



Agilent 8860 Cromatógrafo a Gás

Manual de Operações

Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2019

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

Nº de peça do manual

G2790-99015

Edição

Segunda edição, julho de 2019

Primeira edição, janeiro de 2019

Impresso nos USA ou na China

Agilent Technologies, Inc.

2850 Centerville Road

Wilmington, DE 19808-1610 USA

Agilent Technologies, Inc.

412 Ying Lun Road

Waigaoqiao Freed Trade Zone

Shanghai 200131 P.R.China

Garantia

O material contido neste documento é fornecido "no estado em que se encontra" e está sujeito a alterações, sem aviso prévio em edições futuras. Além disso, com o máximo rigor permitido pelas leis aplicáveis, a Agilent isenta-se de responsabilidade em relação a garantias, expressas ou implícitas, em relação a este manual e a qualquer informação contida nele, incluindo mas não limitado as garantias implícitas de adequação comercial e adequação a um propósito específico. A Agilent não será responsável por erros ou por danos incidentais ou 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

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

AVISO

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

Índice

1 Noções básicas

O Cromatógrafo a Gás 8860	12
Antes de operar seu GC	13
Cromatografia utilizando um GC	14
Injetores	15
Injetores automáticos	15
Válvulas de amostragem automática	15
Colunas e Forno do GC	16
Detectores	17
Touchscreen	18
Operação do sistema	19
Tela sensível ao toque	19
Interface do navegador	19
Sistema de dados	20
Interface do navegador	22
Indicador de status	26
Status do GC	27
Tons de alerta	27
Condições de erro	27
Limpar uma condição de desligamento	28
Visão geral da corrida de uma amostra	29
Controle do instrumento	30
Corrigir problemas	31

2 Ajuda e Informações

Onde encontrar informações	34
Ajuda de um navegador	35
Ajuda de acordo com o contexto	39
DVD Ferramentas e Manuais do Usuário do GC e do GC/MS Agilent	41

3 Inicialização e Desligamento

Para inicializar o GC	44
Para desligar o GC por menos de uma semana	45

Para desligar o GC por mais de uma semana **46**

4 Operação com tela sensível ao toque

Navegação **48**

Controles de corrida **49**

Barra de status/controla **49**

Inserir dados **51**

Exibição Início **52**

Página de status **53**

Página de gráfico **54**

5 Métodos

O que é um método? **58**

O que é salvo em um método? **59**

O que acontece quando você carrega um método? **60**

Criar um Método **61**

Carregar um Método **63**

Métodos de Corrida **64**

Pré-corrida e Preparação de Corrida **64**

Preparar manualmente para a corrida **64**

Para injetar manualmente uma amostra com uma seringa e iniciar uma operação **64**

Para correr um método para processar um única amostra ALS **65**

Para cancelar um método **65**

Eventos **66**

Uso de eventos de tempo de corrida **66**

Programação de eventos de tempo de corrida **67**

A tabela de corrida **67**

Edição de eventos na tabela de corrida **67**

Exclusão de eventos de tempo de corrida **67**

Injetores **68**

Taxas de fluxo de gás de arraste **68**

Sobre o economizador de gás **68**

Sobre a programação da temperatura do forno **70**

Taxas de rampa de forno **70**

Colunas **72**

Detectores **73**

FID	73
FPD+	74
NPD	76
TCD	77
ECD	78
Válvulas	80
A caixa de válvula	80
Controle de válvula	80
Tipos de válvulas	81
Controlar uma válvula	82
Sinais da Saída do GC	84
Sinais analógicos	84
Sinais digitais	86

6 Sequências

O que é uma sequência?	90
Erros recuperáveis	91

7 Diagnósticos

Sobre Diagnósticos	94
Relatório de integridade do sistema	94
Testes automatizados	94
Diagnóstico autoguiado	95
Usar a exibição Diagnósticos	96
Realizar Testes de Diagnóstico	97

8 Manutenção

Feedback de Manutenção Antecipada (EMF)	100
Tipos de contadores	100
Thresholds	101
Thresholds Padrão	101
Realizar manutenção	102
Contadores Disponíveis	103
Visualizar Contadores de Manutenção	106
Para Habilitar, Redefinir ou Modificar um Limite para o Contador EMF	107
Contadores do EMF para Amostradores Automáticos	108
Contadores para ALS 7693A e 7650 com firmware habilitado para EMF	108
Contadores do ALS com firmware anterior	108

Contadores EMF para Instrumentos MS **109**

9 Logs

Exibição de Logs **112**
 Logs de manutenção **112**
 Registro de corridas **112**
 Logs do sistema **112**

10 Parâmetros

Sobre Parâmetros **114**
Modo de Manutenção **115**
Sobre **116**
Calibração **117**
 Manutenção da calibração do EPC – injetores, detectores, PCM, e AUX **118**
 Para zerar um fluxo específico ou sensor de pressão **119**
Parâmetros do Sistema **120**
 Configurar o endereço IP para o GC **121**
 Para alterar a localidade do sistema **121**
 Para acessar dados de corrida armazenados **122**
 Para controlar o acesso à interface do navegador **123**
Ferramentas **124**
 Executar uma corrida de compensação de coluna **125**

11 Configuração

Sobre a Configuração **128**
Alterações na Configuração **129**
Configuração da Válvula **130**
 Para configurar válvulas **130**
Configuração do Injetor **131**
Colunas **132**
 Para configurar uma coluna única **132**
 Para configurar uma coluna empacotada **133**
 Notas adicionais sobre configuração de coluna **134**
Forno **135**
 Para configurar o forno **135**
Configuração do Detector **136**
Configurações da Saída Analógica **137**

Configuração do MSD	138
Configuração do MSD	138
Para habilitar ou desabilitar as comunicações do MS	138
Para utilizar o GC quando o MS estiver desligado	139
Configurações Diversas	140
Prontidão	141
Caixa de Válvula	142
PCMs	143
Aux EPCs	144

12 Conservação de Recurso

Conservação de Recurso	146
Métodos de Suspensão	147
Métodos Despertar e Condicionar	148
Para configurar o GC para Economizar Recursos	149

13 Programação

Programação do tempo do relógio	152
Uso de eventos de horário do relógio	152
Adicionar eventos à tabela de relógio	152
Excluir eventos de horário do relógio	152

14 Módulos de fluxo e pressão

Sobre o controle de fluxo e pressão	154
Pressão operacional máxima	155
Controladores de Pressão Auxiliar	156
Restritores	157
Selecionar uma frit	158
Exemplo: Uso de canais PCM	159
PIDs	160

15 Injetores

Visão Geral de Injetores	162
Sobre o Injetor Split/Splitless	163
Selecionar o liner do injetor S/SL correto	163
Sobre o injetor de coluna empacotada com purga	165
Sobre o injetor de coluna empacotada	166

Sobre o injetor on-column	167
Modos de configuração do injetor do COC	167
Colunas sem fase	167

16 Colunas e Forno

Sensor de hidrogênio	170
Logs de instrumentos	170
Calibração	170
Informação de status	170
Operação com um sistema de dados Agilent	170

17 Verificação Cromatográfica

Sobre a Verificação Cromatográfica	174
Preparando a Verificação Cromatográfica	175
Para Verificar a Performance do FID	177
Para verificar o desempenho do FID com um injetor de coluna empacotado (PCI)	177
Para verificar o desempenho de FID com um injetor de coluna empacotada com purga, split/splitless ou oncolumn	179
Para Verificar a Performance do TCD	183
Para verificar o desempenho do TCD com um injetor de coluna empacotado (PCI)	183
Para verificar o desempenho de TCD com um injetor de coluna empacotada com purga, split/splitless ou oncolumn	185
Para Verificar a Performance do NPD	189
Para Verificar a Performance do ECD	192
Para Verificar a Performance do FPD+ (Amostra 5188-5953)	195
Preparação	195
Performance do fósforo	195
Performance do enxofre	198
Para Verificar a Performance do FPD+ (amostra 5188-5245, Japão)	200
Preparação	200
Performance do fósforo	200
Performance do enxofre	203

18 Teste de metrologia chinesa

Fatores de conversão de unidades do FPD+ e do ECD	206
Fatores de conversão do FPD+	206
Fator de conversão do ECD	207

Utilizar os fatores de conversão **208**

Referências **209**

19 Glossário

Noções básicas

O Cromatógrafo a Gás 8860	12
Antes de operar seu GC	13
Cromatografia utilizando um GC	14
Injetores	15
Injetores automáticos	15
Válvulas de amostragem automática	15
Colunas e Forno do GC	16
Detectores	17
Touchscreen	18
Operação do sistema	19
Tela sensível ao toque	19
Interface do navegador	19
Sistema de dados	20
Interface do navegador	22
Indicador de status	26
Status do GC	27
Tons de alerta	27
Condições de erro	27
Limpar uma condição de desligamento	28
Visão geral da corrida de uma amostra	29
Controle do instrumento	30
Corrigir problemas	31

Este documento fornece uma visão geral do Cromatógrafo a Gás (GC) 8860 Agilent, juntamente com as instruções operacionais detalhadas.

O Cromatógrafo a Gás 8860



Figura 1. O 8860 GC

Antes de operar seu GC

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

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

Cromatografia utilizando um GC

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

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

- 1 **Injeção** de uma amostra no GC. (isso ocorre no injetor).
- 2 **Separação** da amostra em componentes individuais. (isso ocorre dentro da coluna que fica no forno).
- 3 **Detecção** dos componentes que estavam presentes na amostra. (isso ocorre no detector).

Durante esse processo, mensagens de status do GC são exibidas, e o usuário pode realizar alterações nas configurações de parâmetros através da interface do navegador ou do sistema de dados.

Injetores

Os injetores são os locais onde as amostras são injetadas no GC. O GC 8860 Agilent pode ter um máximo de dois injetores, identificados como Injetor Frontal e Injetor Posterior.

Os seguintes tipos de injetor estão disponíveis:

- Injetor split/splitless (SSL)
- Injetor empacotado com purga (PP)
- Injetor de coluna empacotada (PCI)
- Injetor on column (COC)

O tipo de injetor escolhido é baseado no tipo de análise que está sendo feita, do tipo de amostra sendo analisada e a coluna sendo utilizada.

As amostras podem ser injetadas nos injetores manualmente utilizando uma seringa ou um dispositivo de amostragem automático (como um amostrador automático de líquidos Agilent ou um amostrador HeadSpace Agilent).

Injetores automáticos

O GC 8860 Agilent pode acomodar até um injetor automático, que pode ser usado na posição frontal ou traseira.

Válvulas de amostragem automática

As válvulas de amostragem são dispositivos mecânicos simples que introduzem uma amostra de tamanho fixo no fluxo do gás de arraste. As válvulas são mais frequentemente utilizadas para amostrar gases em fluxos constantes.

O GC 8860 Agilent pode acomodar até três válvulas no total. Até duas válvulas de amostragem de líquido não aquecidas, ou até três válvulas de amostragem de gás podem ser usadas em qualquer combinação.

As válvulas estão localizadas dentro da caixa da válvula de amostragem.

Colunas e Forno do GC

As colunas do GC estão localizadas dentro de um forno com temperatura controlada. Geralmente, uma extremidade da coluna está acoplada no injetor, enquanto a outra extremidade está acoplada no detector.

As colunas variam em comprimento, diâmetro e revestimento interno. Cada coluna é projetada para ser utilizada com compostos diferentes.

O objetivo da coluna e do forno é separar a amostra injetada em compostos individuais enquanto esta se desloca pela coluna. Para auxiliar este processo, o forno do GC pode ser programado para acelerar o fluxo de amostra pela coluna.

O GC 8860 Agilent pode acomodar até três colunas, identificadas como Coluna 1, Coluna 2 e Coluna 3.

Detectores

Os detectores identificam a presença dos compostos assim que eles saem da coluna.

Assim que cada composto entra no detector, é gerado um sinal elétrico proporcional à quantidade de composto detectado. Esse sinal geralmente é enviado para um sistema de análise de dados—como o Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition—aparecendo como um pico em um cromatograma.

O GC pode acomodar até três detectores (dois montados no topo do GC e um montado em um compartimento lateral, ou na posição auxiliar no topo), identificados como Detector Frontal, Detector Posterior e Detector Auxiliar 2.

Está disponível uma seleção completa de detectores (FID, TCD, NPD, FPD, ECD e MSD). O tipo de detector escolhido depende do tipo de análise pretendida.



Figura 2. Localizações dos detectores

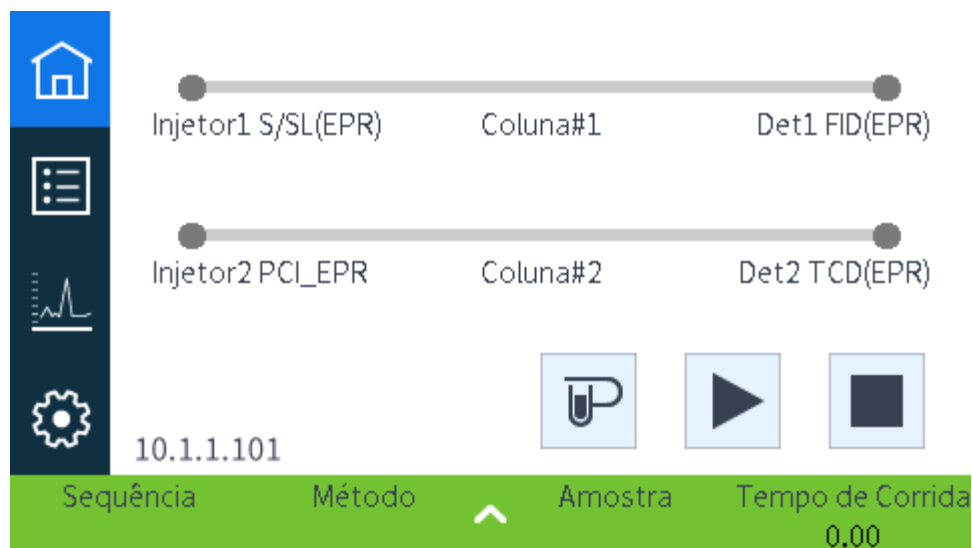
NOTA

Um detector montado na lateral pode ser apenas um TCD, TCD ou FPD. Outros tipos de detectores não são suportados nesta posição.

Um detector auxiliar montado no topo só pode ser um FPD+ ou um TCD.

Touchscreen

O touchscreen mostra informações de status e atividade do GC e permite que você inicie, pare e prepare o GC para executar uma amostra.



Consulte **“Operação com tela sensível ao toque”** para obter uma descrição detalhada das funções e recursos do touchscreen.

Operação do sistema

O GC pode ser controlado através da touchscreen, da interface do navegador e de um sistema de dados Agilent.

Tela sensível ao toque

A touchscreen proporciona controle direto das configurações, acesso a funções de manutenção e diagnóstico, logs e acesso à ajuda, bem como à capacidade de fazer alterações temporárias nos setpoints. Use o visor de toque para:

A touchscreen ao toque fornece controles para:

- Configurar o endereço IP do GC
- Selecionar o idioma da touchscreen
- Visualizar dados de status e gráficos em tempo real.
- Monitorar o GC e o status de funcionamento
- Monitorar a integridade do sistema
- Realizar configurações do sistema, por exemplo localidade do sistema, configuração de endereço IP e assim por diante

A tela inicial fornece controle básico de execução:



Prep Corrida: Geralmente, necessária antes de injeções manuais para sair de qualquer modo economizador de gás e preparar os fluxos do injetor para injeção.



Iniciar

Algumas tarefas, como definir o endereço IP, só podem ser executadas usando a touchscreen.

Interface do navegador

A interface do navegador fornece muitas das mesmas funções que a touchscreen. A interface do navegador fornece configuração e controle do instrumento, bem como a capacidade de executar o instrumento de maneira independente (sem um sistema de dados conectado). A interface do navegador pode ser visualizada em qualquer dispositivo de navegação típico de web, como computadores ou tablets, uma vez que o dispositivo está no mesmo gateway que o GC. Use a interface do navegador para:

- Criar métodos
- Executar amostras e sequências de amostras
- Executar testes de diagnóstico

- Verificar o status e o desempenho do GC
- Realizar procedimentos de manutenção
- Verificar detalhes de manutenção e redefinir os contadores
- Alterar configurações de idioma
- Acessar a ajuda on-line

Para conectar-se à interface do navegador:

- 1 Em um tablet ou computador conectado ao mesmo gateway que o GC, abra uma janela do navegador.
- 2 Navegue até **http://Nome do GC ou Endereço IP**. Por exemplo, se o endereço IP do GC for 10.1.1.100, acesse **http://10.1.1.100**.
- 3 Se solicitado, insira o código de acesso. (O código de acesso está disponível na touchscreen do GC.)

Para obter mais informações sobre o interface do navegador, consulte **"Interface do navegador"**.

Quando um sistema de dados está controlando o GC, mudanças de setpoint e outros recursos podem ser desabilitados na interface do navegador. Se vários usuários se conectarem a um GC usando a interface do navegador, somente a primeira conexão terá controle normal.

Sistema de dados

O adaptador do sistema de dados fornecido com os sistemas de dados Agilent, como o OpenLAB CDS, proporciona controle total do GC para criação de métodos, execução de amostras e assim por diante. Utilize o sistema de dados para:

- Criar métodos
- Executar amostras e sequências de amostras
- Monitorar o GC e o status de funcionamento
- Monitorar a integridade do sistema
- Acompanhar a utilização de consumíveis e a vida útil restante
- Realizar algumas configurações do sistema
- Visualizar logs do sistema
- Definir a tabela de tempo e os eventos de conservação de recursos do GC

Além disso, o adaptador do sistema de dados proporciona acesso à ajuda e a informações completas para o usuário. De qualquer lugar dentro do editor de métodos do GC, selecione **Ajuda e Interface do Navegador de Informações** na árvore de navegação.

Observe também:

- O adaptador do sistema de dados não concede acesso direto a todos os diagnósticos e recursos de manutenção do GC.
- O sistema de dados não pode usar diretamente nenhum método ou sequências criadas na interface do navegador.

