**

Conectar/Desconectar a fiação do modelo de fonte de alta eficiência de EI da fonte CI **240**

Desmontar a fonte CI **242**

Limpar a fonte CI **245**

Montar a fonte CI **248**

Remover o filamento da fonte CI **251**

Instalar o filamento da fonte de CI **253**

Instalar a fonte CI **254**

1

Introdução

Versão MSD Série 5977C	14
Abreviações utilizadas	15
MSD Série 5977C	17
Descrição de hardware do MSD	19
Avisos importantes de segurança	21
Segurança no Uso de Hidrogênio	24
Certificações de segurança e regulamentação	30
Uso pretendido	33
Limpeza/Reciclagem do produto	33
Derramamento acidental de líquido	33
Movimentação ou armazenamento do MSD	33
Substituir os fusíveis primários	34

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

Se estiver utilizando o *Cromatógrafo a gás Agilent Intuvo 9000* com o MSD, a ionização química (CI) não é suportada atualmente.

Versão MSD Série 5977C

Os MSDs da série 5977C estão equipados com uma bomba turbomolecular (turbo) e uma escolha entre três bombas foreline (Pfeiffer Duo, Pfeiffer MVP-070-3x, Agilent IDP-3 de 24V) ou uma bomba de difusão combinada com uma bomba foreline Pfeiffer Duo. Há três tipos de fontes de ionização por elétrons (EI) disponíveis no detector espectrométrico de massas (MSD) da série 5977C, 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). O sistema de ionização química (CI) 5977C opcional inclui uma fonte de íons de ionização química positiva/negativa (PCI/NCI), sistema de controle de fluxo de gás reagente, sistema de calibração de CI e outros recursos de hardware necessários. A etiqueta com o número de série exibe um número de produto, que indica o tipo de MSD. (Consulte **Tabela 1**.)

Tabela 1 Modelos do MSD disponíveis

Nome do modelo	Número do produto	Descrição	Modo de ionização/Tipo
Bomba dif. de MSD 5977C	G7080B	Bomba de difusão	EI/SS
Bomba turbo de MSD 5977C	G7081B	Bomba turbo	EI/SS
MSD 5977C Inerte + EI Turbo	G7077B	Bomba turbo	EI/XTR
MSD EI/CI 5977C	G7078B	Bomba turbo	EI/XTR CI (PCI/NCI)
MSD HES 5977C	G7079B	Bomba turbo	Fonte de alta eficiência de EI campo atualizável para CI

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)
CI	Ionização química
DA	Análise de dados
CC	Corrente contínua
DFTPP	Decafluortrifetilfosfina (solução de calibrante)
Dif.	Difusora
DIP	Probe de inserção direta
DS	Sistema de dados
EI	Ionização por elétrons
EM	Eletromultiplicadora (detector)
EMV	Tensão da eletromultiplicadora
EPC	Controle eletrônico de pressão
eV	Elétron-volt
GC	Cromatógrafo a gás
HED	Dínodo de alta energia (refere-se ao detector e sua fonte de alimentação)
HES	Fonte de alta eficiência. Nova geração de fonte EI construída de material inerte
Inerte	Fonte EI padrão construída de materiais inertes
Inerte+	Designação de modelo de MSD equipado com uma fonte de XTR de EI
id	Diâmetro interno
LAN	Rede de área local
LVDS	Sinalização de diferencial de baixa tensão

1 Introdução

Abreviações utilizadas

Tabela 2 Abreviações (continuação)

Abreviação	Definição
<i>m/z</i>	Razão massa/carga
MFC	Controlador de fluxo de massa
MSD	Detector seletivo de massas
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 EI Extratora

MSD Série 5977C

O MSD série 5977C é um sistema GC/MS quadrupolo simples para uso com GCs Agilent 8890 e 9000 Os recursos do MSD (Consulte **Tabela 3** na página 18):

- Um sistema JetClean opcional para limpeza da fonte de íons, no próprio local, sob vácuo
- Interface Web (WUI) para monitoramento local e operação do MSD
- Uma bomba de vácuo turbo com uma de três bombas primárias diferentes (Pfeiffer Duo, Pfeiffer MVP-070-3x, Agilent IDP-3 de 24V) ou uma bomba de vácuo de difusão com uma bomba primária Pfeiffer Duo
- Cinco tipos diferentes de fontes de íons disponíveis:
 - Fonte padrão em material SS
 - Fonte padrão em material inerte
 - Fonte XTR
 - HES
 - Fonte de CI (PCI/NCI)
- Os modelos 5977C equipados com bomba turbo, quando utilizados com um GC 8890, são atualizáveis em campo para os modos de CI (PCI/NCI). A atualização acrescenta uma fonte de CI, um radiador da fonte de CI para sistemas HES, um módulo de fluxo de CI com um MFC, tubulação e calibração de ajuste de CI.
- Filtro de massa quadrupolo hiperbólico independentemente aquecido por MSD
- Fonte de íons independentemente aquecida por MSD
- Díodo de alta energia EM
- Interface de GC/MSD independentemente aquecida por MSD

Descrição física

O espaço para acomodar o MSD Série 5977C 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 mecânica (vácuo) pesa 11 kg adicionais (bomba padrão) e normalmente fica localizada no piso atrás do MSD.

Os componentes básicos do instrumento são:

1 Introdução

Medidor de vácuo

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

Medidor de vácuo

O MSD pode ser equipado (ou adquirido) com um medidor de vácuo de íons. O software MassHunter GC/MS Acquisition da Agilent pode ser usado para ler a pressão (alto vácuo) no manifold do vácuo. A operação do controlador do medidor é descrita neste manual. O medidor é **necessário** para a operação de CI.

Tabela 3 Recursos do MSD Série 5977C

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
Diam. interno máximo da coluna	0,25 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)
Recursos CI [‡]	Não	Sim
Fontes de íons inertes disponíveis	Sim	Sim
Compatibilidade com GC	9000 e 8890	9000 e 8890
Bombas mecânicas disponíveis	Pfeiffer Duo	Pfeiffer Duo, Pfeiffer MVP-070-3x, Agilent IDP-3 de 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.

‡ Modelos de bomba turbo são atualizáveis em campo para CI.

** Sonda de inserção direta.

Descrição de hardware do MSD

O MSD Agilent 5977C pode ser combinado com um dos diversos GCs Agilent (Consulte a **Figura 1**).

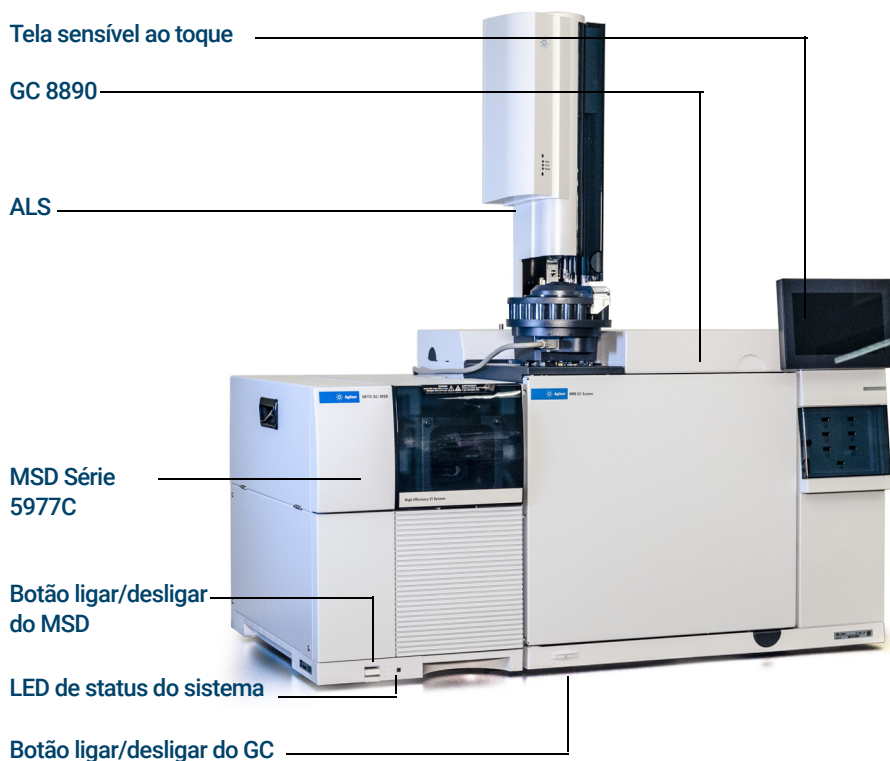


Figura 1. Sistema GC/MSD série 5977C exibido com um GC Agilent 8890

Neste manual, o termo "MSD CI" refere-se ao MSD G7078B ou aos modelos G7077B, G7079B e G7081B, os quais foram atualizados em campo para operação de CI. Também se aplica, salvo indicação em contrário, aos módulos de fluxo para estes instrumentos.

1 Introdução

Descrição de hardware do MSD

A atualização de hardware de CI permite que o MSD produza um espectro de CI de alta qualidade e clássico, que inclui íon aduto molecular. Uma variedade de gases reagentes pode ser utilizada. (Consulte o **Capítulo 5**, "Operação no modo de CI" na **página 125**.)

A atualização em campo do sistema CI da série 5977C acrescenta o seguinte ao MSD da série 5977C:

- Interface EI/CI GC/MSD
- Opção de JetClean que compartilha o mesmo sistema do controlador de fluxo de massa (MFC) de EI/CI da interface de GC/MSD
- Fonte CI com o novo tip seal de interface comum, que também pode ser utilizado com uma fonte EI XTR ou HES.
- MFC de gás reagente
- Fornecimento de energia bipolar HED para PCI e operação NCI

Um purificador de gás de metano/isobutano é fornecido e é **necessário**. Ele remove os compostos de oxigênio, água, hidrocarbonetos e enxofre.

Um controlador do medidor de alto vácuo (G3397B) está integrado no sistema. É **necessária** a sua utilização para CI e é recomendado também para EI.

O sistema de CI foi otimizado para atingir a pressão de fonte CI relativamente alta requerida pela CI, enquanto ainda mantém o alto vácuo no quadrupolo e no detector. Vedações especiais ao longo do trajeto de fluxo do gás reagente e aberturas muito pequenas na fonte de íons mantêm os gases de fonte no volume de ionização por tempo suficiente para que as reações adequadas possam ocorrer.

A interface CI tem uma tubulação especial para o gás reagente. Um tip seal com mecanismo de mola se encaixa sobre a extremidade da fonte de íons da interface de GC/MSD.

Alternar entre as fontes CI e EI dura menos de uma hora, embora uma espera de uma a duas horas seja necessária para purgar as linhas de gás reagente e aquecer para eliminar água e outros contaminantes.

Avisos importantes de segurança

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

Várias 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 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, o injetor 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.

1 Introdução

A descarga eletrostática representa uma ameaça aos componentes eletrônicos do MSD

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 são as seguintes, embora não se limitem a elas:

- 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 de GC/MSD ou o detector do GC
- Detector do GC
- Caixa de válvulas do GC
- Bomba foreline/mecânica
- Bomba de difusão
- Fonte de íons MSD aquecida, interface de GC/MSD e 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.

1 Introdução

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

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:

- Ventile a área de trabalho
- Use luvas longas, óculos de proteção e uma máscara cobrindo o nariz e a boca para evitar a inalação de poeira e vapor
- Descarte o isolamento em uma sacola de plástico vedada
- Lave 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 no Uso de Hidrogênio

AVISO

O uso de hidrogênio (H₂) como gás de arraste do GC, gás de detector de combustível ou sistema JetClean opcional, é potencialmente perigoso.

AVISO

Quando for usar o hidrogênio (H₂) 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 um gás de arraste do GC comumente usado, um gás de combustível de detector e um gás de limpeza reativa para o sistema JetClean opcional. 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 tampa plástica grande redonda da interface de GC/MSD localizada no painel lateral esquerdo do GC. Na improvável ocorrência de uma explosão, essa cobertura poderá ser deslocada.

1 Introdução

Perigos exclusivos da operação do GC/MSD

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.

AVISO

O MSD não consegue detectar vazamentos nas válvulas para o sistema JetClean opcional. É possível que o hidrogênio possa vazar para o MSD a partir deste sistema de limpeza. Sempre desligue o sistema JetClean, feche a válvula de retenção manual de hidrogênio para o JetClean MFC e faça um bom vácuo antes da quebra de vácuo do MSD.

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.**) Esses mecanismos se aplicam a *todos* os espectrômetros de massa, incluindo o MSD.

Tabela 4 Mecanismos de acúmulo de hidrogênio

Mecanismo	Resultados
Espectrômetro de massa 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 mecânica. Entretanto, se este recurso falhar, o hidrogênio poderá se acumular lentamente no espectrômetro de massa.

1 Introdução

Acúmulo de hidrogênio em um MSD

Tabela 4 Mecanismos de acúmulo de hidrogênio (continuação)

Mecanismo	Resultados
Válvulas de retenção automatizadas do MS fechadas	Os espectrômetros de massas estão equipados com válvulas de retenção automatizadas para o vial de calibração, o sistema JetClean opcional e os gases reagentes. Uma ação deliberada do operador ou várias falhas podem fazer com que as válvulas de retenção se fechem. O fechamento das válvulas de retenção não corta o fluxo do gás de arraste. Como resultado, o hidrogênio pode se acumular lentamente no espectrômetro de massa.
Válvulas de retenção automatizadas do espectrômetro de massa fechadas	Alguns espectrômetros de massa estão equipados com válvulas de retenção de bombas de difusão automatizadas. Nesses instrumentos, uma ação deliberada do operador ou várias falhas podem fazer com que as válvulas de retenção se fechem. O fechamento das válvulas de retenção não corta o fluxo do gás de arraste. Como resultado, o hidrogênio pode se acumular lentamente no espectrômetro de massa. Se o cabo LVDS estiver conectado corretamente entre o MS e o GC, o gás de arraste deve desligar automaticamente com o desligamento do MS.
Válvulas de retenção manuais do espectrômetro de massa fechadas	Alguns espectrômetros de massa estão equipados com válvulas manuais de retenção de bombas de difusão. Nesses instrumentos, o operador pode fechar as válvulas de retenção. O fechamento das válvulas de retenção 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 8890 ou 9000 equipado com Controle Eletrônico de Pressão (EPC) for desligado, o EPC interromperá 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 espectrômetro 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

Uma vez 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 a gerar vácuo por si só. Isso não garante que todo o hidrogênio tenha sido removido do sistema ou que não haja perigo de explosão.

Precauções

Tome as seguintes precauções ao operar um sistema GC/MSD com gás de arraste de hidrogênio ou ao usar o MSD com a opção JetClean, a qual fornece hidrogênio de um MFC localizado em um MSD.

AVISO

Você deve remover a cobertura/tampa de plástico sobre a janela de vidro, na frente de um MSD Série 5977C. 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 ar.

AVISO

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

AVISO

Se o hidrogênio for conectado a qualquer conexão no GC ou MS:

- O suprimento de hidrogênio na entrada de conexão do sistema (como do cilindro de gás hidrogênio, do gerador de hidrogênio ou de outro suprimento de gás hidrogênio), deve ser desligado quando o sistema for desligado/ventilado.
- Durante o processo de ventilação é importante abrir a válvula de quebra de vácuo manual.
- Antes de efetuar o bombeamento do sistema MS: Abra a(s) porta(s) do analisador/placa lateral no mínimo 45 graus e durante 10 minutos antes de ligar o sistema, a fim de iniciar o processo de geração de vácuo. Isto evita acúmulos de hidrogênio dentro do analisador MS antes de o MS ligar em casos de vazamento de hidrogênio.

AVISO

Fluxo de gás MS:

Nunca ultrapasse 50 mL/min de fluxo de H₂/metano total para o MS, incluindo coluna e/ou reagente gasoso.

AVISO

Bombas de vácuo:

- Use somente bombas de vácuo autorizadas pela Agilent.
- As bombas Agilent IDP devem ser adquiridas com a Agilent com part numbers de GC/MS (por ex. part numbers começam com "G") o que significa que seu uso é compatível com sistemas de GC/MS Agilent. As bombas encomendadas diretamente pela divisão Agilent Vacuum ou por outro fornecedor podem não ter o lastro de gás correto.
- As bombas Agilent IDP devem ser equipadas com a válvula de entrada fornecida que irá fechar em caso de falta de energia.
- As bombas Pfeiffer Duo e MVP devem ser operadas com lastro de gás fechado com os sistemas Agilent GC/MS.
- As bombas Edwards RV5 devem ser operadas com lastro de gás fechado com os sistemas Agilent GC/MS.

AVISO

Configuração do GC:

- Certifique-se de que o hidrogênio esteja configurado na firmware para todos os canais de gás que utilizam hidrogênio. Um EPC que não estiver configurado para hidrogênio quando houver uso de hidrogênio poderá prejudicar a parte de segurança do hidrogênio do GC.
- Certifique-se de que todas as conexões de coluna estejam configuradas corretamente no firmware do GC, principalmente para qualquer conexão ao sistema MS.
- Quando disponível, certifique-se de que o cabo LVDS esteja conectado ao GC. Isso informa ao GC para desligar o gás de arraste se o MS apresentar falhas na bomba ou for desligado.

Precauções laboratoriais gerais

- Evite vazamentos nas linhas de gás de arraste. Use equipamento de verificação de vazamentos, para verificar periodicamente vazamentos de hidrogênio.

1 Introdução

Precauções

- 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 e qualquer outro suprimento de gás toda vez que desligar o GC ou o MSD. O fornecimento deve ser desligado na fonte de fornecimento de gás.
- 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 quebra de vácuo 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 o manifold de vácuo do MSD para a atmosfera.
 - 6 Espere, pelo menos, 10 minutos, para permitir que o hidrogênio se dissipe.
 - 7 Inicie o GC e o MSD, normalmente.


Ao utilizar gás 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. Certifique se a exaustão da bomba mecânica e as ventilações da porta de injeção do GC estão direcionadas para uma coifa/capela.

Certificações de segurança e regulamentação

O MSD Série 5977C 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 Série 5977C 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.



Declaração de EMC da Coreia do Sul

Este equipamento foi avaliado quanto a sua adequação de uso em ambientes comerciais. Quando utilizado em ambientes domésticos, há risco de radiointerferência.

사용자안내문

이 기기는 업무용 환경에서 사용할 목적으로 적합성평가를 받은 기기로서 가정용 환

경에서 사용하는 경우 전파간섭의 우려가 있습니다 .

※ 사용자 안내문은 " 업무용 방송통신기자재 " 에만 적용한다 .

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

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

Informações

O MSD da série 5977C 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.



1 Introdução

Compatibilidade eletromagnética

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.

A Agilent recomenda que você guarde a embalagem original na qual veio o produto para que ela possa ser usada a fim de garantir a segurança na movimentação e transporte futuro de seu produto. Caso precise descartar alguma parte da embalagem, recomendamos que siga as regulamentações locais sobre o descarte de resíduos para garantir que a maior parte do material seja reciclada e desviada de depósitos de lixo ou incineração. Para obter mais orientações, consulte as autoridades locais relacionadas ao descarte de resíduos.

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 mecânica.



Procedimento

- 1 Faça quebra de vácuo/Vent 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

Se você estiver usando hidrogênio como gás de arraste ou para o sistema JetClean, o fluxo de gás de hidrogênio deve estar desativado antes de desligar a alimentação do MSD. Se a bomba mecânica estiver desligada, haverá acúmulo de hidrogênio no MSD, o que pode causar uma explosão. Leia "[Segurança no Uso de Hidrogênio](#)" na página 24 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 acionados por mola. (Consulte **Figura 2** na página 35.)
- 3 Remova o fusível antigo do porta-fusível.
- 4 Instale um novo fusível no porta-fusível.
- 5 Reinstale o porta-fusível.

1 Introdução

Substituir os fusíveis primários

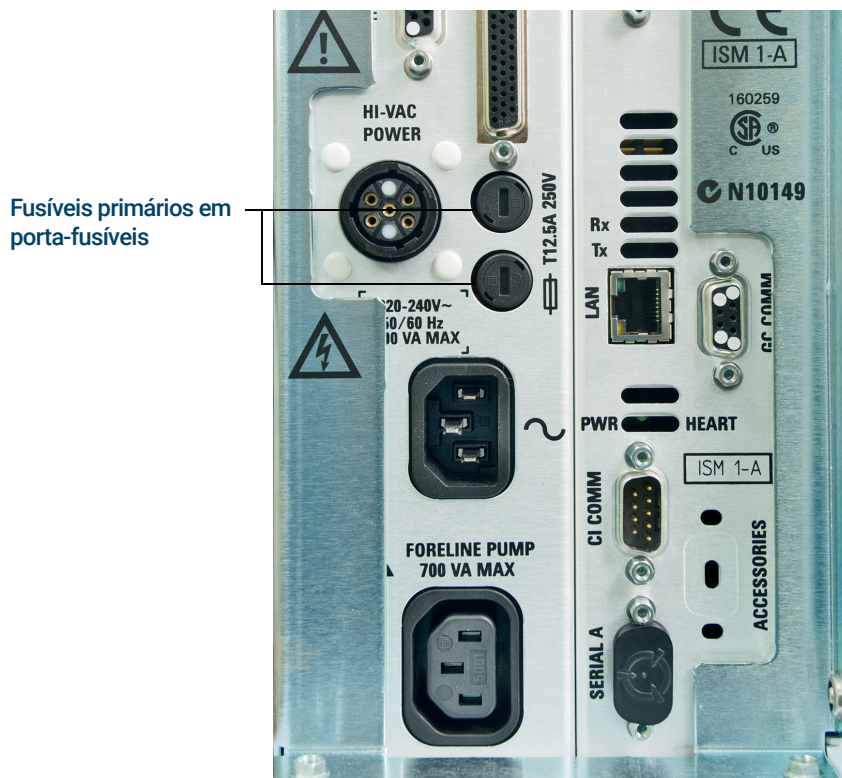


Figura 2. Fusíveis primários

- 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 Inicie o vácuo (pumpdown) do MSD.

1 Introdução

Substituir os fusíveis primários

2

Instalar colunas de GC 8890

Colunas 38

Instalar uma coluna capilar em um injetor Split/Splitless 41

Condicionar uma Coluna Capilar 44

Instalar uma coluna capilar na interface de GC/MSD usando a porca para coluna com autoajuste 45

Instalar uma coluna capilar na interface de GC/MSD utilizando uma porca de coluna padrão 51

Instalar o tip seal da interface de GC/MSD 55

A interface de GC/MSD para um GC da série 8890 57

Antes de operar o sistema GC/MSD, você deve selecionar, instalar e condicionar uma coluna do GC. Este capítulo mostrará como 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. Utilize o software Flow Calculation e a **Tabela 5** para determinar se dada coluna fornecerá um fluxo aceitável com pressão realista no início da coluna.

Tabela 5 Fluxos de gás

Recurso	Fluxos de gás	
	Difusora	Turbo
Bomba de alto vácuo	Difusora	Turbo
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
Diam. interno máximo da coluna	0,53 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)
Recursos CI	Não	Sim
Fluxos do reagente de CI, mL/min	NA	1 a 2
Fluxo de H ₂ do JetClean opcional	NA	0,4 mL/min

* Total de fluxo de gás no MSD: fluxo de coluna + fluxo de gás de reação (se aplicável) + fluxo de H₂ do JetClean (se aplicável). Baseado na utilização de gás hélio. Para outros gases, o fluxo máximo variará.

† Degradação esperada de desempenho e sensibilidade espectral.

Condicionamento de colunas

É essencial que uma coluna seja condicionada antes de ser conectada à interface de GC/MSD. (Consulte "**Condicionar uma Coluna Capilar**" na página 44.)

Uma pequena porção da fase estacionária de coluna capilar é geralmente arrastada 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 fracamente ligadas. 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 de 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 5977C 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 para coluna com autoajuste.
- Utilize sempre luvas limpas ao manipular colunas, especialmente a extremidade que será inserida na interface de GC/MSD.

2 Instalar colunas de GC 8890

Dicas e sugestões

AVISO

Se você estiver usando hidrogênio como gás de arraste ou para o sistema JetClean, o fluxo de gás de hidrogênio deve estar desativado antes de desligar a alimentação do MSD. Se a bomba mecânica estiver desligada, haverá acúmulo de hidrogênio no MSD, o que pode causar uma explosão. Leia "[Segurança no Uso de Hidrogênio](#)" na página 24 antes de operar o MSD com gás de hidrogênio.

AVISO

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

2 Instalar colunas de GC 8890

Instalar uma coluna capilar em um injetor Split/Splitless

Instalar uma coluna capilar em um injetor Split/Splitless

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 da coluna do injetor (5181-8830 para GCs Agilent 9000 ou 8890)
- 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.

2 Instalar colunas de GC 8890

Instalar uma coluna capilar em um injetor Split/Splitless



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.

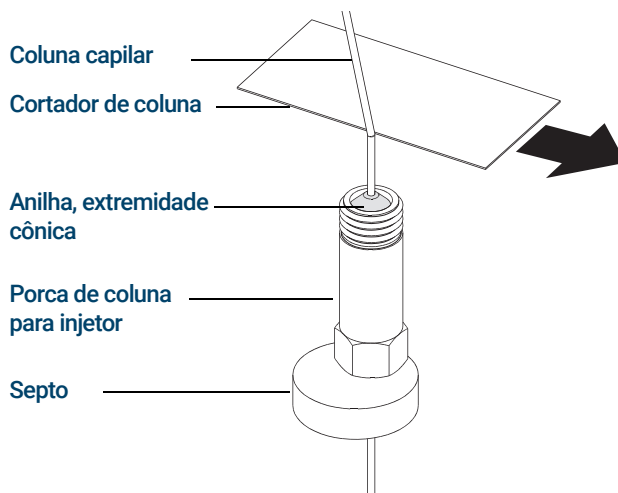


Figura 3. Preparação de uma coluna capilar para instalação

- 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**.)

2 Instalar colunas de GC 8890

Instalar uma coluna capilar em um injetor Split/Splitless

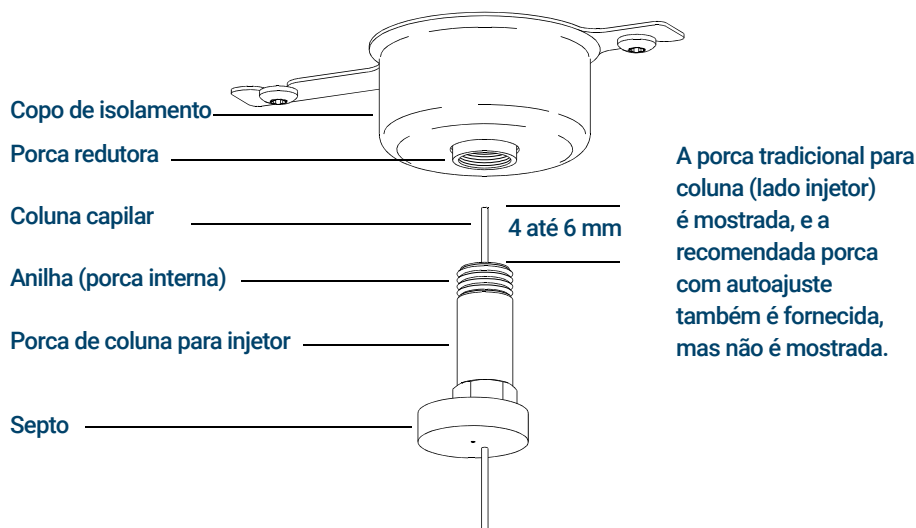


Figura 4. Instalação de coluna capilar para um injetor split/splitless

- 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 Split/Splitless**" na página 41.)
- 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 de GC/MSD, 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 de GC/MSD. (Consulte "**Instalar uma coluna capilar na interface de GC/MSD usando a porca para coluna com autoajuste**" na página 45.)

2 Instalar colunas de GC 8890

Instalar uma coluna capilar na interface de GC/MSD usando a porca para coluna com autoajuste

Instalar uma coluna capilar na interface de GC/MSD usando a porca para coluna com autoajuste

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

Materiais necessários

- Vedação (tip seal) da interface (G3870-20542) (Consulte a **Figura 6** na página 48.) (Não usado com fonte EI SS ou Inerte)
- Retentor do tip seal serrilhado (G3870-20547) (Não usado com fonte EI SS ou Inerte)
- Mola do tip seal (G7005-20024) (Não usada com fonte EI SS ou Inerte)
- Cortador de coluna, cerâmica (5181-8836) ou diamante (5183-4620)
- Lanterna
- Lupa
- Luvas limpas
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Porca para coluna com autoajuste para interface de GC\MSD (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

2 Instalar colunas de GC 8890

Instalar uma coluna capilar na interface de GC/MSD usando a porca para coluna com autoajuste



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 de GC/MSD 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 44.)

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 Faça quebra de vácuo/Vent do MSD e abra a câmara do analisador. (Consulte "[Quebrar Vácuo/Vent o MSD](#)" na página 119 e "[Abrir a câmara do analisador](#)" na página 161.) Certifique-se de ver a extremidade da interface de GC/MSD.

AVISO

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

- 3 Se instalado, remova o tip seal da interface, a mola e o retentor do tip seal serrilhado da extremidade da interface de GC/MSD.
- 4 Deslize uma porca de interface e uma anilha condicionada na extremidade livre da coluna do GC. A extremidade cônica da anilha deve apontar em direção à porca.
- 5 Deslize a coluna na interface de GC/MSD.

CUIDADO

Não quebre a coluna dentro do manifold do vácuo. As peças da coluna podem cair ou ser puxadas para a bomba turbo e danificá-la.

- 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.

2 Instalar colunas de GC 8890

Instalar uma coluna capilar na interface de GC/MSD usando a porca para coluna com autoajuste

- 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 interface de GC/MSD.

Para uma instalação de XTR, SS ou fonte inerte de EI ou fonte CI (consulte a **Figura 5**), a coluna se estende cerca de 1 mm do tubo guia da coluna.

Para uma instalação de fonte de alta eficiência de EI (consulte a **Figura 6**), a coluna se estende cerca de 4 a 5 mm do tubo guia da coluna.

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/MSD em uma fonte EI EXT, SS, Inerte ou CI

2 Instalar colunas de GC 8890

Instalar uma coluna capilar na interface de GC/MSD usando a porca para coluna com autoajuste



Figura 6. Instalação de uma coluna capilar na interface de GC/MSD para uma fonte de alta eficiência de EI

- 11 Aperte a porca com a mão. (Consulte **Figura 7.**) 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. Instalação de uma coluna capilar na interface de GC/MSD

2 Instalar colunas de GC 8890

Instalar uma coluna capilar na interface de GC/MSD usando a porca para coluna com autoajuste

CUIDADO

Cuidado ao colocar o tip seal na interface de GC/MSD para evitar danificar a coluna.

- 14** Instale a mola, o tip seal e o retentor do tip seal serrilhado na interface de GC/MSD. (Consulte "**Instalar o tip seal da interface de GC/MSD**" na página 55.) Não use a vedação da ponta (tip seal), a mola e o retentor da vedação da ponta (tip seal) serrilhado com fonte de SS ou inerte de EI. O soquete da interface dessas fontes não permite o encaixe da instalação do tip seal. (Consulte **Figura 56** na página 187.)

CUIDADO

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

2 Instalar colunas de GC 8890

Instalar uma coluna capilar na interface de GC/MSD usando a porca para coluna com autoajuste

15 Cuidadosamente confira o alinhamento da fonte de íons e o "tip seal" 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 tip seal da interface.

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 218.)

2 Instalar colunas de GC 8890

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

Instalar uma coluna capilar na interface de GC/MSD 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 de GC/MSD: A porca para coluna padrão é explicada aqui e a porca para coluna com autoajuste é explicada em "**Instalar uma coluna capilar na interface de GC/MSD usando a porca para coluna com autoajuste**" na página 45.

Materiais necessários

- Vedação da ponta (tip seal) da interface (G3870-20542) (Consulte a **Figura 5** na página 47 e a **Figura 6** na página 48.) (Não usado com fonte EI SS ou Inerte)
- Retentor do tip seal serrilhado (G3870-20547) (Não usado com fonte EI SS ou Inerte)
- Mola do tip seal (G7005-20024) (Não usada com SS ou fonte inerte EI 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)

2 Instalar colunas de GC 8890

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



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 de GC/MSD 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 44.)

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 Faça quebra de vácuo/Vent do MSD e abra a câmara do analisador. (Consulte "**Quebrar Vácuo/Vent o MSD**" na página 119 e "**Abrir a câmara do analisador**" na página 161.) Certifique-se de ver a extremidade da interface de GC/MSD.

AVISO

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

- 3 Se instalado, remova o retentor do tip seal serrilhado, o tip seal da interface e a mola da extremidade da interface de GC/MSD.
- 4 Deslize uma porca de interface e uma anilha condicionada na extremidade livre da coluna do GC. A extremidade cônica da anilha deve apontar em direção à porca.
- 5 Deslize a coluna na interface de GC/MSD.

CUIDADO

Não quebre a coluna dentro do manifold do vácuo. As peças da coluna podem cair ou ser puxadas para a bomba turbo e danificá-la.

- 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.

2 Instalar colunas de GC 8890

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

- 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, SS, Inerte ou CI** (consulte a **Figura 5** na página 47), a coluna se estende por cerca de 1 mm.
 - **Para uma instalação de fonte de alta eficiência de EI** (consulte a **Figura 6** na página 48), 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 de GC/MSD para evitar danificar a coluna.

- 15 Instale a mola, o tip seal e o retentor do tip seal serrilhado na interface de GC/MSD. (Consulte "**Instalar o tip seal da interface de GC/MSD**" na página 55.) Não use a vedação da ponta (tip seal), a mola e o retentor da vedação da ponta (tip seal) serrilhado com fonte de SS ou inerte de EI. O soquete da interface dessas fontes não permite o encaixe da instalação do tip seal. (Consulte **Figura 56** na página 187.)

CUIDADO

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

2 Instalar colunas de GC 8890

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

16 Cuidadosamente confira o alinhamento da fonte de íons e o "tip seal" 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 tip seal da interface.

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 218.)

2 Instalar colunas de GC 8890

Instalar o tip seal da interface de GC/MSD

Instalar o tip seal da interface de GC/MSD

Materiais necessários

- Tip seal da interface (G3870-20542)
- Mola do "Tip Seal" (G7005-20024)
- Retentor do tip seal serrilhado (G3870-20547)

O "Tip Seal" da interface deve ser colocado para a fonte CI, para fonte EI XTR e para a fonte HES. O tip seal da interface, a mola e o retentor do tip seal serrilhado não são usados com fonte de SS ou inerte de EI.

- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande 8650-0030
 - Tamanho pequeno 8650-0029

CUIDADO

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

CUIDADO

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



Procedimento

- 1 Verifique se a fonte CI, a fonte de EI XTR ou HES está instalada. Esta vedação da ponta (tip seal) e sua mola não devem estar instalados quando uma fonte de SS ou uma fonte inerte de EI estiverem instaladas (Consulte a **Figura 8** na página 56).
- 2 Remova o tip seal da interface, a mola, o retentor da porca serrilhada da caixa de armazenamento da fonte de íons. Nesta ordem, deslize a mola, o tip seal e o retentor do tip seal serrilhado sobre o tubo de saída da coluna.