1 Noções básicas

- Quando conectado ao GC, o adaptador do sistema de dados pode ser configurado para impedir que qualquer pessoa faça determinadas alterações na touchscreen ou em uma interface do navegador.

Interface do navegador

Você pode controlar e monitorar o GC usando um navegador da web que esteja no mesmo gateway que o GC. Não é necessária conexão à internet. Essa interface do navegador pode ser acessada usando clientes de navegadores de computador e navegadores de clientes de dispositivos móveis, como tablets. A interface do navegador fornece controle completo do GC. Use-a para executar tarefas como:

- Configurar tipos e fluxos de gás do GC
- Executar procedimentos de manutenção automáticos
- Executar testes de diagnóstico
- Criar, editar e carregar métodos
- Correr amostras
- Criar, editar e carregar sequências de amostras
- Monitorar o desempenho do GC (exibir logs, status atuais e gráficos)

Quando conectado ao seu GC com um sistema de dados, você não pode editar métodos, editar sequências e iniciar ou interromper execuções usando a interface do navegador. Consulte **“O que é um método?”** para obter mais detalhes.

Editar métodos, sequências, configurações e muito mais do GC

Acessar seu Conjunto Ajuda e Informações

Visualizar ajuda referente a sua tela atual

Nome	Tipo	Ligar	Tempo de Carga (min)	Tempo de Injeção (min)
1	Não instalado			
2	Não instalado			
3	Não instalado			
4	Não instalado			
5	Não instalado			
6	Não instalado			
7	Não instalado			
8	Não instalado			
9	Não instalado			
10	Não instalado			

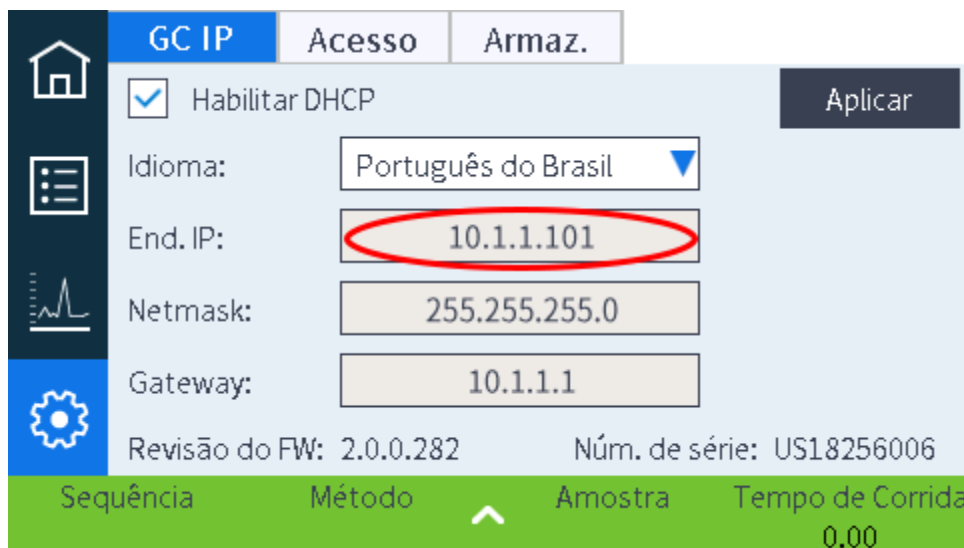
STATUS: PRONTO

Sequência	Método	Nome da Amostra	Est. Restante
	AddedCol3		8.45

Ao usar a interface do navegador, o GC armazena os dados de corridas internamente. O acesso pode ser concedido para permitir que um computador conectado no mesmo gateway acesse esses dados e copie-os para análise. Observe que os dados da corrida só podem ser excluídos usando a interface do navegador diretamente ou pelo GC de acordo com as configurações de data ou espaço em disco.

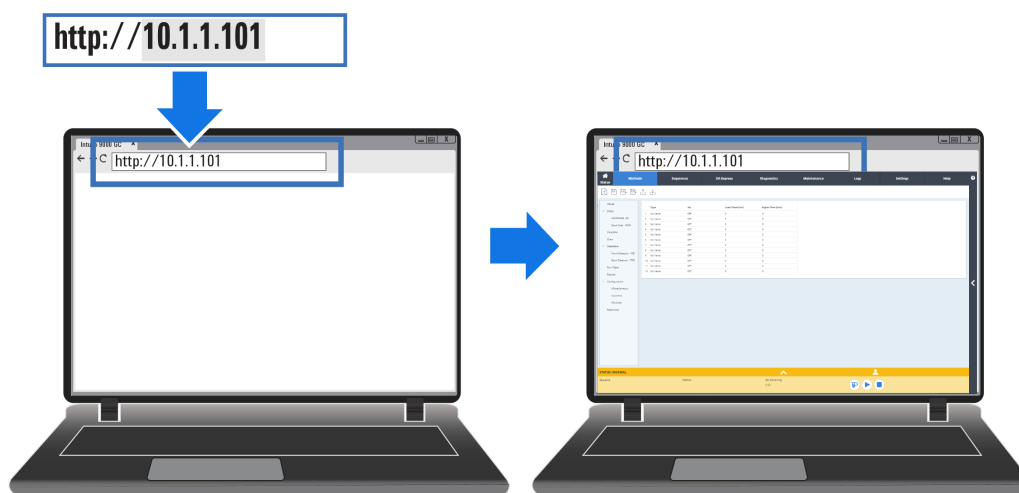
Para se conectar ao GC usando um navegador:

- 1 Se você não souber o endereço IP ou o nome do host do GC, use a touchscreen para encontrá-lo.



- 2 Abra um navegador da web. Os navegadores suportados incluem o Chrome, o Safari (em um tablet), o Internet Explorer 11 e o Edge. Verifique se a versão do navegador está atualizada.
- 3 Digite `http://xxx.xx.xx.xxx`, onde `xxx.xx.xx.xxx` é o endereço IP do GC. (Se estiver usando um nome de host, digite-o.) Neste exemplo, o endereço IP do GC é 10.1.1.101.

Acessar a interface do navegador requer apenas que o tablet ou computador esteja conectado ao mesmo gateway que o GC; não é necessário ter uma conexão à internet.



Para obter mais informações sobre como utilizar a interface do navegador, clique na guia Ajuda para acessar o conjunto Ajuda e Informações ou clique no < no lado direito da tela para acessar a ajuda referente ao contexto. Veja **“Ajuda de um navegador”** e **“Ajuda de acordo com o contexto”**, para mais informações.

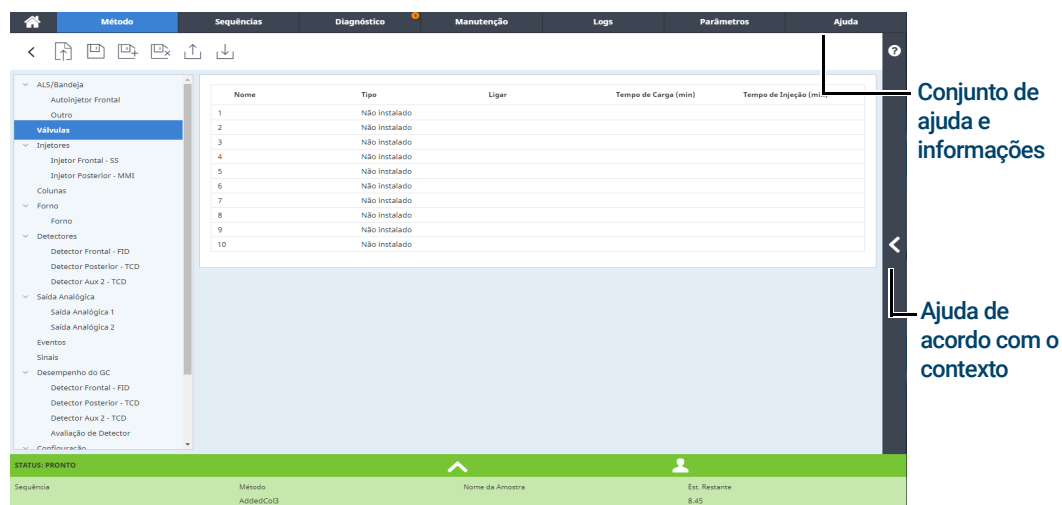


Figura 3. Acessar a ajuda da interface do navegador

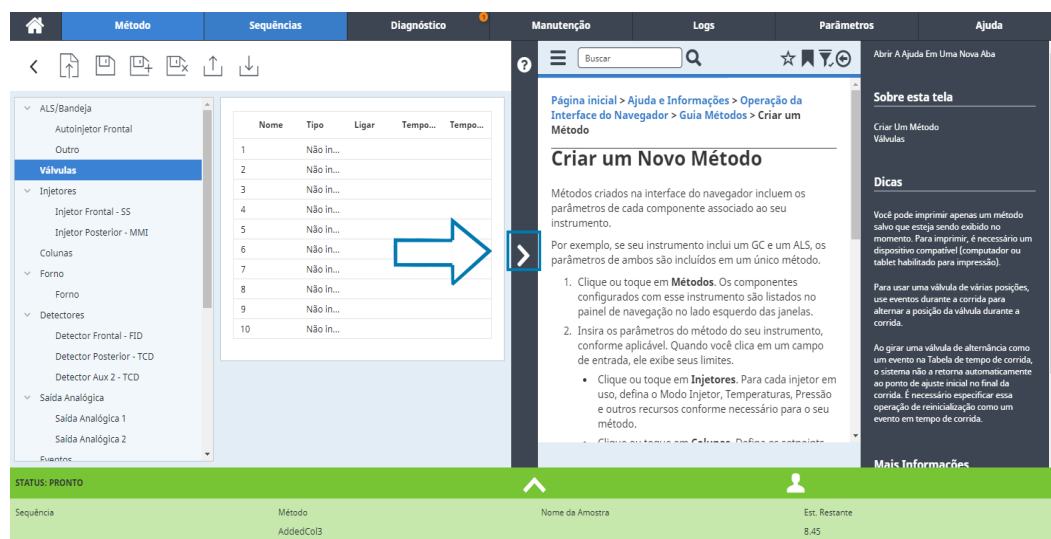


Figura 4. Ajuda de acordo com o contexto



Figura 5. Conteúdo completo de ajuda e informações

Indicador de status

O GC inclui um indicador de status no painel frontal para permitir que você determine rapidamente o status e a prontidão do GC. O indicador de status muda de cor, dependendo do estado atual do GC.

- Verde: Indica que o GC está pronto para operação.
- Amarelo: Indica que o GC não está pronto para operação. A alimentação está ligada e disponível, mas nem todos os parâmetros atingiram os pontos de ajuste operacionais. Pode aparecer uma mensagem de aviso ou de outra natureza. Verifique a touchscreen do GC para obter informações adicionais.
- Vermelho: Indica uma falha ou outra condição séria. Pode aparecer uma mensagem de falha ou de outra natureza. Verifique a touchscreen do GC para obter informações adicionais. O GC não poderá ser usado até que a condição de falha seja resolvida.



Status do GC

Quando o GC está pronto para iniciar uma corrida, a interface do navegador mostra **STATUS: PRONTO PARA INJEÇÃO**. Também, quando um componente do GC está pronto para iniciar uma corrida, a interface do navegador mostra **STATUS: NÃO PRONTO** e o indicador de status no painel frontal do GC fica amarelo. Clique em **Diagnósticos** para exibir indicações de motivos pelos quais o GC não ficou pronto.

Tons de alerta

O GC fornece informações através de bipes.

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

AVISO

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

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

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

Condições de erro

Se ocorrer um problema, a barra de status do GC muda para Não Pronto, o indicador de status do GC fica amarelo, um número aparecerá ao lado da guia Diagnósticos e a barra de status e guia Diagnóstico mostrará a condição que está causando a condição Não Pronto. Selecione **Diagnóstico** para ver o problema e resolvê-lo.

Limpar uma condição de desligamento

Quando um componente é desligado, o GC torna-se Não Pronto, o indicador de status e a barra de status ficam amarelos, e a guia Diagnóstico e a barra de status exibem mensagens sobre a condição que causou o encerramento.

Para limpar um encerramento, selecione **Diagnóstico > Limpar desligamento - HABILITADO** para ligar todas as zonas, incluindo a que foi desligada, ou selecione **Limpar desligamento - DESABILITADO** para ligar todas as zonas, exceto a que foi desligada. Observe que, se você limpar o encerramento, mas não resolver o problema que o causou (por exemplo, trocar um cilindro de suprimento de gás ou consertar um vazamento), o GC será desligado novamente.

Visão geral da corrida de uma amostra

A operação do GC envolve as seguintes tarefas:

- Configuração do hardware do GC para um método analítico.
- Inicialização do GC. Consulte **“Para inicializar o GC”**.
- Preparação de qualquer amostrador conectado. Instale a seringa definida pelo método; configure o uso do solvente e da garrafa de descarte e o tamanho da seringa; prepare e carregue os frascos de solvente, descarte e amostra, conforme aplicável. Consulte a documentação fornecida com o seu ALS ou Amostrador Headspace (HS) para obter detalhes sobre sua instalação, operação e manutenção.
- Carregamento do método analítico ou da sequência no sistema de controle do GC.
 - Consulte a documentação do sistema de dados Agilent.
 - Para operações independentes do GC, consulte **“Carregar um Método”**.
- Execução do método ou sequência.
 - Consulte a documentação do sistema de dados Agilent.
 - Para operações independentes do GC, consulte **“Para injetar manualmente uma amostra com uma seringa e iniciar uma operação”** e **“Para correr um método para processar um única amostra ALS”**.
- Monitorar corridas de amostras pela touchscreen do GC, pela interface do navegador ou por um sistema de dados da Agilent. Consulte **“Exibição Início”** ou a documentação do sistema de dados Agilent.
- Encerramento do GC. Consulte **“Para desligar o GC por menos de uma semana”** ou **“Para desligar o GC por mais de uma semana”**.

Controle do instrumento

O GC 8860 é tipicamente controlado por um sistema de dados conectado, como o Agilent OpenLAB CDS. Consulte a ajuda on-line incluída no sistema de dados Agilent para obter detalhes sobre como carregar, executar ou criar métodos e sequências usando o sistema de dados.

Corrigir problemas

Se o GC interromper a operação por causa de uma falha, verifique se há alguma mensagem na touchscreen ou interface do navegador. O GC contém funções de diagnóstico que ajudam a determinar a causa de uma falha.

- 1 Use a touchscreen, a interface do navegador ou o sistema de dados para visualizar o alerta. (Veja **“Exibição Início”** e **“Diagnósticos”** para obter detalhes.)
- 2 Pressione o botão de parada  na touchscreen, clique no botão parar na interface do navegador ou desligue o componente afetado no sistema de dados.
- 3 Faça o diagnóstico do problema utilizando as ferramentas de diagnóstico incorporadas ao GC. Consulte a **“Diagnósticos”**.
- 4 Resolva o problema trocando os cilindros de gás ou reparando o vazamento, por exemplo.

Depois que o problema for resolvido, talvez seja necessário desligar e religar o instrumento. A maioria dos erros de desligamento pode ser removida da LUI, mas alguns podem exigir uma religação do instrumento.

Onde encontrar informações 34

Ajuda de um navegador 35

Ajuda de acordo com o contexto 39

DVD Ferramentas e Manuais do Usuário do GC e do GC/MS Agilent 41

Onde encontrar informações

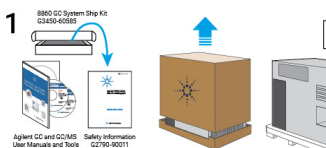
A Agilent fornece uma extensa documentação para a instalação, operação e manutenção do instrumento diretamente do GC 8860. Além disso, existem várias maneiras de acessar o abrangente conjunto de ajuda e informações por meio de um navegador ou do sistema de dados Agilent.

- **“Ajuda de um navegador”.**
O conjunto completo de informações do usuário está disponível diretamente pelo GC através de um navegador da web conectado.
- **“Ajuda de acordo com o contexto”.**
Além do conjunto completo de documentação do usuário, informações contextuais também estão disponíveis na interface do navegador.
- **“DVD Ferramentas e Manuais do Usuário do GC e do GC/MS Agilent”.**
Informações sobre o GC 8860, os detectores seletivos de massa e os amostradores também estão disponíveis no DVD Ferramentas e Manuais do Usuário do GC e do GC/MS Agilent.

Ao desembalar o instrumento, certifique-se de consultar o *Pôster de início rápido do GC 8860* para ajudá-lo a se familiarizar rapidamente com o seu GC, bem como instalar e configurar o instrumento. Este pôster também pode ser encontrado na ajuda do seu navegador, na seção de familiarização.

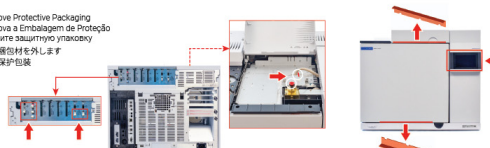
Agilent
8860 Gas Chromatograph
Quick Start

1 8860 GC System Ship Kit (G3430-60000)

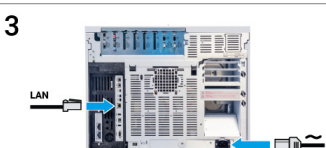


Agilent GC and GC/MS User Manuals and Tools (G3430-60000)

2 Remove Protective Packaging
Remova a Embalagem de Proteção
Удалите защитную упаковку
保護梱包を外します

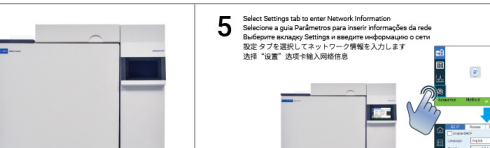


3



LAN

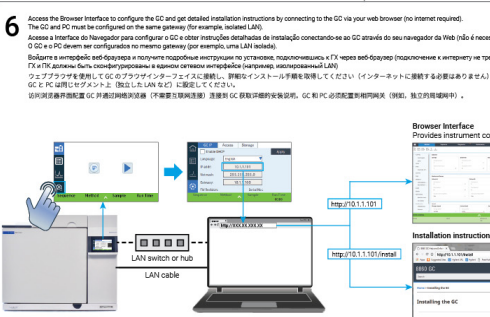
4



5 Select Settings tab to enter Network Information
Seleccione a guía Parámetros para insertar información de red
Bullgieren Network Settings e inserire informazioni o rete
設定タブを選択してネットワーク情報を入力します
选择 “设置” 选项卡输入网络信息



6 Access the Browser Interface to configure the GC and get detailed installation instructions by connecting to the GC via your web browser (no Internet required).
The GC and PC must be configured on the same gateway (for example, isolated LAN).
Acessar a interface do Navegador para configurar o GC e obter instruções detalhadas de instalação conectando-se ao GC através do seu navegador da Web (não é necessário usar a Internet).
O GC e o PC devem ser configurados no mesmo gateway (por exemplo, uma LAN isolada).
Болgите к интерфейсу веб-браузера и получите подробные инструкции по установке, подключившись к ГХ через веб-браузер (подключение к интернету не требуется).
ГХ и ПК должны быть настроены в одном сегменте сети (например, изолированной LAN).
ウェブブラウザを使用してGCのブラウザインターフェイスに接続し、詳細なインストール手順を取得してください（インターネットに接続する必要はありません）。
GCとPCは同じゲートウェイを、例えばLANなど、に設定してください。
（LANは隔離されたネットワーク（不要なインターネット接続、例外的、独立の現場環境））。



Browser Interface
Provides instrument control

Installation instructions
Help GC
Dismantling the GC

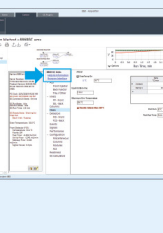
Where to find additional information
Onde encontrar informação adicional
Где найти дополнительную информацию
追加情報を検索する方法
如何获得相关信息

Help and Information
<http://10.1.1.101/info>

GC and GC/MS
User Manuals & Tools



Accessing Help and Information from Agilent Data Systems
Acessando Ajuda e Informação através do Sistema de Dados da Agilent
Доступ к помощи и информации по аз системе данных Agilent
Agilent データシステムからヘルプと情報にアクセスできます
通过 Agilent 数据系统访问 帮助和信息



© Agilent Technologies, Inc., 2019
 Printed in USA or China

Ajuda de um navegador

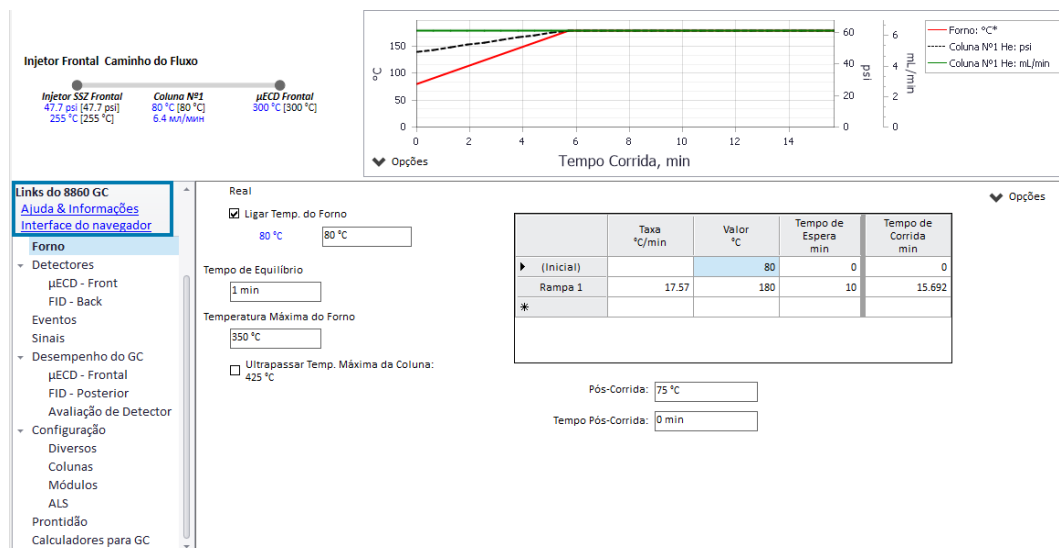
Você pode acessar uma grande quantidade de documentação integrada (on-board), projetada para ajudar com tópicos como introdução, familiarização, instalação, operação, manutenção, solução de problemas e outras informações úteis. **Não é necessário acessar a internet para usar esse pacote de ajuda aprimorado.** O acesso a essa ajuda requer apenas que seu PC ou tablet esteja conectado ao mesmo gateway que o seu GC.

Esta versão aprimorada da **Ajuda e Informações** pode ser acessada facilmente por:

- A Interface do Navegador. Acesse o conjunto Ajuda e Informações clicando na guia **Ajuda** na Interface do Navegador. Consulte **"Interface do navegador"** para obter instruções sobre como conectar-se à interface do navegador.



- Seu sistema de dados Agilent. Acesse o conjunto Ajuda e Informações clicando no link **Interface do Navegador de Ajuda e Informações** na parte superior da exibição em árvore.



- Um navegador da web em qualquer dispositivo que esteja no mesmo gateway que o GC. Acesse o conjunto Ajuda e Informações digitando `http://xxx.xx.xx.xxx/info` em seu navegador de escolha, onde `xxx.xx.xx.xxx` é o endereço IP ou nome do host do GC.



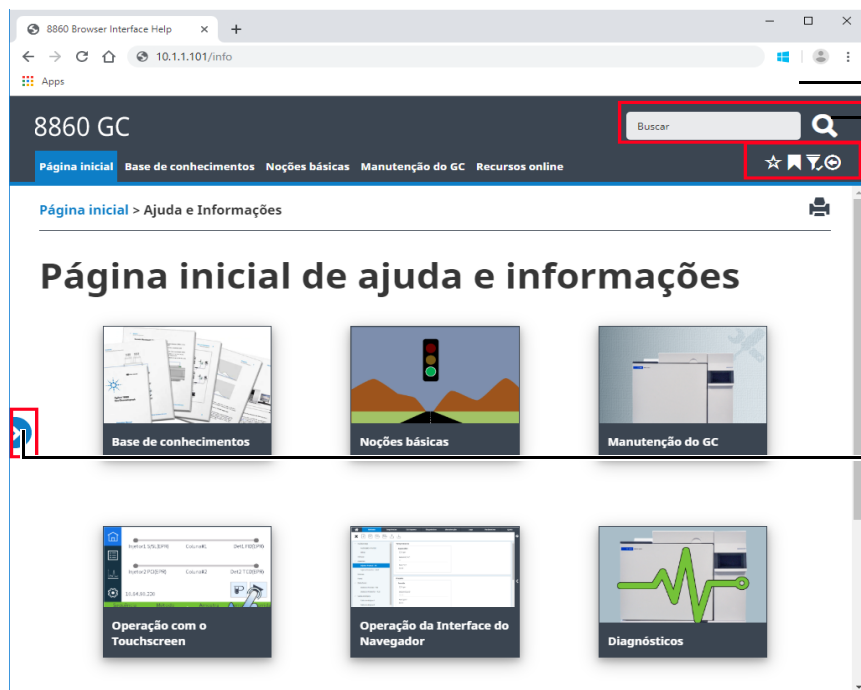
Acessar o conjunto Ajuda e Informações fornece as seguintes informações:

- **Base de Conhecimento:** manuais, informações de instalação, informações de segurança e preparação do site.
- **Noções Básicas:** Tutorial da interface do navegador, Pôster de início rápido, eFam, um tour pelos recursos do CG, o Assistente de Configuração do Sistema e vídeos instrutivos.
- **Manutenção:** informações para realizar manutenção em sua configuração (entradas, detectores, etc.).
- **Operação do Sistema:** informações sobre como operar seu GC, como suas configurações ou contadores EMF.
- **Diagnóstico:** informações sobre os testes de diagnóstico, diagnósticos auto-orientados e tarefas disponíveis no seu GC.
- **Ajuda da Interface do Navegador:** ajuda e instruções para usar a interface do navegador.
- **Recursos On-line:** links para a Universidade Agilent, o YouTube Agilent, a Comunidade Agilent, serviços e muito mais.

Por padrão, a ajuda é filtrada para mostrar apenas as informações relativas à configuração do seu GC. Se as informações não parecem estar disponíveis, certifique-se de ativar todo o conteúdo da ajuda. Para verificar seus filtros ativos, clique no ícone  no canto superior direito da tela Ajuda e Informações. Esses filtros permitem mostrar ou ocultar informações relativas aos vários componentes do seu GC, como informações sobre detectores ou injetores específicas.

Além disso, você pode definir tópicos frequentemente visitados como favoritos para facilitar o acesso. Para fazer isso, navegue até o tópico desejado e clique no ícone . Depois que um tópico tenha sido adicionado aos seus favoritos, o ícone  torna-se preenchido. Clique neste ícone novamente para remover o tópico dos seus favoritos. Seus favoritos podem ser visualizados a qualquer momento clicando no ícone . A partir daí, clique em qualquer um dos tópicos listados para acessá-los rapidamente ou clique em  para remover o tópico dos seus favoritos.

O ícone do histórico  lista os tópicos de ajuda recentes visitados na sessão atual do navegador. Daí, selecione qualquer um dos tópicos listados para revisá-los. Selecione **Limpar Histórico** para remover todos os tópicos do seu histórico.

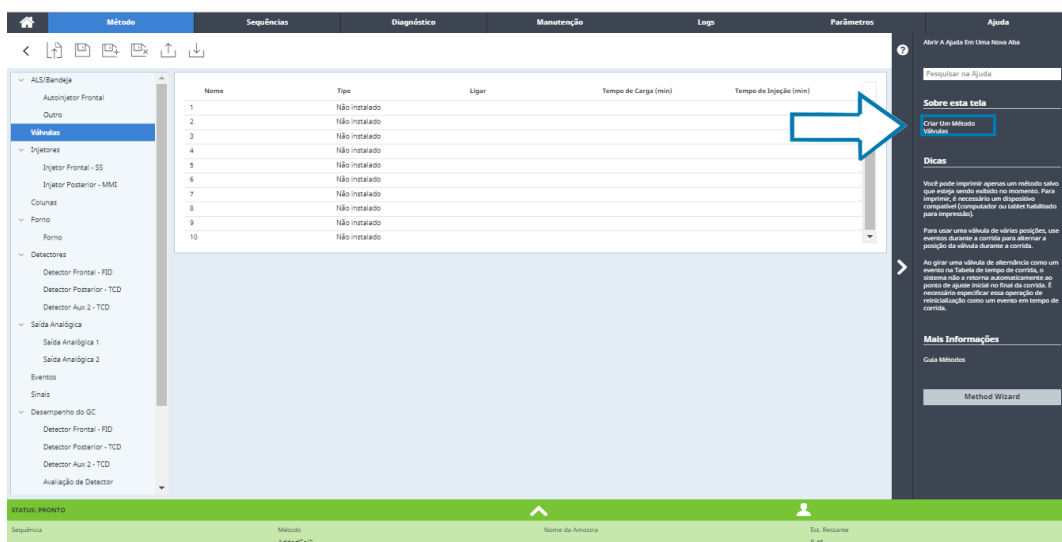
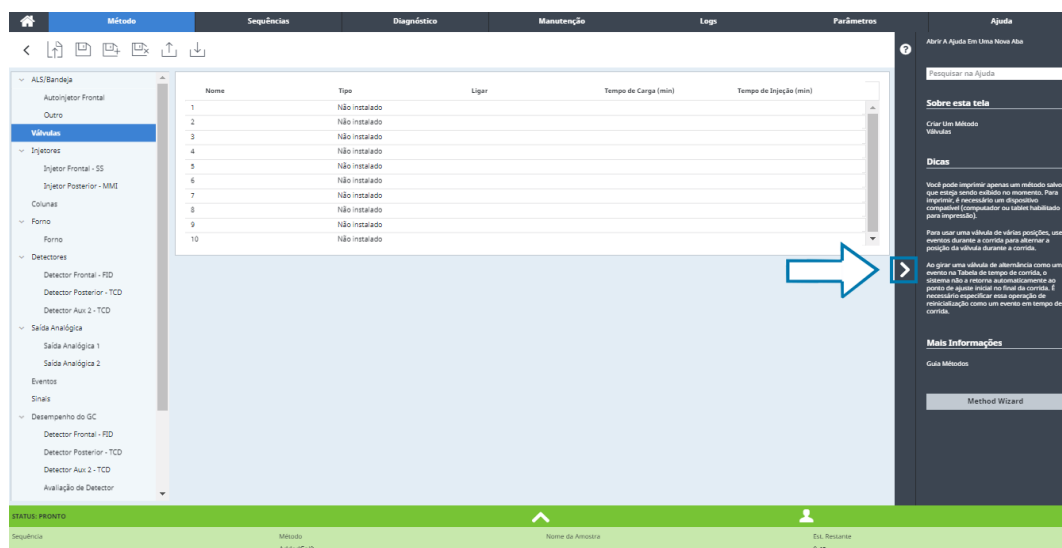


Pesquisar todas as informações disponíveis
Adicionar e remover favoritos, filtrar conteúdo e visualizar seu histórico

Mostrar/ocultar o índice

Ajuda de acordo com o contexto

Disponível em cada uma das páginas da Interface do Navegador, é possível acessar informações ou ajuda contextual. Selecione o < do lado direito da tela para acessar informações e dicas relevantes para a página que você está visualizando. A opção "Sobre esta tela" fornece vários links para tópicos de ajuda relevantes. Quando clicada, esses links abrem os tópicos correspondentes na bandeja de ajuda. Em Dicas, você verá trechos de informações úteis sobre a página atual. Além disso, algumas páginas fornecerão links para documentação adicional, como o link para o Assistente de Método no exemplo abaixo.



2 Ajuda e Informações

Para minimizar o tópico que você está visualizando, clique em ► entre a ajuda de acordo com o contexto e a página que você está visualizando. Clique no ► novamente para minimizar a bandeja de ajuda de acordo com o contexto.

The screenshot shows the software interface with the 'Ajuda' (Help) section active. The top navigation bar includes tabs for 'Método', 'Sequências', 'Diagnóstico', 'Manutenção', 'Logs', 'Parâmetros', and 'Ajuda'. The 'Ajuda' tab is selected, displaying a sidebar with a tree view of help topics. The main content area shows the 'Criar um Novo Método' (Create a New Method) page. A blue arrow points to a right-pointing chevron (►) button located between the sidebar and the main content area, which is used to minimize the help sidebar.

Nome	Tipo	Ligar	Tempo...	Tempo...
1	Não in...			
2	Não in...			
3	Não in...			
4	Não in...			
5	Não in...			
6	Não in...			
7	Não in...			
8	Não in...			
9	Não in...			
10	Não in...			

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

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

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

Para inicializar o GC 44

Para desligar o GC por menos de uma semana 45

Para desligar o GC por mais de uma semana 46

Para inicializar o GC

Uma operação bem-sucedida começa com um GC instalado e mantido de maneira correta. Os requisitos de utilitário para gases, fonte de alimentação, ventilação de produtos químicos perigosos e permissões para operação necessárias em torno do GC são detalhados no *Agilent 8860 Gas Chromatograph Site Preparation Guide*.

- 1 Confira as pressões da fonte de gás. Para as pressões exigidas, consulte o site da *Agilent 8860 Guia de preparação do local do cromatógrafo a gás*.
- 2 Ligue o gás de arrete e o gás do detector em suas fontes e abra as válvulas de controle locais.
- 3 Ligue a energia do GC. Aguarde a exibição **Ligado com sucesso** aparecer na touchscreen.
- 4 Instale a coluna.
- 5 Confira se as conexões da coluna estão livres de vazamentos.
- 6 Defina um método para o GC usar.
Se estiver usando um sistema de dados, baixe o método para o GC.
Se estiver usando a interface do navegador, carregue um método.
- 7 Espere até que o(s) detector(es) se estabilize(m) antes de adquirir dados. O tempo necessário para que o detector atinja uma condição estável depende de quando o detector foi desligado ou se sua temperatura foi reduzida enquanto o detector continuava ligado.

Tabela 1 Tempo de estabilização do detector

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

Para desligar o GC por menos de uma semana

- 1 Aguarde o fim da corrida atual.
- 2 Se o método ativo foi modificado, salve as alterações.

AVISO

Nunca deixe gases inflamáveis ligados sem monitorar o GC. Se houver um vazamento, o gás pode causar incêndio ou explosão.

- 3 Reduza a temperatura do forno para 50 °C ou menos. Reduza as temperaturas do detector e do injetor para algo entre 150 e 200 °C. Se você desejar, o detector pode ser desligado. Consulte a **Tabela 1** para determinar se é vantajoso desligar o detector por um curto período. O tempo necessário para que o detector volte a uma condição estável é um fator.

Para desligar o GC por mais de uma semana

- 1 Coloque o GC no modo de manutenção geral selecionando **Manutenção > Instrumento > Executar Manutenção > Iniciar Manutenção** e aguarde até que o GC esteja pronto.
- 2 Desligue o botão liga/desliga principal.

AVISO

Cuidado! O forno, o injetor e/ou o detector podem estar muito quentes e causar queimaduras. Se eles estiverem quentes, use luvas resistentes ao calor para proteger as mãos.