2 Instalar colunas de GC 8890

Instalar o tip seal da interface de GC/MSD

- 3 Rosqueie, com aperto manual, o retentor do tip seal serrilhado na base do tip seal.

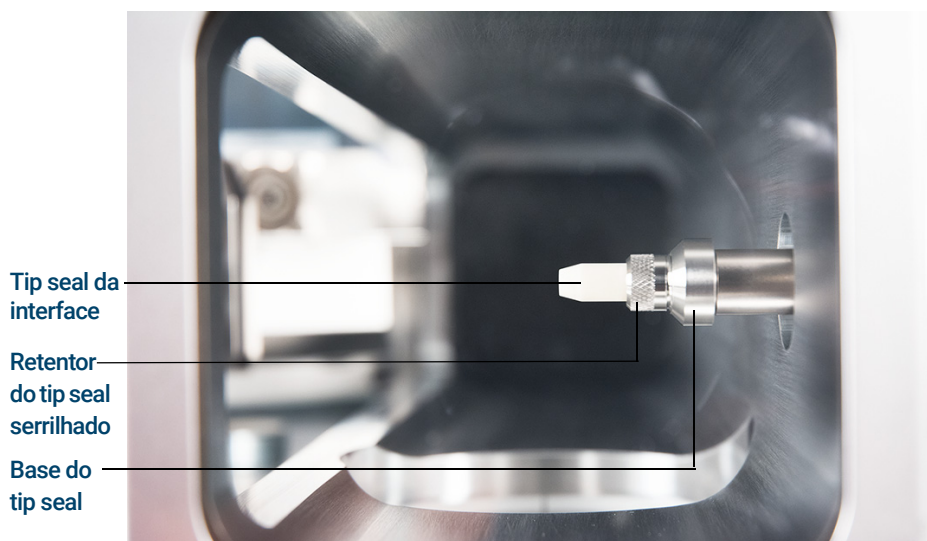


Figura 8. Tip seal da interface

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.

- 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 do tip seal da interface.
- 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.

2 Instalar colunas de GC 8890

A interface de GC/MSD para um GC da série 8890

A interface de GC/MSD para um GC da série 8890

A interface de GC/MSD é um condutor aquecido dentro do MSD para a coluna capilar. (Consulte **Figura 9.**) 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.

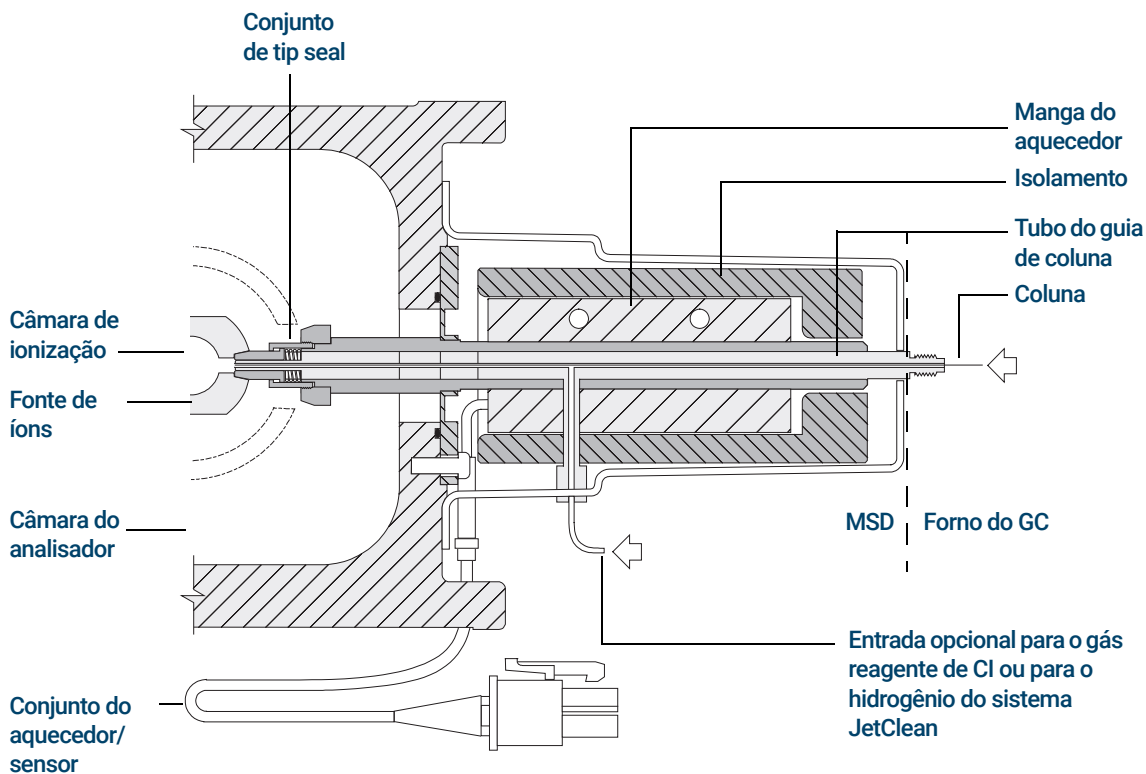


Figura 9. Interface de GC/MSD para GC 8890 com fontes XTR, fonte de alta eficiência EI e CI

2 Instalar colunas de GC 8890

A interface de GC/MSD para um GC da série 8890

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

A interface de GC/MSD pode ser usada com fontes EI ou CI. As fontes de XTR, fonte de alta eficiência EI e as fontes CI precisam de um conjunto de tip seal. O tip seal, a mola e o retentor do tip seal serrilhado interferem com, e devem ser removidos ao usar, a fonte de SS e fonte inerte de EI.

(Consulte "**Instalar uma coluna capilar na interface de GC/MSD usando a porca para coluna com autoajuste**" na página 45 e "**Instalar uma coluna capilar na interface de GC/MSD utilizando uma porca de coluna padrão**" na página 51.)

AVISO

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

3

Instalar as colunas GC Intuvo 9000

Colunas 60

Substituir uma coluna de GC Intuvo 63

Substituição do anel de vedação do GC Intuvo 9000 68

Instalação de um Guard Chip ou de um Jumper Chip da coluna 70

Substituição da Tail do GC/MS 9000 74

Instalar o tip seal da interface de GC/MSD 81

A Interface de GC/MSD para um GC da Série 9000 83

Este capítulo mostra como instalar uma coluna Intuvo da Agilent, conectar o caminho de fluxo a partir do injetor mediante o guard chip, componentes do Bus e a coluna ao conjunto da Tail do MS e manter o guard chip da coluna.

Se estiver utilizando o *Cromatógrafo a gás Agilent Intuvo 9000* com o MSD, a ionização química (CI) não é suportada atualmente. O sistema JetClean da Agilent é suportado.

3 Instalar as colunas GC Intuvo 9000

Colunas

Colunas

Muitos tipos de colunas de GC Intuvo 9000 podem ser usados 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 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 e também consulte .

Tabela 6 Fluxos de gás

Recurso	Fluxos de gás	
Bomba de alto vácuo	Difusora	Turbo
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
Diam. interno máximo da coluna	0,53 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)
Fluxo de H ₂ do JetClean opcional	NA	0,4 mL/min

* Total de fluxo de gás no MSD: fluxo de coluna + fluxo de gás de reação (se aplicável) + fluxo de H₂ do JetClean (se aplicável). Baseado na utilização de gás hélio. Para outros gases, o fluxo máximo variará.

† Degradação esperada de desempenho e sensibilidade espectral.

Condicionamento de colunas

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

Uma pequena porção da fase estacionária de coluna capilar é geralmente arrastada 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 em colunas deficientemente ligadas. 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 de GC/MSD. (Consulte "[Condicionar uma coluna capilar Intuvo](#)" na página 79.)

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

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 mecânica estiver desligada, haverá acúmulo de hidrogênio no MSD, o que pode causar uma explosão. Leia "[Segurança no Uso de Hidrogênio](#)" na página 24 antes de operar o MSD com gás de hidrogênio.

3 Instalar as colunas GC Intuvo 9000

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

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 de engate rápido 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 de engate rápido 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 de engate rápido.
- 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.

3 Instalar as colunas GC Intuvo 9000

Substituir uma coluna de GC 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, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (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 MSD (consulte "**Quebrar Vácuo/Vent o MSD**" na página 119.)

3 Instalar as colunas GC Intuvo 9000

Substituir uma coluna de GC Intuvo

- 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 MSD.
- 4 Abra a porta frontal do GC. (Consulte **Figura 10**.)
- 5 Abra e remova a porta do conjunto (Bus) levantando-a verticalmente dos pinos de dobradiça.
- 6 Abaixe a porta do forno.

3 Instalar as colunas GC Intuvo 9000

Substituir uma coluna de GC Intuvo



Figura 10. Porta frontal, porta do conjunto (Bus), porta do forno e torquímetro do Intuvo do GC 9000

3 Instalar as colunas GC Intuvo 9000

Substituir uma coluna de GC Intuvo

- 7 Quando usar a chave de torque Intuvo, gire todos os quatro grampos liberando o anel retedor da coluna. (Consulte [Figura 11.](#))

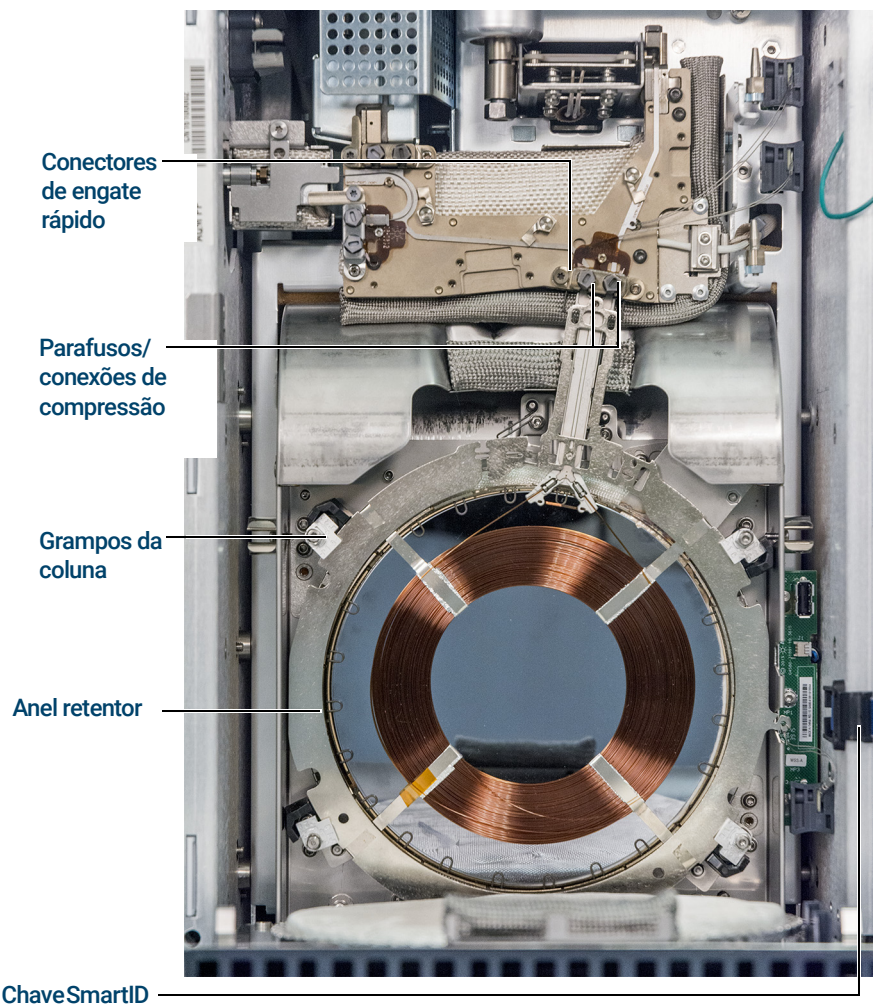


Figura 11. A coluna GC 9000 e as respectivas peças

- 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 de engate rápido da coluna ao conjunto (Bus) e armazene para uso posterior.

3 Instalar as colunas GC Intuvo 9000

Substituir uma coluna de GC Intuvo

- 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 68.)
- 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 de coluna de engate rápido 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 engate rápido 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 de 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, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (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 chips do injetor ou detector. 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.

3 Instalar as colunas GC Intuvo 9000

Substituição do anel de vedação do GC Intuvo 9000

- 4 Insira cuidadosamente os lóbulos do anel de vedação arredondados na conexão de engate rápido 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 engate rápido do conjunto (Bus).

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

3 Instalar as colunas GC Intuvo 9000

Instalação de um Guard Chip ou de um Jumper Chip 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, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Pinça (8710-2460)
- Guard Chip Intuvo para injetor Split/Splitless, 2/pk (G4587-60565)
- Guard Chip Intuvo para injetor Multimodo, 2/pk (G4587-60665)
- Chip Jumper Intuvo para injetor Split/Splitless, 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.

3 Instalar as colunas GC Intuvo 9000

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

- 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 °C e configura o GC. Siga as solicitações na tela do GC.
- 2 Utilizando o MassHunter Data Acquisition, faça quebra de vácuo/Vent do MSD (consulte "**Quebrar Vácuo/Vent o MSD**" na página 119.)
- 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 MSD.
- 5 Remova o amostrador ALS do injetor se ele estiver instalado.
- 6 Remova a tampa do injetor. (Consulte **Figura 12.**)

Tampa do injetor do GC removida

Placa de acesso dos parafusos de compressão

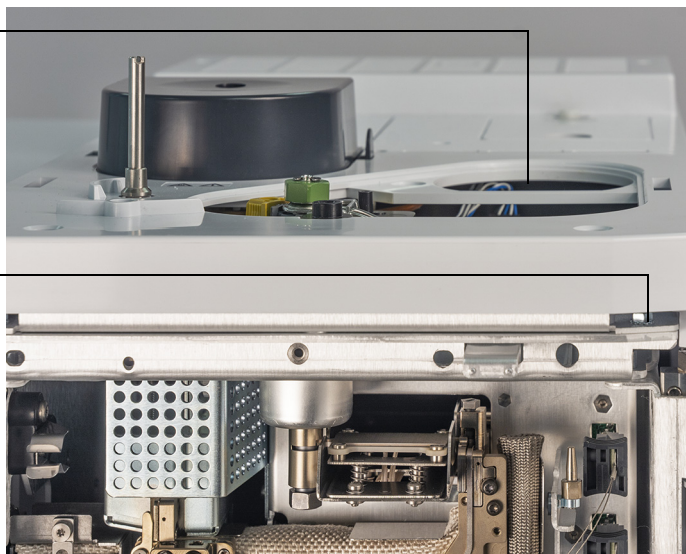


Figura 12. Tampa do injetor do GC e placa de acesso dos parafusos de compressão

- 7 Abra a porta frontal do GC.
- 8 Abra e remova a porta do conjunto (Bus) levantando-a verticalmente dos pinos de dobradiça.

3 Instalar as colunas GC Intuvo 9000

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

- 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.
(Consulte **Figura 13** na página 72.)

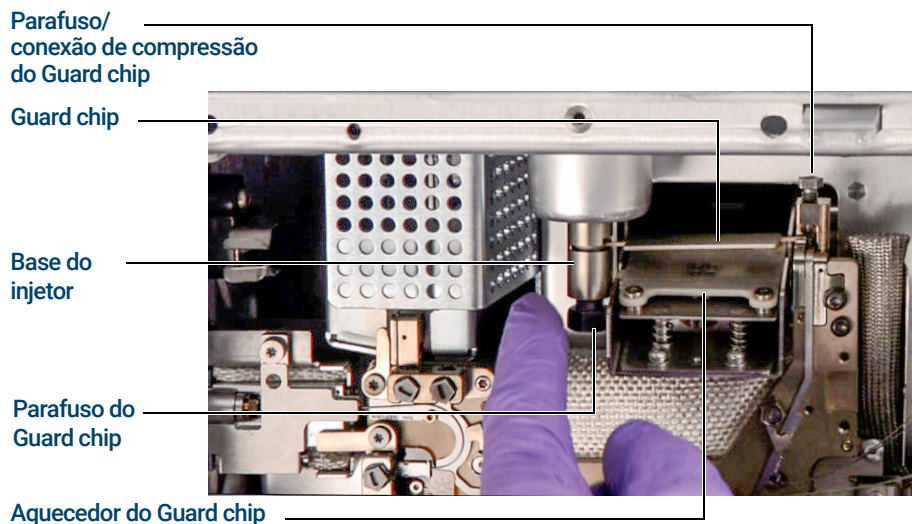


Figura 13. Guard chip e as respectivas peças

- 10 Use uma chave de boca aberta 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.

3 Instalar as colunas GC Intuvo 9000

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

- 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 de 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 Tail do GC/MS 9000

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

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (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 HES (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.

3 Instalar as colunas GC Intuvo 9000

Substituição da Tail do GC/MS 9000

- 1 Faça quebra de vácuo/Vent do MSD (Consulte "**Quebrar Vácuo/Vent o MSD**" na página 119.) 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 MSD.
- 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 161.)
- 5 Se houver, desaperte o retentor do tip seal serrilhado e remova o tip seal e a mola da interface da interface de GC/MSD. (Consulte "**Tip seal da interface de GC/MSD**" na página 82.)
- 6 Certifique-se de que o MSD está alinhado corretamente com o GC. Se o GC e o MSD não estiverem alinhados 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. (Consulte **Figura 14.**)

3 Instalar as colunas GC Intuvo 9000

Substituição da Tail do GC/MS 9000

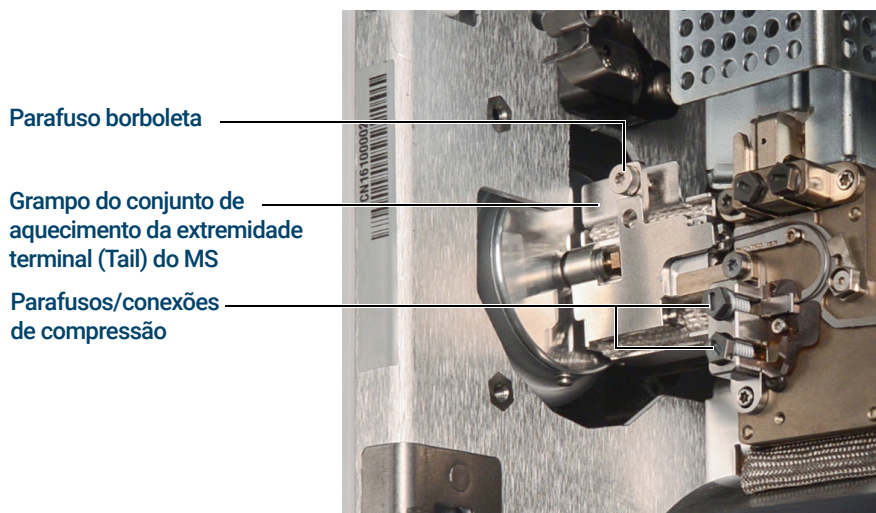


Figura 14. Grampo do conjunto de aquecimento da extremidade terminal (Tail) do MS fechado

- 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.

3 Instalar as colunas GC Intuvo 9000

Substituição da Tail do GC/MS 9000

- 12 Remova a extremidade terminal (Tail) do GC/MS 9000 da linha de transferência e do Bus. (Consulte a **Figura 15** e **Figura 16**)
Se a anilha ficar presa, pressione com um objeto pontiagudo, por exemplo; um grampo de papel, o orifício para liberar a anilha na extremidade da linha de transferência.

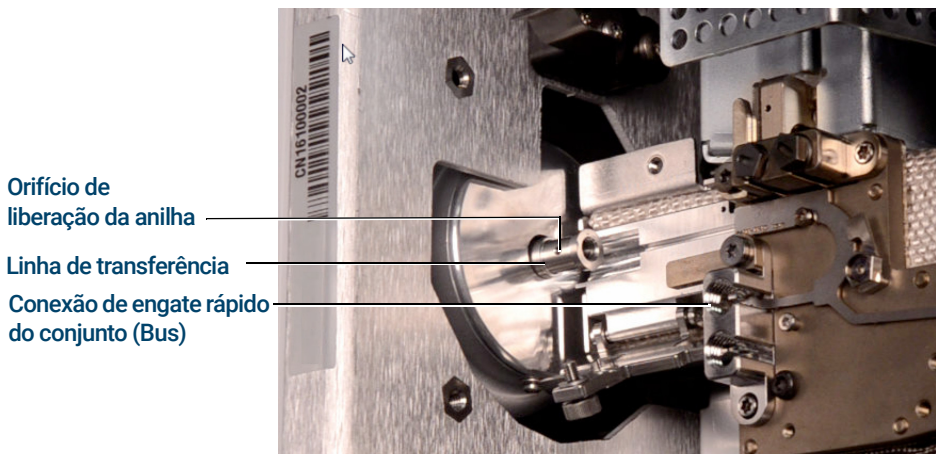


Figura 15. Grampo do conjunto de aquecimento da extremidade terminal (Tail) do MS aberto com a extremidade terminal (Tail) do GC/MS 9000 removida



Figura 16. Extremidade terminal (Tail) do GC/MS 9000 removida da interface de GC/MSD

- 13 Substitua o anel de vedação. (Consulte "**Substituição do anel de vedação do GC Intuvo 9000**" na página 68.)
- 14 Cuidadosamente, deslize a extremidade terminal (Tail) do GC/MSD 9000 para dentro da interface de 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).

3 Instalar as colunas GC Intuvo 9000

Substituição da Tail do GC/MS 9000

- 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 de 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 a mola e o tip seal na interface de GC/MSD. Alinhe, deslize com cuidado e rosqueie o retentor do tip seal serrilhado na base do tip seal. (Consulte "[Instalar o tip seal da interface de GC/MSD](#)" na página 81.) A vedação da ponta (tip seal) da interface, a mola e o retentor da vedação da ponta (tip seal) serrilhado não são usados com fonte EI SS ou Inerte.
- 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 "tip seal", a interface ou a fonte de íons, ou impedirá a 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 218.)

Condicionar uma coluna capilar Intuvo

Materiais necessários

- Gás de arraste, (99,9995% de pureza ou melhor)
- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (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 63.)
- 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.

3 Instalar as colunas GC Intuvo 9000

Condicionar uma coluna capilar Intuvo

- 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/MSD, 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.

3 Instalar as colunas GC Intuvo 9000

Instalar o tip seal da interface de GC/MSD

Instalar o tip seal da interface de GC/MSD

Materiais necessários

- Tip seal da interface (G3870-20542)
- Mola do "Tip Seal" (G7005-20024)
- Retentor do tip seal serrilhado (G3870-20547)

O "Tip Seal" da interface deve ser colocado para a fonte CI, para fonte EI XTR e para a fonte HES. O tip seal da interface, a mola e o retentor do tip seal serrilhado não são usados com fonte EI SS ou Inerte.

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

CUIDADO

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

CUIDADO

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



Procedimento

- 1 Verifique se a fonte CI, a fonte de EI XTR ou HES está instalada. O tip seal, a mola e o retentor do tip seal serrilhado não devem ser instalados quando uma fonte EI SS ou Inerte estiver instalada. (Consulte **Figura 17** na página 82.)
- 2 Remova o tip seal da interface, a mola, o retentor da porca serrilhada da caixa de armazenamento da fonte de íons. Nesta ordem, deslize a mola, o tip seal e o retentor do tip seal serrilhado sobre o tubo de saída da coluna.

3 Instalar as colunas GC Intuvo 9000

Instalar o tip seal da interface de GC/MSD

- 3 Rosqueie, com aperto manual, o retentor do tip seal serrilhado na base do tip seal.



Figura 17. Tip seal da interface de GC/MSD

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.

- 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 do tip seal da interface.
- 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.

3 Instalar as colunas GC Intuvo 9000

A Interface de GC/MSD para um GC da Série 9000

A Interface de GC/MSD para um GC da Série 9000

A interface de GC/MSD é um conduíte aquecido dentro do MSD para a manutenção do vácuo do MSD e uma temperatura de efluente de coluna adequada. (Consulte **Figura 18.**) A interface de GC/MSD 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 (Tail) do GC/MS 9000 inclui uma anilha e uma porca de coluna para fixar a extremidade do GC da interface de GC/MSD. A extremidade terminal (Tail) do GC/MS 9000 transporta o efluente da coluna do conector do conjunto (Bus) da coluna aquecida no GC, através da interface GC/MSD 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 tail do MS e uma interface de GC/MSD.

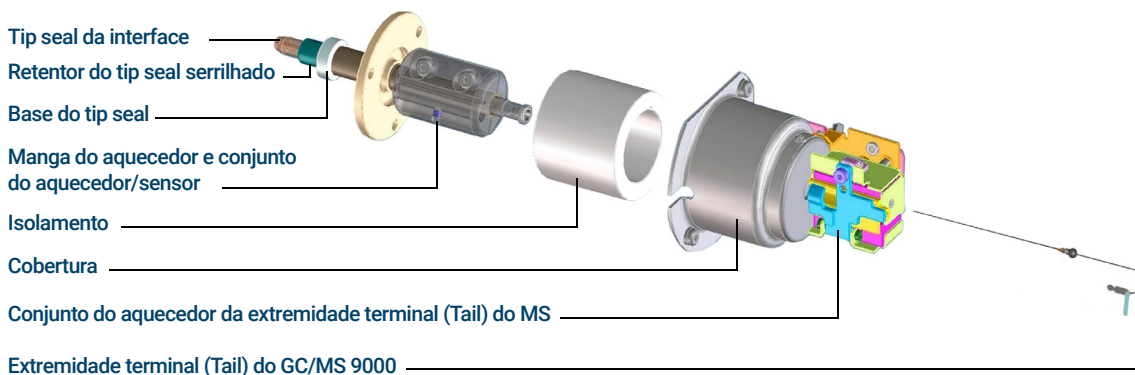


Figura 18. A interface de GC/MSD para um GC 9000 (não plotado em escala)

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.

3 Instalar as colunas GC Intuvo 9000

A Interface de GC/MSD para um GC da Série 9000

O conjunto de tip seal da interface também é necessário ao usar a fonte EI XTR ou a fonte de alta eficiência HES.

A extremidade terminal do GC/MS 9000 deve ser usada na faixa de 250 ° a 350 °C. Além desta restrição, a temperatura da interface de GC/MSD deve ficar ligeiramente acima da temperatura da coluna, mas **nunca** ultrapassando a temperatura máxima da coluna.

4

Operação no modo de EI

Operação do detector espectrométrico de massas (MSD) pelo DS	86
Configurar o MSD através da Interface Web (WUI)	87
Leitura do mini visor do módulo eletrônico	90
LED de status dos instrumentos no painel frontal	91
Antes de ligar o MSD	92
Bombeamento/Geração de Vácuo	94
Controle de temperaturas	94
Controle de fluxo de coluna	95
Quebrar o vácuo/Vent o MSD	96
Visualizar a temperatura e o vácuo do MSD no tune manual	98
Configurar monitores para o status de temperatura e de vácuo do MSD	100
Definir as temperaturas do analisador pelo modo de exibição de controle de instrumento	104
Definir a temperatura da interface GC/MSD pelo MassHunter	106
Monitorar a pressão a alto vácuo	108
Fazer tune do MSD no modo EI	110
Definir o modo de operação para o sistema JetClean opcional	112
Definir os parâmetros de JetClean para o modo somente limpeza	113
Verificar o desempenho do sistema de EI	114
Executar um teste de massa alta	115
Abrir as coberturas/tampas do MSD	118
Quebrar Vácuo/Vent o MSD	119
Bombear o MSD	122

Este capítulo descreve como executar alguns procedimentos básicos de operação no GC/MSD da série 5977C da Agilent usando EI.

Se estiver utilizando o *Cromatógrafo a gás Agilent Intuvo 9000* com o MSD, a ionização química (CI) não é suportada atualmente.

4 Operação no modo de EI

Operação do detector espectrométrico de massas (MSD) pelo DS

Operação do detector espectrométrico de massas (MSD) pelo DS

O software MassHunter GC/MS Acquisition da Agilent automatiza tarefas como geração de vácuo, configurações de monitoramento, configuração de temperaturas, ajustar e ventilar o MSD. Estas tarefas estão descritas neste capítulo. Informações adicionais são descritas nos manuais e na ajuda on-line fornecida com o software MassHunter GC/MS Acquisition da Agilent.

CUIDADO

O software e firmware são revisados periodicamente. Se as etapas nesses processos não combinam com seu software MassHunter GC/MS Acquisition da Agilent, consulte os manuais e a ajuda online fornecidos com o software para obter mais informações.

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 5977C 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 Agilent 8890 ou 9000 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 **MSD On/Off** 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, gateway 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 Operação no modo de EI

Alterar as configurações de rede do MSD

- 4 Digite o endereço IP em uma URL do navegador Web do PC para exibir a página de menu principal da WUI. (Consulte [Figura 19](#).)

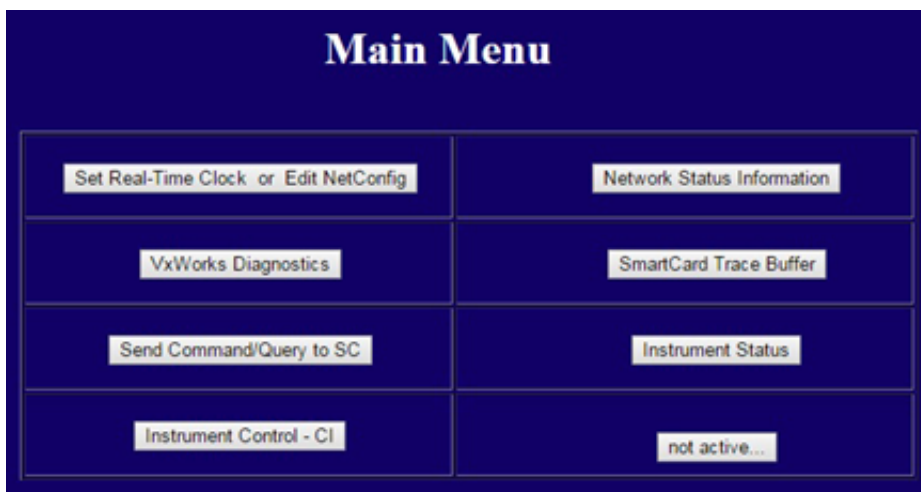


Figura 19. Menu principal do WUI

- 5 Clique **Set Real-Time Clock or Edit NetConfig** e vá para a seção **Edit NetConfig (MSD network configuration)**. (Consulte [Figura 20](#).)

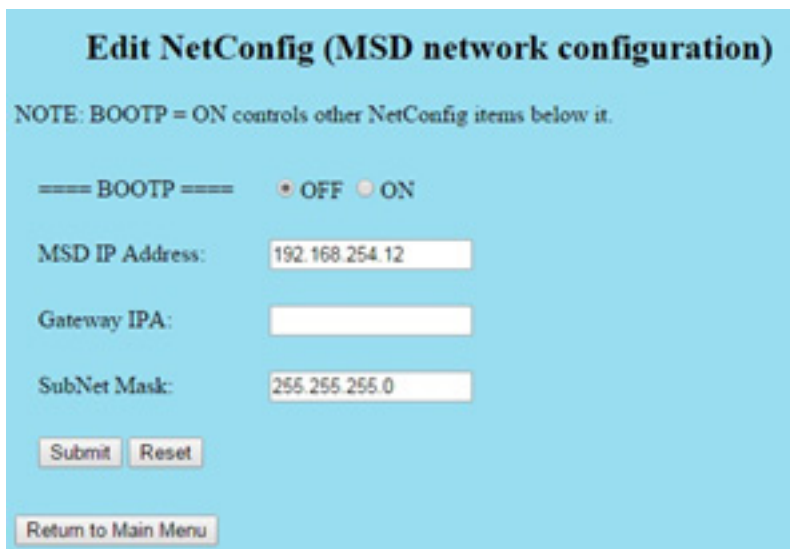


Figura 20. Editar NetConfig da WUI

4 Operação no modo de EI

Alterar as configurações de rede do MSD

- 6 Confirme que **BootP** está definido para **OFF**. Se a sua LAN atribui endereços IP usando um servidor BootP, clique **ON** 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 **Return to Main Menu** 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 21**.)

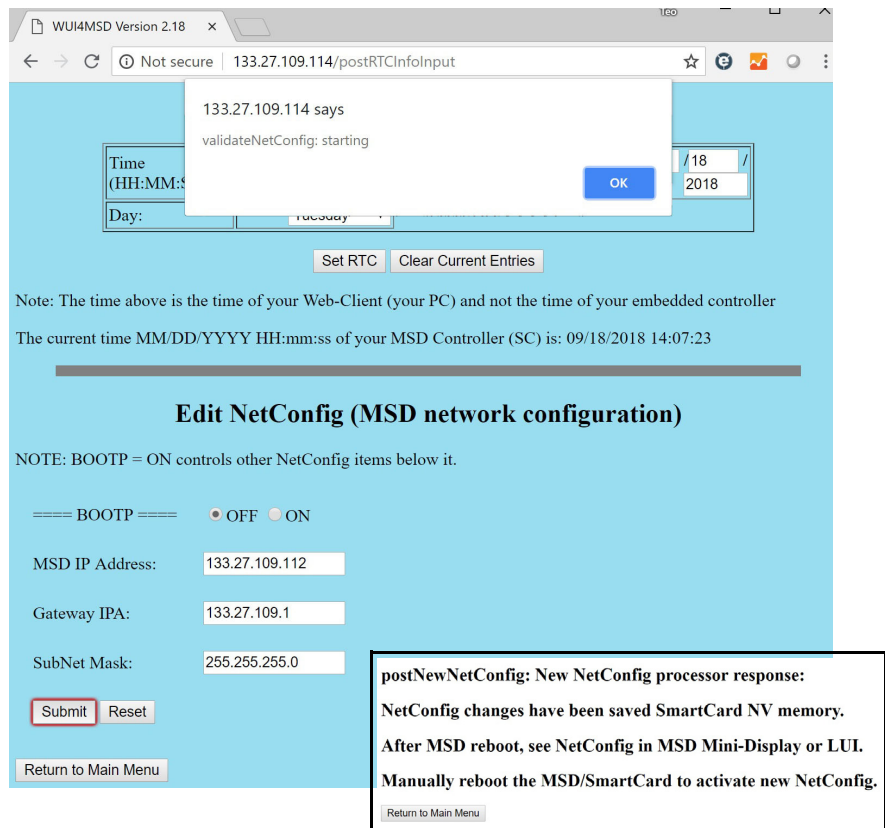


Figura 21 Configuração do endereço IP

- 9 Clique em **OK** para fechar a janela e aguarde a solicitação para **Manually reboot of the MSD/SmartCard to activate the new Settings**.
- 10 Use o botão **MSD on/off** para reiniciar o SmartCard do MSD.

4 Operação no modo de EI

Leitura do mini visor do módulo eletrônico

Leitura do mini visor do módulo eletrônico

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.



Figura 22. Mini visor do módulo eletrônico

4 Operação no modo de EI

LED de status dos instrumentos no painel frontal

LED de status dos instrumentos no painel frontal

Pelo LED de status dos instrumentos no painel frontal, o operador pode ver o status atual do instrumento usando códigos de cores e o controle de tempo liga/desliga do LED. (Consulte **Tabela 7**.)