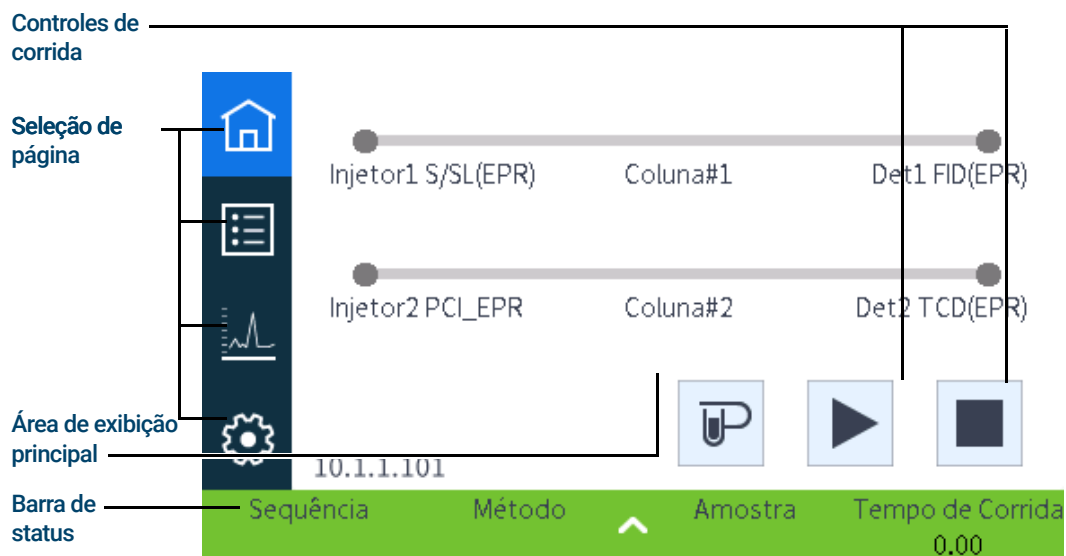
Operação com tela sensível ao toque

Navegação	48
Controles de corrida	49
Barra de status/controle	49
Inserir dados	51
Exibição Início	52
Página de status	53
Página de gráfico	54

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

Navegação

A touchscreen mostra informações de status e atividade do GC (temperaturas atuais, fluxos, pressões e informações sobre a prontidão do GC) e permite que você inicie, pare e prepare o GC para executar uma amostra.



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

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

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

	Lig/Des	Real	Setpoint	
Temperatura do Forno	☐	23.5	22.5	
Injetor 2 Temperatura	☐	23.4	250.0	^
Injetor 1 Temperatura	☐	23.7	50.0	
Pressão do Injetor 1(psi)	☐	0.02	11.00	
Inlet 1 Fluxo Total		-59.3	25.0	

Botões de rolagem

Figura 6. Controles adicionais

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

Controles de corrida

Os controles de corrida estão localizados na página inicial. Os controles de corrida são utilizados para iniciar, interromper e preparar o GC para operar uma amostra.



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



O controle **Iniciar** inicia uma corrida após injetar manualmente uma amostra. (Quando estiver usando um amostrador automático de líquidos ou uma válvula de amostragem, a corrida será iniciada automaticamente no momento apropriado.)



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

Para obter detalhes sobre os métodos de execução, consulte **“Métodos de Corrida”**.

Barra de status/controle

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

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

- Verde - pronto para uma corrida
- Amarelo - não pronto ou desligamento
- Azul - Corrida em andamento
- Roxo - Preparando Amostra
- Azul petróleo - modo de inatividade
- Vermelho - erro

Qualquer sinalizador de Feedback de Manutenção Antecipada (EMF) também é exibido. Consulte a **“Feedback de Manutenção Antecipada (EMF)”**.



Figura 7. Barra de status/controladora - expandida

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

Inserir dados

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

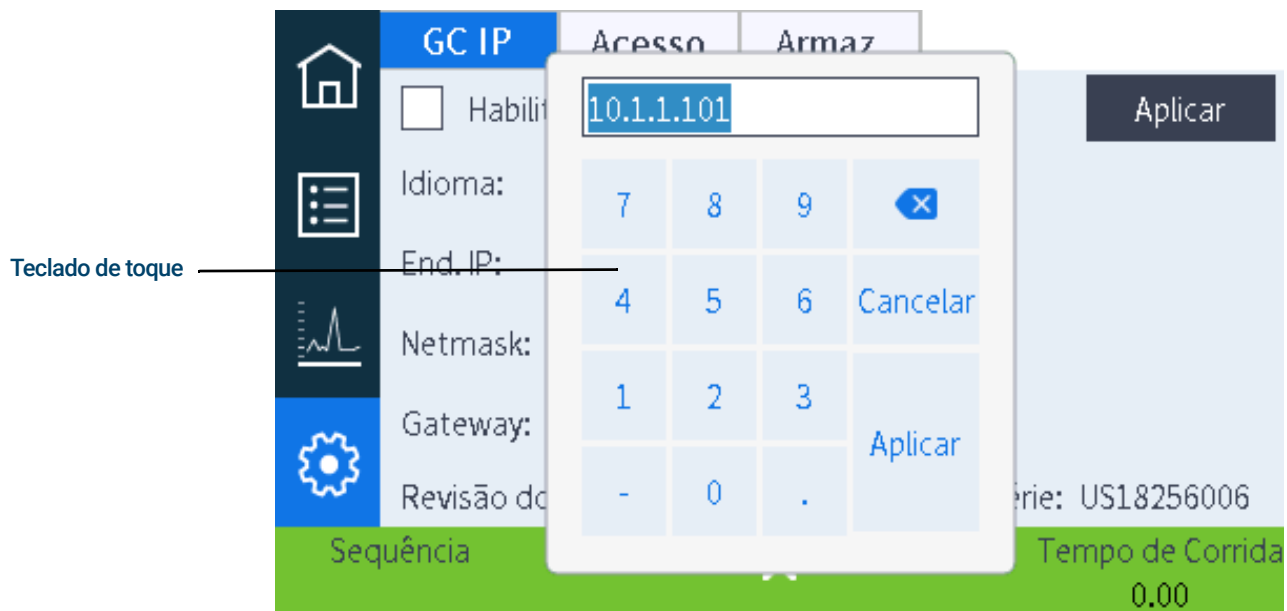


Figura 8. Teclado de toque para entrada de dados

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

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

Exibição Início

A exibição no início da página Caminho do Fluxo mostra informações do caminho do fluxo (incluindo temperaturas e taxas de fluxo atuais), o status da corrida (incluindo itens de status que podem ser selecionados pelo usuário), um gráfico em tempo real do cromatograma atual e informações relacionadas. Consulte a **Figura 9**.

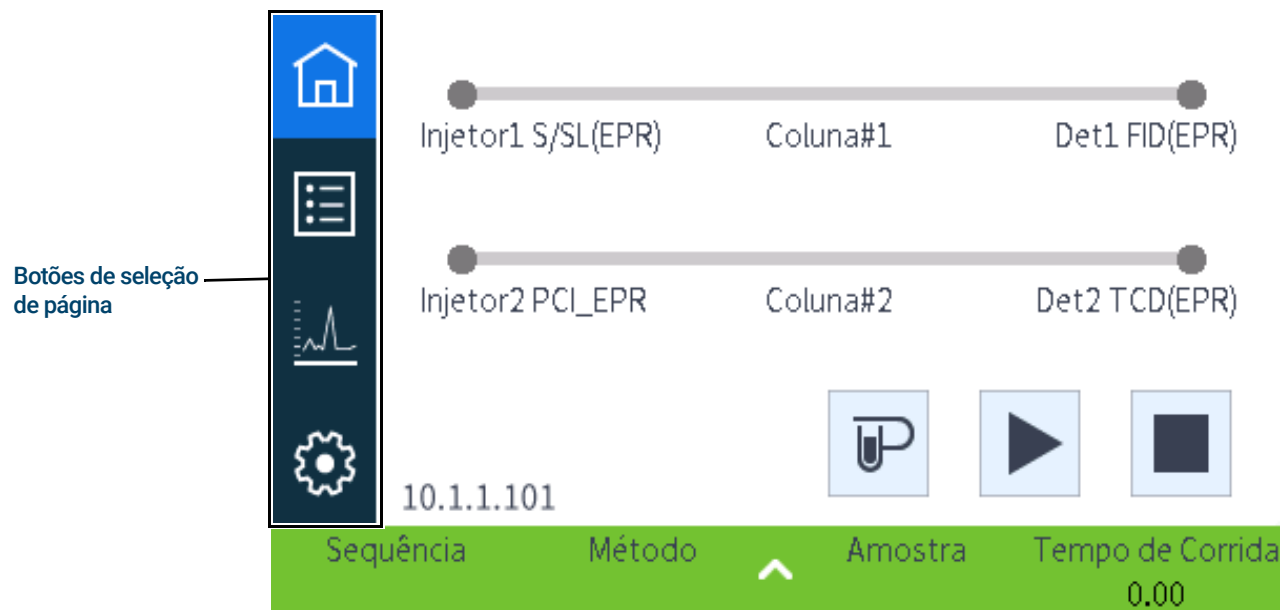


Figura 9. Exibição Início

As outras páginas disponíveis na exibição inicial são:

- Status
- Gráfico
- Configuração

Essas páginas são exibidas selecionando-se o botão de seleção de página correspondente no lado esquerdo da exibição inicial.

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

Cada uma das páginas é descrita abaixo.

Página de status

A página de status exibe uma lista de parâmetros que pode ser selecionada pelo usuário, juntamente com seus setpoints e valores reais. Consulte a **Figura 10**.

   		Lig/Des	Real	Setpoint	
	Temperatura do Forno	☐	23.5	22.5	
	Injetor 2 Temperatura	☐	23.4	250.0	^
	Injetor 1 Temperatura	☐	23.7	50.0	
	Pressão do Injetor 1(psi)	☐	0.02	11.00	v
	Inlet 1 Fluxo Total		-59.3	25.0	
Sequência Método Amostra Tempo de Corrida 0.00					

Figura 10. Exibição inicial - página de status

Página de gráfico

A página de gráfico exibe um gráfico do sinal selecionado no momento. Consulte a [Figura 11](#).

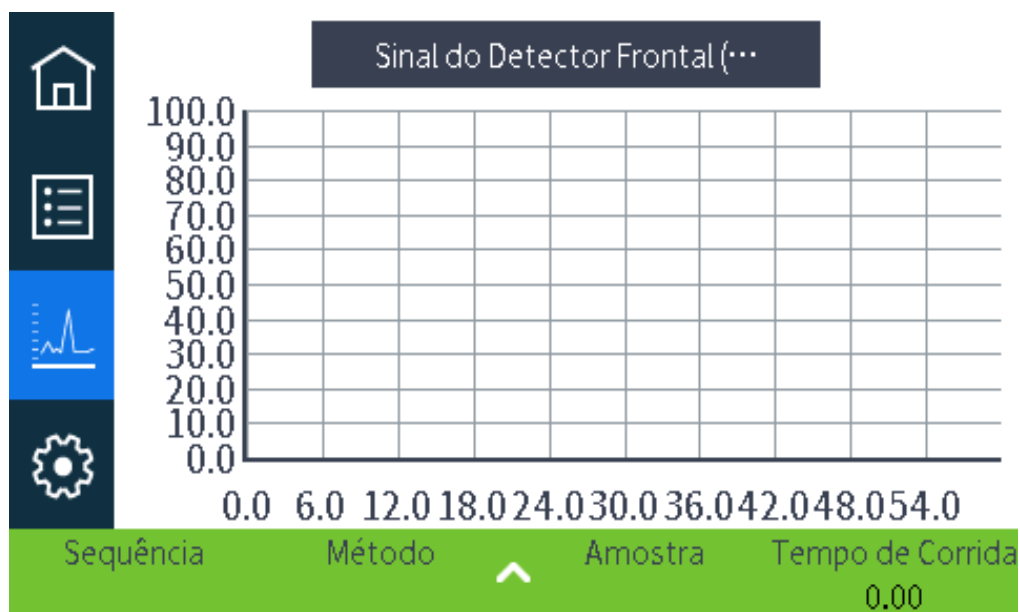


Figura 11. Exibição inicial - página de gráfico

Selecionar o nome do sinal exibido abre uma caixa de diálogo Opções do Gráfico. Isso permite que você selecione qual sinal será exibido. Consulte a [Figura 12](#).

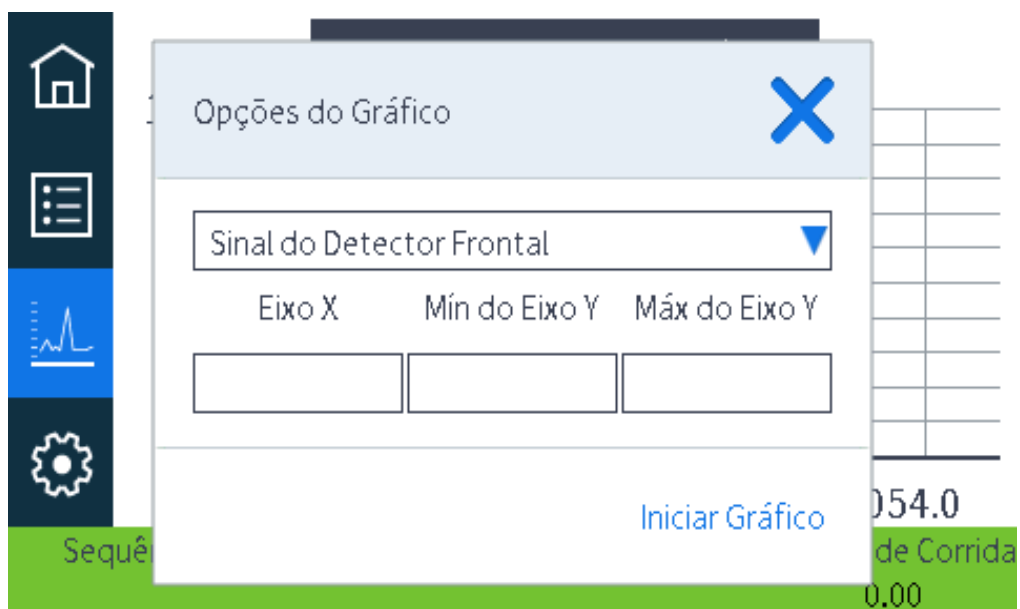


Figura 12. Caixa de diálogo Opções do Gráfico

Use a caixa de listagem suspensa para selecionar qual parâmetro exibir no gráfico.

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

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

O que é um método?	58
O que é salvo em um método?	59
O que acontece quando você carrega um método?	60
Criar um Método	61
Carregar um Método	63
Métodos de Corrida	64
Pré-corrida e Preparação de Corrida	64
Preparar manualmente para a corrida	64
Para injetar manualmente uma amostra com uma seringa e iniciar uma operação	64
Para correr um método para processar um única amostra ALS	65
Para cancelar um método	65
Eventos	66
Uso de eventos de tempo de corrida	66
Programação de eventos de tempo de corrida	67
A tabela de corrida	67
Edição de eventos na tabela de corrida	67
Exclusão de eventos de tempo de corrida	67
Injetores	68
Taxas de fluxo de gás de arraste	68
Sobre o economizador de gás	68
Sobre a programação da temperatura do forno	70
Taxas de rampa de forno	70
Colunas	72
Detectores	73
FID	73
FPD+	74
NPD	76
TCD	77
ECD	78
Válvulas	80
A caixa de válvula	80
Controle de válvula	80
Tipos de válvulas	81
Controlar uma válvula	82
Sinais da Saída do GC	84
Sinais analógicos	84
Sinais digitais	86

O que é um método?

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

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

O GC também pode armazenar vários métodos especializados. O GC armazena três métodos usados para a conservação de recursos, chamados **SUSPENDER**, **CONDICIONAR** e **DESPERTAR**. Quando configurado para o uso com um MS acoplado, o GC também oferece um método chamado **MS VENT**, usado para modificar os pontos de ajuste do GC para valores apropriados para um processo de vent do MS seguro. Crie esses métodos usando um sistema de dados Agilent. Confira **“Conservação de Recurso”** para obter mais informação sobre esses métodos especializados.

Os métodos podem ser criados e editados usando a interface do navegador ou um sistema de dados conectado. Eles também podem ser criados, editados e armazenados em um sistema de dados conectado. Enquanto um sistema de dados estiver conectado ao seu GC, qualquer tentativa de conexão ao seu GC através da interface do navegador fará com que essa interface tenha funcionalidade limitada. Você não poderá editar métodos, editar sequências e iniciar ou interromper as corridas até que o sistema de dados seja desconectado. Da mesma forma, depois de conectar uma interface do navegador ao seu GC, qualquer interface do navegador subsequente que tente se conectar não poderá editar métodos, editar sequências e iniciar ou interromper corridas até que a primeira sessão seja desconectada.

Métodos e sequências criados usando a interface do navegador não são diretamente acessíveis a partir de um sistema de dados conectado. Métodos e sequências criados usando um sistema de dados conectado não são diretamente acessíveis usando a interface do navegador.

O que é salvo em um método?

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

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

NOTA

Para GCs equipados com EPR (regulagem pneumática eletrônica), os fluxos de detector, coluna e injetor não são salvos com o método.

A análise de dados e os parâmetros de relatórios também são armazenados em um método quando ele é criado em um sistema de dados Agilent, como por exemplo o CDS OpenLAB ou o software MassHunter. Esses parâmetros descrevem como interpretar o cromatograma gerado pela amostra e que tipo de relatório deve ser impresso.

O método do GC também contém os setpoints do amostrador. Consulte a documentação do amostrador para obter detalhes sobre os setpoints para o dispositivo suportado:

- Para o ALS 7650A, consulte seu manual de Instalação, operação e manutenção.
- Para o ALS 7693A, consulte seu manual de Instalação, operação e manutenção.
- Para o 7697A HS, consulte o manual de Instalação e Primeiro Uso e o manual de Operação.
- Para o CTC PAL3 AS, consulte o manual de Instalação e Primeiro Uso e o manual de Operação.

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

O que acontece quando você carrega um método?

Há dois tipos de métodos:

- O método ativo – chamado, algumas vezes, de método atual. As configurações definidas neste método são as configurações que o GC está mantendo no momento.
- Métodos armazenados – métodos criados pelo usuário podem ser armazenados no GC, além de um método para SUSPENDER, um método para DESPERTAR, um método para CONDICIONAR, um método MS VENT e um método padrão.

Para GCs equipados com EPC (controle pneumático eletrônico), **quando um método é carregado** a partir do GC ou do sistema de dados Agilent, os setpoints do método ativo são imediatamente substituídos pelos setpoints do método carregado.

Para GCs equipados com EPR (regulagem pneumática eletrônica), **quando um método é carregado** a partir do GC ou do sistema de dados Agilent, os parâmetros definidos manualmente **não são** substituídos pelos setpoints do método carregado.

- O método carregado se torna o método ativo (atual).
- O indicador de status do painel frontal do GC ficará aceso (não pronto) e permanece assim até que o GC atinja todos os parâmetros especificadas pelo método que acaba de ser carregado.

Criar um Método

Os métodos podem ser criados usando seu sistema de dados Agilent ou por meio da interface do navegador. Para obter mais informações sobre como criar um método usando seu sistema de dados, consulte a documentação fornecida com seu sistema de dados.

Na interface do navegador:

- 1 Clique em **Método** na faixa de controle.
- 2 Clique no botão **Criar novo** . É solicitado que você dê um nome ao método e salve.
- 3 Na árvore de navegação, selecione cada dispositivo do instrumento e defina seus parâmetros de método para os valores desejados.
- 4 Clique em **Configuração > Módulos**. Verifique a configuração de gás para cada injetor e detector. (A configuração de gás foi inicialmente definida quando o Assistente de Configuração foi executado na instalação.) Faça as alterações, se necessário.

Clique em **Configuração > Colunas**. Se as colunas instaladas incluírem Smart ID Keys, as configurações de coluna serão definidas pelas Smart ID Keys. Caso contrário, edite a configuração da coluna conforme necessário. Clique duas vezes coluna para editá-la.
- 5 Clique em **Colunas**. Para cada coluna, defina o modo de controle, marque a caixa de seleção **Ligar** e defina o fluxo na coluna.
- 6 Clique em **Injetores** e selecione a entrada frontal ou traseira. Defina o modo do injetor, temperaturas e outros parâmetros necessários para o seu método. Repita para o outro injetor, se presente.
- 7 Clique em **Detectores**. Para cada detector utilizado, defina a temperatura do detector e os fluxos de gás. Marque todas as caixas de seleção para ligar o detector.

NOTA

Recomendações de configuração da Correção de Fluxo de Gás de Arraste

- **Coluna + Combustível = Constante** (H₂ de arraste no modo Pressão Constante)
 - **Coluna + Auxiliar (make-up) = Constante** (He/N₂ de arraste no modo Pressão Constante)
 - **Fluxo de Auxiliar (make-up) e Combustível Constante** (qualquer portadora no modo Fluxo Constante)
- 8 Clique em **Forno**. Defina a temperatura inicial do forno, as temperaturas de rampa e os horários do seu método. Selecione a caixa de seleção **Ligar Aquecedor**. Para uma corrida isotérmica, não crie nenhuma rampa.
 - 9 Clique em **Sinais**. Escolha os sinais a serem incluídos no arquivo de dados quando uma execução é iniciada. Normalmente, isso é **Sinal Frontal** ou **Sinal Posterior** para a saída do detector. Marque a caixa de seleção Salvar e selecione uma taxa de dados que atenda às necessidades da sua cromatografia.
 - 10 Clique em **ALS/Bandeja** e selecione a injetor frontal ou posterior. Defina o **Volume de Injeção**, lavagens e bombas.

NOTA

É importante fazer lavagens de amostras e solventes para eliminar o transporte e manter a seringa limpa. Bombear o êmbolo várias vezes elimina bolhas de ar na seringa para uma melhor reprodutibilidade.

-
- 11 Se estiver usando uma bandeja, clique em **ALS/Bandeja > Outro**. Definir **Overlap de Amostra**, se desejado.
 - 12 Clique no botão **Salvar**  para salvar seu método.

Carregar um Método

- 1 Conecte-se ao GC, usando a interface do navegador. Consulte a **“Interface do navegador”**.
- 2 Abra ou crie o método desejado. Consulte **“Criar um Método”**.
- 3 Se necessários, clique no botão **Salvar**  para salvar seu método.
- 4 Clique no botão **Baixar**  para carregar o método no seu GC.

Métodos de Corrida

Pré-corrida e Preparação de Corrida

Com alguns injetores e modos de operação, determinados setpoints do instrumento são diferentes entre as corridas do que durante uma análise. Para restaurar os setpoints para injeção, você deve colocar o GC no estado Pré-corrida.

Você deve usar o estado Pré-corrida quando:

- Usar o economizador de gás com qualquer injetor.
- Usar o modo splitless com qualquer injetor.
- Usar um modo de pulso de pressão com qualquer injetor.

NOTA

A economia de gás e o modo de pulso de pressão não são compatíveis com GCs equipados com EPR (regulação pneumática eletrônica).

•

Existem três maneiras de começar a pré-corrida - manualmente (selecione  antes de cada corrida), automaticamente (para amostradores Agilent) ou usando o **Auto Prep Run** (para amostradores não-Agilent). Os três métodos são discutidos abaixo.

Durante o estado de Pré-corrida:

- O status no touchscreen muda para indicar que o GC está se preparando para a injeção.
- Os setpoints mudam para os valores corretos para injeção.
- Os tempos de equilíbrio da entrada, do detector e do forno começam.

Quando todos os critérios para uma corrida são atendidos, a bandeja de Status/Controle indica que o GC está pronto para injeção de amostra.

Preparar manualmente para a corrida

Selecione  antes de injetar uma amostra manualmente. O GC entra no estado Pré-corrida. Quando o touchscreen indicar que o GC está pronto, inicie a análise.

Se você estiver usando um sistema de amostragem automática Agilent, a função **Prep Corrida** é automática.

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

- 1 Prepare a seringa da amostra para injeção.
- 2 Carregue o método desejado Consulte **“Carregar um Método”**.
- 3 Navegue até a tela **Início** e toque em **Prep Corrida** . Consulte **“Controles de corrida”** para obter mais informações.

- 4 Aguarde até que **Pronto** seja exibido.
- 5 Insira a agulha da seringa no septo até o final do injetor.
- 6 Simultaneamente, pressione o êmbolo da seringa para injetar a amostra e selecione **Iniciar** .

Para correr um método para processar um única amostra ALS

- 1 Prepare a amostra para injeção.
- 2 Carregue o vial da amostra no local atribuído na torre ou bandeja do ALS.
- 3 Carregue o método desejado (Consulte **"Carregar um Método"**).
- 4 Navegue até a exibição **Início** e selecione Iniciar  **para iniciar a limpeza da seringa, o carregamento da amostra e o método de injeção da amostra do ALS.** Depois de carregada na seringa, a amostra será injetada automaticamente quando o GC estiver em estado de prontidão. Consulte **"Controles de corrida"** para obter mais informações.

Para cancelar um método

- 1 Selecione **Parar** .
- 2 Quando estiver pronto para retomar a operação das análises, carregue a sequência ou método apropriado (Consulte **"Carregar um Método"**).

Eventos

A programação do tempo de corrida durante um método permite que determinados setpoints possam ser alterados durante uma corrida como uma função do tempo de corrida cromatográfico. Assim, um evento programado para ocorrer aos 2 minutos ocorrerá 2 minutos após cada injeção.

- Controle da comutação de coluna ou outras válvulas
- Alteração da definição do sinal analógico, zero ou intervalo
- Controle de um canal de pressão auxiliar
- Alteração da polaridade de um detector de condutividade térmica (TCD)
- Faça o fluxo de amostra desviar do filamento de TCD
- Transformação do fluxo de hidrogênio em um detector de nitrogênio-fósforo (NPD) ligado ou desligado
- Comutação de saída de sinal digital (requer um sistema de dados Agilent)
- Pausa ("congelamento") e retomada da saída do sinal digital (requer um sistema de dados Agilent)
- Realizando cálculos de sinal nos detectores frontais e posteriores.

As alterações são inseridas em uma tabela de corrida que especifica o setpoint a ser alterado, o horário da alteração e o novo valor. No final da corrida cromatográfica, a maioria dos setpoints alterados por uma tabela de tempo de corrida é retornada para seus valores originais.

As válvulas podem ser programadas em tempo de corrida, mas *não* são restauradas para sua posição inicial no final da corrida. Você deve programar a operação de reinicialização na tabela de corrida se esta ação for desejada.

Uso de eventos de tempo de corrida

A página **Eventos** na guia **Método** é usada para programar os seguintes eventos programados.

- Válvulas (1-10)
- Válvula de multiposição
- Tipos de sinal
- Definição, zero e faixa de sinais analógicos
- Pressões auxiliares (1 a 9)
- Polaridade negativa do TCD (ligado/desligado)
- Fluxo de gás do detector (ligado/desligado), incluindo o gás combustível NPD H₂
- Fluxo de purga do septo do injetor
- Intervalo do sinal AO
- Fonte de sinal AO
- Zero do sinal AO

- Bypass do filamento do TCD

Programação de eventos de tempo de corrida

- 1 Selecione o **Método**.
- 2 Selecione **Eventos**.
- 3 Insira a hora em que você deseja que o evento ocorra, selecione o evento que deseja programar, selecione a posição do hardware que está sendo controlado e defina o setpoint desejado.

A tabela de corrida

Os eventos programados são organizados em ordem de tempo de corrida na tabela de corrida.

Edição de eventos na tabela de corrida

- 1 Selecione o evento que deseja editar. Se o evento desejado não for imediatamente visível, use as setas para cima e para baixo à direita para rolar a tabela para cima e para baixo até onde desejar.
- 2 Selecione o parâmetro que deseja alterar.
- 3 Insira o novo valor

Exclusão de eventos de tempo de corrida

- 1 Selecione o evento que deseja excluir.
- 2 Selecione **Excluir**.

Injetores

A página Injetores na guia Método é usada para modificar os parâmetros do método e cada injetor conectado ao seu GC. Parâmetros comuns incluem a temperatura do aquecedor e pressão do injetor. Para modificar os parâmetros do método de injetores:

- 1 Selecione **Método > Injetores**.
- 2 Selecione o injetor que deseja alterar.
- 3 Vá até a configuração desejada e edite conforme necessário.

Taxas de fluxo de gás de arraste

As taxas de fluxo em **Tabela 2** são recomendados para todas as temperaturas da coluna.

Tabela 2 Tamanho da coluna e taxa de fluxo de arraste

Tipo de coluna	Tamanho da coluna	Taxa de fluxo de arraste, mL/min		
		Hidrogênio	Hélio	Nitrogênio
Empacotado	1/8 pol.		30	20
	1/4 pol.		60	40
Capilar	0,05 mm id	0,5	0,4	n/d
	0,10 mm id	1,0	0,8	n/d
	0,20 mm id	2,0	1,6	0,25
	0,25 mm id	2,5	2,0	0,5
	0,32 mm id	3,2	2,6	0,75
	0,53 mm id	5,3	4,2	1,5

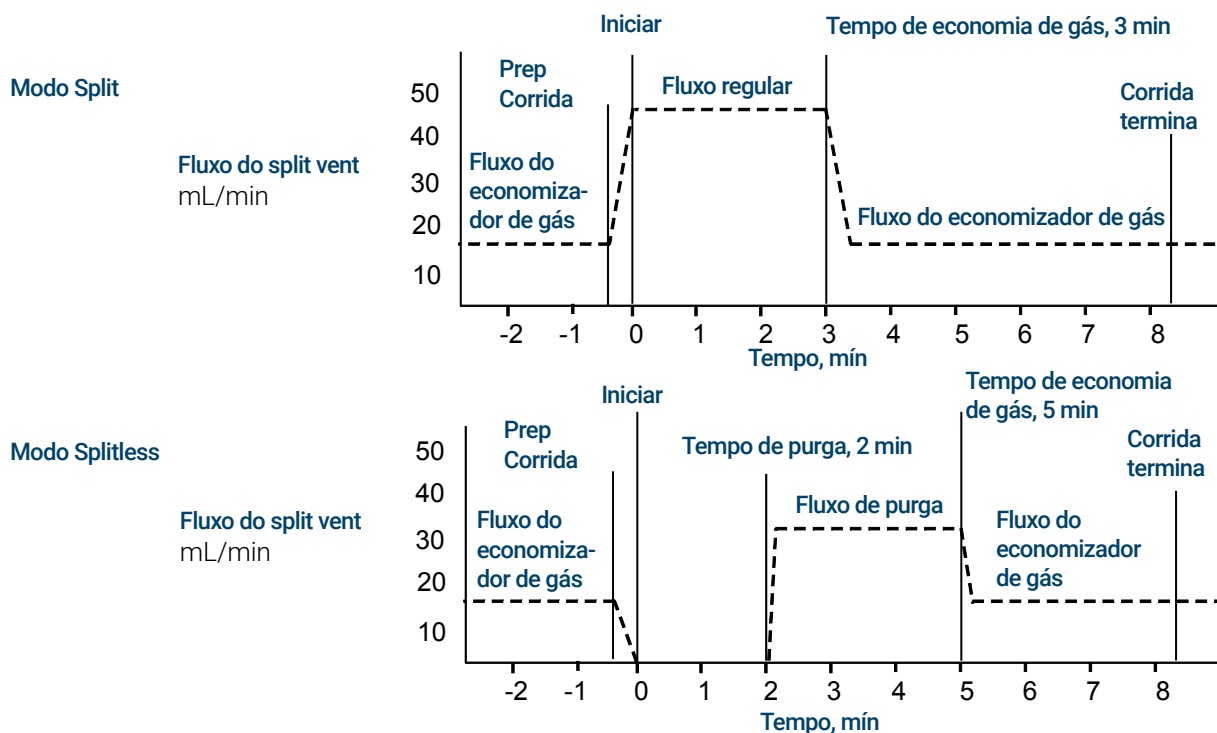
Sobre o economizador de gás

NOTA

O economizador de gás não é compatível com GCs equipados com EPR (regulação pneumática eletrônica).

O economizador de gás reduz o fluxo do gás de arraste da split vent depois que uma amostra estiver na coluna. Aplica-se ao injetor SplitSplitless (todos os modos). É mais útil em aplicações split.

A pressão da cabeça da coluna e a taxa de fluxo são mantidas, enquanto os fluxos de split vent diminuem. Fluxos – exceto o fluxo da coluna – permanecem no nível reduzido até você pressionar .



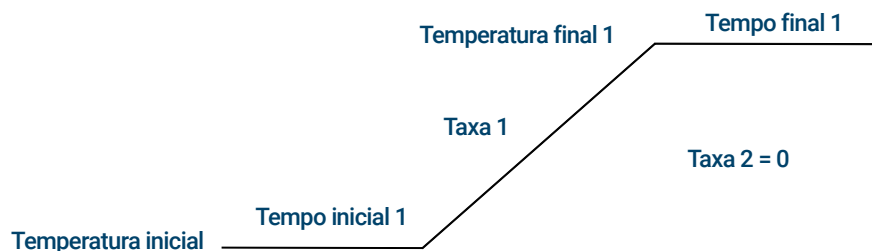
Para usar o economizador de gás

- 1 Selecione **Método > Injetores**.
- 2 Role para baixo até que a opção Economizador de Gás esteja visível.
- 3 Marque a caixa de seleção ao lado de **Economizador de Gás** para ativá-lo.
- 4 Insira o **Setpoint**. O setpoint deve ser pelo menos 15 mL/min maior que o fluxo da coluna.
- 5 Insira o **Tempo**.

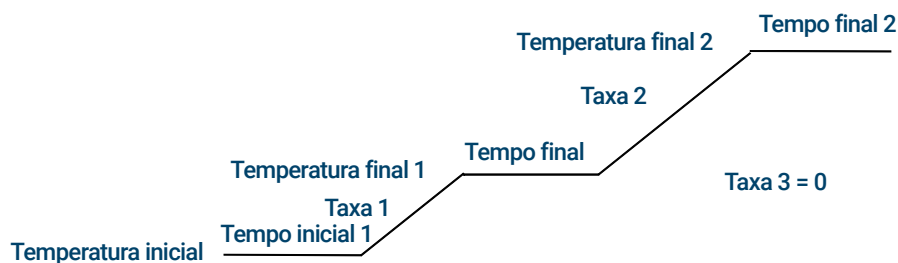
Sobre a programação da temperatura do forno

Você pode programar a temperatura do forno desde a temperatura inicial até a temperatura final, usando até 5 rampas durante uma corrida.

Um único programa de temperatura de rampa eleva a temperatura inicial do forno para uma temperatura final especificada a uma taxa especificada e mantém a temperatura final por um período de tempo especificado.



O programa de temperatura de rampa múltipla é semelhante. Você pode programar o forno desde a temperatura inicial até a temperatura final, mas com várias taxas, tempos e temperaturas intermediárias. Várias rampas também podem ser programadas para *diminuições* e aumentos de temperatura.



Taxas de rampa de forno

A taxa mais alta que você pode alcançar depende de muitos fatores, incluindo a temperatura ambiente, as temperaturas dos injetores e dos detectores, a quantidade de material dentro do forno (colunas, válvulas, etc.) e se esta é a primeira corrida do dia.

Tabela 3 lista taxas típicas de rampa de forno.

Tabela 3 Taxas de rampa de forno

Faixa de temperatura (°C)	Taxa de rampa de forno de 100 V (°C/minuto)	Taxa de rampa de forno de 200/220/230/240 V (°C/minuto)
50 a 70	30	75
70 a 115	30	45
115 a 175	30	40

Tabela 3 Taxas de rampa de forno (cont.)

Faixa de temperatura (°C)	Taxa de rampa de forno de 100 V (°C/minuto)	Taxa de rampa de forno de 200/220/230/240 V (°C/minuto)
175 a 300	30	30
300 a 425	20	20

Corridas isotérmicas

Uma corrida isotérmica é aquela em que o forno é mantido a uma temperatura constante. Para uma corrida isotérmica, defina a Taxa 1 como zero.

- 1 Selecione **Forno** para abrir a lista de parâmetros do forno.
- 2 Digite os parâmetros do forno para uma corrida isotérmica.
- 3 Digite o número de minutos (hora inicial) que você deseja que o forno permaneça nesta temperatura. Este tempo é a duração da corrida.
- 4 Se a Taxa 1 ainda não for 0, digite zero para uma corrida isotérmica

Colunas

O modo de fluxo da coluna determina se a pressão ou os fluxos estão disponíveis como setpoints para os injetores do GC. Quando todas as colunas no caminho do fluxo são definidas, você pode inserir pressões ou fluxos. Se alguma coluna no caminho de fluxo não estiver definida, os parâmetros dos injetores poderão ser restritos com base no tipo de injetor e se a coluna está no modo de fluxo ou pressão.