Tabela 7 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
Operação de Acquire & Clean do JetClean	Magenta intermitente
Operação Clean Only do JetClean	Magenta sólido
Pronto e não conectado ao DS	Azul sólido
Iniciar (antes da carga de FW)	Vermelho intermitente (<2 segundos)
Falha	Vermelho sólido

Antes de ligar o MSD

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

- A válvula vent deve ser aberta aos poucos (girar o manípulo 45 graus em sentido anti horário em relação à posição completamente fechada).
- Todos os 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, hidrogênio do sistema JetClean ou reagentes 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 do GC.
- Uma coluna capilar condicionada está instalada na entrada do GC e na interface de GC/MSD.
- O GC está ligado, mas as zonas aquecidas para a interface de GC/MSD, a entrada de GC e o forno estão desligados.
- O gás de arraste de pelo menos 99,9995% de pureza está conectado por tubos ao GC com os coletores recomendados. O regulador, a tubulação, os coletores, o módulo EPC, a entrada e a coluna foram purgados de qualquer gás para remover o oxigênio do sistema.
- Se hidrogênio for usado como gás de arraste ou suprimento do sistema JetClean, o gás de arraste e as válvulas de retenção de suprimento do sistema JetClean devem estar fechados, e o parafuso da placa lateral superior do analisador deve estar frouxamente preso.
- A exaustão da bomba mecânica está devidamente ventilada.

AVISO

A exaustão da bomba mecânica contém solventes e produtos químicos que você está analisando. Se utilizar a bomba mecânica 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 (bomba padrão) e instale uma mangueira para levar a exaustão da bomba de vácuo 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.

4 Operação no modo de EI

Antes de ligar o MSD

AVISO

Se for usado hidrogênio como gás de arraste ou suprimento do sistema JetClean, as válvulas de retenção de suprimento de gás de arraste e do sistema JetClean devem estar fechadas antes de desligar a energia do MSD. Se a bomba mecânica estiver desligada, haverá acúmulo de hidrogênio no MSD, o que pode causar uma explosão. Leia "[Segurança no Uso de Hidrogênio](#)" na página 24 antes de operar o MSD com gás de hidrogênio.

Bombeamento/Geração de Vácuo

Os painéis de controle do GC 8890 ou 9000 ou DS ajudam a bombear o MSD. O processo é essencialmente automatizado. Depois de ligar o MSD apertando o botão **On/Off**, feche a porta do analisador e feche a válvula vent assim que ouvir um assovio (enquanto pressiona a placa lateral do analisador). O MSD bombeia por si só. O software MassHunter GC/MS Acquisition da Agilent monitora e exibe o status do sistema durante a geração de vácuo. Quando a pressão estiver baixa o suficiente, o programa ativa os aquecedores da fonte de íons e do filtro de massa e solicita que você ligue o aquecedor da interface de GC/MSD. O MSD se desligará se não puder fazer o geração de vácuo corretamente.

Usando os menus ou monitores de MSD, o sistema de dados (DS) pode exibir:

- A velocidade do motor para MSDs com turbo bomba (percentual de velocidade de centrifugação)
- Pressão primária para MSDs com bomba difusora
- Pressão da câmara analisadora (vácuo) para MSDs com o controlador do medidor G3397B Micro-Ion opcional

Os painéis de controle do GC 8890 e 9000 também exibem esses dados.

Controle de temperaturas

As temperaturas do MSD são controladas pelo DS. O MSD possui aquecedores independentes e sensores de temperatura para a fonte de íons e o filtro de massas quadrupolo. Você pode regular os pontos de ajuste e visualizar estas temperaturas no DS ou no painel de controle do GC.

Normalmente, o aquecedor de interface de GC/MSD é alimentado e controlado pela zona aquecida Aux Térmica nº 2 do GC. A temperatura da interface de GC/MSD pode ser definida e monitorada no DS ou na tela sensível ao toque 8890 ou 9000.

Controle de fluxo de coluna

O fluxo de gás de arraste é controlado pela pressão do injetor no GC. Defina o modo de coluna para **Constant Pressure** para manter uma pressão de entrada constante, e o fluxo de coluna diminuirá à medida que a temperatura no forno do GC aumenta. Com o controle eletrônico pneumático (EPC) e o modo de coluna definido como **Constant Flow**, 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. (Para o GC 8890, consulte o Manual de Operação do GC 8890.)

Controle do fluxo de hidrogênio JetClean

A opção JetClean usa o gás hidrogênio para limpeza da fonte de íons. O MFC do sistema JetClean envia hidrogênio ao analisador através da linha de CI na interface de GC/MSD. A vazão é controlada pelo software MassHunter GC/MS Acquisition. O sistema JetClean somente é compatível com sistemas baseados em turbo usando uma fonte inerte de EI ou uma fonte de alta eficiência de EI. (Consulte "**Definir o modo de operação para o sistema JetClean opcional**" na página 112.) Para uma opção de controle de fluxo JetClean de custo baixo, defina o modo de operação do JetClean para **Clean Only**. (Consulte "**Definir os parâmetros de JetClean para o modo somente limpeza**" na página 113.)

4 Operação no modo de EI

Quebrar o vácuo/Vent o MSD

Quebrar o vácuo/Vent o MSD

O DS o orienta pelo 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

Se for usado hidrogênio como gás de arraste ou suprimento do sistema JetClean, as válvulas de retenção de suprimento de gás de arraste e do sistema JetClean devem estar fechadas antes de desligar a energia do MSD. Se a bomba mecânica estiver desligada, haverá acúmulo de hidrogênio no MSD, o que pode causar uma explosão. Leia "[Segurança no Uso de Hidrogênio](#)" na página 24 antes de operar o MSD com gás de hidrogênio.

AVISO

Nunca abra a válvula vent ou desligue as bombas de vácuo sem primeiro fechar as válvulas de retenção para todos os fluxos de hidrogênio do analisador. Isso inclui o gás de arraste de hidrogênio e o hidrogênio para o sistema JetClean.

4 Operação no modo de EI

Quebrar o vácuo/Vent o MSD

CUIDADO

Nunca quebre vácuo/vent o MSD, permitindo que o ar entre em qualquer das extremidades da mangueira foreline. Use a válvula 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 [Tabela 3](#) na página 18.)

Para instruções completas sobre ventilação, consulte "[Quebrar Vácuo/Vent o MSD](#)" na página 119.

4 Operação no modo de EI

Visualizar a temperatura e o vácuo do MSD no tune manual

Visualizar a temperatura e o vácuo do MSD no tune manual

Também é possível usar a tela sensível ao toque do GC para executar essa tarefa.

Procedimento

- 1 No modo de exibição de **Instrument Control**, selecione **Edit Tune Parameters** no menu do instrumento para exibir a caixa de diálogo do **Manual Tune**.
- 2 Clique na guia **Values** para visualizar as temperaturas e o vácuo do MSD. (Consulte **Figura 23** e **Figura 24** na página 99.)

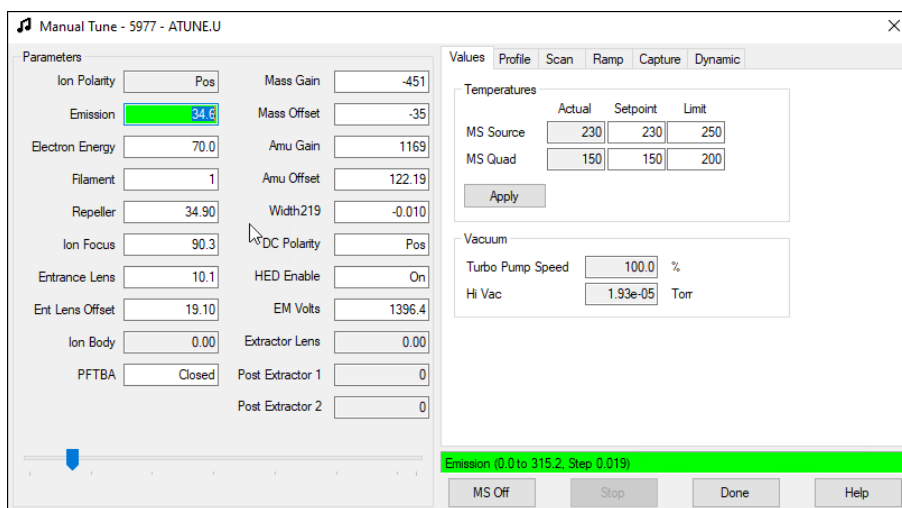


Figura 23. Guia de valores do tune manual

4 Operação no modo de EI

Visualizar a temperatura e o vácuo do MSD no tune manual

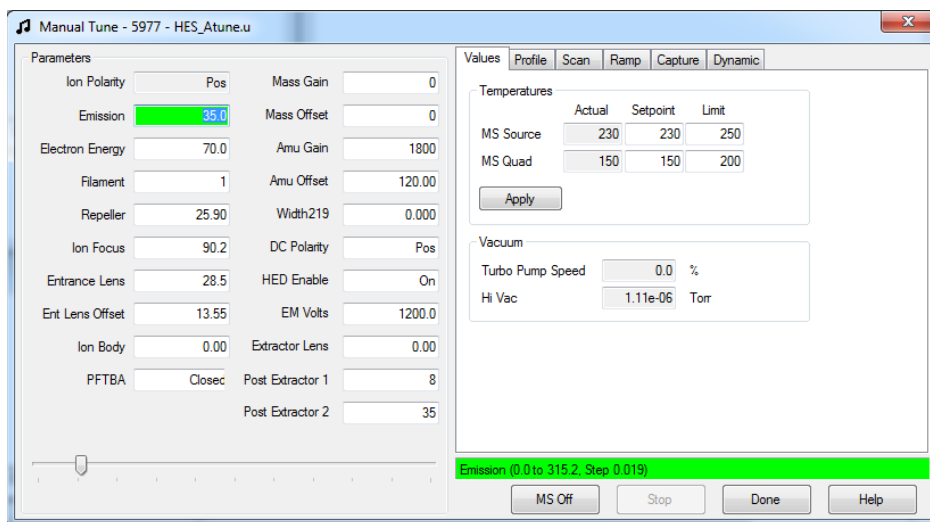


Figura 24. Guia de valores do tune manual da fonte de alta eficiência

3 Para alterar um **Setpoint** ou **Limit** de temperatura insira os novos parâmetros e clique em **Apply**.

Os pontos de ajuste ou limites de temperatura não podem ser alterados até que a pressão da bomba de vácuo esteja menor que 300 mTorr ou se a turbo bomba estiver operando a pelo menos 80% da velocidade. Os aquecedores do MSD permanecem desligados enquanto a bomba difusora estiver fria ou a turbobomba estiver operando a menos do que 80%. Normalmente, a pressão foreline será inferior a 100 mTorr, ou a velocidade da turbo bomba estará a 100%.

Os aquecedores do MSD ligarão no fim do ciclo de purga e desligarão no início do ciclo de ventilação. Os ajustes descritos não mudarão durante ventilação ou purga, mesmo se ambas as zonas do MSD estiverem desligadas.

4 Operação no modo de EI

Configurar monitores para o status de temperatura e de vácuo do MSD

Configurar monitores para o status de temperatura e de vácuo do MSD

Um monitor exibe o valor atual de um único parâmetro de instrumento. Eles podem ser adicionados à janela de controle do instrumento padrão. Os monitores podem ser configurados para mudar de cor se o parâmetro real variar além de um limite determinado pelo usuário a partir de seu setpoint.

4 Operação no modo de EI

Configurar monitores para o status de temperatura e de vácuo do MSD

Procedimento

- 1 No modo de exibição de **Instrument Control**, selecione **Edit Monitors** no menu do **Instrument** para exibir a caixa de diálogo de **Select Monitors**. (Consulte **Figura 25**.)

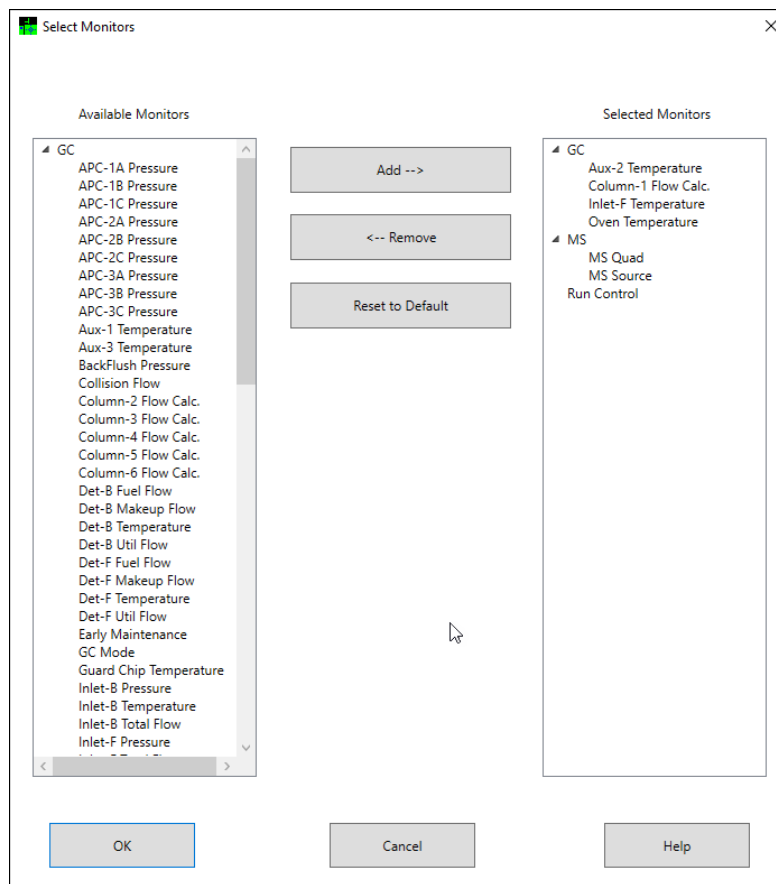


Figura 25 Selecionar a caixa de diálogo Monitores

- 2 Na coluna **Available Monitors**, selecione um monitor e clique em **Add** para mover a seleção para a coluna **Selected Monitors**. Repita o procedimento para monitores adicionais.
- 3 Clique em **OK**. No prompt **Organizar Monitores**, clique em **Sim** para que os monitores sejam organizados automaticamente no painel de instrumentos.

4 Operação no modo de EI

Configurar monitores para o status de temperatura e de vácuo do MSD

- 4 É possível selecionar **Janela > Organizar Monitores** para organizar automaticamente os monitores a qualquer momento ou clique e arraste cada monitor para a posição desejada. (Consulte **Figura 26.**)

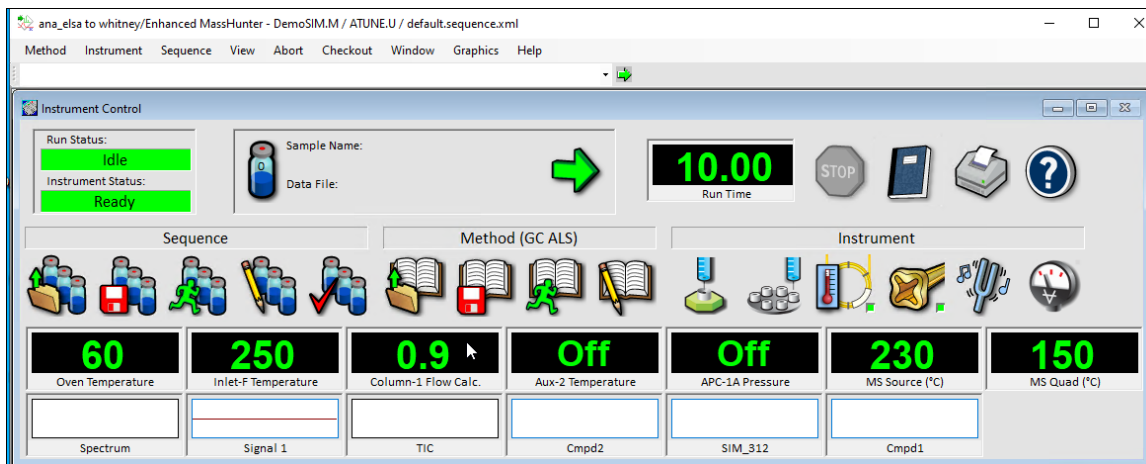


Figura 26 Organização dos monitores

4 Operação no modo de EI

Configurar monitores para o status de temperatura e de vácuo do MSD

- 5 Para configurar um alarme de monitor, clique duas vezes em um monitor exibido no modo de exibição de Controle de instrumentos para abrir a caixa de diálogo desse monitor para a configuração de alarmes. (Consulte **Figura 27.**)

Aux-2 Temperature

Alarm

Set Alarm

Alarm Level: 100.00 (Red)

Warning Level: 100.00 (Yellow)

Below Minimum: 0.00 (Blue)

Monitor Label: Aux-2 Temperature

CP Variable: GCAUX2TEMP

OK Cancel Help

Figura 27 Configurações do alarme do monitor

- a Marque a caixa de seleção **Set Alarm**.
 - b Defina os valores apropriados em **Warning Level**, **Alarm Level** e **Below Minimum**.
 - c Insira texto descritivo no campo **Monitor Label** caso o rótulo padrão não seja apropriado.
 - d Clique em **OK** para concluir a configuração de alarme do monitor.
- 6 Para proceder para a parte de novas configurações do método, salve o Método.

4 Operação no modo de EI

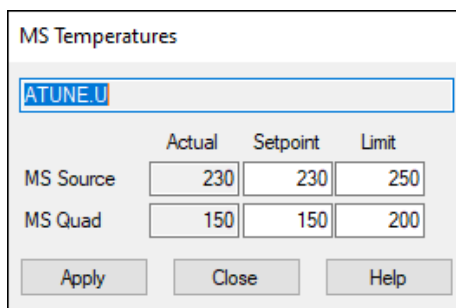
Definir as temperaturas do analisador pelo modo de exibição de controle de instrumento

Definir as temperaturas do analisador pelo modo de exibição de controle de instrumento

As temperaturas da fonte de íons do MSD e do quadrupolo estão armazenadas no arquivo de tune (*.u) atual. Quando um método é carregado, os setpoints no arquivo de tune associado com tal método são baixados automaticamente.

Procedimento

- 1 No modo de exibição **Controle do Instrumento**, selecione **Temperaturas MS** do menu **Instrumento**. (Consulte [Figura 28](#).)



	Actual	Setpoint	Limit
MS Source	230	230	250
MS Quad	150	150	200

Figura 28 Caixa de diálogo das temperaturas do MS

- 2 Insira as temperaturas da **MS Source** e **MS Quad** (filtro de massa) nos campos **Setpoint** e **Limit**. (Consulte [Tabela 8](#).)

Tabela 8 Configurações recomendadas de temperatura

	Operação EI	Operação PCI	Operação NCI
Fonte MS	230	250	150
MS Quad	150	150	150

4 Operação no modo de EI

Definir as temperaturas do analisador pelo modo de exibição de controle de instrumento

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 Para enviar os novos parâmetros de temperatura para o arquivo de tune carregado atualmente e baixar estes parâmetros para o MSD clique em **Apply**.
- 4 Clique em **Close** para sair da caixa de diálogo. Se forem feitas alterações em quaisquer parâmetros, a caixa de diálogo **Save MS Tune File** será exibida. Clique em **OK** para salvar as alterações no mesmo arquivo ou então digite um novo nome do arquivo e clique em **OK**. Clique em **Cancel** para descartar a edição feita em quaisquer parâmetros.

4 Operação no modo de EI

Definir a temperatura da interface GC/MSD pelo MassHunter

Definir a temperatura da interface GC/MSD pelo MassHunter

Procedimento

- 1 No modo de exibição de **Instrument Control**, selecione **Instrument Control**.
- 2 Clique em **Aux Heaters** para editar a temperatura da interface. (Consulte **Figura 29**.)

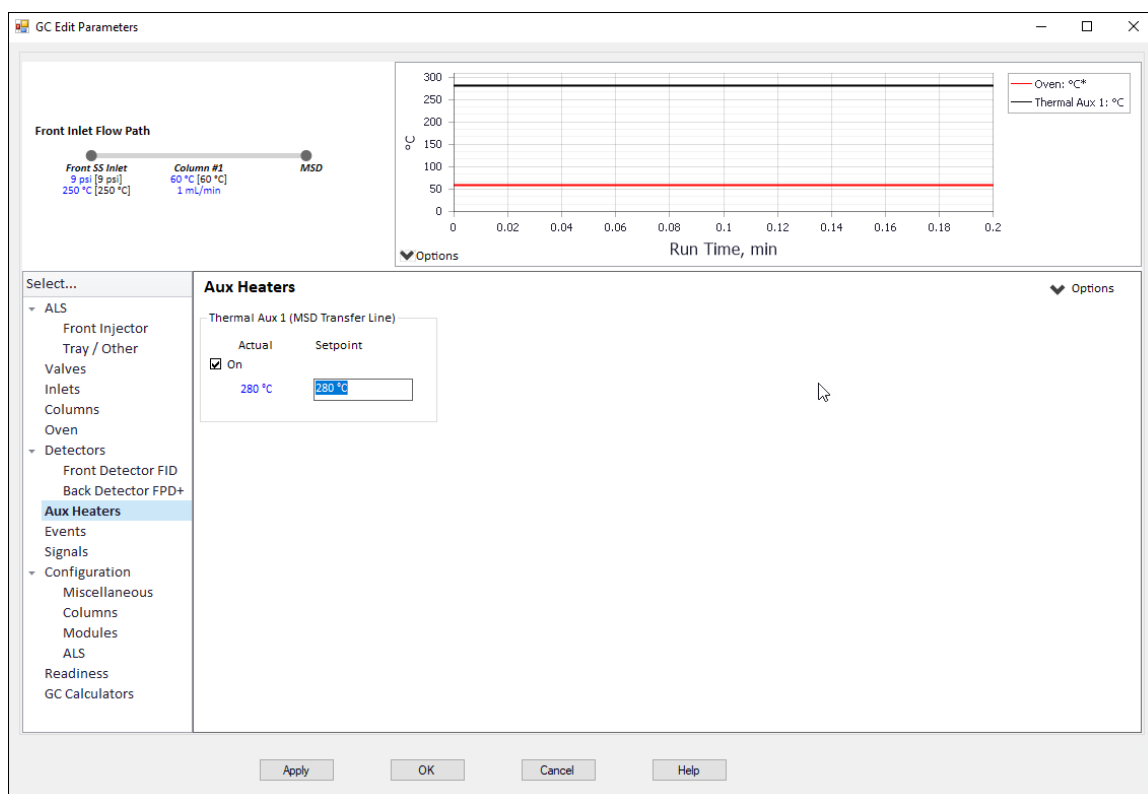


Figura 29 Janela de parâmetros de edição do GC 8890

- 3 Selecione **On** para ativar o aquecedor e digite o setpoint na coluna **Value °C**. O setpoint típico é de 280 °C.

4 Operação no modo de EI

Definir a temperatura da interface GC/MSD pelo MassHunter

CUIDADO

Certifique-se de que o gás de arraste está ativado e que a coluna tenha sido purgada de ar antes de aquecer a interface de GC/MSD ou o forno do GC.

Ao configurar a temperatura de interface de GC/MSD, nunca ultrapasse o máximo para sua coluna.

- 4 Clique em **Apply** para baixar os ajustes ou clique em **OK** para baixar os ajustes e então feche a janela.
- 5 Para proceder para a parte de novas configurações do método, selecione **Save** a partir do menu Method.

Monitorar a pressão a alto vácuo

O monitoramento de pressão requer um medidor de vácuo Micro-Ion G3397B opcional.

AVISO

Se você estiver usando hidrogênio como gás de arraste ou para o sistema JetClean, o fluxo de gás de hidrogênio deve estar desativado antes de desligar a alimentação do MSD. Se a bomba mecânica estiver desligada, haverá acúmulo de hidrogênio no MSD, o que pode causar uma explosão. Leia "[Segurança no Uso de Hidrogênio](#)" na página 24 antes de operar o MSD com gás de hidrogênio.

Procedimento

- 1 Verifique se as válvulas de retenção de suprimento de hidrogênio estão fechadas, se você estiver usando um gás de arraste ou para o sistema JetClean.
- 2 Inicialize e bombeie o MSD. (Consulte "[Bombear o MSD](#)" na página 122.)
- 3 Selecione **Instrument** > **Edit Tune Parameters** para exibir o diálogo Tune Manual.
- 4 Selecione a guia **Values** para visualizar a leitura HiVac. (Consulte [Figura 30](#).)

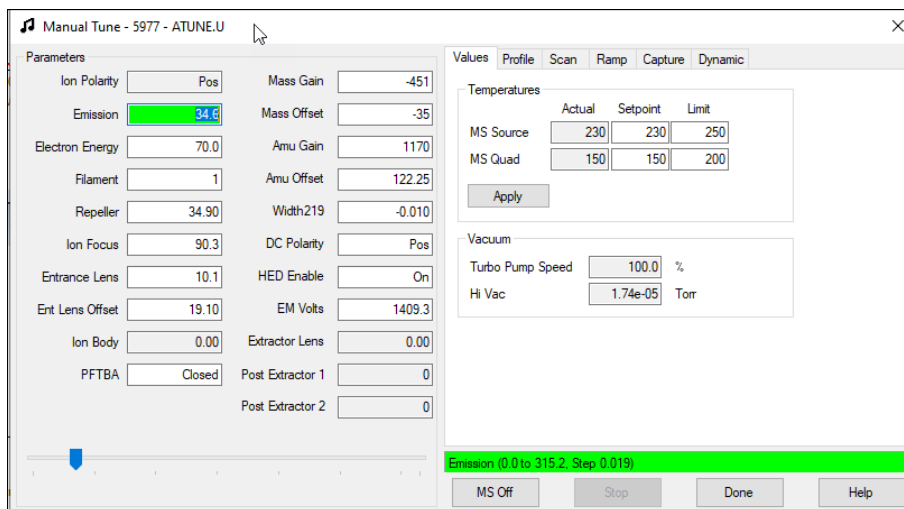


Figura 30 Leitura HiVac da guia Valores de tune manual

4 Operação no modo de EI

Monitorar a pressão a alto vácuo

A maior influência sobre a pressão operacional no modo EI é o fluxo do gás de arraste (coluna). A **Tabela 9** lista pressões típicas para os vários fluxos de gás de arraste de hélio. Estas pressões são números aproximados e podem variar de instrumento para instrumento em até 30%.

Tabela 9 Leitura do medidor de vácuo de íons

Fluxo de coluna, mL/min	Leitura do medidor opcional, Torr Bomba Turbo	Leitura do medidor, Torr Bomba de difusão	Leitura foreline, mTorr Bomba de difusão
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 constantemente maior do que as listadas, consulte a ajuda on-line no software MassHunter GC/MS Acquisition da Agilent para obter informações sobre como solucionar vazamentos de ar e outros problemas de vácuo.

No modo de exibição de **Instrument Control**, é possível configurar o Monitor MSD para exibir esta leitura de vácuo. O vácuo também pode ser lido na tela sensível ao toque do GC da série 9000 ou 8890, ou da tela Tune Manual.

4 Operação no modo de EI

Fazer tune do MSD no modo EI

Fazer tune do MSD no modo EI

Procedimento

- 1 Carregue o método que será utilizado para a aquisição de dados.
- 2 No modo de exibição de **Instrument Control**, verifique se o arquivo de tune correto é exibido na barra de blocos. Na maioria das aplicações, o **Autotune** gera bons resultados.
- 3 Para selecionar um arquivo de tune diferente, selecione **MS Tune File** no menu **Instrument** para exibir a caixa de diálogo **Select Tune File**. A área **Settings** exibe os parâmetros importantes para um arquivo de tune selecionado.

O arquivo de tune deve corresponder ao tipo de fonte de íons no analisador. Se você estiver utilizando uma fonte EI, selecione um arquivo de tune criado para essa fonte.

- 4 Clique no ícone **MS Tune** para exibir a caixa de diálogo **Select Tune Type**. (Consulte **Figura 31**.)

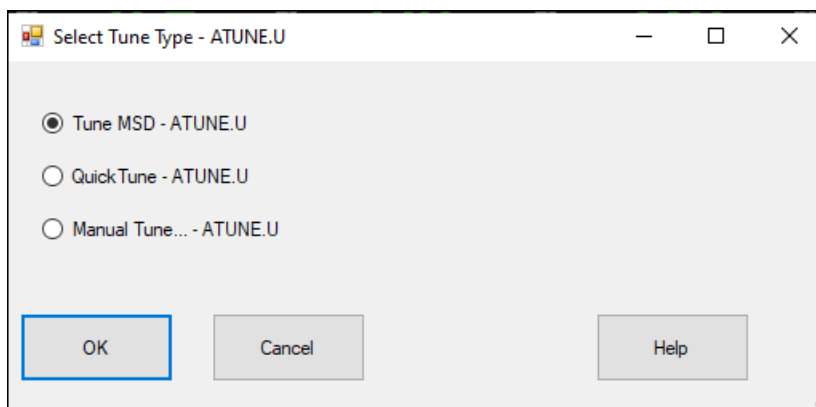


Figura 31 Selecionar caixa de diálogo de tipo de tune

- 5 Selecione **Tune MSD** para realizar um tune automático completo, ou **Quick Tune** para ajustar a largura do pico, atribuição de massa e abundância, sem alterar os índices de íon.
- 6 Clique em **OK** para fechar esta caixa de diálogo e iniciar o tune. Se as temperaturas do MSD não estiverem estáveis, pode ser solicitado que você espere ou então que você ignore a espera clicando em **Override**.

4 Operação no modo de EI

Fazer tune do MSD no modo EI

- 7 Espere até que o tune seja concluído e o relatório seja gerado.
- 8 Para avaliar os resultados do tune, selecione **Evaluate Tune** do menu **Checkout** na exibição **Instrument Control**.

Para visualizar o histórico de resultados de tune, na exibição **Instrument Control** selecione **Checkout > View Previous Tunes...**

Para ajustar manualmente seu MSD ou realizar autotune especiais, do menu **View** selecione a exibição **Tune and Vacuum Control**. Consulte os manuais ou a ajuda on-line fornecida com o software MassHunter GC/MS Acquisition da Agilent para obter informações adicionais sobre ajuste.

4 Operação no modo de EI

Definir o modo de operação para o sistema JetClean opcional

Definir o modo de operação para o sistema JetClean opcional

Procedimento:

- 1 Na exibição **Instrument Control**, clique no ícone **MS Parameters**.
- 2 No painel de navegação do Editor de método de MS de quadrupolo único, selecione a guia **JetClean**. (Consulte **Figura 32**.)
- 3 Do menu suspenso **Operation**, selecione um modo.

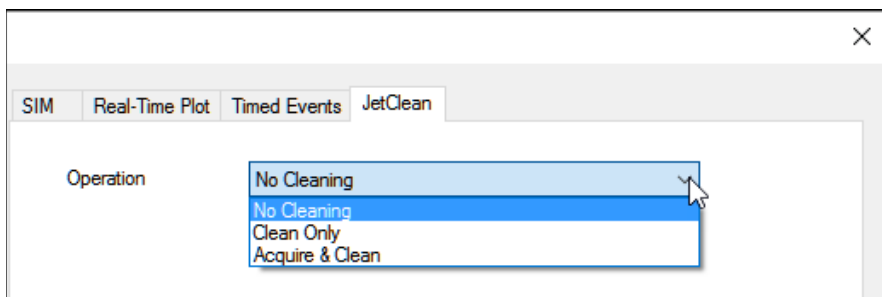


Figura 32 Seleção do modo de operação do JetClean

Para uma opção de controle de fluxo JetClean de custo baixo, defina o modo de operação do JetClean para Clean Only. (Consulte "**Definir os parâmetros de JetClean para o modo somente limpeza**" na página 113.)

Para obter mais informações detalhadas sobre o sistema JetClean, consulte o *manual de operação do JetClean*.

4 Operação no modo de EI

Definir os parâmetros de JetClean para o modo somente limpeza

Definir os parâmetros de JetClean para o modo somente limpeza

Procedimento:

- 1 Na exibição **Instrument Control**, clique no ícone **MS Parameters**.
- 2 No Editor de método de MS de quadrupolo único, selecione a guia **JetClean**. (Consulte **Figura 33**.)
- 3 Do menu suspenso **Operation**, selecione **Clean Only**.

The screenshot shows the JetClean configuration window with the following settings:

- Operation:** Clean Only (selected in the dropdown menu)
- Cleaning section:**
 - Hydrogen flow:** 0.13 mL/min (with a note: (limit to steps of 0.0666 mL/min))
 - Filament:** Filament 2 (selected in the dropdown menu)
 - Emission:** 10 μA
 - Source Temperature:** 230 °C
 - Quadrupole Temperature:** 150 °C
 - Duration:** 1.3 min
- Post Cleaning section:**
 - Text: For Post Cleaning, the Source and Quadrupole temperatures are derived from the temperature settings in the Tune File associated with this method.
 - Stabilization Duration:** 10.0 min

Buttons at the bottom: Clean Only (highlighted), OK, Cancel, Help.

Figura 33 JetClean definido para o modo Somente limpeza

- 4 Digite os parâmetros fornecidos pelo desenvolvedor do método.
- 5 Salve o método.

Verificar o desempenho do sistema de EI

Materiais necessários para uma fonte de alta eficiência de EI

- 10 fg/ μ L OFN Padrão de verificação 3 \times 1 mL (5190-0585)

Materiais necessários para fonte EI XTR, SS ou Inerte

- 1 fg/ μ L OFN EI Padrão de verificação 3 \times 1 mL (5188-5348)

Verificar o desempenho do tune

- 1 Verifique se o sistema de bombeamento gerou vácuo por pelo menos 60 minutos.
- 2 Defina a temperatura do forno do GC para 150°C e o fluxo da coluna para 1,0 mL/min.
- 3 No modo de exibição **Instrument Control**, selecione **Checkout Tune** do menu **Checkout**. O software realizará um autotune e imprimirá o relatório.
- 4 Quando o tune automático for concluído, salve o método e, em seguida, selecione **Evaluate Tune** no menu **Checkout**.

O software avaliará o último tune automático e imprimirá um relatório de Verificação do sistema - Relatório de Tune.

Verificar o desempenho da sensibilidade

- 1 Defina para injetar 1 μ L da amostra de verificação mostrada nos materiais necessários para o tipo de fonte acima, de modo manual ou por amostrador automático de líquidos (ALS).
- 2 Na exibição **Instrument Control**, selecione **Sensitivity Check** do menu **Checkout**. O sistema exibe um lembrete de diálogo **Alert** sobre como resolver o método OFN_SN e colocando a amostra OFN no vial 1 quando um ALS estiver configurado.
- 3 Se necessário, resolva o seu hardware com este método e coloque a amostra na posição de vial 1.
- 4 Clique em **OK** para executar o método..

Quando o método for concluído, um relatório de avaliação será impresso.

Verifique se a relação sinal-ruído cumpre com a especificação publicada. Consulte o site da Agilent em www.agilent.com/chem para obter especificações.