Existem dois modos de fluxo diferentes que controlam a taxa de fluxo de massa através da coluna: **Fluxo constante** e **Fluxo em rampa**. As taxas de fluxo são corrigidas para NTP (temperatura e pressão normais, 25 °C e 1 atmosfera).

Existem dois modos diferentes de pressão que controlam a pressão na cabeça da coluna: **Pressão constante** e **Pressão em rampa**. Essas pressões são pressões manométricas – a diferença entre a pressão absoluta e a pressão atmosférica local.

Fluxo constante Mantém uma taxa de fluxo de massa constante do gás de arraste na coluna durante toda a corrida. Se a resistência da coluna mudar devido a um programa de temperatura, a pressão da cabeça da coluna será ajustada para manter a taxa de fluxo constante. Isto pode encurtar significativamente as corridas.

Fluxo em rampa Aumenta a taxa de fluxo de massa na coluna durante a corrida segundo um programa que você digitar. Um perfil de fluxo da coluna pode ter até três rampas, cada uma consistindo de um aumento programado seguido de um período de espera.

Os modos de pressão não estarão disponíveis se a coluna não estiver definida ou se o modo do injetor estiver definido como Controle de fluxo. As pressões são pressões manométricas – a diferença entre a pressão absoluta e a pressão atmosférica local.

Como a maioria dos detectores apresenta pouca resistência ao fluxo da coluna, a pressão de graduação no cabeçote da coluna é geralmente a mesma que a diferença de pressão entre o injetor da coluna e sua saída. O detector seletivo de massa e o detector de emissão atômica são as exceções.

- Pressão constante – mantém uma pressão de graduação constante no topo da coluna durante toda a corrida. Se a resistência da coluna e a densidade do gás mudarem durante uma corrida, a pressão graduada não mudará, mas a taxa de fluxo de massa irá se alterar.
- Pressão em rampa – aumenta a pressão graduada da cabeça da coluna durante a corrida segundo um programa que você digitar. Um perfil de pressão de coluna pode ter até três rampas, cada uma consistindo de um aumento programado seguido de um período de espera.

NOTA

Os modos de fluxo e o modo de pressão em rampa não são compatíveis com GCs equipados com SSL EPR (regulação pneumática eletrônica).

Modos de pressão não são compatíveis com GCs equipados com PPIP EPC.

Os modos de pressão e o modo de fluxo em rampa não são compatíveis com GCs equipados com PCI EPR.

Detectores

Para ajudar a criar um novo método ou solucionar problemas do detector, consulte as condições de partida recomendadas para cada detector.

A linha de gás auxiliar (makeup) de sua lista de parâmetros do detector depende da configuração do instrumento. Se você tem um injetor com a *coluna não definida*, o fluxo auxiliar é constante.

FID

Reignição automática do FID (offset aceso)

Lit offset é a diferença mínima esperada entre a saída do FID com a chama acesa e a saída com a chama desligada. O GC verifica esse valor durante as corridas e ao carregar um método.

Durante uma corrida, se a saída ficar abaixo do valor de **Lit offset**, o FID tentará reacender três vezes. Se, após a terceira tentativa, a saída não aumentar pelo menos esse valor, o detector desligará todas as funções, exceto a temperatura e o fluxo do gás de compensação.

Ao carregar um método que inclui um parâmetro **Chama Acesa**, o GC executa uma verificação semelhante. Se a saída do detector for menor que o **Lit offset**, ele tentará a reignição depois de atingir os setpoints do método.

O parâmetro padrão para **Lit offset** é 2,0 picoamperes. Este é um bom valor de trabalho para todos, exceto gases e sistemas muito limpos. É aconselhável diminuir este setpoint se o detector tentar reacender quando a chama ainda estiver acesa, produzindo assim um desligamento.

Para alterar o **Lit offset**:

- 1 Selecione **Parâmetros**.
- 2 Selecione **Configuração**.
- 3 Selecione **Detectores**.
- 4 Selecione seu FID entre os detectores listados na parte superior da janela.
- 5 Insira o novo valor.

NOTA

O recém-digitado Lit offset não é aplicado/referenciado contra a saída do detector até o próximo ciclo de ignição.

Condições de início recomendadas

Consulte **Tabela 4** para obter diretrizes e regras para selecionar configurações iniciais do detector para novos métodos.

Tabela 4 Condições de início recomendadas

Tipo de gás	Taxa de fluxo sugerida
Gás de arraste (hidrogênio, hélio, nitrogênio)	
Colunas empacotadas	10 a 60 mL/min
Colunas capilares	1 a 5 mL/min
Gases do detector	
Hidrogênio	40 mL/min*
Ar	450 mL/min*
Coluna mais auxiliar capilar (recomenda-se N ₂ ou He como alternativa)	50 mL.min*
Temperatura do detector	
Se < 150 °C, a chama não acende. A Agilent recomenda uma temperatura ≥ 300 °C para evitar danos por condensação. A temperatura do detector deve ser aproximadamente 20 °C maior do que a temperatura de rampa mais alta do forno.	

* *A proporção hidrogênio/ar deve estar entre 8% e 12% para manter a chama acesa

FPD+

A amostra queima em uma chama rica em hidrogênio, onde algumas espécies são reduzidas e excitadas. O fluxo de gás move as espécies excitadas para uma zona de emissão mais fria acima da chama, onde elas decaem e emitem luz. Um filtro bandpass estreito seleciona luz única para uma espécie, enquanto um escudo impede que uma intensa emissão de carbono atinja o tubo fotomultiplicador (PMT).

A luz atinge uma superfície fotossensível no PMT, onde um fóton de luz perde um elétron. O elétron é amplificado dentro do PMT para um ganho total de até um milhão.

Armazenamento

O FPD+ não deve ser armazenado a temperaturas acima de 50 °C.

Linearidade de FPD+

Vários mecanismos produzem emissão de enxofre. A espécie excitada é diatômica, de modo que a intensidade da emissão é aproximadamente proporcional ao quadrado da concentração do átomo de enxofre.

A espécie excitada no modo de fósforo é monatômica, levando a uma relação linear entre intensidade de emissão e concentração de átomos.

Liners de injetores para uso com o FPD+

Compostos contendo enxofre podem adsorver em um liner de injetor e degradar o desempenho do GC. Use liners limpos ou desativados ou um injetor frio na coluna, que injeta diretamente na coluna.

Para melhores resultados, use os liners Agilent Ultra Inert:

- Splitless 5190-2293
- Split 5190-2295

Considerações sobre temperatura e FPD+

O FPD+ disponibiliza duas zonas de temperatura: uma para a linha de transferência (a temperatura do detector principal) e outra para o bloco de emissão. Para a temperatura da linha de transferência, recomendamos uma temperatura que seja 25 °C maior do que a temperatura mais alta de coluna.

A temperatura do bloco de emissão varia de 125 °C a 175 °C. Geralmente, a temperatura padrão de 150 °C é suficiente para a maioria dos aplicativos. No entanto, ao definir a temperatura do bloco de emissão, considere o seguinte:

- Se utilizar o forno do GC a alta temperatura (>325 °C) com a linha de transferência configurada para 400 °C, defina a temperatura do bloco de emissão para 165 °C para evitar um sistema Não Pronto se a temperatura do bloco de emissão não puder ser mantida.
- Se estiver usando a linha de transferência a 400 °C, ajuste a temperatura do bloco de emissão para pelo menos 150 °C para evitar que o sistema não esteja pronto.
- Para análises de enxofre, a maior resposta de área será realizada com a menor temperatura de bloqueio de emissão possível.
- Para análises de fósforo, a resposta da área é independente da temperatura do bloco de emissão.

Condições de início recomendadas

O FPD+ disponibiliza duas zonas de temperatura: uma para a linha de transferência (a temperatura do detector principal) e outra para o bloco de emissão. Para a temperatura da linha de transferência, recomendamos uma temperatura que seja 25 °C maior do que a temperatura mais alta de coluna. A temperatura do bloco de emissão varia de 125 °C a 175 °C. Geralmente, a temperatura padrão de 150 °C é suficiente para a maioria dos aplicativos.

Flui para a chama de máxima sensibilidade do FPD+, a qual é rica em hidrogênio e pobre em oxigênio. O hélio, tanto na forma de arraste quanto auxiliar, pode refrigerar os gases do detector para abaixo da temperatura de ignição.

Tabela 5 Condições de início recomendadas

Tipo de gás	Taxa de fluxo sugerida
Gás de arraste (hidrogênio, hélio, nitrogênio)	
Colunas empacotadas	10 a 60 mL/min
Colunas capilares	1 a 5 mL/min
Gases do detector	
Hidrogênio	60 mL/min
Ar	60 mL/min
Coluna mais auxiliar capilar	60 mL.min

Como no FID, o FPD tem um Lit offset associado a ele. O offset Aceso padrão para o FPD é de 2,0 pA.

NPD

Configurar o NPD ajusta o offset na tabela do relógio

Você pode usar o recurso **Tabela de relógio** para fazer o **Ajuste do offset** em um horário especificado.

Estender a vida útil da pérola do NPD

Essas ações, juntamente com os procedimentos automáticos de aquecimento e ajuste, podem prolongar consideravelmente a vida útil da pérola.

- Use o menor valor prático para o **Ajuste do Offset**. Isso resultará em uma corrente de pérola inferior durante a operação.
- Execute amostras limpas.
- Desligue a pérola quando não estiver em uso.
- Mantenha a temperatura do detector alta (320 a 335 °C).
- Desligue o fluxo de hidrogênio durante os picos de solvente e entre as corridas.

Desativar o hidrogênio em um pico do solvente. Ao usar o NPD, a linha de base muda após um pico de solvente e pode levar algum tempo para se estabilizar, especialmente com solventes clorados. Para minimizar este efeito, desligue o fluxo de hidrogênio durante o pico do solvente e ligue-o novamente depois que o solvente for eluído. Com essa técnica, a linha de base é recuperada para seu valor original em menos de 30 segundos. Isso também prolonga a vida útil da pérola. O hidrogênio pode ser ligado e desligado automaticamente como parte de uma tabela de corrida. Consulte a **“Eventos”**.

Desligar o hidrogênio entre as corridas Para prolongar a vida útil da pérola, desligue o fluxo de hidrogênio entre as operações. Deixe todos os outros fluxos e a temperatura do detector ligados. Ligue o fluxo de hidrogênio para a próxima corrida; a pérola se acenderá quase imediatamente. O processo pode ser automatizado com entradas da tabela de corrida.

Condições de início recomendadas

Tabela 6 Condições de início recomendadas

Tipo de gás	Taxas de fluxo sugeridas
Gás de arraste (hidrogênio, hélio, nitrogênio*)	Capilar: selecione uma taxa de fluxo ideal com base nas dimensões da coluna.
Gases do detector	
Hidrogênio	1 a 3 mL/min
Ar	60 mL/min
Fluxo auxiliar (He , N_2^+)	1 a 20 mL/min, menos é recomendado.

Tabela 6 Condições de início recomendadas (cont.)

Tipo de gás	Taxas de fluxo sugeridas
Tensão da pérola Pérola blo. • Use Ajuste Automático, Secar Pérola e deixe o GC definir a corrente aplicada para você.	
* A taxa de fluxo deve ser inferior a 3 mL/min ao usar hidrogênio como gás de arraste. † O hélio é recomendado para obter melhores formas de pico.	

TCD

Compostos quimicamente ativos reduzem a vida útil do filamento de TCD

O filamento TCD de tungstênio e rênio foi quimicamente passivado para proteger contra danos causados pelo oxigênio. No entanto, compostos quimicamente ativos, como ácidos e compostos halogenados, podem atacar o filamento. O sintoma imediato é uma alteração permanente na sensibilidade do detector devido a uma alteração na resistência do filamento.

Se possível, esses compostos devem ser evitados. Se isso não for possível, a célula TCD pode ter que ser trocada com frequência.

Alterar a polaridade do TCD durante uma corrida

A **Polaridade negativa Ligada** inverte o pico para que o integrador ou o sistema de dados Agilent possa medi-lo. A **Polaridade Negativa** pode ser uma entrada da tabela de corrida; consulte **"Eventos"**.

A detecção de hidrogênio com o TCD usando hélio como gás de arraste

O hidrogênio é o único elemento com condutividade térmica maior que a do hélio, e misturas de pequenas quantidades de hidrogênio (<20%) em hélio a temperaturas moderadas exibem condutividades térmicas inferiores a qualquer componente isolado. Se você estiver analisando hidrogênio com gás de arraste de hélio, um pico de hidrogênio pode aparecer como positivo, negativo ou como um pico dividido.

Existem duas soluções para este problema:

- Use nitrogênio ou argônio-metano como gás de arraste. Isso elimina os problemas inerentes ao uso do hélio como arraste, mas reduz a sensibilidade a outros componentes além do hidrogênio.
- Opere o detector em temperaturas mais altas – de 200 °C a 300 °C.

Você pode encontrar a temperatura de operação correta do detector analisando uma faixa conhecida de concentrações de hidrogênio, aumentando a temperatura de operação até que o pico de hidrogênio exiba a forma normal e esteja sempre na mesma direção (negativo em relação à resposta normal ao ar ou propano) independentemente da concentração. Essa temperatura também garante alta sensibilidade e faixa dinâmica linear.

Como os picos de hidrogênio são negativos, você deve ativar a polaridade negativa nos momentos adequados para que o pico apareça positivo.

Condições de início recomendadas

Tabela 7 Condições de início recomendadas

Tipo de gás	Taxas de fluxo sugeridas
Gás de arraste (hidrogênio, hélio, nitrogênio)	Empacotado: 10 a 60 mL/min Capilar: 1 a 5 mL/min
Referência (mesmo tipo de gás que o de arraste)	15 a 60 mL/min
Auxiliar capilar (mesmo tipo de gás que o de arraste)	Empacotado: 2 a 3 mL/min Capilar: 5 a 15 mL/min
Temperatura do detector	
<135 °C, não pode ligar o filamento	
Se a temperatura do detector descer abaixo de 120 °C, o filamento se desligará.	
A temperatura do detector deve ser aproximadamente 30 a 50 °C maior do que a temperatura de rampa mais alta do forno.	

ECD

Linearidade de ECD

O fator de resposta de ECD versus curva de concentração é linear para quatro ordens de magnitude ou mais (faixa dinâmica linear = 10^4 ou superior) para uma ampla gama de compostos. Você ainda deve executar uma curva de calibração em suas amostras para encontrar os limites do intervalo linear para seus materiais.

Notas de gás auxiliar de ECD

Se o tipo de gás de arraste for diferente do tipo de gás auxiliar (makeup), a taxa de fluxo do gás auxiliar (makeup) deverá ser, no mínimo, três vezes maior do que a taxa de fluxo do gás de arraste.

A sensibilidade do ECD pode ser aumentada reduzindo a taxa de fluxo do gás auxiliar (makeup).

A velocidade cromatográfica do ECD (para picos rápidos) pode ser aumentada aumentando a taxa de fluxo do gás auxiliar (makeup).

Programação de temperatura ECD

O ECD é sensível ao fluxo. Se você estiver usando programação de temperatura, em que a resistência do fluxo da coluna muda com a temperatura, configure o instrumento da seguinte maneira:

- Ajuste o gás de arraste no modo **Fluxo constante**. Defina o gás auxiliar do detector como **Auxiliar constante**.
- Se você optar por trabalhar no modo de pressão constante, o gás auxiliar deve ser definido no modo **Coluna + auxiliar = constante**.

Condições iniciais recomendadas para novos métodos ECD

Use as informações a seguir ao selecionar temperaturas e fluxos. A pressão máxima da fonte não deve exceder 100 psi. Use a pressão máxima da fonte para atingir a taxa máxima de fluxo auxiliar.

Tabela 8 Condições de início recomendadas

Tipo de gás	Taxas de fluxo sugeridas
Gás de arraste	
Colunas empacotadas (nitrogênio ou argônio-metano)	30 a 60 mL/min
Colunas capilares (hidrogênio, nitrogênio ou argônio-metano)	0,1 a 20 mL/min, dependendo do diâmetro
Makeup capilar (nitrogênio ou argônio-metano)	10 a 150 mL/min (30 a 60 mL/min típico)
Temperatura	
250 °C a 400 °C	
A temperatura do detector é tipicamente definida como 25 °C maior do que a temperatura de rampa mais alta do forno.	

Válvulas

A caixa de válvula

O GC mantém até três válvulas em uma caixa de válvula aquecida na parte superior do forno.

A caixa de válvulas é o local preferido para válvulas, porque é uma zona de temperatura estável, isolada do forno da coluna.

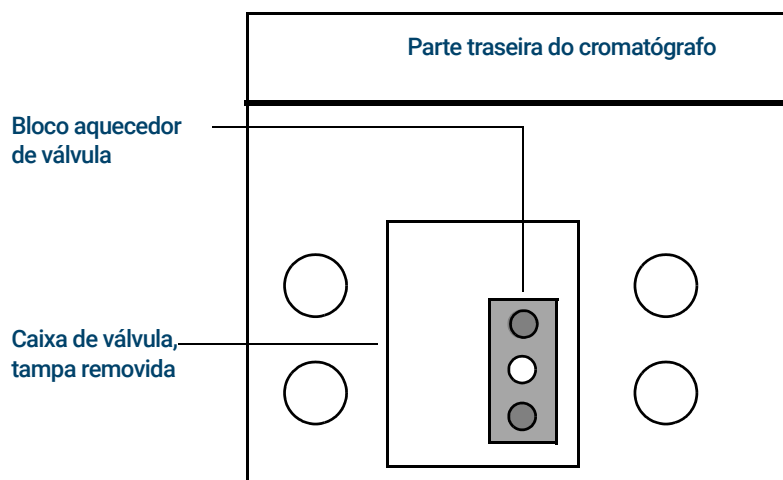


Figura 13. Diagrama de localizações de válvulas no GC

Controle de válvula

As válvulas podem ser controladas manualmente na interface do navegador ou como parte de um programa de relógio ou de tempo de corrida. Observe que as válvulas de amostragem são redefinidas automaticamente no final de uma corrida.

Os acionadores de válvula

Um acionador de válvula é o software e o circuito no GC que controla uma válvula ou função relacionada. Existem oito acionadores conhecidos como Valve 1 a Valve 4. Cada válvula é controlada de forma independente.

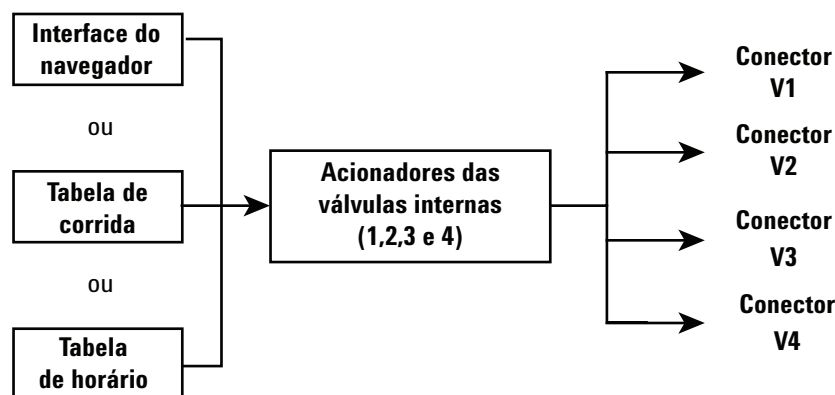
Tabela 9 Acionadores de válvula

Número da válvula	Tipo	Volts	Potência ou corrente	Uso
1, 2, 3 e 4	Fonte de corrente	24 VDC	13 watts	Controle da válvula pneumática
5 e 6	Fonte de corrente	24 VDC	100 mA	Relés e dispositivos de baixa potência
7 e 8	Fechamento de contato	48 VDC ou 48 VAC RMS		Controla uma fonte de corrente externa

Os acionadores de válvula internos

Os acionadores de válvulas 1, 2, 3 e 4 são geralmente usados para controlar válvulas operadas pneumaticamente montadas na caixa de válvulas. A fiação para elas aparece em um conjunto de conectores dentro da tampa direita do GC.

As válvulas acionadas pneumaticamente são controladas por solenoides montados próximos aos conectores que controlam o fluxo de ar para os atuadores da válvula.



Não há relação direta entre a localização de uma válvula na caixa de válvulas e o acionador que a controla. Isso depende de como os solenoides são conectados e os atuadores são roteados.

As válvulas manuais devem ser ligadas manualmente e são aquecidas ou não aquecidas.

Tipos de válvulas

Os possíveis tipos de válvulas são:

Amostragem Uma válvula de amostragem de duas posições (acúmulo e injeção). Na posição de carga, um fluxo de amostra externo flui através de um loop anexado (amostragem de gás) ou interno (amostragem de líquido) e sai para o descarte. Na posição de injeção, o loop já preenchido com amostra é inserido no caminho do gás de arraste. Quando a válvula é alterada de **Carga** para **Injeção**, uma corrida se inicia, se já não estiver em andamento. Consulte o exemplo em [página 82](#).

Alternância Uma válvula de duas posições com quatro, seis ou mais portas. Estas são válvulas de propósitos gerais usadas para tarefas como seleção de coluna, isolamento de coluna e muitas outras.

Outro Pode ser qualquer coisa.

Não instalada Não há válvula instalada nesta posição.

Controlar uma válvula

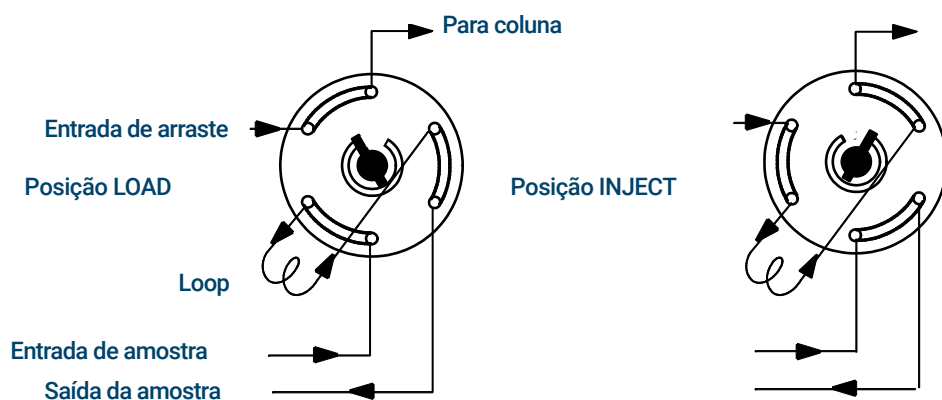
Das tabelas de horário de relógio ou de corrida

Os comandos **Válvula Ligada** e **Válvula Desligada** podem ser executados em tempos de corrida ou de relógio programados. Consulte **“Eventos”** e **“Programação do tempo do relógio”**.

Se uma válvula é girada por um programa de tempo de corrida, ela *não* é automaticamente retornada à sua posição inicial no final da corrida. Você deve programar esta operação de redefinição por conta própria.

Válvula de amostragem

Se uma válvula é configurada como uma válvula de amostragem, ela inicia uma corrida automaticamente quando é alternada para a posição Injetar. Isso pode ser feito por uma subsequência ou entrada de tabela de relógio. Você pode ter duas válvulas de amostragem de gás instaladas.



As válvulas de amostragem possuem duas posições:

Posição de carga O loop (externo para amostragem de gás, interno para amostragem de líquido) é liberado com um fluxo do gás de amostra. A coluna é lavada com gás de arraste.

Posição de injeção O loop já preenchido com amostra é inserido no caminho do gás de arraste. A amostra é descarregada na coluna. A corrida começa automaticamente.

O gás de arraste pode ser fornecido por um canal de PCM (opcional). Para fazer isso, configure a coluna e especifique um canal PCM como o injetor. O canal então se torna programável com quatro modos de operação.

Os parâmetros de controle da válvula de amostragem de gás são:

Tempo de carga Tempo em minutos em que a válvula permanece na posição de carga antes de ficar pronta.

Tempo de injeção Tempo em minutos em que a válvula permanece na posição de injeção antes de retornar para a posição de acúmulo.

O ciclo da válvula de amostragem é:

- 1 A válvula de amostragem gira para a posição de carga. O **tempo de carga** começa. A válvula não está pronta.
- 2 O **tempo de carga** começa. A válvula fica pronta.
- 3 Se tudo estiver pronto, o GC fica pronto. Se alguma coisa não estiver pronta:
 - Se você estiver usando a tabela de relógio ou o controle de sequência, o GC aguardará até que tudo esteja pronto e, em seguida, executará o comando de injeção de válvula.
 - Se você não estiver usando a tabela de relógio ou o controle de sequência, a injeção da válvula pode ser feita a qualquer momento no teclado.
- 4 A válvula de amostragem gira (comando do teclado ou controle de sequência) para a posição de injeção. O **tempo de injeção** começa. A corrida começa.
- 5 O **tempo de injeção** termina. Volte para o passo 1.

Sinais da Saída do GC

O sinal é a saída do GC para um dispositivo de manipulação de dados, analógico ou digital. Pode ser uma saída de detector ou a saída de sensores de fluxo, temperatura ou pressão. Um canal de saída de sinal é fornecido.

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

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

Consulte **Tabela 10** para obter as conversões das unidades mostradas no display do GC para as unidades, conforme mostrado nos sistemas de dados e integradores Agilent.

Tabela 10 Conversões de sinal

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

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

Sinais analógicos

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

Zero analógico

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

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

Zero pode ser programado como um evento de tempo de corrida. Para obter detalhes, consulte “**Eventos**”.

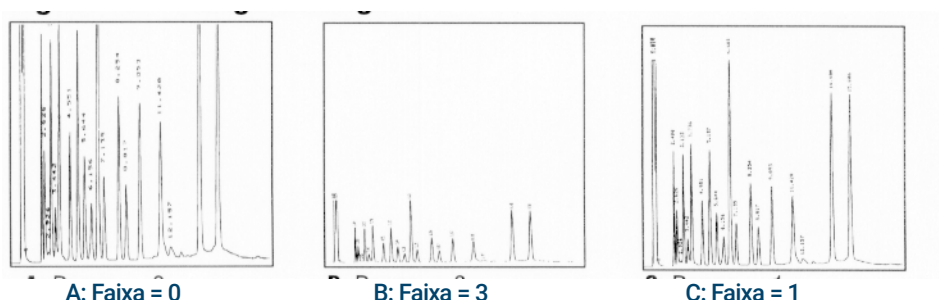
Faixa analógica

Faixa Dimensiona os dados vindo do detector.

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

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

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



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

Tabela 11 Limites de faixa

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

A faixa pode ser executada no tempo programado. Consulte “**Eventos**” para detalhes.

Faixas de dados analógicos

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

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

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

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

Selecionar picos rápidos (saída analógica)

- 1 Selecione **Parâmetros > Configuração**.
- 2 Selecione Saída Analógica.
- 3 Marque a caixa de seleção ao lado de Picos Rápidos.

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

Sinais digitais

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

Sinal Zero

Disponível apenas em um sistema de dados Agilent.

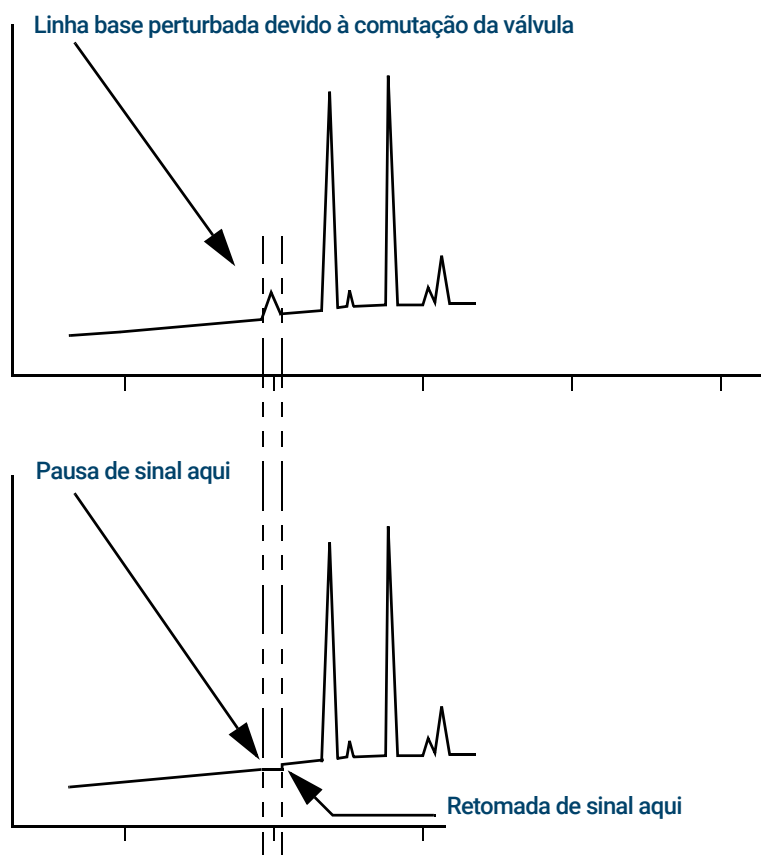
As saídas de sinal digital respondem a um comando zero subtraindo o nível do sinal no momento do comando de todos os valores futuros.

Congelamento e Retomada de Sinal

Disponível apenas em um sistema de dados Agilent.

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

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



Taxas de dados com sistemas de dados Agilent

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

Tabela 12 Processamento de dados do sistema de dados Agilent

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

Tabela 12 Processamento de dados do sistema de dados Agilent (cont.)

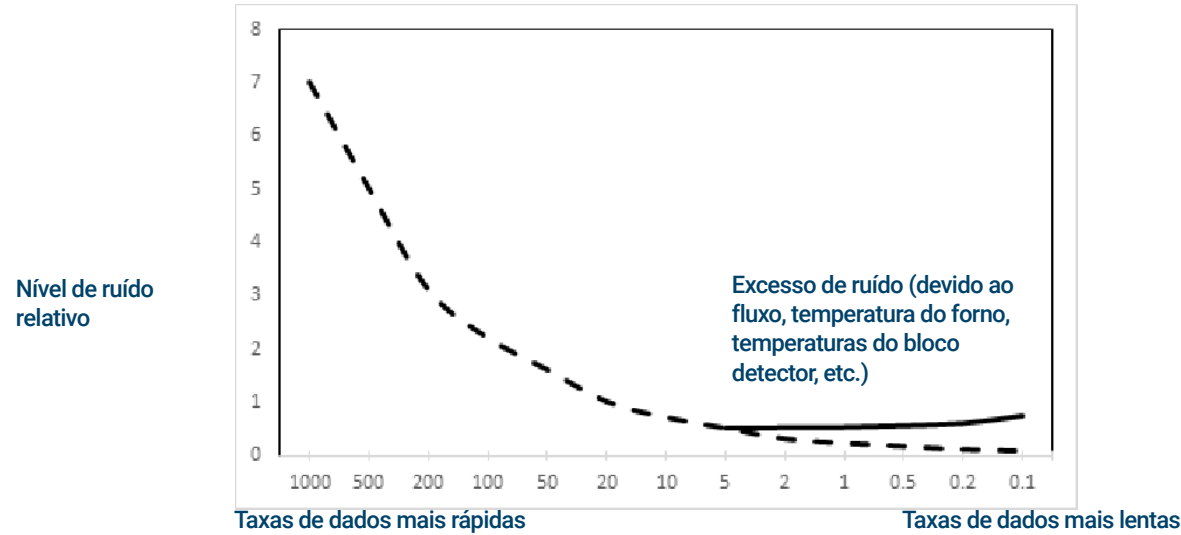
Taxa de dados, Hz	Largura mínima do pico, minutos	Ruído relativo	Detector	Tipo de coluna
2	0,1	0,3	ECD	↓ Lento empacotado
1	0,2	0,22	ECD	
0,5	0,4	0,16	ECD	
0,2	1,0	0,10	ECD	
0,1	2,0	0,07	ECD	

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

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

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

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



O que é uma sequência? 90

Erros recuperáveis 91

O que é uma sequência?

Uma sequência é uma lista de amostras a serem analisadas junto com o método a ser usado para cada análise. As sequências podem ser configuradas na interface do navegador ou do sistema de dados Agilent conectado. Consulte a ajuda fornecida na interface do navegador ou no sistema de dados para obter detalhes.

Erros recuperáveis

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

Alguns tipos de erros, como um erro de vial faltando no ALS ou um erro de correspondência de tamanho do vial do amostrador headspace, podem nem sempre justificar interromper uma sequência inteira. Esses erros são chamados de *erros recuperáveis*, pois é possível se recuperar deles e continuar executando uma sequência, se desejado. Os sistemas de dados Agilent agora oferecem recursos para permitir que você controle como o sistema irá reagir a esses tipos de erro. Quando você estiver usando um sistema de dados Agilent, o sistema de dados irá controlar se a sequência é pausada, abortada completamente, continua para a amostra seguinte e assim por diante, para cada tipo de erro recuperável.

Observe que o sistema de dados controla apenas o que acontece com a execução *seguinte* na sequência, não na execução *atual*, exceto quando definido para abortar imediatamente. (Nesse caso, o sistema de dados normalmente aborta a execução atual e a sequência.)

Por exemplo, selecionar o botão **Parar**  no GC sempre interrompe a corrida atual. Entretanto, os sistemas de dados podem permitir que você continue para a execução seguinte ou pause ou aborte a sequência inteira.

Sobre Diagnósticos	94
Relatório de integridade do sistema	94
Testes automatizados	94
Diagnóstico autoguiado	95
Usar a exibição Diagnósticos	96
Realizar Testes de Diagnóstico	97

Sobre Diagnósticos

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

A exibição Diagnósticos fornece acesso ao relatório de integridade do sistema e aos testes de diagnóstico iniciados pelo operador.

Além disso, a exibição fornece uma lista de todos os alertas atuais. Quando surge uma condição, o GC relaciona o problema em Diagnósticos. Selecione uma condição para ver uma descrição do problema e as tarefas de diagnóstico recomendadas que podem ajudar a resolvê-lo. Se uma tarefa de diagnóstico listada for automatizada, selecione-a para executá-la.

Relatório de integridade do sistema

Para acessar o relatório de integridade do sistema, selecione **Relatório de Integridade do Sistema**. O relatório de integridade do sistema aparece.

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

- Informações do Sistema
- Detalhes de Configuração do Sistema
- Condições do Instrumento Ativo
- Detalhes da Coluna
- Detalhes do Feedback de Manutenção Antecipada
- Resultados dos Testes de Diagnóstico
- Informações da Rede
- Informações de captura instantânea de status

Testes automatizados

O GC realiza testes contínuos e automatizados dos seguintes itens. Se ocorrer uma falha, um alerta será exibido na guia de diagnóstico. Além disso, uma entrada é feita no log apropriado.

Veja abaixo uma lista das caixas de diálogo de monitoramento contínuo:

Detector:

- Tensão de suprimento
- Referências do ADC (conversor analógico para digital)
- Extinção da chama do FID
- Abertura/curto da pérola do NPD
- Abertura/curto do ignitor
- Curto do coletor
- Eletrômetro não conectado
- Filamento TCD aberto ou em curto

- Válvula de alternância TCD aberta ou em curto
- Extinção da chama do FPD

EPC (Controle Pneumático Eletrônico) – injetores, detectores e outros módulos.