Executar um teste de massa alta

Materiais necessários

- Amostra de verificação de massa alta PFHT 3 × 1 mL (5188-5357)

Procedimento

- 1 Carregue o arquivo de tune automático (atune.u, HES_atune.u, etune.u) e faça o tune automático do MSD. (Consulte "**Fazer tune do MSD no modo EI**" na página 110.)
- 2 Resolver o método PFHT.M em MassHunter\MSD\x\methods\checkout\PFHT.M em que x é o número do instrumento utilizado.
- 3 Atualize e salve o método.
- 4 Carregue a amostra de calibrante PFHT em um vial e coloque na posição 2.
- 5 No modo de exibição **Instrument Control**, selecione **High Mass Check** do menu **Checkout**.
- 6 Siga as instruções apresentadas na tela.
- 7 A execução é concluída e os resultados são impressos em 5 minutos. (Consulte **Figura 34** na página 116.)

4 Operação no modo de EI

Executar um teste de massa alta

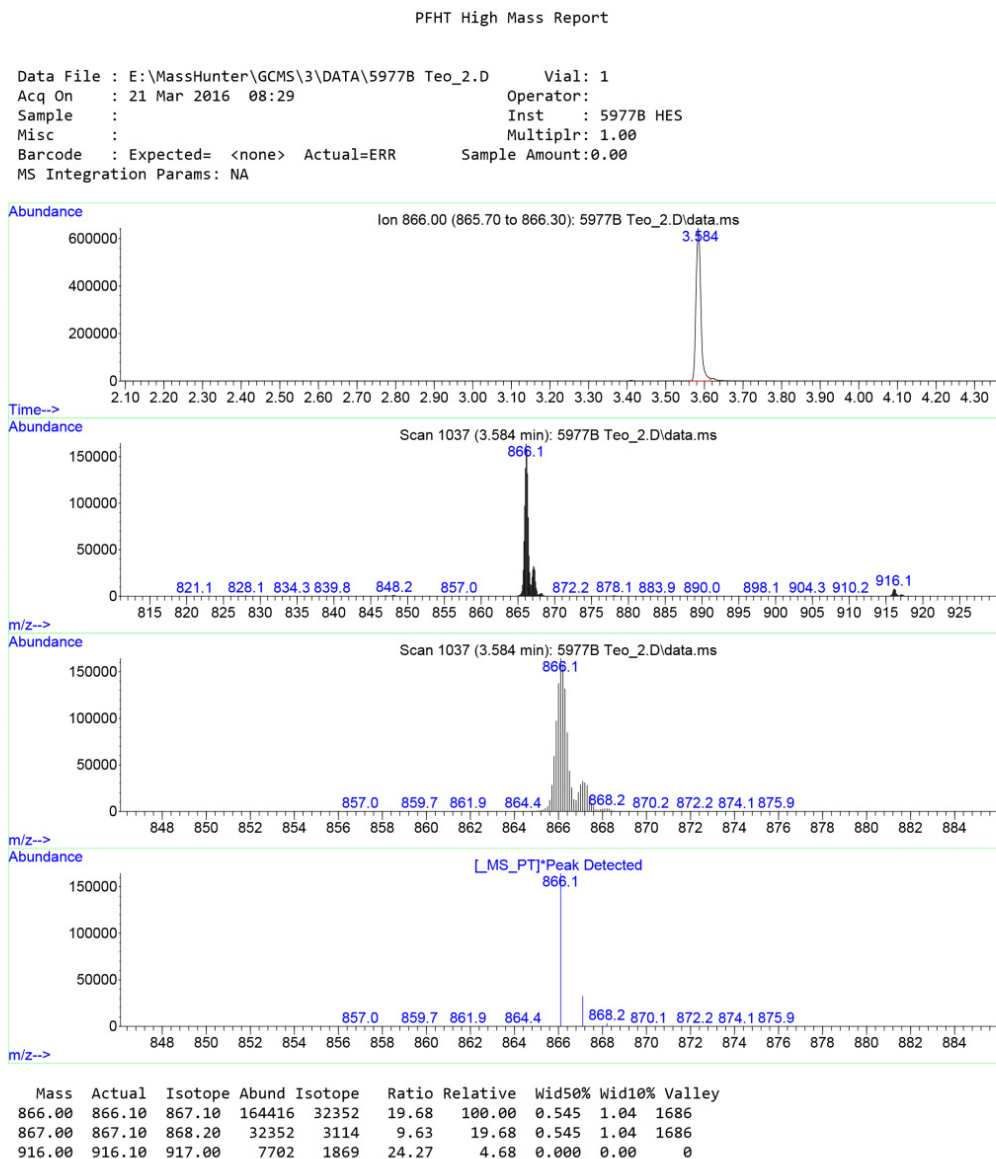


Figura 34. Relatório de alta massa de PFHT

4 Operação no modo de EI

Executar um teste de massa alta

Resultados

Os resultados indicarão a quantidade recomendada para ajustar o **Offset AMU** para alta massa. Se os resultados estão dentro de 5 unidades da quantidade alvo, não há necessidade de fazer ajustes.

Ajustes

- 1 Verifique se o arquivo de tune automático (atune.u, HES_atune.u, etune.u) foi carregado.
- 2 No modo de exibição de **Instrument Control**, selecione **Edit Tune Parameters** no menu do instrumento para exibir a caixa de diálogo do **Instrument** para exibir a caixa de diálogo **Manual Tune**.
- 3 Clique na guia **Dynamic** e na sub guia **Amu offset**.
- 4 Selecione a opção **Enable This Lens**.
- 5 Digite o offset dinâmico **Voltage (V)** recomendado e clique em **OK**.
- 6 Clique em **Save** para salvar este **Amu Offset** dinâmico para a alta massa.

Você pode substituir o arquivo de tune automático existente para incluir o ajuste de massa alta ou salvar este arquivo com um novo nome, por exemplo, ATUNEHIGH.U.

A qualquer momento que um tune automático for executado, ele substituirá este **Amu Offset** dinâmico que foi digitado. É por isso que você pode querer mudar o nome do tune.

- 7 Clique em **Done** para fechar a caixa de diálogo Manual Tune.
- 8 Carregue o PFHT.M e carregue o arquivo de tune salvo, e depois salve o método.
- 9 Execute novamente o teste (repetir a verificação de alta massa). Se a correção está dentro de 5 unidades, não são necessárias novas adaptações.

4 Operação no modo de EI

Abrir as coberturas/tampas do MSD

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. (Consulte **Figura 35**.)

CUIDADO

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

Cobertura da janela do analisador

Alavanca

Cobertura do analisador



Figura 35 Tampas do MSD 5977C



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. (Consulte **Figura 35**.)

AVISO

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

Quebrar Vácuo/Vent o MSD

O software MassHunter GC/MS Acquisition da Agilent permite que você especifique os parâmetros no método do GC que automatizarão e acelerarão o processo de ventilação, se houver comunicação direta (DCOMM) com o GC. Para usar esta opção, predefina o método de Quebra de vácuo rápida. Consulte a ajuda on-line do software MassHunter GC/MS Acquisition da Agilent para obter informações de configuração do método de Ventilação rápida.



Procedimento

A Agilent recomenda que você crie e salve um método de ventilação, para garantir que temperaturas seguras sejam aplicadas à interface de GC/MSD e MSD.

- 1 Se você não tem uma comunicação LVDS ou DCOMM entre o GC e MSD, no modo de exibição **Instrument Control** selecione **GC Parameters** no menu **Instrument** para exibir a caixa de diálogo **GC Parameters**. Escolha **Oven** e defina a temperatura do forno para temperatura ambiente. Além disso, selecione **Aux Heaters (MSD Transfer line) and Inlets** e defina essas temperaturas para a temperatura ambiente. Clique em **OK** para fechar a janela e enviar esta temperatura para o GC.

AVISO

Se for usado hidrogênio como gás de arraste ou suprimento do sistema JetClean, as válvulas de retenção de suprimento de gás de arraste e do sistema JetClean devem estar fechadas antes de desligar a energia do MSD. Se a bomba mecânica estiver desligada, haverá acúmulo de hidrogênio no MSD, o que pode causar uma explosão. Leia "[Segurança no Uso de Hidrogênio](#)" na página 24 antes de operar o MSD com gás de hidrogênio.

CUIDADO

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

4 Operação no modo de EI Quebrar Vácuo/Vent o MSD

- 2 Na **Instrument Control view, Instrument menu**, selecione **MS Vacuum Control** para visualizar a caixa de diálogo **Vacuum Control**. (Consulte **Figura 36** na página 120.)

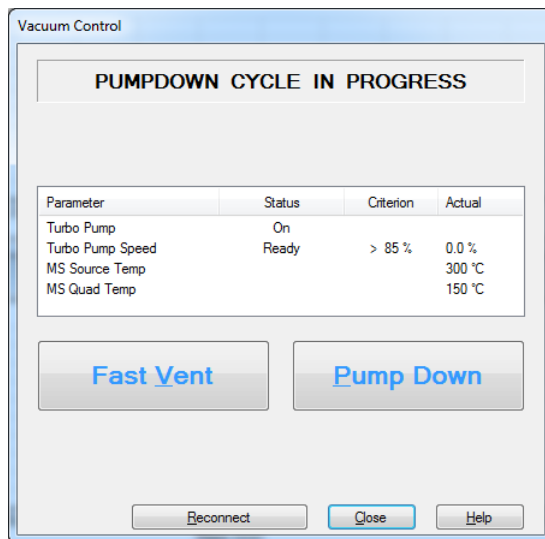


Figura 36 Caixa de diálogo de controle de vácuo

- 3 Remova a tampa da janela do analisador. (Consulte "**Abrir as coberturas/tampas do MSD**" na página 118.)
- 4 Clique em **Fast Vent** se o seu sistema for compatível com comunicação DCOMM entre o GC e o MSD, ou clique em **Vent**, caso não. Se o sistema for compatível com DCOMM, o MassHunter carregará o método Fast Vent para desligar o forno do GC e os aquecedores da interface, os aquecedores da fonte e do quadrupolo e a bomba turbo. Se o sistema for incompatível com DCOMM, ou se o DCOMM estiver desativado, quando solicitado, defina as temperaturas do aquecedor da interface GC/MSD e as temperaturas do forno do GC para ambiente (temperatura da sala).
- 5 Desligue o MSD pressionando o botão de energia. (Consulte **Figura 1** na página 19.)
- 6 Desconecte o cabo elétrico do MSD.

4 Operação no modo de EI Quebrar Vácuo/Vent o MSD

AVISO

Quando o MSD estiver ventilado, não coloque o software MassHunter GC/MS Acquisition da Agilent na exibição Controle de instrumentos. Isso ligará o aquecedor da interface.

AVISO

Nunca abra a válvula vent sem primeiro fechar a linha de suprimento de hidrogênio para todas as fontes possíveis de entrada de hidrogênio no analisador. Isso requer o fechamento da válvula de retenção de hidrogênio para o módulo de fluxo de gás de arraste e da válvula de retenção para o suprimento do sistema JetClean, se houver uma dessas fontes de hidrogênio no instrumento.

- 7 Feche as válvulas de retenção para as fontes de hidrogênio que entram no analisador, se o instrumento estiver assim equipado.
- 8 Quando solicitado, gire o botão da válvula 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. (Consulte [Figura 37](#).)

Botão da válvula vent



Figura 37 Botão da válvula vent

Não gire muito o botão ou o O-ring pode cair da canaleta.

Bombear o MSD

Também é possível usar a tela sensível ao toque do GC 8890 ou 9000 para executar essa tarefa.

AVISO

Certifique-se de que seu MSD cumpra com todas as condições listadas na introdução deste capítulo antes de inicializá-lo e bombeá-lo. (Consulte "Antes de ligar o MSD" na página 92.) Você pode se ferir caso isso não seja feito.

AVISO

Nunca abra a válvula vent sem primeiro fechar a linha de suprimento de hidrogênio para todas as fontes possíveis de entrada de hidrogênio no analisador. Isso requer o fechamento da válvula de retenção de hidrogênio para o módulo de fluxo de gás de arraste e da válvula de retenção para o suprimento do sistema JetClean, se houver uma dessas fontes de hidrogênio no instrumento. Leia "Segurança no Uso de Hidrogênio" na página 24 antes de operar o MSD com gás de hidrogênio.



Procedimento

- 1 Remova a tampa da janela do analisador e abra a tampa do analisador. (Consulte "**Abriu as coberturas/tampas do MSD**" na página 118.)
- 2 Verifique se a válvula de entrada da bomba de vácuo está aberta.

AVISO

Não abra a válvula vent sem verificar se a válvula de retenção de suprimento de hidrogênio do sistema JetClean esta fechada, se o sistema JetClean opcional estiver instalado. Consulte o manual de operação do sistema JetClean para verificar avisos relacionados à segurança no uso de hidrogênio quando a válvula de retenção de hidrogênio estiver aberta.

- 3 Verifique se a válvula vent está aberta girando no sentido horário até estar fechada. (Consulte **Figura 38** na página 123.)

4 Operação no modo de EI Bombear o MSD

- 4 Abra a válvula vent girando no sentido anti-horário, em 45 graus. (Consulte **Figura 38**.)

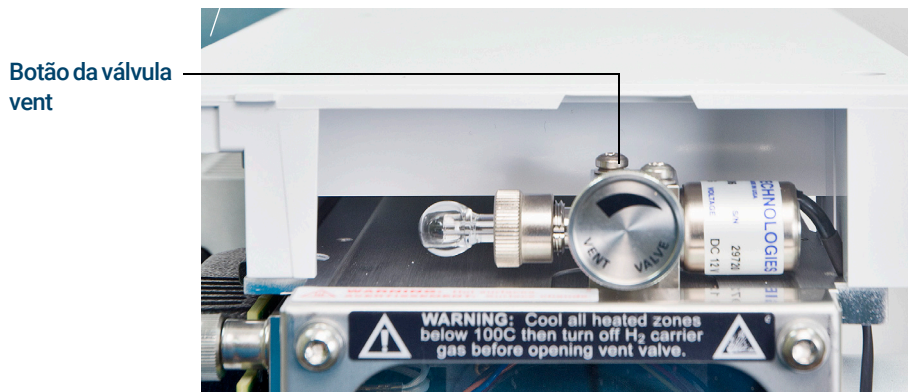


Figura 38 Botão da válvula vent

- 5 Verifique se o cabo elétrico do MSD está conectado ao compartimento de fiação elétrica aterrada da edificação.
- 6 Ligue o MSD apertando o botão **On/Off** na frente do MSD.
- 7 Pressione levemente a placa lateral para garantir uma vedação correta. Pressione a caixa de metal na placa lateral.
- 8 Feche a válvula vent quanto fizer um som sibilante. (Consulte **Figura 38**.)
A bomba mecânica fará um som de gorgolejo, Este ruído deve parar em um minuto. Caso este som continue, isso significa que há um **grande** vazamento de ar em seu sistema, provavelmente na vedação da placa lateral, na porca da coluna da interface ou na válvula vent.
- 9 Inicie o software MassHunter GC/MS Acquisition da Agilent.

4 Operação no modo de EI Bombear o MSD

- 10 No modo de exibição **Instrument Control** do menu Instrument, selecione **MS Vacuum Control** para exibir a caixa de diálogo **Vacuum Control**. (Consulte **Figura 39**.)

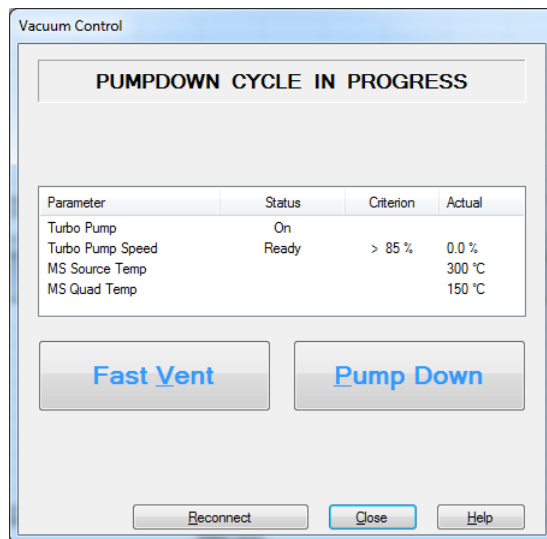


Figura 39 Caixa de diálogo de controle de vácuo

- 11 Clique em **Pump Down** na caixa de diálogo **Vacuum Control** e siga as solicitações do sistema.

CUIDADO

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

- 12 Quando solicitado, ligue o aquecedor da interface GC/MSD e o forno do GC. Clique em **OK** quando isto for feito.

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 auto tune (*.u) atual.

- 13 Depois que a mensagem **Okay to run** surgir, espere duas horas para o MSD alcançar o equilíbrio térmico. Os dados adquiridos antes de o MSD ter atingindo o equilíbrio térmico podem não ser reproduzíveis.
- 14 Se estiver usando o sistema JetClean, prepare o sistema de hidrogênio para uso. Consulte o manual de operação do sistema JetClean para ver os avisos relacionados à segurança no uso de hidrogênio.

5

Operação no modo de CI

- Diretrizes gerais 126
- Tune automático de CI 127
- Operar o MSD CI 129
- Gerar vácuo no MSD em modo CI 130
- Configurar o software para operação de CI 131
- Operar o módulo de controle de fluxo de gás reagente 133
- Configurar o fluxo de gás metano como reagente 136
- Utilizar outros gases reagentes 139
- Executar um autotune de PCI (somente metano) 142
- Executar um autotune de NCI (gás metano como reagente) 144
- Verificar o desempenho do PCI 146
- Verificar o desempenho de NCI 147
- Monitorar a pressão de alto vácuo no modo CI 148

Este capítulo traz informações e instruções para a operação de MSDs de CI na série 5977C no modo de CI. Grande parte das informações fornecidas no capítulo anterior também são relevantes.

A maior parte do material está relacionada à CI do metano, mas uma seção discute a utilização de outros gases reagentes.

O software contém instruções para a configuração do fluxo de gás reagente e para a realização de autotune de CI. Os tune automáticos são fornecidos para PCI com metano como gás reagente e para NCI com qualquer gás reagente.

Se estiver utilizando o *Cromatógrafo a gás Agilent Intuvo 9000* com o MSD, a ionização química (CI) não é suportada atualmente.

Diretrizes gerais

- Use sempre metano com a mais alta pureza (e outros gases reagentes, se aplicável). O metano deve ser no mínimo 99,9995% puro.
- Certifique-se sempre de que o MSD está funcionando bem no modo EI antes de alternar para CI. (Consulte "**Verificar o desempenho do sistema de EI**" na página 114.)
- Verifique se a fonte CI e o tip seal a da interface de GC/MSD estão instalados.
- Verifique se não há vazamentos de ar na tubulação de gás reagente. Isto está determinado no modo PCI, a verificação por 32 m/z após o pré-tune do metano.
- Certifique-se de que a linha de entrada do gás reagente está equipada com purificadores de gás (não aplicável para amônia).

Tune automático de CI

Depois que o fluxo de gás reagente estiver ajustado, é necessário efetuar o tune das lentes e dos componentes eletrônicos do MSD. (Consulte **Tabela 10** na página 128.) Perfluor-5,8-dimetil-3,6,9-trioxidodecano (PFDTD) é utilizado como solução calibrante. Em vez de preencher toda a câmara a vácuo, o PFDTD é introduzido diretamente na câmara de ionização por meio da interface de GC/MSD, utilizando o módulo de controle de fluxo de gás.

CUIDADO

Depois de trocar a fonte EI pela CI ou de ter purgado por qualquer outra razão, o MSD deve ser purgado e condicionado por no mínimo 2 horas antes de fazer o tune. Este condicionamento feito para melhorar o vácuo é recomendado por um tempo maior antes de se executar amostras que requerem sensibilidade otimizada.

Há um autotune de PCI para metano apenas, uma vez que não há íons de PFDTD produzidos por outros gases no modo positivo. Os íons de PFDTD são visíveis em NCI para qualquer gás reagente. Sempre faça o tune primeiro para PCI com metano, independentemente de qual modo ou gás reagente você deseja utilizar para sua análise.

Não existem critérios de desempenho de tune. O autotune de CI já estará aprovado se for concluído.

EMV igual ou maior do que 2600 V isso indica um problema. Caso o seu método exija EMV em +400, talvez você não consiga ter a sensibilidade adequada na aquisição de dados.

CUIDADO

Sempre verifique o desempenho do MSD em EI antes de alternar para a operação de CI. (Consulte "[Verificar o desempenho do sistema de EI](#)" na página 114.) Sempre configure o MSD CI em PCI primeiro, mesmo que for executar NCI.

5 Operação no modo de CI

Tune automático de CI

Tabela 10 Configurações de gás reagente

Gás reagente	Metano		Isobutano		Amônia		EI
Polaridade do íon	Positiva	Negativa	Positiva	Negativa	Positiva	Negativa	N/A*
Emissão	150 µA	50 µA	150 µA	50 µA	150 µA	50 µA	35 µA
Energia de elétrons	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	70 eV
Filamento	1	1	1	1	1	1	1 ou 2
Repeller	3 V	3 V	3 V	3 V	3 V	3 V	30 V
Ion Focus/Foco de íons	130 V	130 V	130 V	130 V	130 V	130 V	90 V
Offset da lente de entrada	20 V	20 V	20 V	20 V	20 V	20 V	25 V
Volts EM	1200	1400	1200	1400	1200	1400	1300
Válvula de interrupção	Aberta	Aberta	Aberta	Aberta	Aberta	Aberta	Fechada
Seletor de gás	A	A	B	B	B	B	Nenhuma
Fluxo sugerido	20%	40%	20%	40%	20%	40%	N/A
Temp. da fonte	250°C	150°C	250°C	150°C	250°C	150°C	230 °C
Temp. do quad.	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C
Temperatura da interface	280°C	280°C	280°C	280°C	280°C	280°C	280°C
Autotune	Sim	Sim	Não	Sim	Não	Sim	Sim

* N/D Não disponível

Operar o MSD CI

Operar o MSD no modo de CI é um pouco mais complicado do que operar no modo EI. Após realizar o tune, o fluxo de gás, a temperatura da fonte e a energia de elétrons podem precisar ser otimizados para o seu analito específico. (Consulte **Tabela 11.**)

Tabela 11 Temperaturas para operação de CI

	Fonte de íons	Quadrupolo	Interface de GC/MSD
PCI	250°C	150°C	280°C
NCI	150°C	150°C	280°C

Iniciar o sistema no modo PCI

Ao trazer o sistema no modo PCI primeiro, você será capaz de fazer o seguinte:

- Configurar o MSD com metano em primeiro lugar, mesmo se você for usar outro gás reagente.
- Verificar o tip seal da interface olhando para o índice m/z 28 a 27 (no painel de ajuste do fluxo de metano).
- Determinar se um grande vazamento de ar está presente pelo monitoramento dos íons a m/z 19 (água protonada) e 32.
- Confirmar se o MSD está gerando íons reais e não apenas ruído de fundo.

É quase impossível realizar qualquer diagnóstico sobre o sistema no NCI. No NCI, não há íons de gás reagente a monitorar. É difícil diagnosticar um vazamento de ar e difícil dizer se uma boa vedação está sendo criada entre a interface e o volume de íons.

Dependendo da aplicação, use as seguintes taxas de fluxo de gás reagente durante a inicialização do sistema:

- modo PCI define o fluxo de gás reagente a 20 (1 mL/min)
- modo NCI define o fluxo de gás reagente a 40 (2 mL/min)

Gerar vácuo no MSD em modo CI

Este procedimento pressupõe que o PCI efetuará o tune, em algum momento, no instrumento usando metano depois que o sistema estiver estável.

Procedimento

- 1 Siga as instruções para o MSD EI. (Consulte "**Bombear o MSD**" na página 122.)
Depois que o software pedir para ligar o aquecedor da interface de GC/MSD e o forno do GC, execute os seguintes passos.
- 2 Na caixa de diálogo **Manual Tune**, clique na guia **Values** para monitorar se a pressão está diminuindo (opção medidor Hi-Vac instalado).
- 3 Na caixa de diálogo **Manual Tune**, clique na guia **CI Gas**, em seguida, na área **Valve Settings** feche a **Gas Valve A**, **Gas Valve B**, e a **válvula de interrupção**.
- 4 Verifique se **PCICH4.U** está carregado (canto superior esquerdo na caixa de diálogo **Manual Tune**) e clique na guia **Values** para aceitar os setpoints de temperatura.
Sempre inicie e verifique o desempenho do sistema no modo PCI antes de mudar para NCI.
- 5 Defina a interface do GC/MSD a 280 °C. (consulte a **Tabela 11** na página 129.)
- 6 Defina **Gas A (metano)** para 20%.
- 7 Deixe o sistema condicionar e purgar durante pelo menos 2 horas. Se você executar o NCI, para melhor sensibilidade, aqueça o MSD durante a noite.

Configurar o software para operação de CI

CUIDADO

Sempre verifique o desempenho do GC/MSD em EI antes de alternar para o modo CI.

Procedimento

- 1 Da exibição **Tune and Vacuum Control**, selecione **Load Tune Parameters** no menu **File** e carregue o arquivo de tuning **PCICH4.U**.
- 2 Se autotune CI nunca foi executado para este arquivo de tune, o software solicitará que você passe por uma série de caixas de diálogo. *Aceite os valores padrão, a menos que você tenha uma boa razão para mudar algo.*

Os valores de tune têm um efeito importante sobre o desempenho MSD. Sempre comece com os valores padrão na primeira configuração de CI para, em seguida, fazer ajustes à sua aplicação específica. (Consulte a **Tabela 12** para ver os valores padrão para a caixa de Limites de controle de tune). Estes limites são utilizados apenas por Autotune. Eles *não* devem ser confundidos com os parâmetros estabelecidos em Editar Parâmetros MS ou com os que figuram no relatório de tune.

Tabela 12 Limites de Controle Padrão do Tune utilizados apenas pelo tune automático CI

Gás reagente	Metano		Isobutano		Amônia	
	Positiva	Negativa	Positiva	Negativa	Positiva	Negativa
Polaridade do íon	Positiva	Negativa	Positiva	Negativa	Positiva	Negativa
Meta/alvo de abundância	1x10 ⁶	1x10 ⁶	N/A	1x10 ⁶	N/A	1x10 ⁶
Meta de largura de pico	0,6	0,6	N/A	0,6	N/A	0,6
Máximo do "Repeller"	4	4	N/A	4	N/A	4
Corrente de emissão máxima, µA	240	50	N/A	50	N/A	50
Energia de elétrons Max, eV	240	240	N/A	240	N/A	240

Notas para Tabela 12:

- **N/A:** Não disponível. Não há íons de PFDTD formados na PCI com nenhum gás reagente além do metano. Portanto, o autotune de CI não está disponível com estas configurações.

5 Operação no modo de CI

Configurar o software para operação de CI

- **Polaridade de íons:** sempre configure primeiro em PCI com metano, depois mude para a polaridade de íons e gás de reação desejados.
- **Meta de abundância:** ajuste para mais ou para menos para atingir a abundância de sinal desejada. Uma maior abundância de sinal traz também maior abundância de ruídos. Isto pode ser ajustado para a aquisição de dados configurando-se a EMV no método.
- **Meta de largura de pico:** valores maiores de largura de pico resultam em melhor sensibilidade, enquanto valores menores resultam em melhor resolução.
- **Corrente de emissão máxima:** a corrente de emissão máxima ideal para a NCI é muito específica para cada composto e deve ser selecionada de modo empírico. A corrente de emissão ideal para pesticidas, por exemplo, deve ser de aproximadamente 200 μA . O limite máximo da corrente é de 200 μA para EI e 250 μA para CI.

5 Operação no modo de CI

Operar o módulo de controle de fluxo de gás reagente

Operar o módulo de controle de fluxo de gás reagente

CUIDADO

Depois de o sistema ter sido alternado do modo EI para CI, ou então ter estado em "vent" por qualquer outra razão, o MSD deve ser condicionado por, no mínimo, 2 horas antes de realizar o tune.

CUIDADO

Continuar com o autotune de CI caso o MSD tenha um vazamento de ar ou grandes quantidades de água resultará na contaminação severa da fonte de íons. Caso isso aconteça, será necessário *quebrar o vácuo/vent o MSD e limpar a fonte de íons*.

Procedimento

- 1 Na caixa de diálogo **Manual Tune**, clique na guia **CI** para acessar as configurações de parâmetro para controlar o fluxo de gás CI. (Consulte **Figura 40**.)

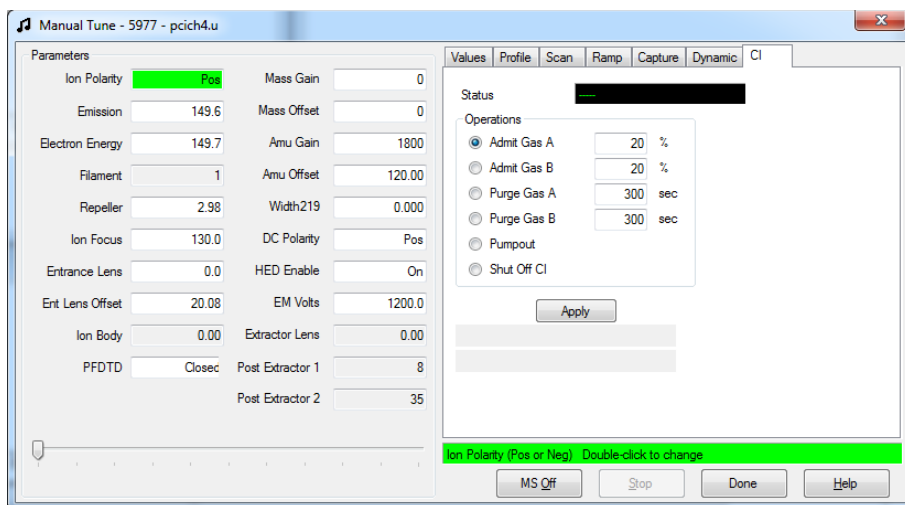


Figura 40 Guia de CI de tune manual

5 Operação no modo de CI

Operar o módulo de controle de fluxo de gás reagente

- 2 Na área **Operations**, selecione admitir um gás de reação para o arquivo de tune atual.

O sistema evacua as linhas de gás durante 6 minutos, em seguida, liga o gás selecionado (A ou B). Isto é para reduzir a mistura cruzada dos gases nas linhas.

- 3 Entre o setpoint do fluxo de gás reagente no campo **Flow**. Este valor é inserido como uma porcentagem do fluxo máximo. O fluxo recomendado é de 20% para uma fonte de PCI e de 40% para uma fonte de NCI.

O hardware de controle de fluxo lembra a configuração de fluxo para cada gás. Quando qualquer gás for selecionado, a placa de controle define automaticamente o mesmo fluxo que foi usado para o gás pela última vez.

- 4 Para começar o fluxo de gás de reação, selecione **Shutoff CI**.

O sistema desliga o fluxo de gás presente enquanto deixa a válvula de retenção aberta. (Consulte **Figura 41** na página 135.) Isto é para remover qualquer gás residual nas linhas. Tempo de evacuação típica é de 6 minutos e, em seguida, a válvula de interrupção é fechada.

O módulo de controle de fluxo de CI

O módulo de controle do fluxo de gás de reagente CI regula o fluxo do gás reagente na interface GC/MSD de CI. O módulo de fluxo consiste em MFC, válvulas de seleção de gás, válvula de calibração de CI, válvula de retenção, componentes eletrônicos de controle e tubulação. (Veja a **Figura 41** e a **Tabela 13** na **página 135**.)

O painel traseiro conta com conexões de entrada Swagelok para metano (**CH₄**) e **OUTRO** gás reagente. O software se refere a eles como **Gas A** e **Gas B**, respectivamente. Se você não estiver utilizando um segundo gás reagente, tampe a **OUTRA** conexão para evitar admissão acidental de ar no analisador. Forneça gases reagentes de 25 a 30psi (170 a 205 kPa).

A válvula de interrupção evita a contaminação do módulo de controle de fluxo pela atmosfera enquanto o MSD está em "vent" ou então por PFTBA durante a operação EI.

Quando um sistema de CI estiver instalado com um sistema JetClean, o MFC é compartilhado por ambos os sistemas. Por padrão, seu uso é restrito a um desses sistemas de cada vez. Neste caso, o suprimento de gás B é dedicado ao hidrogênio usado para limpeza da fonte. Para obter informações sobre o sistema JetClean, consulte o manual de operação do JetClean instalado no seu PC junto com este manual.

5 Operação no modo de CI

Operar o módulo de controle de fluxo de gás reagente

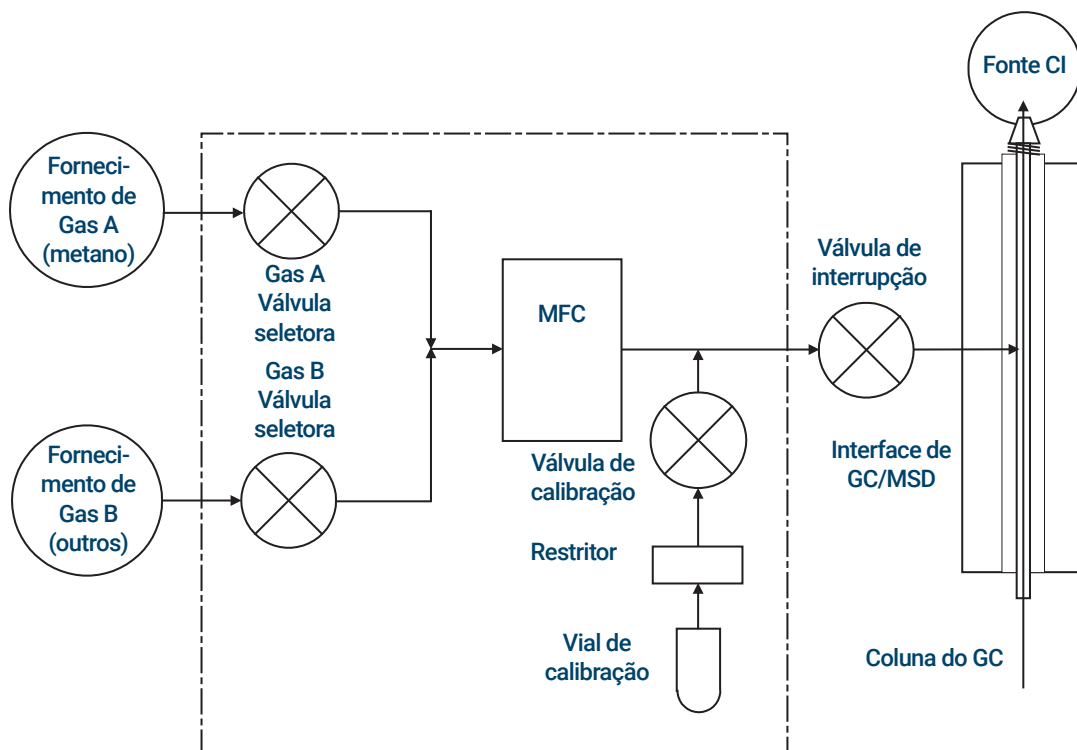


Figura 41. Esquema do módulo de controle de fluxo de gás reagente

Tabela 13 Diagrama de estado do módulo de controle de fluxo

Resultado	Fluxo de Gas A	Fluxo de Gas B	Purgar com Gas A	Purgar com Gas B	Iniciar vácuo/ Expulsar módulo de fluxo	Modo em espera, ventilado ou Modo EI
Gas A	Aberta	Fechada	Aberta	Fechada	Fechada	Fechada
Gas B	Fechada	Aberta	Fechada	Aberta	Fechada	Fechada
MFC	Ativar → ponto de ajuste	Ativar → ponto de ajuste	Ativar → 100%	Ativar → 100%	Ativar → 100%	Desativar → 0%
Válvula de interrupção	Aberta	Aberta	Aberta	Aberta	Aberta	Fechada

Os estados **Open** e **Closed** são mostrados nos monitores como **Open** e **Closed**, respectivamente.

Configurar o fluxo de gás metano como reagente

O fluxo de gás reagente deve ser ajustado para que se obtenha estabilidade máxima antes do tune do sistema de CI. Faça a configuração **inicial** com metano no modo de PCI. Nenhum procedimento de ajuste de fluxo está disponível para a NCI, já que nenhum íon reagente negativo é formado.

O ajuste do fluxo de gás reagente metano é um processo de três passos: configuração do controle de fluxo, pré-tune nos íons de gás reagente e ajuste do fluxo para proporções estáveis de íons reagentes, para metano, 28/27 *m/z*.

Seu sistema de dados guiará você pelo processo de ajuste de fluxo.

Procedimento

- 1 Usando uma fonte EI, execute o tune automático padrão, salve o relatório e anote a pressão relatada. (Consulte "**Fazer tune do MSD no modo EI**" na página 110.)
- 2 Faça quebra de vácuo/Vent do sistema. (Consulte "**Quebrar Vácuo/Vent o MSD**" na página 119.)
- 3 Instale a fonte CI. (Consulte "**Instalar a fonte CI**" na página 254.)
- 4 Bombeie o sistema. (Consulte "**Gerar vácuo no MSD em modo CI**" na página 130.)
- 5 Aguarde até que a pressão fique próxima da pressão registrada anteriormente para o autotune de EI. (Consulte "**Monitorar a pressão de alto vácuo no modo CI**" na página 148.)
- 6 Selecione **Bake out MSD** do modo de exibição **Manual Tune** no menu **Execute** para exibir a caixa de diálogo **Specify Bake Out parameters**. Defina um tempo mínimo de 2 horas, ajuste os outros parâmetros e clique em **OK** para iniciar o condicionamento.

5 Operação no modo de CI

Configurar o fluxo de gás metano como reagente

CUIDADO

Depois de o sistema ter sido alternado do modo EI para CI, ou então ter estado em "vent" por qualquer outra razão, o MSD deve ser condicionado por, no mínimo, 2 horas antes de realizar o tune.

Continuar com o autotune de CI caso o MSD tenha um vazamento de ar ou grandes quantidades de água resultará na **contaminação severa da fonte de íons**. Caso isso aconteça, será necessário **quebrar o vácuo/vent o MSD e limpar a fonte de íons**.

- 7 Selecione **Methane Pretune** no menu **Setup** e siga as informações do sistema. Consulte a ajuda on-line do software MassHunter GC/MS Acquisition da Agilent para obter informações adicionais.

O pré-tune do metano regula o instrumento para obter um monitoramento ideal da proporção de íons reagente de metano de 28/27 *m/z*.

5 Operação no modo de CI

Configurar o fluxo de gás metano como reagente

- 8 Examine o scan do perfil exibido dos íons reagentes. (Consulte **Figura 42.**)
 - Não deve haver nenhum pico visível a 32 m/z . Um pico não indica um vazamento de ar. Repare o vazamento antes de prosseguir. Operar no modo CI com um vazamento de ar causará contaminação rapidamente na fonte de íons.
 - O pico a m/z 19 (água protonada) é menor do que 50% do pico a m/z 17.
- 9 Quando for solicitado, clique em **OK** para executar o Ajuste de fluxo de metano.

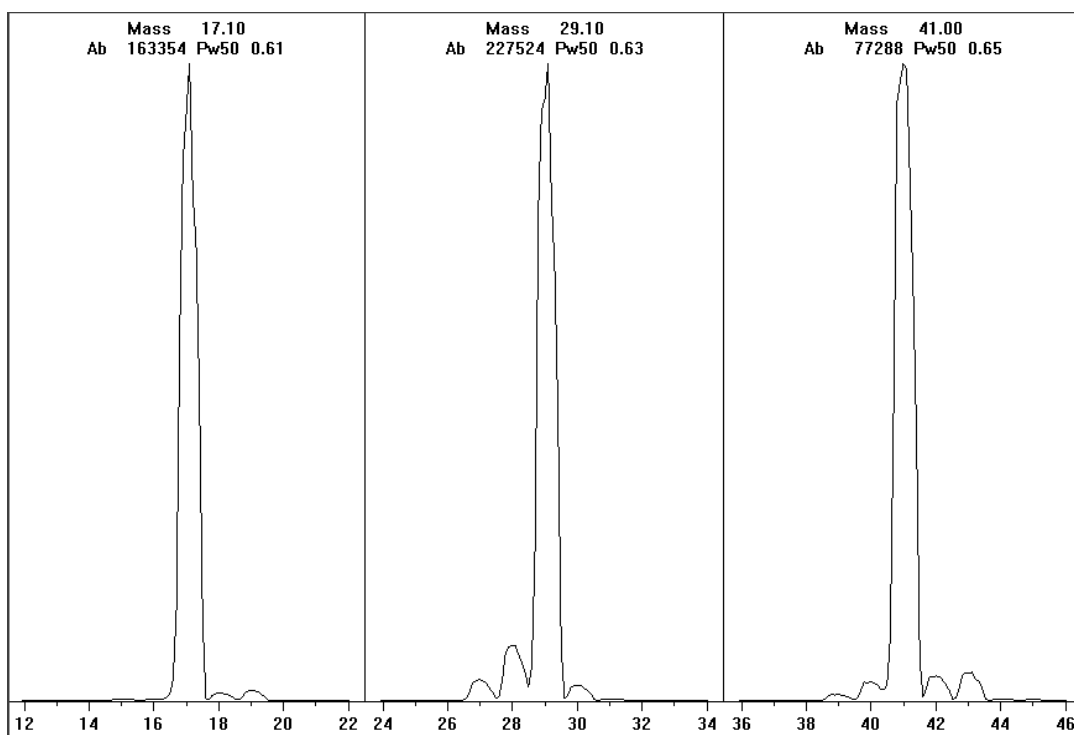


Figura 42. Verificações de íon reagente após um condicionamento muito longo

Pré-tune do metano após mais de um dia de aquecimento (bake out)

Note-se a uma baixa abundância de m/z 19 e na ausência de qualquer pico visível a m/z 32. O seu MSD provavelmente mostra mais água no início, mas a abundância de m/z 19, ainda deve ser inferior a 50% de m/z 17.

5 Operação no modo de CI

Utilizar outros gases reagentes

Utilizar outros gases reagentes

Esta seção descreve o uso de isobutano ou amônia como gás reagente. É necessário ter experiência com a operação do MSD série 5977C equipado com CI usando metano como gás reagente antes de tentar usar outros gases reagentes.

CUIDADO

Não utilize óxido nítrico como gás reagente. Ele reduz radicalmente o tempo de vida útil do filamento.

Alterar o gás reagente de metano para isobutano ou amônia altera a química do processo de ionização e resulta em íons diferentes. As principais reações de CI encontradas estão descritas em linhas gerais no guia de conceitos da Série 5977C. Se não tiver experiência com CI, sugerimos a revisão do material antes de prosseguir.

CUIDADO

Nem todas as operações de configuração podem ser realizadas em todos os modos com todos os gases reagentes. (Consulte Tabela 14 para detalhes.)

Tabela 14 Gases reagentes

Modo/gás reagente	Massas de íons reagentes	PFDTD Íons calibrantes	Íons de ajuste de fluxo: Proporção Turbobomba de MSD EI/PCI/NCI Fluxo recomendado: 20% PCI 40% NCI
Metano/PCI	17, 29, 41*	41, 267, 599	28/27: 1,5 e 5,0
Metano/NCI	17, 35, 235†	185, 351, 449	N/A
Isobutano/PCI	39, 43, 57	N/A	57/43: 5,0 e 30,0
Isobutano/NCI	17, 35, 235	185, 351, 449	N/A
Amônia/PCI	18, 35, 52	N/A	35/18: 0,1 e 1,0
Amônia/NCI	17, 35, 235	185, 351, 517	N/A

* Não existem íons de PFDTD formados com nenhum gás reagente, exceto o metano. Faça o tune com metano e utilize os mesmos parâmetros para os outros gases.

† Não existem íons de gás reagente **negativos** formados. Para realizar o pre-tune em modo negativo, utilize íons de background: 17 (OH⁻), 35 (Cl⁻) e 235 (ReO₃⁻). Esses íons não podem ser usados para ajuste de fluxo de gás reagente. Defina o fluxo para 40% para NCI e ajuste conforme necessário para obter resultados aceitáveis para a sua aplicação.

CI com isobutano

O isobutano (C_4H_{10}) é comumente usado para CI quando se deseja que haja menos fragmentação no espectro de CI. Isso se deve à afinidade por prótons do isobutano ser maior do que a do metano; portanto, menos energia é transferida na reação de ionização.

Acréscimo e transferência de prótons são os mecanismos de ionização que se associam com mais frequência com isobutano. A amostra por si só influencia em qual mecanismo é dominante.

CI com amônia

A amônia (NH_3) é comumente usada para CI quando se deseja que haja menos fragmentação no espectro de CI. Isso se deve à afinidade por prótons da amônia ser maior do que a do metano; portanto, menos energia é transferida na reação de ionização.

Como muitos compostos de interesse têm afinidades por prótons insuficientes, os espectros da CI com amônia costumam ser resultado do acréscimo de NH_4^+ e então, em alguns casos, da subsequente perda de água. Os espectros de íon reagentes à amônia têm íons principais a m/z 18, 35 e 52, que correspondem a NH_4^+ , $NH_4(NH_3)^+$ e $NH_4(NH_3)_2^+$.

Para ajustar o MSD para CI com isobutano ou amônia, utilize o seguinte procedimento:

Procedimento

- 1 Execute um tune automático de PCI padrão com metano e PFDTD. (Consulte "**Executar um autotune de PCI (somente metano)**" na página 142.)
- 2 No modo de exibição **Tune and Vacuum Control** no menu **Tune**, clique em **Tune Wizard**, e quando solicitado, selecione **Isobutane** ou **Ammonia**. Isso alterará os menus para utilização do gás selecionado e seleção dos parâmetros do tune padrão apropriados.
- 3 Quando solicitado, selecione **Gas B**. (O porto onde Isobutano ou amônia é sondado). Continue seguindo as instruções do Assistente de Tune e defina o fluxo de gás em 20%.

Se for utilizar um arquivo de tune existente, não se esqueça de salvá-lo com um novo nome caso não queira substituir os valores existentes. Aceite a temperatura-padrão e outras configurações.

5 Operação no modo de CI

Utilizar outros gases reagentes

4 Clique em **Isobutane** (ou **Ammonia**) **Flow Adjust** no menu **Execute**.

Não existe autotune de CI para isobutano ou amônia em PCI.

Se você deseja executar a NCI com isobutano ou amônia, carregue **NCICH4.U** ou um arquivo de tune de NCI já existente para o gás específico. Para mais informações sobre a operação de CI utilizando amônia, consulte as notas de aplicação da Agilent "[Implementation of Ammonia Reagent Gas for Chemical Ionization on the 5975 Series MSDs](#)" (5989-5170EN).

CUIDADO

A utilização de amônia afeta os requisitos de manutenção do MSD. (Consulte "[Manutenção de CI](#)" na página 221 para obter mais informações.)

CUIDADO

A pressão do fornecimento de amônia deve ser menor do que 5 psig. Pressões maiores podem resultar na condensação da amônia do estado sólido para o líquido.

Mantenha sempre o tanque de amônia em posição vertical, abaixo do nível do módulo de fluxo. Disponha a tubulação de fornecimento de amônia em várias voltas verticais, enrolando a tubulação em volta de uma lata ou garrafa. Isto ajudará a manter a amônia em líquido fora do módulo de fluxo.

A amônia tende a romper os fluidos e vedações da bomba de vácuo. O uso de CI com amônia faz com que a manutenção do sistema de vácuo seja necessária com mais frequência. Consulte o *manual de resolução de problemas e manutenção do MSD da série 5977C da Agilent*.

Geralmente, utiliza-se uma mistura de 5% de amônia e 95% de hélio ou então 5% de amônia e 95% de metano como gás reagente de CI. Esta quantidade de amônia é suficiente para atingir uma boa CI ao mesmo tempo que minimiza seus efeitos negativos.

CI com dióxido de carbono

Por vezes, o dióxido de carbono é utilizado como um gás reagente para CI. Ele tem as vantagens óbvias de disponibilidade e segurança.

Executar um autotune de PCI (somente metano)

CUIDADO

Sempre verifique o desempenho do MSD em EI antes de alternar para a operação de CI. Sempre configure o MSD CI em PCI primeiro, mesmo que for executar NCI.

Evite fazer o tune mais do que o absolutamente necessário. Dessa forma, você minimizará o ruído de fundo de PFDTD e ajudará a evitar a contaminação da fonte de íons.

Procedimento

- 1 Certifique-se primeiro de que o MSD funciona corretamente no modo EI. (Consulte "**Verificar o desempenho do sistema de EI**" na página 114.)
- 2 No modo de exibição **Tune and Vacuum Control**, carregue o arquivo **PCICH4.U** ou um arquivo de tune já existente para o gás reagente que você estiver utilizando.

Se for utilizar um arquivo de tune existente, não se esqueça de salvá-lo com um novo nome caso não queira substituir os valores existentes.
- 3 Aceite as configurações padrão.
- 4 Realize a configuração do metano. (Consulte "**Configurar o fluxo de gás metano como reagente**" na página 136.)
- 5 No menu **Tune**, clique em **CI Autotune**.

Não existem critérios de desempenho de tune. O tune automático já estará aprovado se for concluído. (Consulte **Figura 43** na página 143.) Se o tune definir a EMV em um valor igual ou maior que 2.600 V, contudo, você talvez não consiga adquirir dados de forma bem-sucedida caso seu método defina EMV em "+400" ou maior.

O relatório de autotune contém informações sobre ar e água no sistema. (Consulte "**Relatório de autotune de PCI**" na página 143.)

A razão de 19/29 mostra a abundância de água.

A razão de 32/29 mostra a abundância de oxigênio.

5 Operação no modo de CI

Executar um autotune de PCI (somente metano)

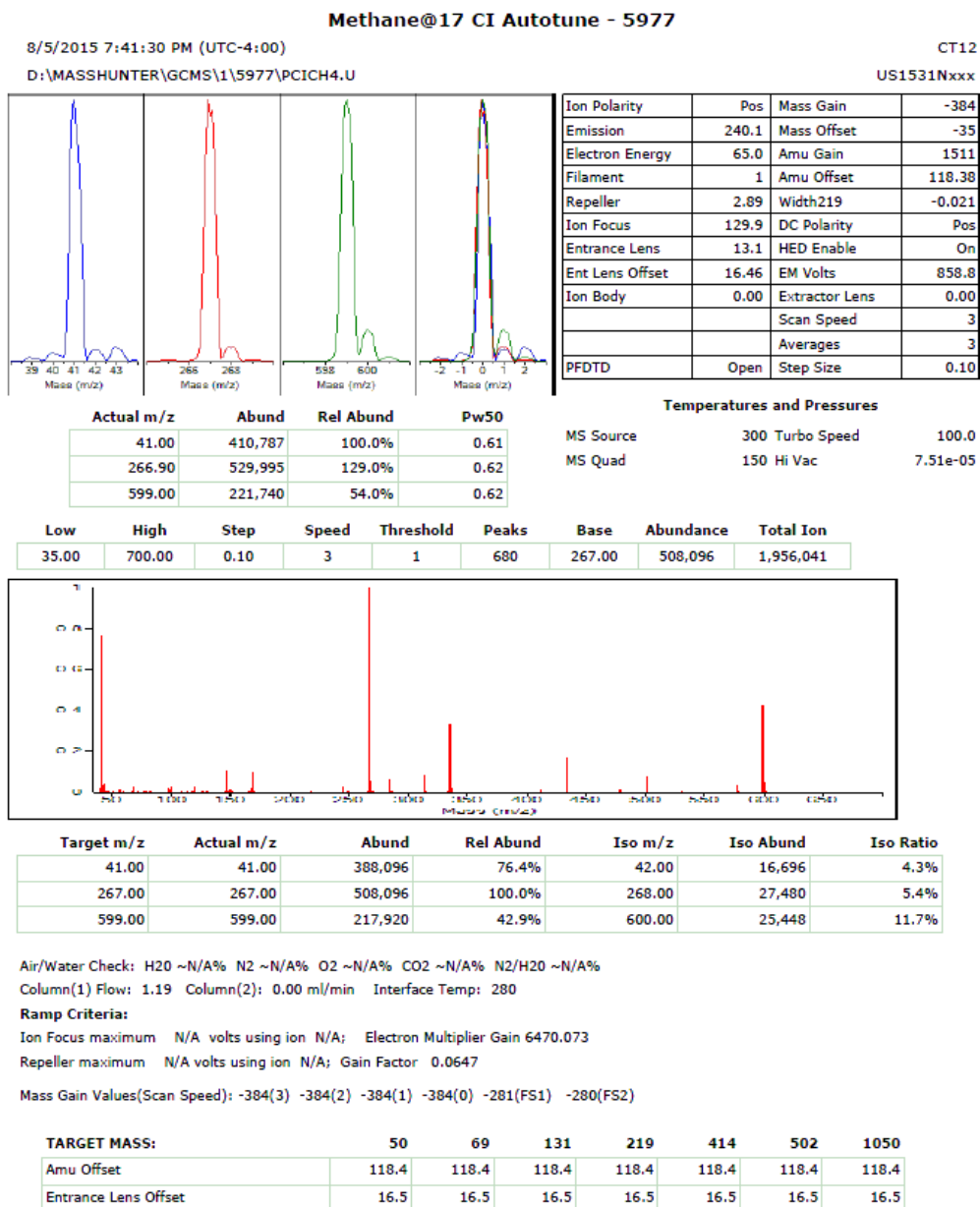


Figura 43. Relatório de autotune de PCI

5 Operação no modo de CI

Executar um autotune de NCI (gás metano como reagente)

Executar um autotune de NCI (gás metano como reagente)

CUIDADO

Sempre verifique o desempenho do MSD em EI antes de alternar para a operação de CI. (Consulte "Verificar o desempenho do sistema de EI" na página 114.) Sempre configure primeiro a CI de MSD em PCI com metano como gás reagente, mesmo se você for utilizar um gás reagente diferente ou executar o NCI.

Procedimento

- 1 No modo de exibição **Tune and Vacuum Control**, carregue o arquivo **NCICH4.U** (ou um arquivo de tuning já existente para o gás de reação que você estiver utilizando).
- 2 No menu **Setup**, selecione **CI Tune Wizard** e siga as solicitações do sistema. Aceite a temperatura-padrão e outras configurações.

Se for utilizar um arquivo de tune existente, não se esqueça de salvá-lo com um novo nome caso não queira substituir os valores existentes.
- 3 No menu **Tune**, clique em **CI Autotune**.

CUIDADO

Procure fazer o tune apenas quando absolutamente necessário. Dessa forma, você minimizará o ruído de fundo de PFDTD e ajudará a evitar a contaminação da fonte de íons.

Não existem critérios de desempenho de tune. O tune automático já estará aprovado se for concluído. (Consulte **Figura 44** na página 145.) Se o tune definir a EMV em um valor igual ou maior que 2.600 V, contudo, você talvez não consiga adquirir dados de forma bem-sucedida caso seu método defina EMV em "+400" ou maior.

5 Operação no modo de CI

Executar um autotune de NCI (gás metano como reagente)

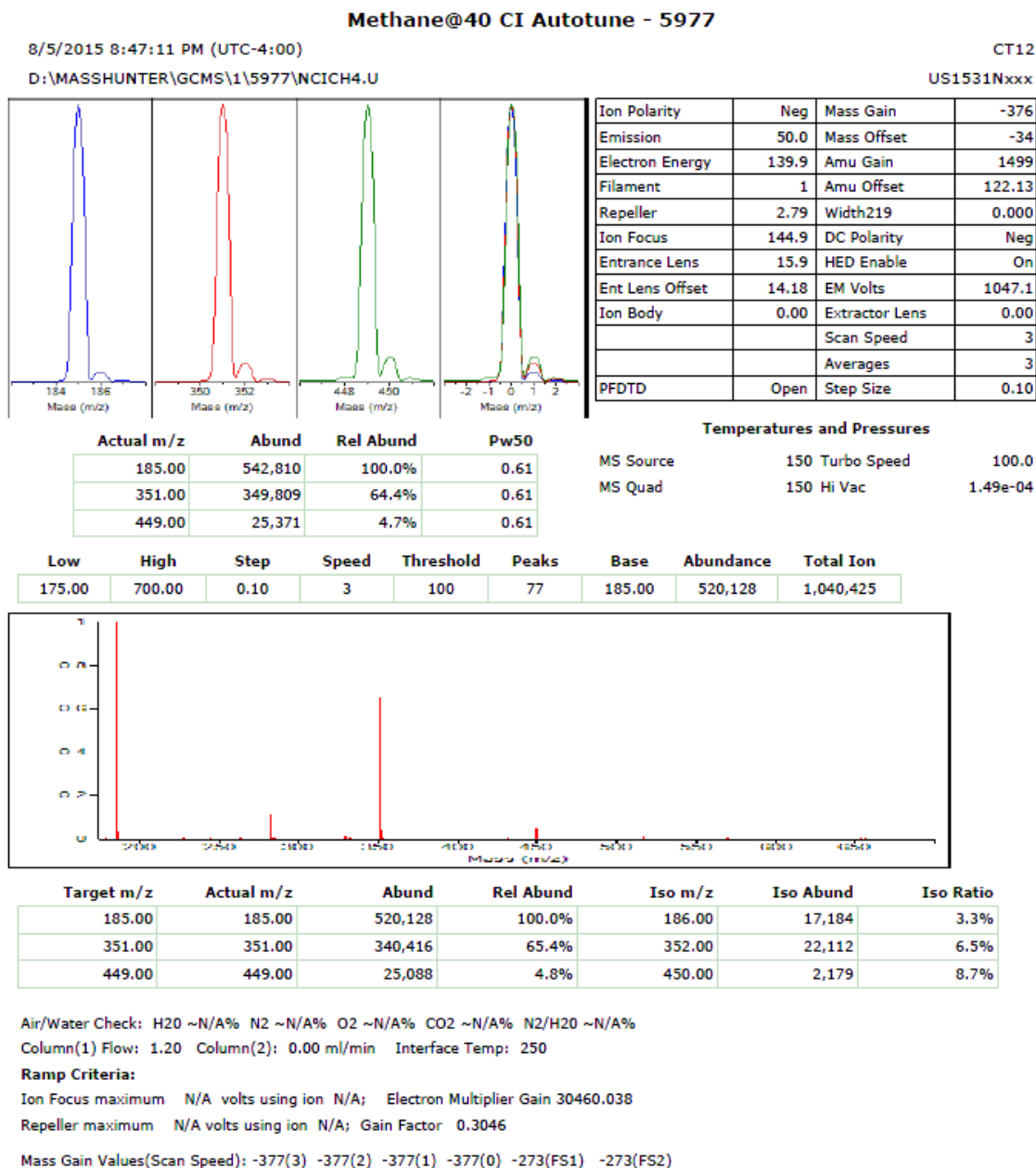


Figura 44. Autotune de NCI

Verificar o desempenho do PCI

Materiais necessários

- Benzofenona, 100 pg/ μ L 5 x 1 mL (8500-5440)

CUIDADO

Sempre verifique o desempenho do MSD em EI antes de alternar para a operação de CI. (Consulte "[Verificar o desempenho do sistema de EI](#)" na página 114.) Sempre configure o MSD CI em PCI primeiro, mesmo que for executar NCI.

Procedimento

- 1 Certifique-se de que o MSD funciona corretamente no modo EI.
- 2 Certifique-se de que o arquivo de tune **PCICH4.U** esteja carregado.
- 3 Selecione **Gas A** e defina o fluxo para 20%.
- 4 No modo de exibição **Tune and Vacuum Control**, realize a configuração de CI. (Consulte "[Executar um autotune de PCI \(somente metano\)](#)" na página 142.)
- 5 Execute o autotune de CI. (Consulte "[Tune automático de CI](#)" na página 127.)
- 6 Execute o método de sensibilidade de PCI **BENZ_PCI.M** utilizando 1 μ L de 100 pg/ μ L de benzofenona.
- 7 Certifique-se de que o sistema está em conformidade com a especificação de sensibilidade publicada. Consulte o site da Agilent em www.agilent.com/chem para obter especificações.

Verificar o desempenho de NCI

Este procedimento é aplicável **somente** para MSDs EI/PCI/NCI.

Materiais necessários

- OFN, 100 fg/ μ L 3 x 1 mL (5188-5347)

CUIDADO

Sempre verifique o desempenho do MSD em EI antes de alternar para a operação de CI. (Consulte "Verificar o desempenho do sistema de EI" na página 114.) Sempre configure o MSD CI em PCI primeiro, mesmo que for executar NCI.

Procedimento

- 1 Certifique-se de que o MSD funciona corretamente no modo EI.
- 2 Carregue o arquivo de tune **NCICH4.U** e aceite os setpoints de temperatura.
- 3 Selecione **Gas A** e defina o fluxo para 40%.
- 4 No modo de exibição **Tune and Vacuum Control**, execute o tune automático de CI. (Consulte "**Executar um autotune de NCI (gás metano como reagente)**" na página 144.)

Observe que não há critérios para um autotune "aprovado" na CI. O autotune já estará aprovado se for concluído.
- 5 Execute o método de sensibilidade de NCI: OFN_NCI.M utilizando 2 μ L de 100 fg/ μ L OFN.
- 6 Certifique-se de que o sistema está em conformidade com a especificação de sensibilidade publicada. Consulte o site da Agilent em www.agilent.com/chem para obter especificações.

Monitorar a pressão de alto vácuo no modo CI

AVISO

Se for usado hidrogênio como gás de arraste ou suprimento do sistema JetClean, as válvulas de retenção de suprimento de gás de arraste e do sistema JetClean devem estar fechadas antes de desligar a energia do MSD. Se a bomba mecânica estiver desligada, haverá acúmulo de hidrogênio no MSD, o que pode causar uma explosão. Leia "[Segurança no Uso de Hidrogênio](#)" na página 24 antes de operar o MSD com gás de hidrogênio.

Procedimento

- 1 Inicialize e bombeie o MSD. (Consulte "[Gerar vácuo no MSD em modo CI](#)" na página 130.)
- 2 No modo de exibição **Tune and Vacuum Control**, selecione **Turn Vacuum Gauge on/off** no menu **Vacuum**.
- 3 No modo de exibição **Instrument Control**, é possível configurar um Monitor MS para leitura. O vácuo também pode ser lido no LCP ou a partir da tela Tune manual.

O controlador do medidor não será ligado caso a pressão no MSD esteja acima do valor aproximado de 8×10^{-3} Torr. O controlador do medidor é calibrado para nitrogênio, mas todas as pressões utilizadas neste manual são para hélio.

A maior influência sobre a pressão de operação é o fluxo de gás de arraste (coluna). As pressões típicas para vários fluxos de gás de arraste de hélio são aproximadas e variam de acordo com o instrumento. (Consulte [Tabela 15](#) na página 149.)

5 Operação no modo de CI

Monitorar a pressão de alto vácuo no modo CI

Leituras normais de pressão

Utilize o medidor a vácuo G3397B Micro-Ion. Note que o MFC é calibrado para metano e o medidor de vácuo é calibrado para nitrogênio, de forma que estas medições não são exatas, servindo apenas como um guia para leituras normalmente observadas. (Consulte **Tabela 15** na página 149.) Elas foram feitas com o seguinte conjunto de condições. Observe que estas temperaturas são temperaturas de PCI típicas:

Temperatura da fonte	250°C
Temperatura do Quad.	150°C
Temperatura da interface de GC/MSD	280°C
Fluxo de hélio como gás de arraste	1 mL/min

Tabela 15 Configurações MFC e leituras normais de pressão

MFC (%)	Pressão (Torr)	
	Metano	Amônia
	EI/PCI/NCI MSD (Bomba turbo)	EI/PCI/NCI MSD (Bomba turbo)
10	$5,5 \times 10^{-5}$	$5,0 \times 10^{-5}$
15	$8,0 \times 10^{-5}$	$7,0 \times 10^{-5}$
20	$1,0 \times 10^{-4}$	$8,5 \times 10^{-5}$
25	$1,2 \times 10^{-4}$	$1,0 \times 10^{-4}$
30	$1,5 \times 10^{-4}$	$1,2 \times 10^{-4}$
35	$2,0 \times 10^{-4}$	$1,5 \times 10^{-4}$
40	$2,5 \times 10^{-4}$	$2,0 \times 10^{-4}$

Familiarize-se com as medições em **seu** sistema sob condições operacionais e fique alerta para **alterações** que possam indicar um problema de fluxo de gás ou vácuo. As medições podem variar em até 30% de um MSD e um controlador do medidor para o outro.

5 Operação no modo de CI

Monitorar a pressão de alto vácuo no modo CI

6

Manutenção geral

- Antes de iniciar 153
- Manutenção do sistema de vácuo 158
- Manutenção do analisador 159
- Abrir a câmara do analisador 161
- Remover a fonte EI HES 163
- Conectar/Desconectar a fiação para a fonte de alta eficiência de EI 165
- Desmontar a fonte EI HES 166
- Limpar a fonte EI HES 169
- Montar a fonte EI HES 172
- Remover os filamentos da fonte EI HES 177
- Instalar os filamentos da fonte de alta eficiência de EI 179
- Instalar a fonte EI HES 180
- Remover a fonte inerte ou HydroInert EI XTR, SS 181
- Conectar/Desconectar a fiação das Fontes EI XTR, SS e Inerte 182
- Conectar/Desconectar a fiação das fontes HydroInert EI 184
- Desmontar a Fonte EI SS ou EI Inerte 186
- Desmontar a fonte EI XTR 189
- Desmontar a fonte HydroInert EI 192
- Limpar uma fonte EI XTR, SS ou Inerte 195
- Limpar a fonte HydroInerte EI 200
- Montar uma fonte SS ou fonte inerte de EI 203
- Montar a fonte de XTR de EI 206
- Montar a fonte HydroInert EI 209
- Substituir um filamento em uma fonte inerte ou HydroInert EI, XTR, SS 212
- Instalar a fonte inerte ou HydroInert EI, XTR, SS 215

6 Manutenção geral

Substituir a eletromultiplicadora 216

Fechar a câmara do analisador 218

Se estiver utilizando o *Cromatógrafo a gás Agilent Intuvo 9000 da Agilent* com o MSD, a ionização química (CI) e o sistema JetClean são incompatíveis.

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.

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 16**.)

Tabela 16 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
Troque o fluido da bomba de difusão	Anualmente
Substituir o tip seal da bomba mecânica a seco	Anualmente
Verificar a bomba mecânica a seco (sem óleo)	Conforme necessário
Efetuar o tune do 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 vent.†	Conforme necessário
Substituir o suprimento de gás do reagente CI	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 vent não precisam ser lubrificadas. A lubrificação de outras vedações pode interferir em seu correto funcionamento.

6 Manutenção geral

Antes de iniciar

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 sobressalentes 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 (120 VCA ou 200/240 VCA):

- 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.

6 Manutenção geral

Antes de iniciar

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 de GC/MSD 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 regulações 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.

Limpeza da fonte de íons

O principal efeito da operação do MSD em modo CI é a necessidade de uma limpeza mais frequente da fonte de íons. Na operação CI, a câmara da fonte de íons fica sujeita a uma contaminação mais rápida do que na operação de EI, isso por causa das pressões de fonte mais altas exigidas para CI.

AVISO

Sempre realize os procedimentos de manutenção que utilizem solventes perigosos em um ambiente ventilado. Certifique-se de estar operando o MSD em uma sala bem ventilada.

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 16** na página 153.) Elas são:

- Verificar o fluido da bomba foreline/mecânica (semanalmente)
- Substituir o tip seal da bomba IDP-3 Dry Scroll opcional (anualmente)
- Verificar se há vazamentos (todos os meses)
- Verificar os vial(s) de calibração (semestralmente)
- Substituir o óleo da bomba foreline/mecânica (a cada 6 meses; a cada 3 meses para CI MSDs utilizando amoníaco como gás reagente)
- 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 5977C* 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 precisar 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 5977C da Agilent*.

A maioria dos procedimentos neste capítulo são ilustrados com vídeos. Consulte "**Onde encontrar mais informações**" na página 4 para obter detalhes.

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 do conjunto da multiplicadora de elétrons

O *Manual de resolução de problemas e de manutenção do MSD Série 5977C da Agilent* fornece informações sobre os sintomas 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. Durante e 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 (quadropolo) 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 157 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 aterrada antiestática (consulte "Descarga eletrostática**" na página 157) e tome outras precauções antiestáticas *antes* de abrir a câmara do analisador.**

Algumas peças do analisador não devem ser tocadas

O filtro de massa (quadropolo) 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 precisar 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 5977C*.

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 aterrada antiestática e tome outras precauções antiestáticas (consulte "[Descarga eletrostática](#)" na página 157), antes de abrir a câmara do analisador.



Procedimento

- 1 Faça quebra de vácuo/Vent do MSD. (Consulte "[Quebrar Vácuo/Vent o MSD](#)" na página 119.)
- 2 Abra o painel lateral esquerdo. (Consulte "[Abrir as coberturas/tampas do MSD](#)" na página 118.)

AVISO

O analisador, a interface de GC/MSD 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 45](#) na página 162.)

6 Manutenção geral

Abrir a câmara do analisador

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 MSD está ventilado. Verifique se ambos os parafusos, frontal e traseiro, da placa lateral estão completamente soltos.

4 Suavemente deslize a placa lateral para fora.

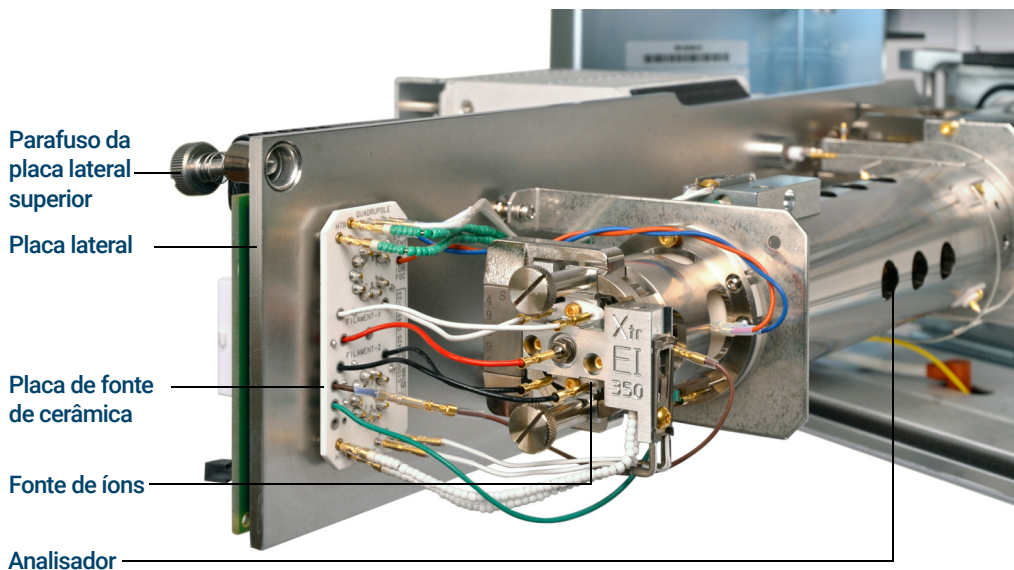


Figura 45. A câmara do analisador para um modelo Inert+ do MSD

Remover a fonte EI HES

Materiais necessários

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



Procedimento

- 1 Faça quebra de vácuo/Vent do MSD. (Consulte "**Quebrar Vácuo/Vent o MSD**" na página 119.)

AVISO

Os analisadores, a interface de GC/MSD 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 161.)

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 46** na página 164.)
- 4 Desconecte os fios da fonte de alta eficiência de EI. (Consulte **Figura 46** na página 164.) Não dobre os fios além do necessário. (Consulte "**Conectar/Desconectar a fiação para a fonte de alta eficiência de EI**" na página 165.)

6 Manutenção geral

Remover a fonte EI HES

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

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

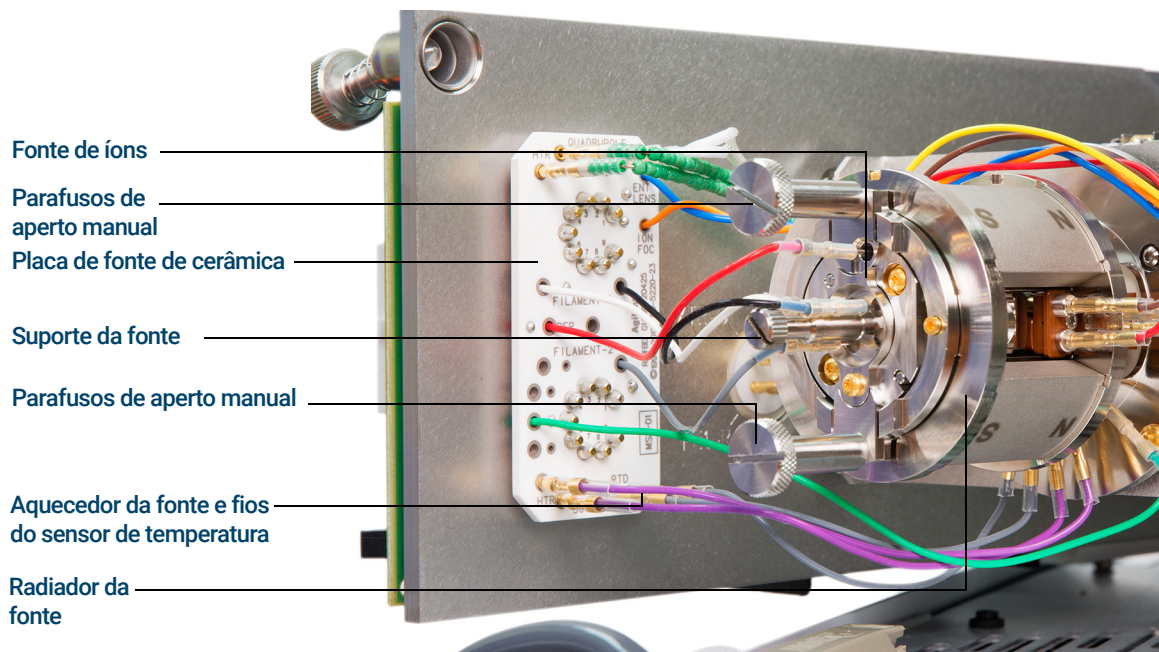


Figura 46 A câmara do analisador para um modelo de fonte de alta eficiência do MSD

6 Manutenção geral

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

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

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (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 47.](#))

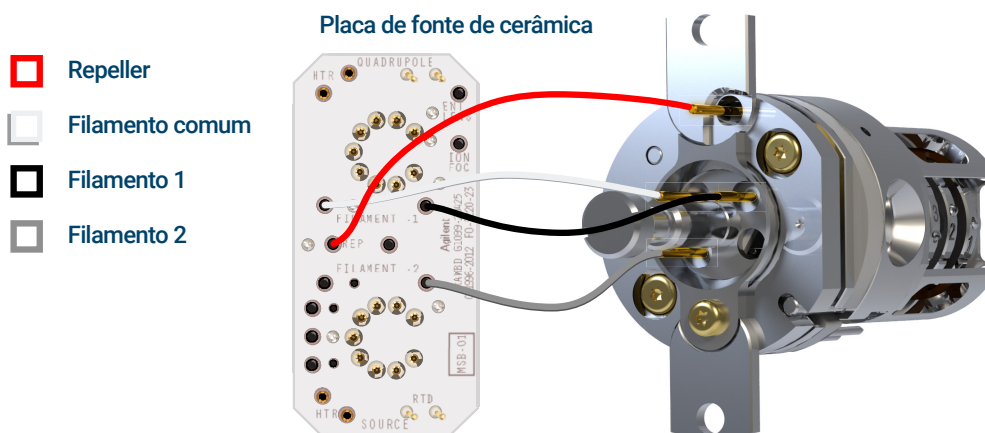


Figura 47 Fiação a ser conectada/desconectada durante a instalação ou remoção da fonte

Desmontar a fonte EI HES

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 48** e a lista de peças da fonte de alta eficiência de EI na **Tabela 17** na página 168, 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 de fixação do bloco de filamento à montagem da fonte. Use o encaixe para remover o bloco de filamento.

CUIDADO

Cuidado ao remover o filamento do bloco de filamento. Força excessiva pode rachar a cerâmica do filamento. Se isso acontecer, não tente operar com um filamento com defeito, ele deve ser substituído.

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

CUIDADO

Nunca remova o encaixe do bloco de filamento.

- 4 Use uma chave de fenda T6 Torx para remover os dois parafusos que prendem a fonte para montar o estrutura da fonte.
- 5 Remova a montagem da fonte do corpo da lente.
- 6 Retire o repeller e o conjunto do sensor de aquecimento do corpo da fonte.
- 7 Separe o repeller do conjunto do aquecedor.

6 Manutenção geral

Desmontar a fonte EI HES

- 8 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 e, em seguida, retire as lentes.
- 9 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.

- 10 Retire as cinco lentes do isolador/suporte de lente.

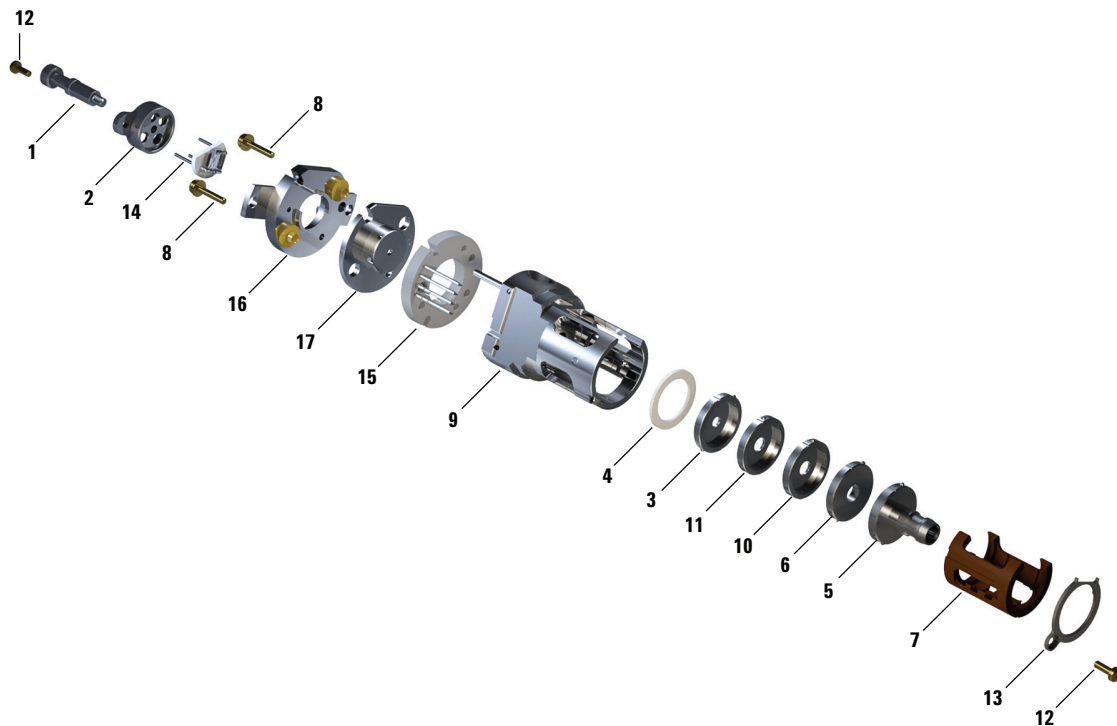


Figura 48 Visão explodida das peças da fonte EI HES

6 Manutenção geral

Desmontar a fonte EI HES

Tabela 17 Lista das peças da fonte EI HES (Figura 48)

Número do item	Descrição do item	Número da peça (XTR)
1	Suporte da fonte	G7002-20008
2	Bloco do filamento	G7002-20019
3	Lente extratora (5)*, com 3 milímetros de abertura	G7004-20061
4	Isolador de cerâmica para extratora	G7002-20064
5	Conjunto de lentes de entrada, estendido, fonte HES (1)*	G7004-20065
6	Lente Ion focus/foco de íons (2)*	G7004-20068
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) *	G7004-20090
11	Lente Pós-Extratora 1 (4) *	G7004-20004
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	G7002-67057
Não mostrado	Conjunto de fonte HES	G7004-67056

* O número entre parênteses é o número gravado na lente

Limpar a fonte EI HES

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)
 - Diclorometano (grau reagente)
 - Acetona (grau reagente)
- Banho ultrassônico



Procedimento

- 1 Desmontar a fonte de alta eficiência de EI. (Consulte "**Desmontar a fonte EI HES**" na página 166.)
- 2 Colete as seguintes partes a serem limpas: (Consulte **Figura 49** na página 170.)
 - 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)

6 Manutenção geral

Limpar a fonte EI HES

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 49 Peças da fonte EI HES a serem limpas

CUIDADO

Os filamentos, o conjunto de aquecedor da fonte, os isoladores, a placa de montagem da fonte e os blocos de filamento 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.

6 Manutenção geral

Limpar a fonte EI HES

- 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 removidos *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.

AVISO

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

- 7 Limpe as peças por ultrassom (cada grupo separadamente) durante 15 minutos em cada um dos seguintes solventes:
 - Diclorometano (grau reagente)
 - Acetona (grau reagente)
 - Metanol (grau reagente)
- 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 EI HES

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 52** e a lista de peças da fonte de alta eficiência de EI na **Tabela 18** na página 175, enquanto estiver usando este procedimento.

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.

- 1 Monte as cinco lentes no interior do isolante de lente. (Consulte **Figura 50** na página 173.) 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.

6 Manutenção geral

Montar a fonte EI HES

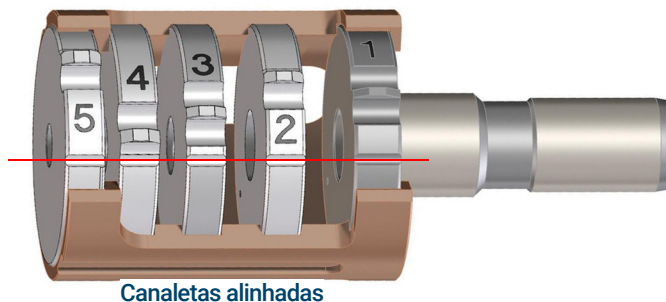


Figura 50 Grupo de lentes da fonte EI HES montado

- 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 52** na página 175.) 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 revestido em ouro e bloqueie a lente do anel isolante que detém o conjunto da lente no lugar. (Consulte **Figura 51** na página 174.)

6 Manutenção geral

Montar a fonte EI HES



Figura 51 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 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.
- 10 Insira o bloco 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. O bloco

6 Manutenção geral

Montar a fonte EI HES

de filamento deve ficar plano no suporte da fonte. Caso não fique, remova o bloco de filamento e certifique-se de que o filamento esteja devidamente instalado antes de reinserir o bloco de filamento.

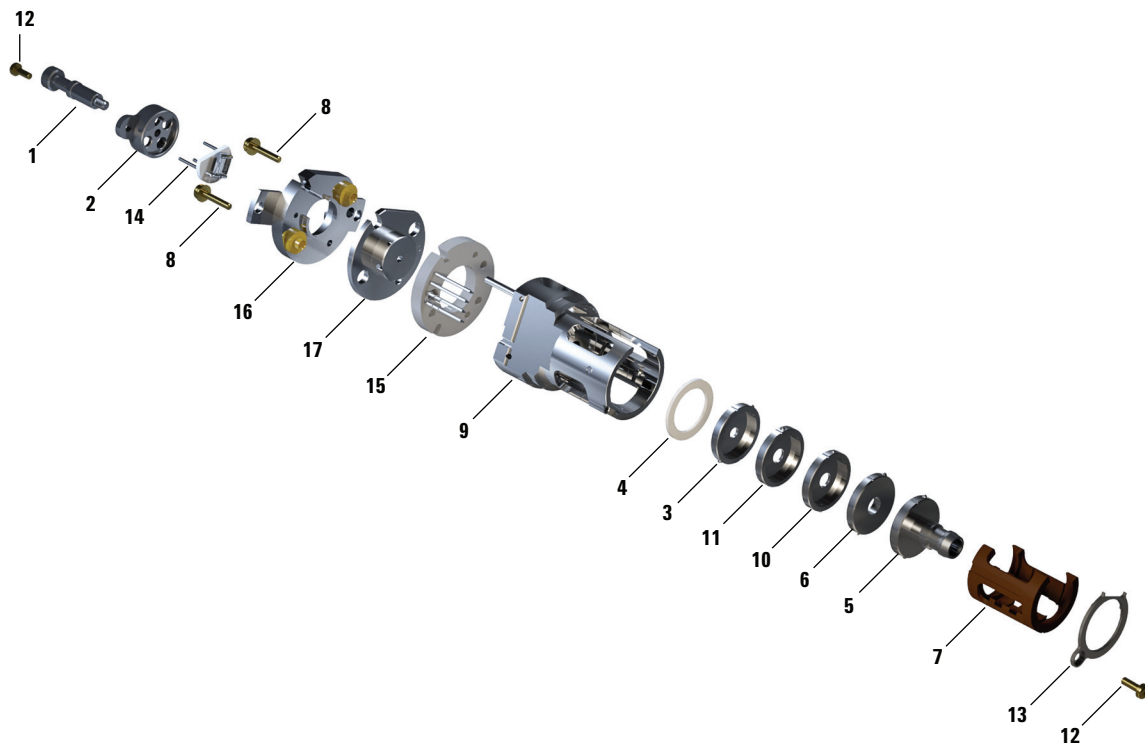


Figura 52 Montagem da fonte EI HES

Tabela 18 Lista das peças da fonte EI HES (Figura 52)

Número do item	Descrição do item	Número da peça (XTR)
1	Suporte da fonte	G7002-20008
2	Bloco do filamento	G7002-20019
3	Lente extratora (5)*, com 3 milímetros de abertura	G7004-20061
4	Isolador de cerâmica para extratora	G7002-20064
5	Conjunto de lentes de entrada, estendido, fonte HES (1)*	G7004-20065
6	Lente Ion focus/foco de íons (2)*	G7004-20068

6 Manutenção geral

Montar a fonte EI HES

Tabela 18 Lista das peças da fonte EI HES (Figura 52) (continuação)

Número do item	Descrição do item	Número da peça (XTR)
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) *	G7004-20090
11	Lente Pós-Extratora 1 (4) *	G7004-20004
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	G7002-67057
Não mostrado	Conjunto de fonte HES	G7004-67056

* O número entre parênteses é o número gravado na lente

Remover os filamentos da fonte EI HES

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 Faça quebra de vácuo/Vent do MSD. (Consulte "**Quebrar Vácuo/Vent o MSD**" na página 119.)

CUIDADO

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

AVISO

O analisador, a interface de GC/MSD 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 161.)
- 3 Remova a fonte de íons e coloque-o sobre um pano limpo na superfície de trabalho. (Consulte "**Remover a fonte EI HES**" na página 163.)
- 4 Remova o parafuso de fixação do bloco do filamento para a montagem da fonte. (Consulte **Figura 53**.)

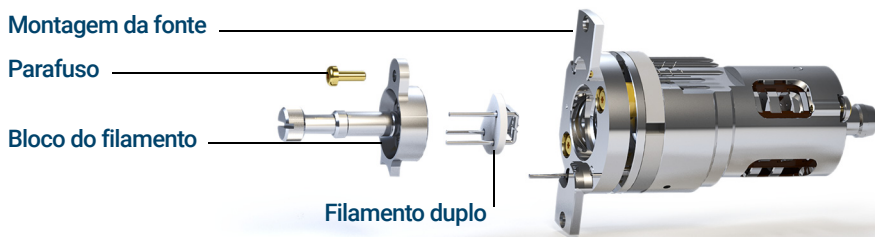


Figura 53 Substituição do duplo filamento

6 Manutenção geral

Remover os filamentos da fonte EI HES

- 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 bloco de filamento erguendo o corpo da fonte do bloco de filamento, enquanto seguro o bloco 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 (G7001-60001)
- 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 EI HES**" na página 177.)
- 2 Insira os três pinos sobre o filamento duplo através da parte traseira do bloco de filamento. (Consulte **Figura 53** na página 177.)
- 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 EI HES**" na página 180.)
- 6 Feche a câmara do analisador. (Consulte "**Fechar a câmara do analisador**" na página 218.)
- 7 Inicie o vácuo (pumpdown) do MSD. (Consulte "**Bombear o MSD**" na página 122.)
- 8 Execute o tune automático do MSD.

Instalar a fonte EI HES

Materiais necessários

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



Procedimento

CUIDADO

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 da fonte. 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 de fixação de montagem do radiador. Alguma força é necessária para vencer a resistência dos pinos com mecanismo 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 165.)
- 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 218.)
- 6 Inicie o vácuo (pumpdown) do MSD. (Consulte **"Bombear o MSD"** na página 122.)
- 7 Efetuar o tune de MSD. (Consulte **"Fazer tune do MSD no modo EI"** na página 110.)

Remover a fonte inerte ou Hydrolnert EI XTR, SS

Materiais necessários

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



Procedimento

- 1 Faça quebra de vácuo/Vent do MSD. (Consulte "[Quebrar Vácuo/Vent o MSD](#)" na página 119.)

AVISO

Os analisadores, a interface de GC/MSD 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 161.)

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 EI. Não dobre os fios além do necessário. (Consulte "[Conectar/Desconectar a fiação das Fontes EI XTR, SS e Inerte](#)" na página 182 ou "[Conectar/Desconectar a fiação das fontes Hydrolnert EI](#)" na página 184.)
- 4 Remova os parafusos de aperto manual que mantém a fonte de íons no lugar. (Consulte [Figura 65](#) na página 215.)
- 5 Remova a fonte de íons do radiador da fonte.

6 Manutenção geral

Conectar/Desconectar a fiação das Fontes EI XTR, SS e Inerte

Conectar/Desconectar a fiação das Fontes EI XTR, SS e Inerte

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (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 54.**)
- 2 Use pinças ou alicates com ponta fina para conectar/desconectar os fios da fiação dos aquecedores da fonte na placa da fonte de cerâmica.

6 Manutenção geral

Conectar/Desconectar a fiação das Fontes EI XTR, SS e Inerte

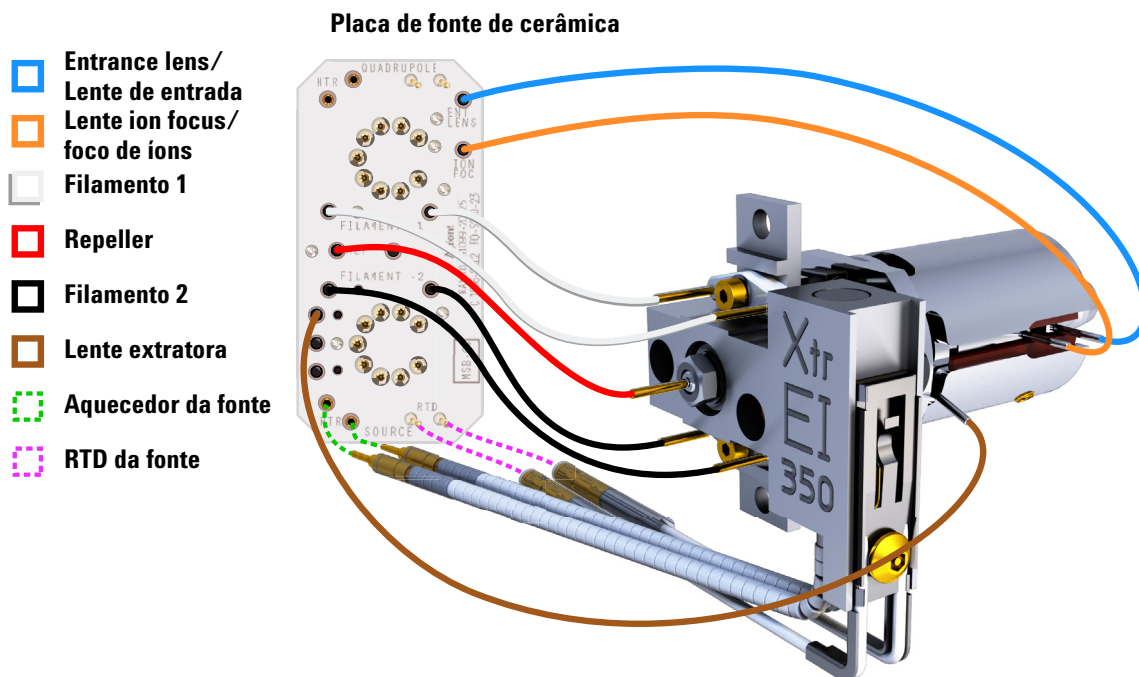


Figura 54 Fiação para a fonte EI XTR

Conectar/Desconectar a fiação das fontes Hydrolnert EI

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (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 55**.)
- 2 Use pinças ou alicates com ponta fina para conectar/desconectar os fios da fiação dos aquecedores da fonte na placa da fonte de cerâmica.

6 Manutenção geral

Conectar/Desconectar a fiação das fontes Hydrolnert EI

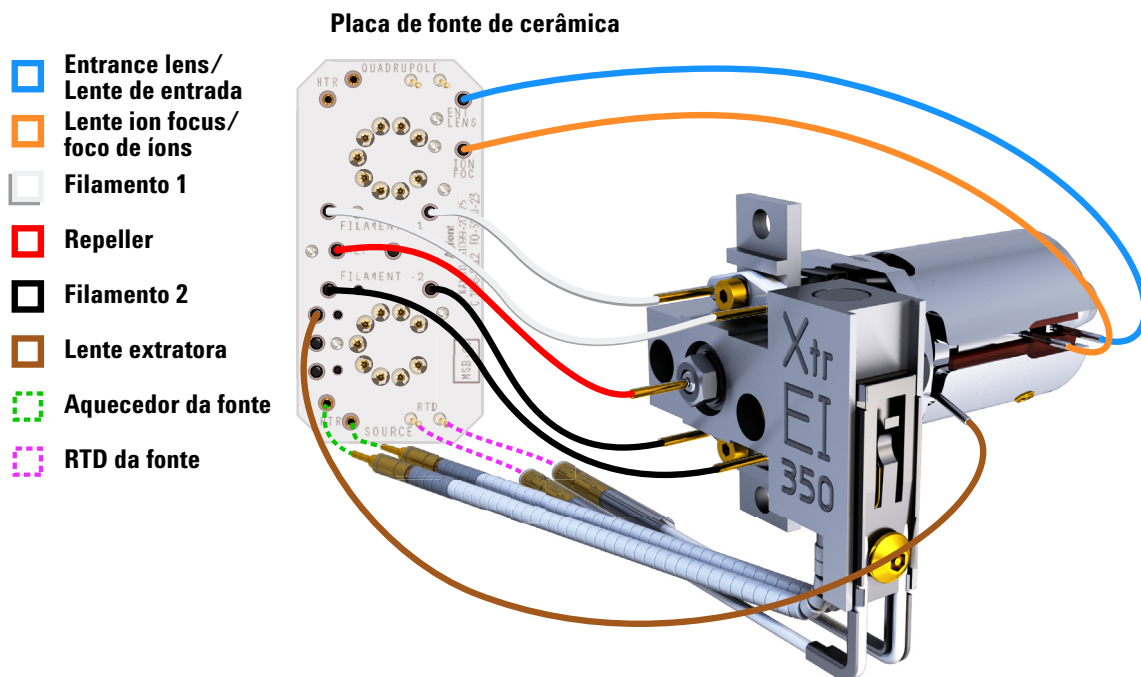


Figura 55 Fiação para a fonte Hydrolnert EI

Desmontar a Fonte EI SS ou EI Inerte

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 visão explodida das peças na **Figura 56** e a lista de peças de EI SS e EI Inerte na **Tabela 19** na página 187, enquanto estiver usando este procedimento.

- 1 Remova a fonte EI. (Consulte "**Remover a fonte EI HES**" na página 163 ou "**Remover a fonte inerte ou HydroInert EI XTR, SS**" na página 181.)
- 2 Remova os parafusos revestidos em ouro dos filamentos e então remova os filamentos da fonte.
- 3 Solte os dois parafusos revestidos em ouro 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 revestido em ouro da lateral do corpo da fonte.
- 7 Empurre a placa drawout para tirar a lente de entrada, lente de foco de íon, cilindro drawout, e placa 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 lente de foco de íons do isolador das lentes

6 Manutenção geral

Desmontar a Fonte EI SS ou EI Inerte

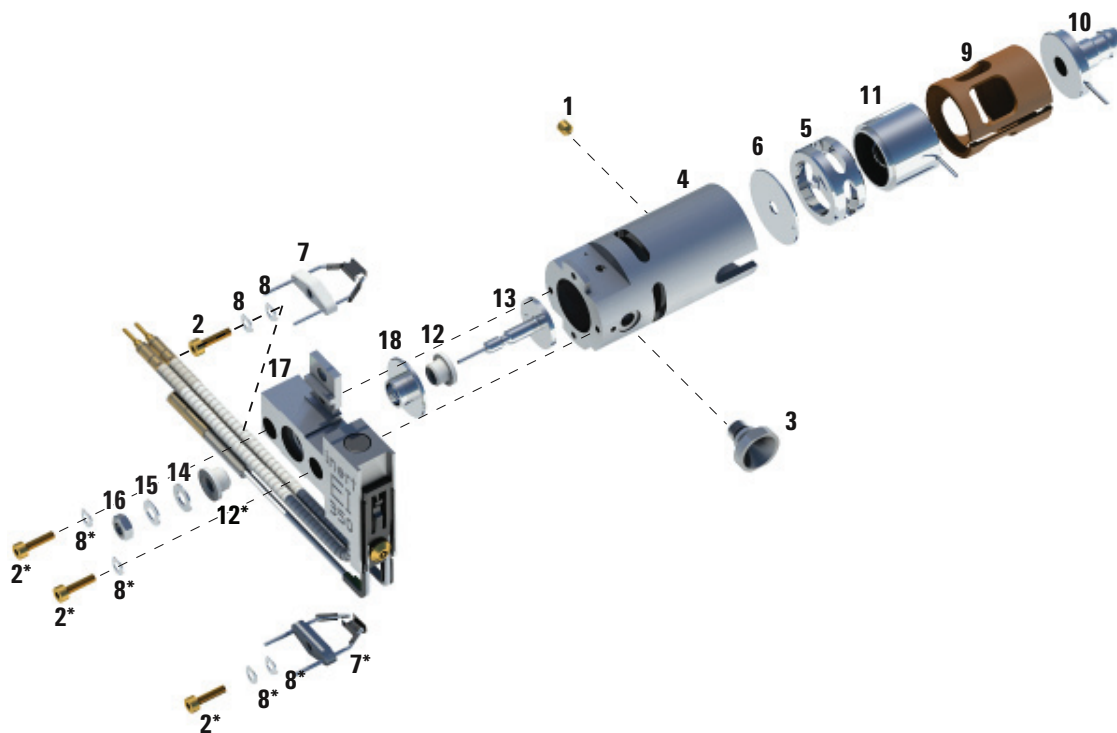


Figura 56. Desmontar o SS ou a fonte inerte de EI

Tabela 19 Lista de peças de SS ou fonte inerte de EI (Figura 56)

Número do item	Descrição do item	Número da peça (SS)	Número da peça (Inerte)
1	Parafuso de fixação revestido em ouro	G1999-20022	G1999-20022
2	Parafuso revestido em ouro	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

6 Manutenção geral

Desmontar a Fonte EI SS ou EI Inerte

Tabela 19 Lista de peças de SS ou fonte inerte de EI (Figura 56) (continuação)

Número do item	Descrição do item	Número da peça (SS)	Número da peça (Inerte)
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 EI XTR

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 visão explodida das peças na **Figura 57** e a lista de peças EI EXT na **Tabela 20** na página 190, enquanto estiver usando este procedimento.

- 1 Remova a fonte EI XTR. (Consulte "**Remover a fonte inerte ou HydroInert EI XTR, SS**" na página 181.)
- 2 Remova os filamentos removendo os dois parafusos revestidos em ouro e separando os filamentos da fonte.
- 3 Solte os dois parafusos revestidos em ouro 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 revestido em ouro da lateral da estrutura da fonte.
- 5 Empurre a lente de entrada e a lente de foco de íons para removê-las do corpo da fonte.
- 6 Remova a lente extratora e isolador.
- 7 Separa a lente de entrada e a lente 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.

6 Manutenção geral

Desmontar a fonte EI XTR

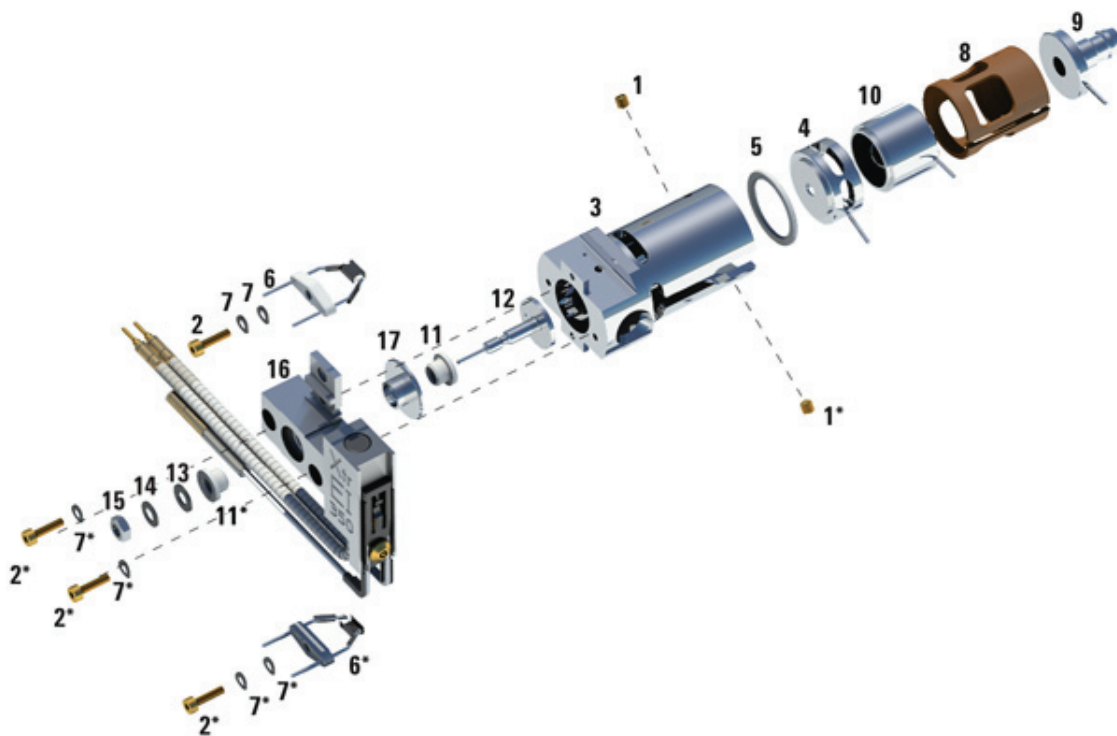


Figura 57. Desmontagem da fonte EI XTR

Tabela 20 Lista de peças para a fonte EI XTR (Figura 57)

Item	Descrição	Número de peça
1	Parafusos de fixação	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

6 Manutenção geral

Desmontar a fonte EI XTR

Tabela 20 Lista de peças para a fonte EI XTR (Figura 57) (continuação)

Item	Descrição	Número de peça
8	Isolador das lentes	G3870-20530
9	Conjunto de lente de entrada, estendido	G7000-20026
10	Lente ion focus/foco de íons	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

Desmontar a fonte Hydrolnert 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 visão explodida das peças na **Figura 58** e a lista de peças EI HyrdoInert na **Tabela 21** na página 193, enquanto estiver usando este procedimento.

- 1 Remova a fonte Hydrolnert EI. (Consulte "**Remover a fonte inerte ou Hydrolnert EI XTR, SS**" na página 181.)
- 2 Remova os filamentos removendo os dois parafusos revestidos em ouro e separando os filamentos da fonte.
- 3 Solte os dois parafusos revestidos em ouro 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 revestido em ouro da lateral da estrutura da fonte.
- 5 Empurre a lente de entrada e a lente de foco de íons para removê-las do corpo da fonte.
- 6 Remova a lente extratora e isolador.
- 7 Separa a lente de entrada e a lente 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.

6 Manutenção geral

Desmontar a fonte HydroInert EI

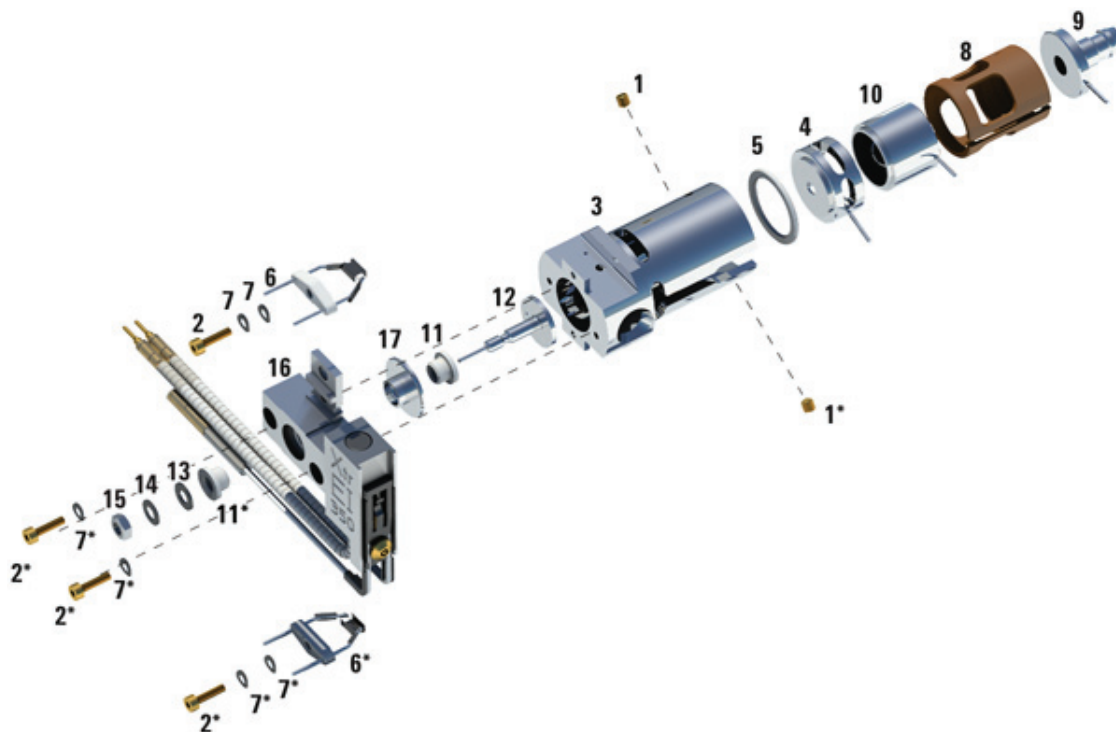


Figura 58. Desmontar a fonte HydroInerte EI

Tabela 21 Lista de peças para a fonte HydroInert EI (Figura 58)

Item	Descrição	Número de peça
1	Parafusos de fixação	G3870-20446
2	Parafusos	G3870-20021
3	Corpo da fonte	G7078-20903
4	Lentes extratoras, 9 mm	G7078-20909
5	Isolador da lente extratora	G3870-20445
6	Filamentos	G7005-60061
7	Arruela de pressão	3050-1301
7	Arruela plana	3050-0982

6 Manutenção geral

Desmontar a fonte HydroInert EI

Tabela 21 Lista de peças para a fonte HydroInert EI (Figura 58) (continuação)

Item	Descrição	Número de peça
8	Isolador das lentes	G3870-20530
9	Conjunto de lente de entrada,	G7078-20904
10	Lente ion focus/foco de íons	G7078-20905
11	Isolador do repeller	G1099-20133
12	Repeller	G7078-20902
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	G7078-20910
17	Encaixe do bloco do repeller	G7078-20901
Não mostrado	Montar a fonte HydroInert EI	G7078-67930
Não mostrado	Fio, lente extratora	G7000-60827

Limpar uma fonte EI XTR, SS ou Inerte

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
 - Diclorometano, grau reagente
- Banho ultrassônico

Preparação

- 1 Desmonte a fonte de íons. (Consulte "**Desmontar a Fonte EI SS ou EI Inerte**" na página 186 ou "**Desmontar a fonte EI XTR**" na página 189.)
- 2 Colete as seguintes peças de uma fonte SS de EI a serem limpas: (Consulte **Figura 59** na página 197.)
 - 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

6 Manutenção geral

Limpar uma fonte EI XTR, SS ou Inerte

3 Colete as seguintes peças de uma fonte XTR de EI a serem limpas: (Consulte **Figura 59** na página 197.)

- 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.

6 Manutenção geral

Limpar uma fonte EI XTR, SS ou Inerte



Figura 59. Peças da fonte de a serem limpas

6 Manutenção geral

Limpar uma fonte EI XTR, SS ou Inerte



Procedimento

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.

- 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.

AVISO

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

- 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:
 - Diclorometano (grau reagente)
 - Acetona (grau reagente)
 - Metanol (grau reagente)

Para a limpeza de rotina, metanol é suficiente.

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

6 Manutenção geral

Limpar uma fonte EI XTR, SS ou Inerte

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.

Limpar a fonte HydroInerte EI

CUIDADO

Não limpe de forma abrasiva as partes revestidas da fonte. Os abrasivos irão danificar o revestimento e será necessário comprar uma nova peça.

A substituição das partes da fonte do HydroInert é recomendada se for observada uma redução na sensibilidade que não pode ser recuperada através da realização de manutenção no sistema de GCMS. Esta manutenção deve incluir itens conhecidos por causar problemas de sensibilidade, como substituição de seringa, substituição de lavagem da seringa, limpeza do injetor, substituição dos consumíveis para injetor, substituição da coluna e manutenção da bomba mecânica.

As partes revestidas da fonte de HydroInert mostradas na figura abaixo são as partes rotuladas 17, 12, 3, 4, 10 e 9. Após a desmontagem, caso um exame do repeller (12) e da lente extratora (4) mostre um acúmulo de resíduos, substitua estas peças. Além disso, a substituição dos isolantes, do isolante de lente do extrator (5) e do isolante do repeller (11) é recomendada. Consulte a Tabela 18 na página 177 para obter uma lista de part numbers.

6 Manutenção geral

Limpar a fonte Hydrolnerte EI

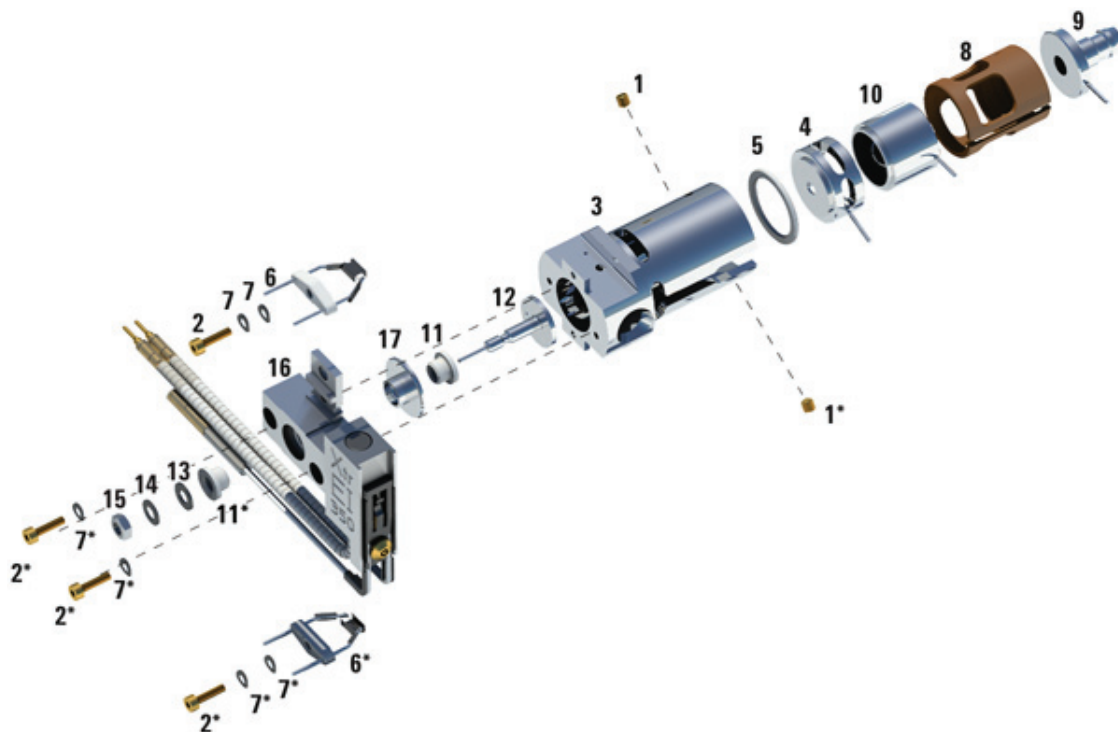


Figura 60. Limpeza da fonte Hydrolnerte EI

Tabela 22 Lista de peças para a fonte Hydrolnerte EI (Figura 58)

Item	Descrição	Número de peça
1	Parafusos de fixação	G3870-20446
2	Parafusos	G3870-20021
3	Corpo da fonte	G7078-20903
4	Lentes extratoras, 9 mm	G7078-20909
5	Isolador da lente extratora	G3870-20445
6	Filamentos	G7005-60061
7	Arruela de pressão	3050-1301

6 Manutenção geral

Limpar a fonte Hydrolnerte EI

Tabela 22 Lista de peças para a fonte Hydrolnert EI (Figura 58) (continuação)

Item	Descrição	Número de peça
7	Arruela plana	3050-0982
8	Isolador das lentes	G3870-20530
9	Conjunto de lente de entrada,	G7078-20904
10	Lente ion focus/foco de íons	G7078-20905
11	Isolador do repeller	G1099-20133
12	Repeller	G7078-20902
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	G7078-20910
17	Encaixe do bloco do repeller	G7078-20901
Não mostrado	Montar a fonte Hydrolnert EI	G7078-67930
Não mostrado	Fio, lente extratora	G7000-60827

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 61** e a lista de peças de SS de EI e de fonte inerte de EI na **Tabela 23** na página 205, enquanto estiver usando este procedimento.

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.

- 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 a placa drawout 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.
- 6 Desaparafuse o soquete da interface.
- 7 Fixe o conjunto do repeller à estrutura da fonte usando os dois parafusos revestidos em ouro e arruelas de pressão.

6 Manutenção geral

Montar uma fonte SS ou fonte inerte de EI

- 8 Instale os filamentos usando os dois parafusos revestidos em ouro e as arruelas de pressão.

CUIDADO

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

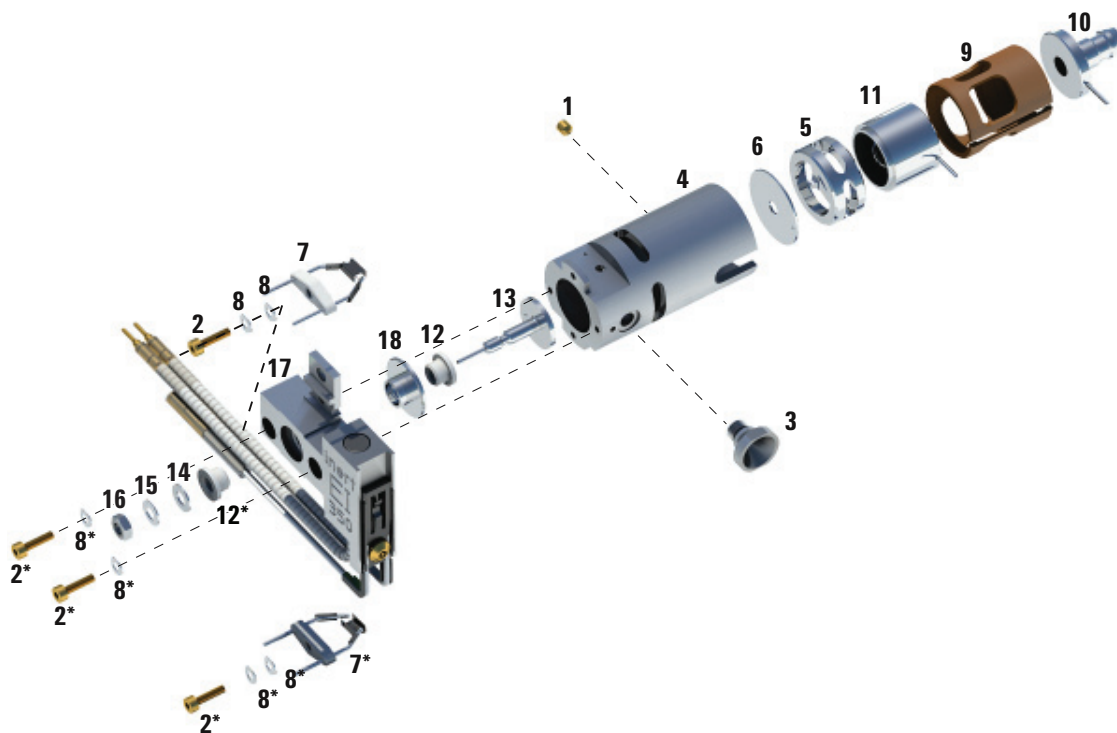


Figura 61. Desmontagem do padrão de EI ou da fonte inerte de EI

6 Manutenção geral

Montar uma fonte SS ou fonte inerte de EI

Tabela 23 Lista de peças para o padrão de EI ou para a fonte inerte de EI (Figura 61)

Número do item	Descrição do item	Número da peça (SSL)	Número da peça (Inerte)
1	Parafuso de fixação revestido em ouro	G1999-20022	G1999-20022
2	Parafuso revestido em ouro	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 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

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 visão explodida das peças na **Figura 62** e a lista de peças EI XTR na **Tabela 24** na página 207, 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 62** na página 207).
- 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 revestidos em ouro de fixação que mantêm as lentes no lugar.

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 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.

6 Manutenção geral

Montar a fonte de XTR de EI

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

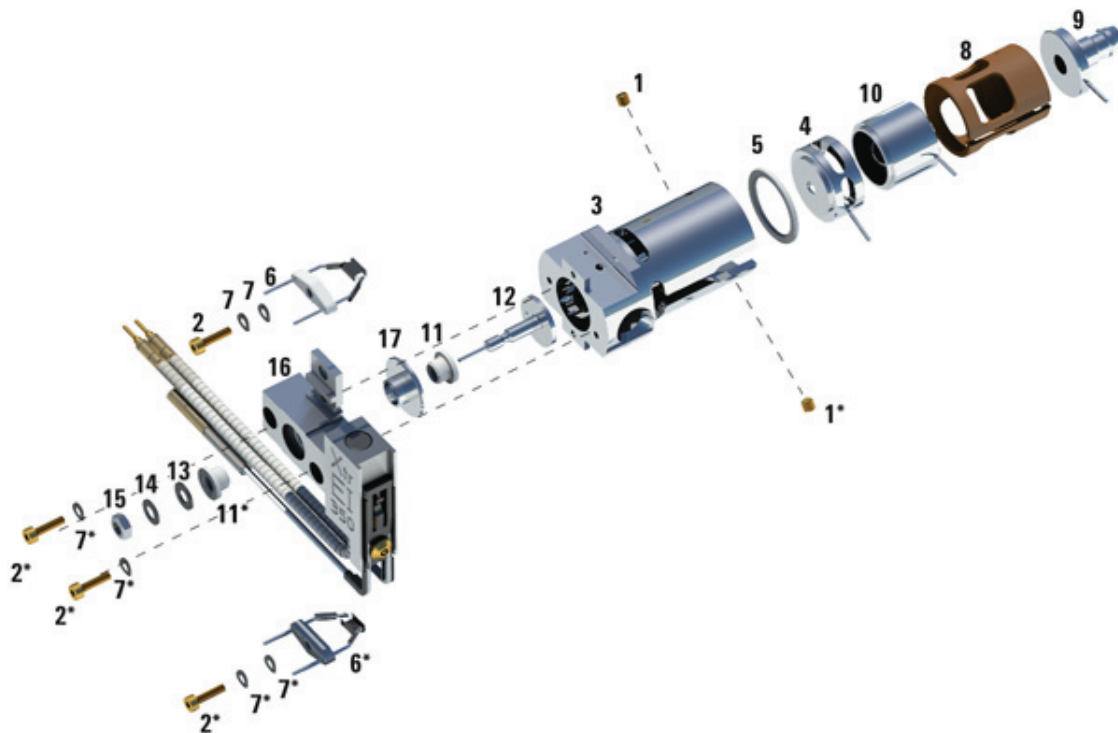


Figura 62. Montagem da fonte XTR de EI

Tabela 24 Lista de peças para a fonte EI XTR (Figura 62)

Item	Descrição	Número de peça
1	Parafusos de fixação	G3870-20446
2	Parafusos	G3870-20021
3	Corpo da fonte	G3870-20440
4	Lente extratora	G3870-20444

6 Manutenção geral

Montar a fonte de XTR de EI

Tabela 24 Lista de peças para a fonte EI XTR (Figura 62) (continuação)

Item	Descrição	Número de peça
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 íons	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

Montar a fonte Hydrolnert 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 visão explodida das peças na **Figura 63** e a lista de peças HyrdoInert EI na **Tabela 25** na página 211, 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 63** na página 210).
- 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 revestidos em ouro de fixação que mantêm as lentes no lugar.

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 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.

6 Manutenção geral

Montar a fonte Hydrolnert EI

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

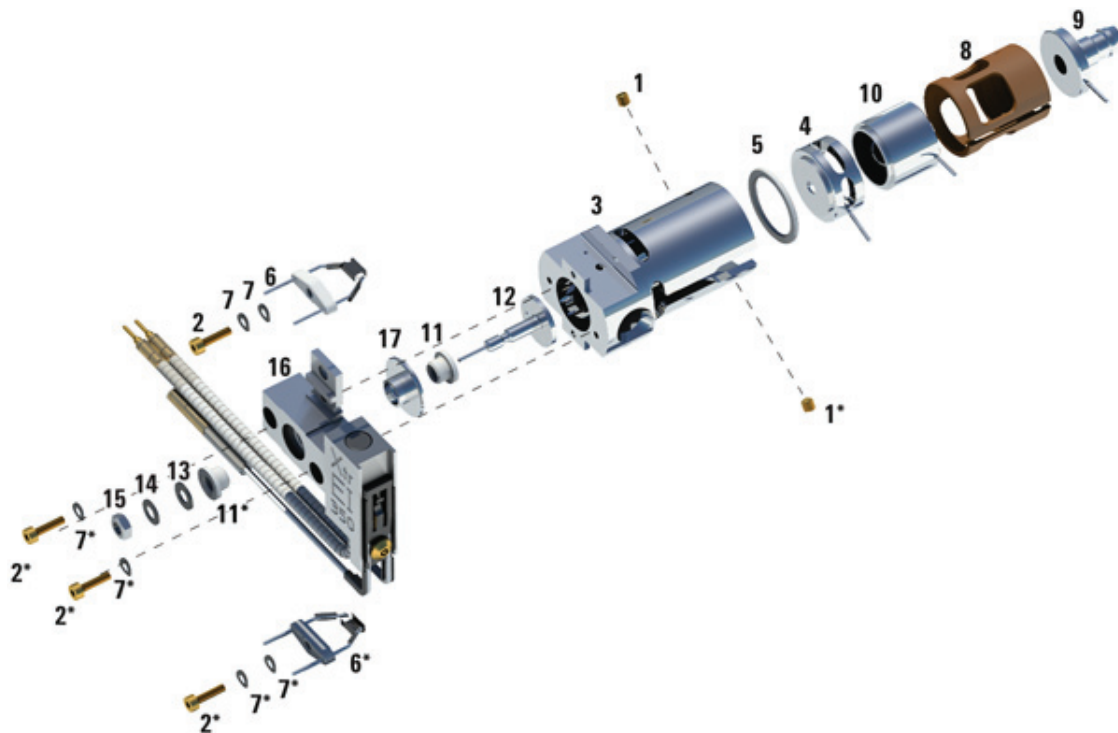


Figura 63. Montagem da fonte Hydrolnerte EI

6 Manutenção geral

Montar a fonte Hydrolnert EI

Tabela 25 Lista de peças para a fonte Hydrolnert EI (Figura 63)

Item	Descrição	Número de peça
1	Parafusos de fixação	G3870-20446
2	Parafusos	G3870-20021
3	Corpo da fonte	G7078-20903
4	Lentes extratoras, 9 mm	G7078-20909
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	G7078-20904
10	Lente ion focus/foco de ions	G7078-20905
11	Isolador do repeller	G1099-20133
12	Repeller	G7078-20902
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	G7078-20910
17	Encaixe do bloco do repeller	G7078-20901
Não mostrado	Montar a fonte Hydrolnert EI	G7078-67930

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

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 Faça quebra de vácuo/Vent do MSD. (Consulte "**Quebrar o vácuo/Vent o MSD**" na página 96.)

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 161.)
- 3 Remova a fonte de íons. (Consulte "**Remover a fonte inerte ou Hydrolnert EI XTR, SS**" na página 181.)
- 4 Remova o parafuso revestido em ouro e a arruela do filamento. (Consulte **Figura 64** na página 213.)
- 5 Deslize o conjunto de filamentos pra fora do conjunto da fonte de íons.

6 Manutenção geral

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



Figura 64. Troca do filamento

- 6 Fixe o novo filamento usando o parafuso revestido em ouro e a arruela. (Consulte **Figura 64.**)
- 7 Após a instalação do filamento, verifique se este não está aterrado ao corpo da fonte.
- 8 Instale a fonte EI. (Consulte "**Instalar a fonte inerte ou Hydrolnert EI, XTR, SS**" na página 215.)
- 9 Feche a câmara do analisador. (Consulte "**Fechar a câmara do analisador**" na página 218.)
- 10 Inicie o vácuo (pumpdown) do MSD. (Consulte "**Bombear o MSD**" na página 122.)
- 11 Execute o tune automático do MSD. (Consulte "**Fazer tune do MSD no modo EI**" na página 110.)
- 12 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 tune automático anterior, insira o outro número de filamento.
- 13 Execute novamente o tune automático do MSD.

6 Manutenção geral

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

14 Insira o número de filamentos que gerou os melhores resultados.

Se você decidir utilizar primeiro número de filamento, execute novamente o tune automático para ter certeza de que os parâmetros de ajuste são compatíveis com o filamento.

15 Selecione **Save Tune Parameters** do menu **File**.

Instalar a fonte inerte ou Hydrolnert EI, XTR, SS

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 65.**)

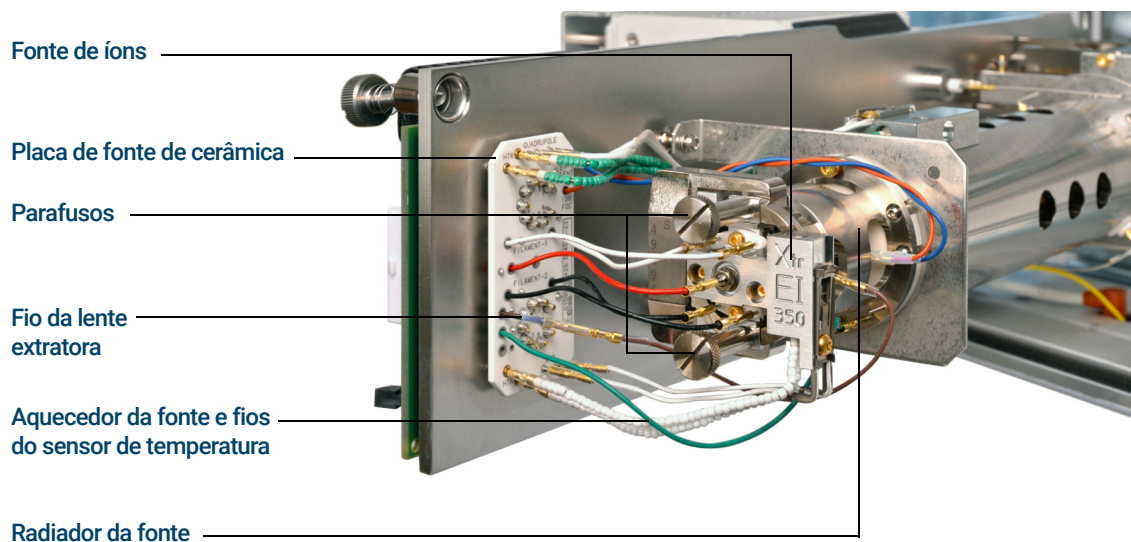


Figura 65. Instalação da fonte EI

- 2 Instale e aperte manualmente os parafusos da fonte. Não aperte demais os parafusos de aperto manual. (Consulte **Figura 65.**)
- 3 Conecte as fiações da fonte de íons. (Consulte "**Conectar/Desconectar a fiação das Fontes EI XTR, SS e Inerte**" na página 182 ou "**Conectar/Desconectar a fiação das fontes Hydrolnert EI**" na página 184.)
- 4 Feche a câmara do analisador. (Consulte "**Fechar a câmara do analisador**" na página 218.)

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 ajuste manual na seção do detector, na segunda página do relatório de sintonização na caixa de diálogo de geração de vácuo.

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 Faça quebra de vácuo/Vent do MSD. (Consulte "**Quebrar Vácuo/Vent o MSD**" na página 119.)

AVISO

O analisador, a interface de GC/MSD 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 161.)
- 3 Abra o grampo de retenção. (Consulte **Figura 66** na página 217.) 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. (Consulte **Figura 67** na página 217.)
- 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.

6 Manutenção geral

Substituir a eletromultiplicadora

- 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 218.)

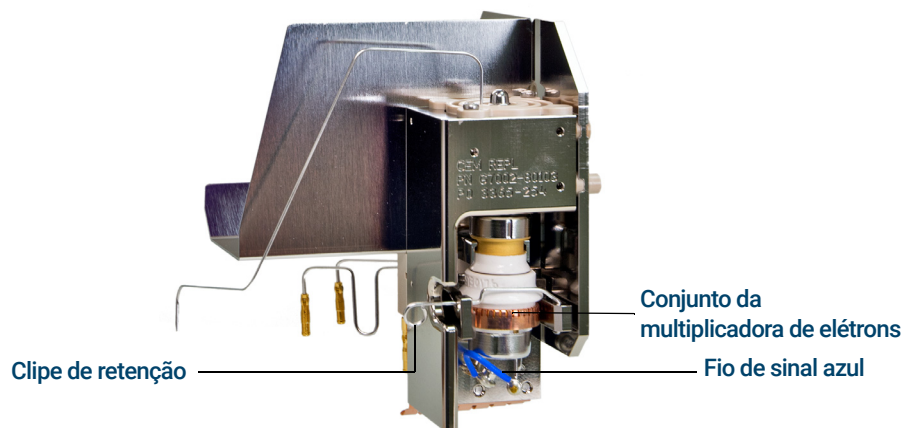


Figura 66. Substituição do conjunto da multiplicadora de elétrons em um detector da série 2



Figura 67. Conjunto da multiplicadora de elétrons

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 EI e CI. (Consulte "**Conectar/Desconectar a fiação das Fontes EI XTR, SS e Inerte**" na página 182.)

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 MSD 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 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 Inicie o vácuo (pumpdown) do MSD. (Consulte "**Bombear o MSD**" na página 122.)

AVISO

O parafuso superior deve estar fixado caso o hidrogênio (ou outro gás perigoso) estiver sendo utilizado como gás de arraste do GC, ou se o for usado hidrogênio para o sistema JetClean. 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 ar ou evitar que a geração de vácuo/pump down seja bem-sucedida. Não utilize uma chave de fenda para apertar o parafuso.

6 Manutenção geral

Fechar a câmara do analisador

- 6 Quando o MSD tiver passado pela geração de vácuo, feche a tampa esquerda do analisador e recoloque a tampa da janela.
- 7 Efetuar o tune de MSD.

6 Manutenção geral
Fechar a câmara do analisador

7

Manutenção de CI

Informações gerais 222

Alternar da fonte EI HES para a fonte CI 223

Remova o radiador da fonte EI HES 224

Conectar/Desconectar a fiação para a fonte de alta eficiência do radiador de EI 225

Instalar o radiador da fonte CI 227

Alternar entre a fonte CI e a fonte EI HES 229

Remover o radiador da fonte CI 231

Instalar o radiador da fonte EI HES 233

Alternar entre a fonte XTR, SS ou EI inerte para a fonte CI 234

Alternar da fonte CI para a fonte XTR, SS ou EI inerte 235

Remover a fonte CI 236

Conectar/Desconectar a fiação de um modelo que não é fonte de alta eficiência (HES) da fonte CI 238

Conectar/Desconectar a fiação do modelo de fonte de alta eficiência de EI da fonte CI 240

Desmontar a fonte CI 242

Limpar a fonte CI 245

Montar a fonte CI 248

Remover o filamento da fonte CI 251

Instalar o filamento da fonte de CI 253

Instalar a fonte CI 254

Este capítulo descreve os procedimentos de manutenção e os requisitos exclusivos dos MSDs da série 5977C equipados com o hardware de CI.

Se estiver utilizando o *Cromatógrafo a gás Agilent Intuvo 9000* com o MSD, a ionização química (CI) não é suportada atualmente.

Informações gerais

Limpeza da fonte de íons

O principal efeito da operação do MSD em modo CI é a necessidade de uma limpeza mais frequente da fonte de íons. Na operação CI, a câmara da fonte de íons fica sujeita a uma contaminação mais rápida do que na operação de EI, isso por causa das pressões de fonte mais altas exigidas para CI.

AVISO

Sempre realize os procedimentos de manutenção que utilizem solventes perigosos em um ambiente ventilado. Certifique-se de estar operando o MSD em uma sala bem ventilada.

Amônia

A amônia, utilizada como gás reagente, aumenta a necessidade de se fazer a manutenção da bomba mecânica. Esta substância faz com que o óleo da bomba mecânica se degrade mais rapidamente. Deste modo, o óleo na bomba de vácuo padrão deve ser checado e substituído com mais frequência.

Purgue sempre o MSD com metano após utilizar amônia.

Certifique-se de instalar a amônia com o tanque em posição vertical. Isto ajudará a evitar que amônia em líquido entre no módulo de fluxo.

Configurar o MSD para operação de CI

Para configurar o MSD para operação no modo de CI, é preciso cuidado especial para evitar contaminação e vazamentos de ar.

Diretrizes

- Antes de fazer a quebra de vácuo em modo EI para a instalação da fonte CI, certifique-se de que o sistema GC/MSD está funcionando corretamente. (Consulte "**Verificar o desempenho do sistema de EI**" na página 114.)
- Certifique-se de que as linhas de entrada do gás reagente estão equipadas com purificadores de gás (não aplicável para amônia).
- Utilize gases reagentes extremamente puros; 99,99% ou mais para metano e a maior pureza disponível para outros gases reagentes.

Alternar da fonte EI HES para a fonte CI

Procedimento

CUIDADO

Sempre verifique o desempenho do GC/MSD em EI antes de alternar para o modo CI.

- 1 Faça quebra de vácuo/Vent do MSD. (Consulte "**Quebrar Vácuo/Vent o MSD**" na página 119.) O software solicitará para você as ações apropriadas.
- 2 Abra o painel de acesso do lado esquerdo. (Consulte "**Abrir as coberturas/tampas do MSD**" na página 118.)

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 "A descarga eletrostática representa uma ameaça aos componentes eletrônicos do MSD**" na página 22.) Tome precauções antiestáticas antes de abrir a câmara do analisador.**

- 3 Abra a câmara do analisador. (Consulte "**Abrir a câmara do analisador**" na página 161.)
- 4 Remova a fonte EI HES. (Consulte "**Remover a fonte EI HES**" na página 163.)
- 5 Certifique-se de que a fonte de alta eficiência (HES) de EI tenha esfriado e posicione-a em seu recipiente de armazenamento.
- 6 Remova o radiador da fonte EI HES. (Consulte "**Remova o radiador da fonte EI HES**" na página 224.)
- 7 Coloque o radiador da fonte EI HES no recipiente de armazenamento.
- 8 Remova o radiador da fonte CI do recipiente de armazenamento.
- 9 Instale o radiador da fonte CI. (Consulte "**Instalar o radiador da fonte CI**" na página 227.)
- 10 Remova a fonte CI do recipiente de armazenamento.
- 11 Instale a fonte CI. Isto requer redução da coluna de modo que ela se projete da linha de transferência por 1 a 2 mm. (Consulte "**Instalar a fonte CI**" na página 254.)
- 12 Inicie o vácuo (pumpdown) do MSD. (Consulte "**Gerar vácuo no MSD em modo CI**" na página 130.)

Remove o radiador da fonte EI HES

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Pinça (8710-2460)
- Chave de fenda T10 Torx (5182-3466)



Procedimento

AVISO

Os analisadores, a interface de GC/MSD 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.**
- **Certifique-se de usar uma pulseira antiestática aterrada e tomar outras precauções antiestáticas antes de tocar nos componentes do analisador.**
- **Ao desconectar cabos, puxe os conectores, não os fios.**

- 1 Remova a fonte EI HES. (Consulte "**Remover a fonte EI HES**" na página 163.)
- 2 Desconecte os fios do radiador da fonte de alta eficiência de EI. (Consulte "**Conectar/Desconectar a fiação para a fonte de alta eficiência do radiador de EI**" na página 225.)
- 3 Use uma chave de fenda Torx T10 para afrouxar os dois parafusos que fixam o radiador ao analisador e colocar o radiador em seu recipiente de armazenamento.

7 Manutenção de CI

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

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

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Alicates, bico longo (8710-1094)
- Pinça (8710-2460)

Procedimento

- 1 Use pinças ou alicates de ponta agulha para conectar/desconectar o fio aterrado na cor verde e os cinco fios da lente do radiador. Não dobre os fios além do necessário. (Consulte **Figura 68.**)
- 2 Use pinças ou alicates de ponta agulha para conectar ou desconectar os dois fios na cor roxa do aquecedor da fonte e os dois fios do RTD na cor cinza da placa de fonte de cerâmica.

7 Manutenção de CI

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

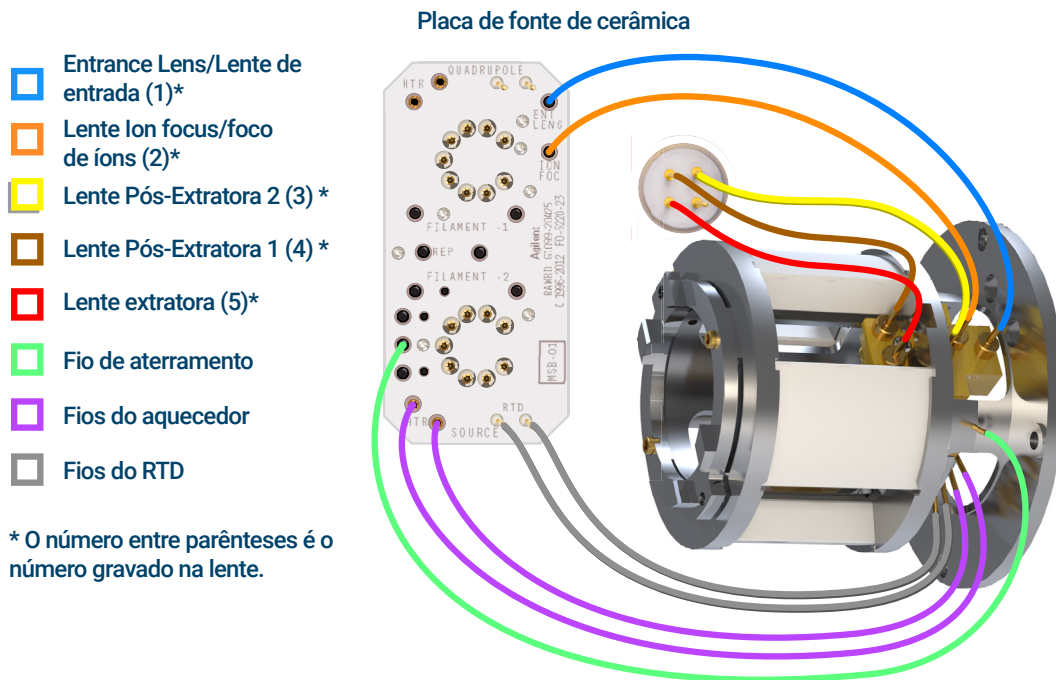


Figura 68 Fiação entre a placa da fonte de cerâmica/conector de passagem e o radiador da fonte de alta eficiência (HES) de EI

Instalar o radiador da fonte CI

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Pinça (8710-2460)
- Chave de fenda T10 Torx (5182-3466)



Procedimento

AVISO

Os analisadores, a interface de GC/MSD 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.

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.

- 1 Alinhe o radiador aos dois pinos guia no suporte do analisador e fixe-o usando dois parafusos de fixação com uma chave Torx número T10.

7 Manutenção de CI

Instalar o radiador da fonte CI

- 2 Conecte o fio terra verde ao radiador. (Consulte **Figura 69**.)

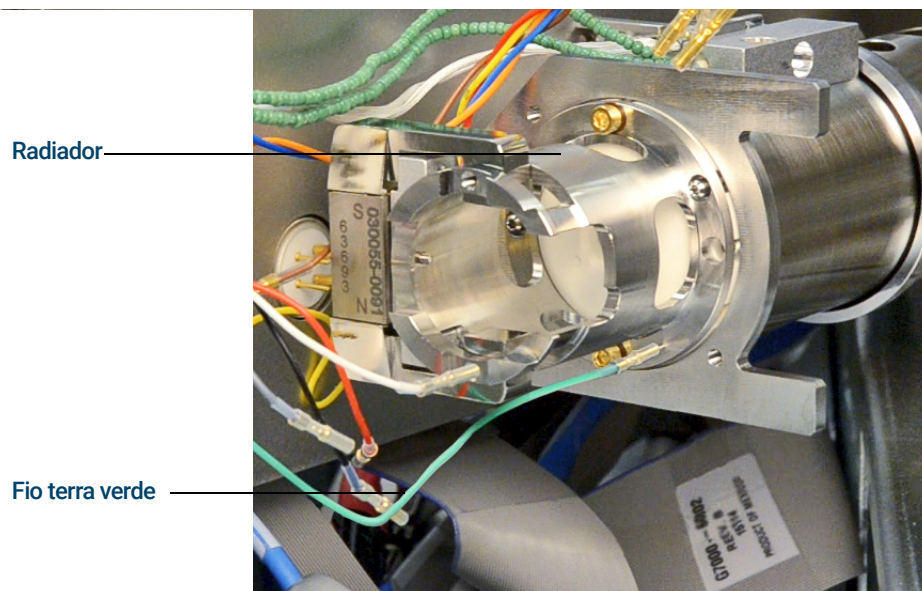


Figura 69 Radiador da fonte de CI

Alternar entre a fonte CI e a fonte EI HES

Procedimento

- 1 Faça quebra de vácuo/Vent do MSD. (Consulte "**Quebrar o vácuo/Vent o MSD**" na página 96.) O software solicitará para você as ações apropriadas.

CUIDADO

Utilize sempre luvas limpas quando estiver tocando o analisador ou quaisquer outras peças que vão dentro da câmara do analisador.

CUIDADO

Descargas eletrostáticas nos componentes do analisador são conduzidas para a placa lateral, onde elas podem danificar componentes sensíveis. Use uma pulseira aterrada antiestática e tome outras precauções antiestáticas *antes de abrir a câmara do analisador*. (Consulte a "**A descarga eletrostática representa uma ameaça aos componentes eletrônicos do MSD**" na página 22.)

- 2 Abra o painel de acesso do lado esquerdo. (Consulte "**Abrir as coberturas/tampas do MSD**" na página 118.)
- 3 Abra a porta da câmara do analisador. (Consulte "**Abrir a câmara do analisador**" na página 161.)
- 4 Remova a fonte CI. (Consulte "**Remover a fonte CI**" na página 236.)
- 5 Coloque a fonte CI no recipiente de armazenamento.
- 6 Remova o radiador da fonte CI O radiador não deve ser removido ou instalado com a fonte CI no lugar. (Consulte "**Remover o radiador da fonte CI**" na página 231.)
- 7 Coloque o radiador da fonte CI no recipiente de armazenamento.
- 8 Solte a porca para coluna e remova a coluna da interface de GC/MSD.
- 9 Corte a coluna no lado cônico da anilha para remover a anilha.
- 10 Instale a coluna na interface de GC/MSD se estendendo de 4 a 5 mm depois do fim do analisador da linha de transferência. (Consulte "**Instalar uma coluna capilar na interface de GC/MSD usando a porca para coluna com autoajuste**" na página 45 ou "**Instalar uma coluna capilar na interface de GC/MSD utilizando uma porca de coluna padrão**" na página 51.)
- 11 Remova o radiador da fonte EI HES do recipiente de armazenamento.
- 12 Instale o radiador da fonte EI HES. (Consulte "**Instalar o radiador da fonte EI HES**" na página 233.)

7 Manutenção de CI

Alternar entre a fonte CI e a fonte EI HES

- 13 Remova a fonte EI HES do recipiente de armazenamento.
- 14 Instale a fonte EI HES. (Consulte "**Instalar a fonte EI HES**" na página 180.)
- 15 Inicie o vácuo (pumpdown) do MSD. (Consulte "**Bombear o MSD**" na página 122.)

Remover o radiador da fonte CI

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Pinça (8710-2460)
- Chave de fenda T10 Torx (5182-3466)



Procedimento

AVISO

Os analisadores, a interface de GC/MSD 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.

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.

7 Manutenção de CI

Remover o radiador da fonte CI

- 1 Remova a fonte CI. (Consulte "**Remover a fonte CI**" na página 236.)
- 2 Desconecte o fio terra verde do radiador. (Consulte **Figura 70**.)
- 3 Use uma chave Torx T-10 para soltar os dois parafusos que fixam o radiador ao analisador e coloque o radiador em seu recipiente de armazenamento.

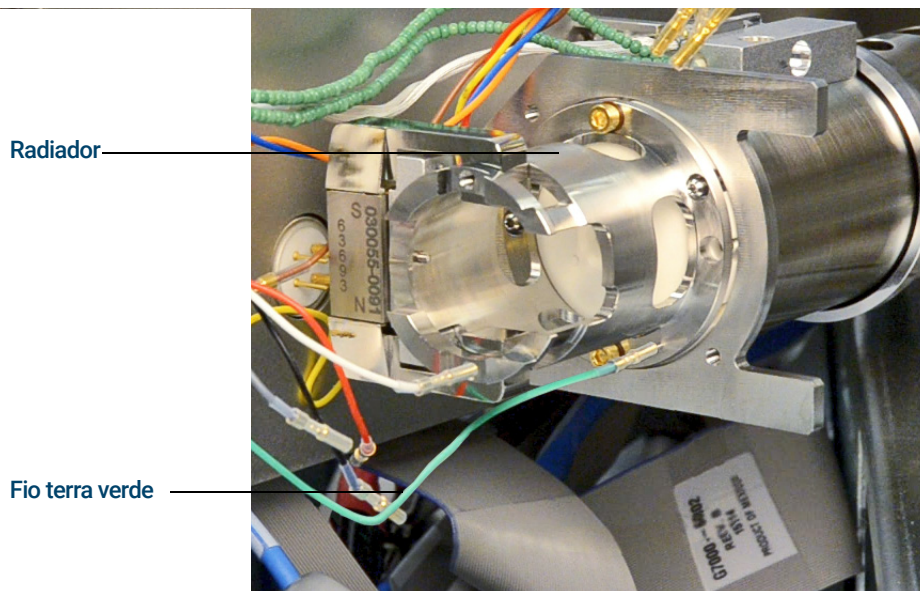


Figura 70 Radiador da fonte de CI

Instalar o radiador da fonte EI HES

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Chave de fenda T10 Torx (5182-3466)
- Pinça (8710-2460)



Procedimento

AVISO

Os analisadores, a interface de GC/MSD 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.

CUIDADO

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

- 1 Coloque o radiador sobre os pinos de guia no suporte analisador e use uma chave de fenda Torx T10 para prendê-lo usando (2) parafusos revestidos em ouro M3 × 12 (número de peça G7002-20110).
- 2 Use pinças para conectar os fios do radiador da fonte de alta eficiência (HES) de EI. (Consulte "**Conectar/Desconectar a fiação para a fonte de alta eficiência do radiador de EI**" na página 225.)

Alternar entre a fonte XTR, SS ou EI inerte para a fonte CI

CUIDADO

Sempre verifique o desempenho do MSD em EI antes de alternar para a operação de CI.

Sempre configure o MSD CI em PCI primeiro, mesmo que for executar NCI.

Procedimento

- 1 Faça quebra de vácuo/Vent do MSD. (Consulte "[Quebrar Vácuo/Vent o MSD](#)" na página 119.)

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 157.) Tome precauções antiestáticas *antes* de abrir a câmara do analisador.

- 2 Abra o analisador. (Consulte "[Abrir a câmara do analisador](#)" na página 161.)
- 3 Remova a fonte EI. (Consulte "[Remover a fonte inerte ou HydroInert EI XTR, SS](#)" na página 181.)
- 4 Se estiver removendo uma fonte de XTR, remova o fio marrom da extratora da placa de passagem direta e armazene-o com a fonte de íons de XTR de EI. (Consulte [Figura 46](#) na página 164.)
- 5 Instale a fonte CI. (Consulte "[Instalar a fonte CI](#)" na página 254.)
- 6 Instale o tip seal da interface CI/Extratora, se já não estiver instalado (p/n G3870-20542). (Consulte "[Instalar o tip seal da interface de GC/MSD](#)" na página 55.)
- 7 Feche o analisador. (Consulte "[Fechar a câmara do analisador](#)" na página 218.)
- 8 Inicie o vácuo (pumpdown) do MSD. (Consulte "[Gerar vácuo no MSD em modo CI](#)" na página 130.)

Alternar da fonte CI para a fonte XTR, SS ou EI inerte

Procedimento

CUIDADO

Utilize sempre luvas limpas quando estiver tocando o analisador ou quaisquer outras peças que vão dentro da câmara do analisador.

CUIDADO

Descargas eletrostáticas nos componentes do analisador são conduzidas para a placa lateral, onde elas podem danificar componentes sensíveis. Use uma pulseira aterrada antiestática e tome outras precauções antiestáticas antes de abrir a câmara do analisador. (Consulte "Descarga eletrostática" na página 157.)

- 1 Da exibição Tune and Vacuum Control, faça quebra de vácuo/Vent do MSD (Consulte "**Quebrar Vácuo/Vent o MSD**" na página 119.) O software solicitará para você as ações apropriadas.
- 2 Abra o analisador. (Consulte "**Abrir a câmara do analisador**" na página 161.)
- 3 Remova o tip seal da interface, a mola e o retentor do tip seal serrilhado se alternar para uma fonte de SS de EI ou uma fonte inerte de EI.
- 4 Instale a fonte EI. (Consulte "**Instalar a fonte inerte ou HydroInert EI, XTR, SS**" na página 215.)
- 5 Ao instalar uma fonte de XTR de EI, localize o fio marrom da extratora do armazenamento e o conecte à lente da extratora e à placa da fonte.
- 6 Coloque a fonte CI na caixa de armazenamento da fonte de íons.
- 7 Se estiver instalando uma fonte de SS ou fonte inerte de EI, remova o tip seal da interface, a mola e o retentor do tip seal serrilhado e coloque-os no recipiente de armazenamento de CI.
- 8 Inicie o vácuo (pumpdown) do MSD. (Consulte "**Bombear o MSD**" na página 122.)

Remover a fonte CI

Materiais necessários

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



Procedimento

O vídeo mostra as conexões de fiação para o MSD de um modelo que não é fonte de alta eficiência (HES).

- 1 Faça quebra de vácuo/Vent do MSD. (Consulte "**Quebrar Vácuo/Vent o MSD**" na página 119.)

AVISO

Os analisadores, a interface de GC/MSD 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 161.)

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 Use pinças para desconectar os fios da fonte CI. Não dobre os fios além do necessário. (Consulte "**Conectar/Desconectar a fiação de um modelo que não é fonte de alta eficiência (HES) da fonte CI**" na página 238 ou "**Conectar/Desconectar a fiação do modelo de fonte de alta eficiência de EI da fonte CI**" na página 240.)

7 Manutenção de CI

Remover a fonte CI

Siga os fios do aquecedor da fonte de íons e do sensor de temperatura até a placa da fonte de cerâmica os desconecte nesse ponto. (Consulte **"Conectar/Desconectar a fiação do modelo de fonte de alta eficiência de EI da fonte CI"** na página 240.)

- 4 Remova os dois parafusos grandes de aperto manual que mantêm a fonte de íons no lugar.
- 5 Retire a fonte de íons do radiador fonte, e coloque-o em seu recipiente de armazenamento.

7 Manutenção de CI

Conectar/Desconectar a fiação de um modelo que não é fonte de alta eficiência (HES) da fonte CI

Conectar/Desconectar a fiação de um modelo que não é fonte de alta eficiência (HES) da fonte CI

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Alicates, bico longo (8710-1094)
- Pinça (8710-2460)

Procedimento

- 1 Use alicates para conectar ou desconectar os fios da fiação da placa de cerâmica nos conectores da fonte. (Consulte **Figura 71**.)
- 2 Use alicates para conectar/desconectar os fios da fiação dos aquecedores da fonte na placa da fonte de cerâmica. (Consulte **Figura 71**.)

7 Manutenção de CI

Conectar/Desconectar a fiação de um modelo que não é fonte de alta eficiência (HES) da fonte CI

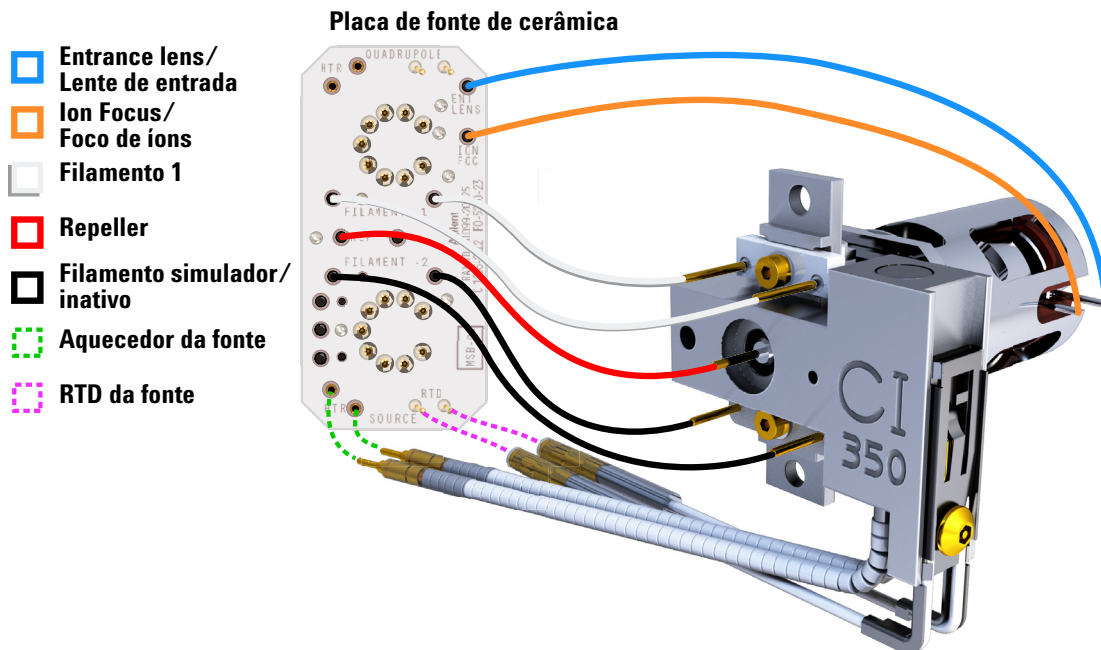


Figura 71 Fiação entre a placa da fonte de cerâmica e a fonte

Conectar/Desconectar a fiação do modelo de fonte de alta eficiência de EI da fonte CI

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Alicates, bico longo (8710-1094)
- Pinça (8710-2460)

Procedimento

- 1 Use alicates para conectar ou desconectar os fios da fiação da placa de cerâmica (vermelho, branco, preto e cinza) nos conectores da fonte. (Consulte **Figura 72**.)
- 2 Use alicates para conectar/desconectar os fios da fiação dos aquecedores da fonte na placa da fonte de cerâmica. (Consulte **Figura 72**.)

7 Manutenção de CI

Conectar/Desconectar a fiação do modelo de fonte de alta eficiência de EI da fonte CI

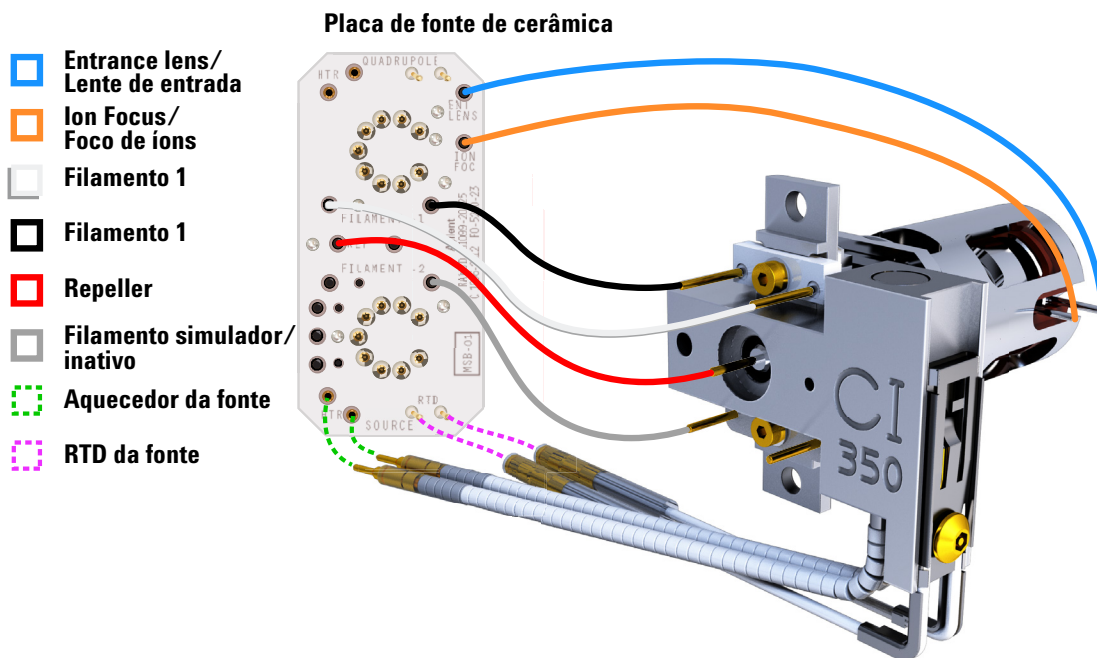


Figura 72 Fiação entre a placa da fonte de cerâmica e a fonte

Desmontar a fonte CI

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)
- Chave de porca, 5,5 mm (8710-1220)
- Pinça (8710-2460)

Procedimento

Consulte a vista explodida das peças na **Figura 73** e a lista de peças da fonte CI na **Tabela 26** na página 243, enquanto estiver usando este procedimento.

- 1 Remova a fonte CI. (Consulte "**Remover a fonte CI**" na página 236.)
- 2 Remova os filamentos. (Consulte "**Remover o filamento da fonte CI**" na página 251.)
- 3 Separe o conjunto do aquecedor da fonte da estrutura da fonte. O conjunto do aquecedor inclui o aquecedor da fonte, o repeller e as peças relacionadas.
- 4 Desmonte o conjunto do repeller removendo o isolador de cerâmica do repeller.
- 5 Remova o parafuso de retenção que fixa as lentes à estrutura da fonte.
- 6 Remova as lentes da estrutura da fonte e separe o isolador das lentes, as lentes de foco de íons, o cilindro removível, a lente removível e as lentes de entrada.

7 Manutenção de CI

Desmontar a fonte CI

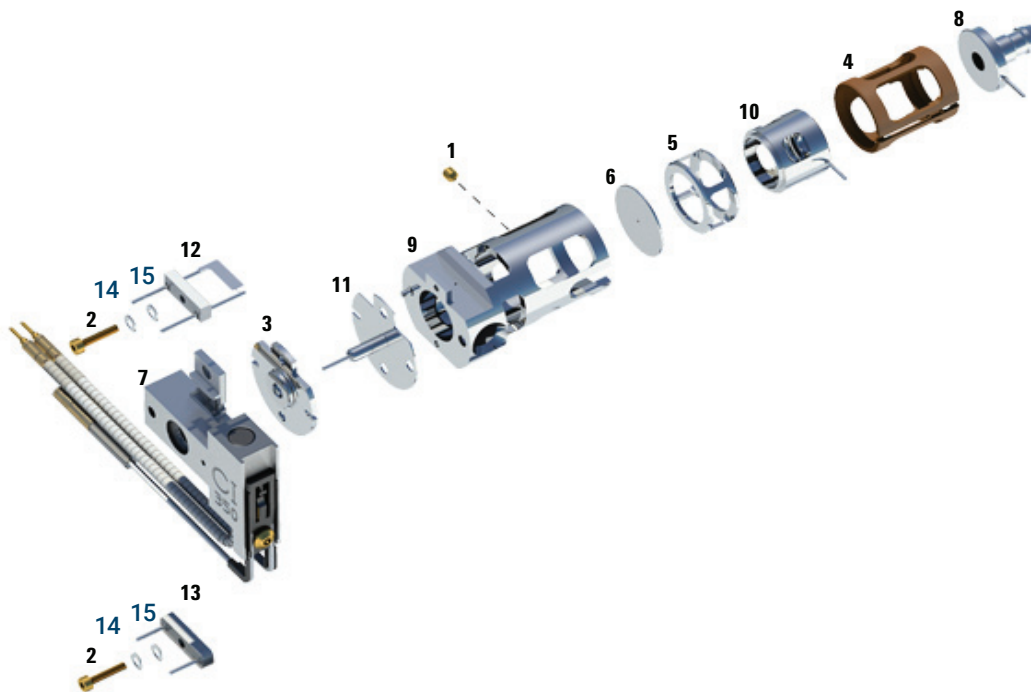


Figura 73. Desmontagem da fonte CI

Tabela 26 Lista de peças da fonte CI (Figura 73)

Item	Descrição	Número de peça
1	Parafuso de fixação	G1999-20022
2	Parafuso do filamento	G1999-20021
3	Isolador do repeller de CI	G1999-20433
4	Isolador da lente de CI	G3170-20540
5	Cilindro removível de CI	G1999-20444
6	Placa removível de CI	G1999-20446
7	Conjunto do bloco do aquecedor da fonte CI	G3870-60415
8	Entrance lens/Lente de entrada	G3170-20126
9	Corpo da fonte CI	G3170-20430

7 Manutenção de CI

Desmontar a fonte CI

Tabela 26 Lista de peças da fonte CI (Figura 73) (continuação)

Item	Descrição	Número de peça
10	Lente ion focus/foco de íons	G1999-20443
11	Repeller de CI	G7077-20432
12	Filamento de CI -2PK	G7005-60072
13	Filamento simulador/inativo	G1999-60454
14	Mola de arruela curvada de 2,2 mm - diâmetro interno de 4,5 mm - diâmetro externo de 4,5 mm, qtde. 2	3050-1374
15	Arruela plana	3050-9082
Não mostrado	Embalagem, fonte de GC/MS em concha	G7002-80008
Não mostrado	Suporte, fonte de GC/MS em concha	G7002-00008
Não mostrado	Conjunto da fonte CI	G7002-67404
Não mostrado	Conjunto da fonte CI (sem tip seal)	G7077-67404

Limpar a fonte CI

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
 - Diclorometano, grau reagente
- Banho ultrassônico

Preparação

- 1 Desmontagem da fonte CI. (Consulte "**Desmontar a fonte CI**" na página 242.)
- 2 Colete as seguintes peças de uma fonte CI a serem limpas: (Consulte **Figura 74** na página 246.)
 - Repeller
 - Corpo da fonte
 - Placa drawout
 - Cilindro drawout
 - 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.

7 Manutenção de CI

Limpar a fonte CI

CUIDADO

Se o isolante do repeller de CI estiver sujo, limpe-o com uma haste flexível com algodão nas pontas embebida com metanol grau reagente. Substitua os isolantes caso não seja possível limpá-los. Não limpe os isolantes de forma abrasiva ou ultrassônica.



Figura 74. Peças da fonte CI a serem limpas



Procedimento

- 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.

7 Manutenção de CI

Limpar a fonte CI

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.

AVISO

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

- 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:

- Diclorometano (grau reagente)
- Acetona (grau reagente)
- Metanol (grau reagente)

Para a limpeza de rotina, metanol é suficiente.

- 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 for no a 100 °C por cinco a seis minutos.

AVISO

Deixe as peças esfriarem antes de manuseá-las.

NOTA

Tome cuidado para não contaminar 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 a fonte CI

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 visão das peças explodidas na **Figura 75** e a lista de peças da fonte CI na **Tabela 27** na página 249 enquanto estiver usando este procedimento.

CUIDADO

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

- 1 Monte a lente de foco de íon, a lente de entrada e o isolante de lente.
- 2 Deslize a placa e o cilindro removíveis para dentro do corpo da fonte.
- 3 Deslize as peças montadas no passo 1 para dentro da estrutura da fonte.
- 4 Instale o parafuso de fixação das lentes.
- 5 Fixe o disco de cerâmica ao repeller e coloque-o na parte superior da estrutura da fonte.
- 6 Coloque o conjunto do bloco de aquecimento na parte superior da estrutura da fonte.
- 7 Reinstale o filamento simulador e o filamento e fixe-os com parafusos de retenção.

7 Manutenção de CI

Montar a fonte CI

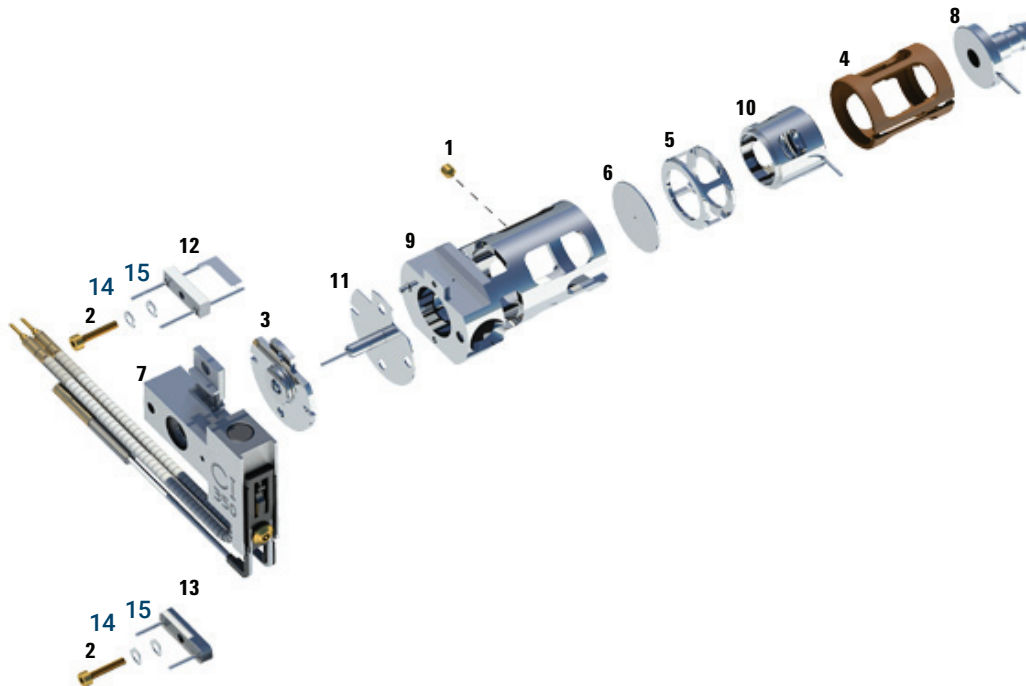


Figura 75. Montagem da fonte CI

Tabela 27 Lista de peças da fonte CI (Figura 75)

Item	Descrição	Número de peça
1	Parafuso de fixação	G1999-20022
2	Parafuso do filamento	G1999-20021
3	Isolador do repeller de CI	G1999-20433
4	Isolador da lente de CI	G3170-20540
5	Cilindro removível de CI	G1999-20444
6	Placa removível de CI	G1999-20446
7	Conjunto do bloco do aquecedor da fonte CI	G3870-60415
8	Entrance lens/Lente de entrada	G3170-20126
9	Corpo da fonte CI	G3170-20430
10	Lente ion focus/foco de íons	G1999-20443

7 Manutenção de CI

Montar a fonte CI

Tabela 27 Lista de peças da fonte CI (Figura 75) (continuação)

Item	Descrição	Número de peça
11	Repeller de CI	G7077-20432
12	Filamento de CI -2PK	G7005-60072
13	Filamento simulador/inativo	G1999-60454
14	Mola de arruela curvada de 2,2 mm - diâmetro interno de 4,5 mm - diâmetro externo de 4,5 mm, qtde. 2	3050-1374
15	Arruela plana	3050-9082
Não mostrado	Embalagem, fonte de GC/MS em concha	G7002-80008
Não mostrado	Suporte, fonte de GC/MS em concha	G7002-00008
Não mostrado	Conjunto da fonte CI	G7002-67404
Não mostrado	Conjunto da fonte CI (sem tip seal)	G7077-67404

Remover o filamento da fonte CI

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
 - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Chave hexagonal de ponta redonda, 1,5 mm (8710-1570)
- Pinça (8710-2460)



Procedimento

- 1 Faça quebra de vácuo/Vent do MSD. (Consulte "**Quebrar Vácuo/Vent o MSD**" na página 119.)

CUIDADO

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

AVISO

O analisador, a interface de GC/MSD 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 161.)
- 3 Remova a fonte CI. (Consulte "**Remover a fonte CI**" na página 236.)
- 4 Remova o parafuso que prende o filamento ao corpo da fonte CI. (Consulte **Figura 76**.)
- 5 Remova o filamento do conjunto da fonte CI. (Consulte **Figura 76**.)

7 Manutenção de CI
Remover o filamento da fonte CI

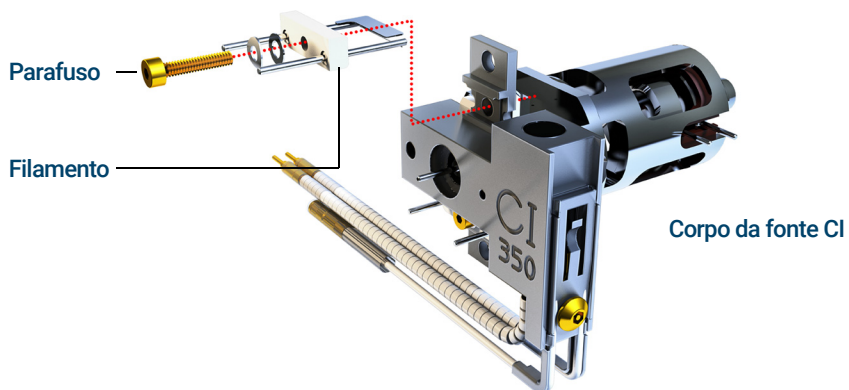


Figura 76. Alteração do filamento da fonte CI

Instalar o filamento da fonte de CI

Materiais necessários

- Conjunto do filamento, 2 emb., CI (G7005-60072)
- Luvas, limpas, sem fiapos
 - Tamanho grande (8650-0030)
- Tamanho pequeno (8650-0029)Pinças (8710-2460)



Procedimento

- 1 Remova o filamento antigo. (Consulte "**Remover o filamento da fonte CI**" na página 251.)
- 2 Coloque o novo filamento na sua posição na estrutura da fonte de íons. (Consulte **Figura 76** na página 252.)
- 3 Fixe o filamento à estrutura da fonte de íons com o parafuso. (Consulte **Figura 76** na página 252.)
- 4 Após a instalação do filamento, verifique se este não está aterrado na estrutura da fonte.
- 5 Reinstale a fonte CI. (Consulte "**Instalar a fonte CI**" na página 254 ou "**Informações gerais**" na página 222.)
- 6 Inicie o vácuo (pumpdown) do MSD. (Consulte "**Gerar vácuo no MSD em modo CI**" na página 130.)
- 7 Execute o tune automático do MSD.

Instalar a fonte CI

CUIDADO

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



Procedimento

O vídeo mostra as conexões de fiação para o MSD de um modelo que não é fonte de alta eficiência (HES).

- 1 Faça quebra de vácuo/Vent do MSD. (Consulte "**Quebrar Vácuo/Vent o MSD**" na página 119.)
- 2 Abra a câmara do analisador. (Consulte "**Abrir a câmara do analisador**" na página 161.)
- 3 Deslize a fonte CI para dentro do radiador. (Consulte **Figura 77**.)
- 4 Instale os parafusos de aperto manual. (Consulte **Figura 77**.)
- 5 Conecte a fiação à fonte CI. (Consulte "**Conectar/Desconectar a fiação de um modelo que não é fonte de alta eficiência (HES) da fonte CI**" na página 238 ou "**Conectar/Desconectar a fiação do modelo de fonte de alta eficiência de EI da fonte CI**" na página 240.)

7 Manutenção de CI

Instalar a fonte CI

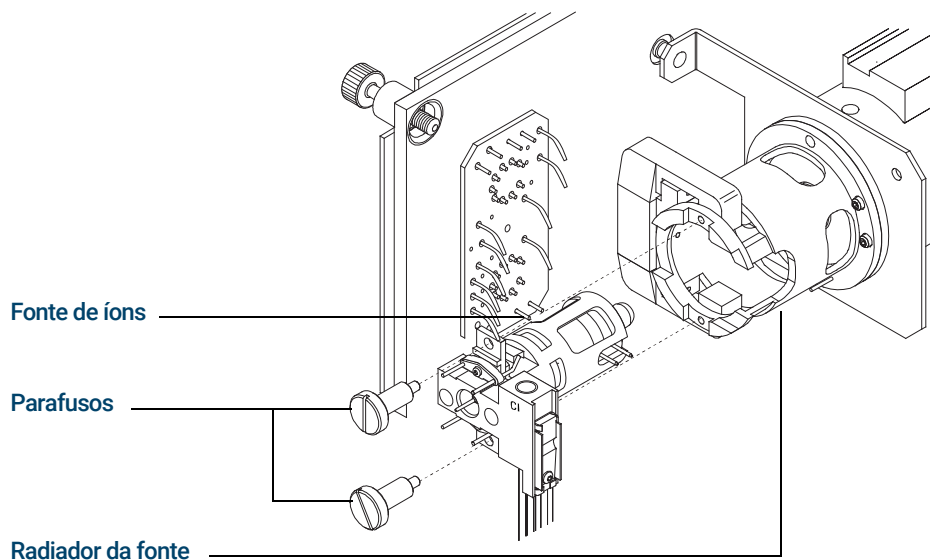


Figura 77. Instalação da fonte CI

- 6 Feche a porta do analisador. (Consulte "**Fechar a câmara do analisador**" na página 218.)
- 7 Inicie o vácuo (pumpdown) do MSD. (Consulte "**Gerar vácuo no MSD em modo CI**" na página 130.)
- 8 Efetuar o tune de MSD. (Consulte "**Tune automático de CI**" na página 127.)

7 **Manutenção de CI**
Instalar a fonte CI

www.agilent.com

© Agilent Technologies, Inc. 2023

Segunda edição, junho de 2023



G7077-98039