Referências do ADC (conversor analógico para digital)

Movimentos do atuador

Térmico:

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

Configuração não coincidente

Diagnóstico autoguiado

O GC oferece várias verificações de diagnóstico úteis para usar ao solucionar problemas com o GC ou o método. Veja abaixo uma lista de testes diagnósticos auto-guiados disponíveis:

Testes do injetor:

- Teste de Vazamento e Restrição
- Teste da Pressão de Fornecimento de Gás
- Teste de Restrição do Split Vent
- Teste de Queda de Pressão
- Teste de Purga do Septo

Testes de detector:

- Teste de Restrição do Jet do FID
- Teste de Corrente de Fuga do FID

Usar a exibição Diagnósticos

Para usar a exibição Diagnósticos:

- 1 Selecione **Diagnósticos**. A exibição Diagnósticos aparece. A exibição fornece uma lista com todos os alertas atuais.
- 2 Selecione **Testes de Diagnóstico**. A página Testes de Diagnóstico aparece. .
- 3 Selecione **Injetores, Detectores** ou **Outros**, conforme desejado. A página correspondente aparecerá. Por exemplo, selecionar **Injetores** faz a página Testes de Diagnóstico de Injetores aparecer.

Realizar Testes de Diagnóstico

Para realizar um teste de diagnóstico:

- 1 Acesse o teste desejado na exibição Diagnósticos. Consulte a **“Usar a exibição Diagnósticos”**.
- 2 Selecione o teste desejado. A página de teste correspondente aparece. A página de teste contém uma descrição do teste e uma indicação do parâmetro que está sendo testado.
- 3 Selecione **Iniciar Teste**. O teste é iniciado. Os detalhes do teste são exibidos juntamente com os resultados do teste.

O teste em execução no momento pode ser abortado selecionando **Cancelar**. É exibida uma caixa de diálogo que permite que você confirme que deseja cancelar o teste.

Feedback de Manutenção Antecipada (EMF)	100
Tipos de contadores	100
Thresholds	101
Thresholds Padrão	101
Realizar manutenção	102
Contadores Disponíveis	103
Visualizar Contadores de Manutenção	106
Para Habilitar, Redefinir ou Modificar um Limite para o Contador EMF	107
Contadores do EMF para Amostradores Automáticos	108
Contadores para ALS 7693A e 7650 com firmware habilitado para EMF	108
Contadores do ALS com firmware anterior	108
Contadores EMF para Instrumentos MS	109

A seleção da guia de navegação de manutenção mostra botões para contadores por componente, permite visualizar o log de manutenção e permite iniciar procedimentos de manutenção passo a passo automatizados para vários componentes. Esses procedimentos também incluem testes automatizados, conforme necessário, para ajudar a garantir que o GC esteja pronto quando a manutenção for concluída. Consulte o manual *8860 Manutenção do GC* para obter mais informações.

Feedback de Manutenção Antecipada (EMF)

O 8860 oferece contadores baseados na injeção e no tempo para vários consumíveis e peças de manutenção. O uso desses contadores para rastrear a utilização e a substituição ou recondição de tais itens antes do potencial desgaste impacta nos resultados cromatográficos.

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

Tipos de contadores

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

Os contadores de **injeção** aumentam sempre que uma injeção ocorre no GC por meio do autoinjeter do ALS, do amostrador headspace ou da válvula de amostra. As injeções manuais não aumentam o contador. O GC diferencia as injeções frontais e posteriores e apenas incrementa os contadores associados com o caminho de fluxo de injeção configurado.

Por exemplo, considerando o seguinte GC:

Tabela 13

Caminho de fluxo anterior configurado	Caminho de fluxo posterior configurado
Amostrador frontal	Amostrador traseiro
Injetor frontal	Injetor posterior
Coluna 1 (forno do GC)	Coluna 2 (forno do GC)
União Purgada / EPC Aux 1	Detector posterior
Coluna 3 (forno do GC)	
Detector frontal	

Neste exemplo, para uma injeção ALS, o GC irá aumentar os contadores do injetor frontal, amostrador frontal e detector frontal, mas não irá incrementar os contadores do injetor posterior, amostrador posterior ou detectores posteriores. Para as colunas, o GC irá aumentar os contadores de injeção para as colunas 1 e 3, e os contadores do ciclo do forno para todas as 3 colunas.

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

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

Thresholds

O recurso EMF oferece dois thresholds de alerta: **Vencimento do Serviço** e **Alerta de Serviço**. Quando algum threshold é ultrapassado, é exibida uma indicação na guia **Manutenção** da faixa da touchscreen do GC.

Selecionar a guia **Manutenção** faz a tela Manutenção ser exibida.

As seleções estão disponíveis para qualquer um dos componentes instalados.

Dois thresholds são configuráveis para qualquer um dos itens:

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

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

Thresholds Padrão

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

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

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

Realizar manutenção

Para muitos procedimentos de manutenção comuns, o seu GC contém um detalhamento de cada procedimento. Esses procedimentos podem ser acessados selecionando **Manutenção > seu componente desejado > Realizar Manutenção**. Uma vez aqui, selecione o procedimento de manutenção desejado e selecione **Iniciar Manutenção** para iniciar o passo a passo.

Muitos procedimentos de manutenção exigem que você coloque o GC no modo de manutenção antes de realizar qualquer manutenção. Para fazer isso, selecione **Manutenção > Instrumento > Realizar Manutenção**, marque a caixa de seleção ao lado de Modo de Manutenção e selecione **Iniciar Manutenção**. Colocar o GC no modo de manutenção pode incluir também:

- Definir temperaturas baixas, para evitar queimaduras e outros ferimentos
- Definir fluxos reduzidos, para evitar riscos de segurança e danos aos instrumentos
- Quebrar (vent) o vácuo de um detector seletivo de massa (MSD)
- Fazer outras configurações para evitar danos ao instrumento (eletrônico, colunas e assim por diante) ou a instrumentos conectados (MSD)

Por exemplo, para alterar o filtro de limpeza de gás, selecione **Manutenção > Instrumento > Realizar Manutenção**, marque a caixa de seleção ao lado de Manutenção do Filtro de Limpeza de Gás e selecione **Iniciar Manutenção**. Isso resfria os componentes necessários do GC e, em seguida, orienta você pelo procedimento de substituição do filtro limpo de gás.

Contadores Disponíveis

Tabela 14 lista os contadores mais comuns disponíveis. Os contadores disponíveis variarão com base nas opções de GC instaladas, consumíveis e nas atualizações futuras.

Tabela 14 Contadores EMF comuns

Componente do GC	Partes com um contador	Tipo	Valor padrão
Detectores			
FID	Coletor	Número de injeções	
	Jet	Número de injeções	
	Ignitor	Número de tentativas de ignição	
TCD	Solenóide de mudança	Tempo lig.	
	Filamento - tempo lig.	Tempo lig.	
ECD	Insert liner	Número de injeções	
	Hora desde o teste de Wipe	Tempo lig.	6 meses
NPD	Pérola	Número de injeções	
	Coletor	Número de injeções	
	Offset da linha de base da pérola	Valor pA	
	Tensão de linha de base da pérola	Valor de tensão	Pérola Blos: 1,045
	Corrente integral da Pérola	Valor pA-seg	
	Pérola - tempo lig.	Tempo lig.	Pérola Blos: 2400 h
FPD+	Ignitor	Número de tentativas de ignição	
	PMT	Número de injeções	
	PMT	Tempo lig.	6 meses
Injetores			
SSL	Selo dourado	Número de injeções	5000
	Selo dourado	Tempo	90 dias
	Liner	Número de injeções	200
	Liner	Tempo	30 dias
	O-ring do Liner	Número de injeções	1000
	O-ring do Liner	Tempo	60 dias

Tabela 14 Contadores EMF comuns (cont.)

Componente do GC	Partes com um contador	Tipo	Valor padrão
	Septo	Número de injeções	200
	Trap do split vent	Número de injeções	10.000
	Trap do split vent	Tempo	6 meses
PP	Liner	Número de injeções	200
	Liner	Tempo	30 dias
	Septo	Número de injeções	200
	O-ring da tubulação superior	Número de injeções	10.000
	O-ring da tubulação superior	Tempo	1 ano
COC	Septo	Número de injeções	200
Colunas			
Coluna	Injeções na coluna	Número de injeções	
	Ciclos do forno	Número de injeções	
	Comprimento	Valor	
	Contador de corridas	Número de corridas	
Válvulas			
Válvula	Rotor	Ativações (número de injeções)	
	Temperatura máxima	Valor	
Instrumento			
Instrumento	Tempo lig.	Tempo	
	Contador de corridas	Número de corridas	
	Filtros	Tempo	
Autoinjetores do ALS			
ALS	Seringa	Número de injeções	800
	Seringa	Tempo	2 meses
	Agulha	Número de injeções	800
	Movimentações do êmbolo	Valor	6000
Espectrômetros de massa			
Espectrômetro de massa	Bomba	Tempo (dias)	1 ano
	Filamento 1	Tempo (dias)	1 ano
	Filamento 2	Tempo (dias)	1 ano

Tabela 14 Contadores EMF comuns (cont.)

Componente do GC	Partes com um contador	Tipo	Valor padrão
	Fonte (tempo desde a última limpeza)	Tempo (dias)	1 ano
	EMV no último ajuste	V	2600

Visualizar Contadores de Manutenção

Para visualizar os contadores de manutenção:

- 1 Selecione a guia **Manutenção** para:
- 2 Selecione o tipo de componente desejado. A coluna Status exibe o contador do componente correspondente.
- 3 Role para ver componentes adicionais, conforme aplicável.

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

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

- 1 Localize o contador que deseja alterar. Consulte **“Visualizar Contadores de Manutenção”**.
- 2 Selecione a lista Componente do contador que deseja alterar.
- 3 Para modificar um threshold:
 - a Selecione a entrada do threshold. Uma caixa de diálogo de entrada de dados será exibida.
 - b Insira o valor desejado. Consulte **“Thresholds Padrão”**.
- 4 Para habilitar ou desabilitar um alerta, marque ou desmarque a opção **Habilitar** do contador correspondente.
- 5 Selecione **Aplicar**. A caixa de diálogo é fechada. O valor inserido é exibido no campo correspondente.
- 6 Para redefinir o contador:
 - a Selecione **Redefinir Contador**. Uma caixa de diálogo de confirmação será exibida.
 - b Selecione **Sim**. A caixa de diálogo de confirmação é fechada.
- 7 Selecione **Aplicar**.

Contadores do EMF para Amostradores Automáticos

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

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

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

- Os contadores do injetor aumentarão na medida em que o injetor for usado em qualquer GC da Série 8860. Você pode modificar as posições no mesmo GC ou instalar o autoinjeter em um GC diferente sem perder os dados do contador ALS atual.
- O ALS relatará um limite excedido apenas quando montado em um GC 8860.

Contadores do ALS com firmware anterior

Se você utilizar um injetor 7693 ou 7650 com firmware anterior, ou se utilizar outro modelo de injetor, o GC monitorará os contadores para aquele injetor. O GC utiliza o número de série do injetor para distinguir entre injetores instalados, mas apenas mantém até dois conjuntos de contadores—um para o injetor frontal e outro para o injetor posterior.

- O GC irá rastrear os contadores do injetor a despeito da posição em que se encontra instalado (entrada posterior ou anterior). Porque o GC rastreia o número de série do injetor, você pode modificar a posição do injetor sem perder as contagens enquanto o injetor permanecer instalado no GC.
- A cada vez que o GC detectar um novo injetor (modelo diferente ou número de série diferente), o GC reiniciará os contadores ALS na nova posição do injetor.

Contadores EMF para Instrumentos MS

Em sistemas GC-MS, GC-HS e GC-MS-HS, todos os contadores do EMF estão disponíveis na interface do navegador. Além disso, a maioria dos contadores pode ser redefinida na interface do navegador. Alguns tipos de contadores, por exemplo, um contador que requeira uma calibração em um amostrador de headspace, não podem ser redefinidos na interface do navegador, mas ainda podem ser exibidos.

Exibição de Logs	112
Logs de manutenção	112
Registro de corridas	112
Logs do sistema	112

Esta seção descreve os recursos de log disponíveis no GC Agilent 8860.

Exibição de Logs

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

Pressionar um dos botões da exibição de logs faz a página de logs correspondente aparecer.

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

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

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

Logs de manutenção

O log de manutenção contém entradas feitas pelo sistema quando:

- Um evento do sistema ocorre (por exemplo, um desligamento do detector)
- Qualquer contador de componentes atinge um limite monitorado

A entrada de log contém uma descrição do evento de manutenção e a data/hora em que o evento ocorreu. Além disso, cada tarefa de usuário relacionada ao contador é registrada no log, incluindo redefinição, ativação ou desativação de monitoramento e alteração de limites ou unidades (ciclos ou duração).

Registro de corridas

O log de corridas é apagado no início de cada corrida nova. Durante a corrida, qualquer desvio do método planejado (incluindo intervenções pela touchscreen ou pela interface do navegador) é listado na tabela de logs de corrida.

Logs do sistema

O log do sistema registra eventos significativos que ocorrem durante a operação do GC. Alguns dos eventos também aparecerão no log de corridas se eles ocorrerem durante uma corrida.

Sobre Parâmetros 114

Modo de Manutenção 115

Sobre 116

Calibração 117

Manutenção da calibração do EPC – injetores, detectores, PCM, e AUX 118

Para zerar um fluxo específico ou sensor de pressão 119

Parâmetros do Sistema 120

Configurar o endereço IP para o GC 121

Para alterar a localidade do sistema 121

Para acessar dados de corrida armazenados 122

Para controlar o acesso à interface do navegador 123

Ferramentas 124

Executar uma corrida de compensação de coluna 125

Sobre Parâmetros

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

Selecionar **Parâmetros** na faixa de controle da touchscreen faz a tela Parâmetros ser exibida.

- Pressione **Agendador** para acessar os parâmetros de Agenda de Instrumentos do GC. Consulte **“Conservação de Recurso”**.
- Pressione **Modo de Manutenção** para acessar as configurações do modo de serviço do GC. Consulte **“Modo de Manutenção”**.
- Selecione **Sobre** para obter informações sobre este GC. Consulte **“Sobre”**.
- Selecione **Calibração** para acessar as funções de calibração. Consulte **“Calibração”**.
- Selecione **Configurações do Sistema** para acessar as configurações do sistema do GC, incluindo a configuração do endereço de rede, data e hora do sistema, configurações da touchscreen, informações de configuração do sistema etc. Consulte **“Parâmetros do Sistema”**.
- Selecione **Ferramentas** para acessar as página Ferramentas. Consulte **“Ferramentas”**.

Modo de Manutenção

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

Para ver as especificações dos vários componentes do seu instrumento:

- 1** Selecione o tipo de componente desejado. A página Modo de Manutenção do componente selecionado aparece.
- 2** Utilize os botões de seleção de página no lado esquerdo da página para exibir informações funcionais relacionadas.

Sobre

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

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

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

Calibração

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

- ALS
- Injetores
- Forno
- Detectores
- Módulos de EPC

Para alterar os parâmetros de calibração:

- 1 Utilize os botões de seleção de página no lado esquerdo da página para exibir informações funcionais relacionadas.
- 2 Faça alterações nas configurações de calibração, conforme desejar. Consulte **"Manutenção da calibração do EPC – injetores, detectores, PCM, e AUX", "Para zerar um fluxo específico ou sensor de pressão"** para obter mais informações.
- 3 Selecione **Aplicar**. As alterações inseridas são salvas no GC.

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

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

Sensores de fluxo

Todos os módulos de entrada usam sensores de fluxo, assim como o canal 1 de um PCM. Se a função **Fluxo zero automático** estiver ativa, eles serão zerados automaticamente após cada corrida. Essa é a configuração recomendada. Eles também podem ser zerados manualmente – consulte **“Para zerar um fluxo específico ou sensor de pressão”**.

Sensores de pressão

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

Fluxo Zero Automático

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

Purga do septo com zero automático

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

Condições de zero

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

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

Intervalos de zero

Tabela 15 Intervalos de Zero do Sensor de Fluxo e Pressão

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

Para zerar um fluxo específico ou sensor de pressão

- 1 Selecione **Configurações > Calibração > Detectores** e selecione o detector desejado.
- 2 Selecione **Ligar** ao lado do sensor desejado para zerar.
- 3 Para **Sensores de fluxo**. Verifique se o gás está conectado e fluindo (ligado).
- 4 Para **Sensores de pressão**. Desconecte a linha de suprimento de gás na parte de trás do GC. Desligá-la não é adequado; a válvula pode vaziar.
- 5 Reconecte qualquer tubo de gás desconectado na etapa anterior e reabilite os fluxos de operação.

Parâmetros do Sistema

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

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

Selecione **Salvar** para aplicar quaisquer alterações feitas no GC.

Configurar o endereço IP para o GC

Em operações de rede (LAN), o GC precisa de um endereço IP. Ele pode consegui-lo por meio de um servidor DHCP, ou ele pode ser inserido diretamente a partir da touchscreen. Em ambos os casos, consulte seu administrador de LAN, para saber quais são as configurações apropriadas.

Para utilizar um servidor DHCP

- 1 Na página Configurações do Sistema, pressione o botão de seleção de página **Rede**. A página Configuração da Rede é exibida.
- 2 Selecione **Habilitar DHCP**.
- 3 Selecione **Aplicar**.
- 4 Se solicitado, reinicie o GC.

Para definir o endereço LAN na touchscreen

- 1 Selecione a página Configurações do Sistema.
- 2 Se **Habilitar DHCP** estiver selecionado:
 - a Desmarque **Habilitar DHCP**.
 - b Quando solicitado, reinicie o GC.
 - c Retornar para a página Configurações do Sistema
- 3 Digite o **Nome de Host** ou o **Endereço IP** no campo correspondente
- 4 Insira o **Gateway** no campo correspondente.
- 5 Insira a máscara de sub-rede no campo **Net Mask**
- 6 Selecione **Aplicar**.
- 7 Se solicitado, reinicie o GC.

Para alterar a localidade do sistema

- 1 Na página Configurações do Sistema, selecione botão de seleção de página **Local**. A página Configurações Locais é exibida.
- 2 Escolha o **Idioma** desejado na caixa da lista suspensa correspondente.
- 3 Selecione **Aplicar**. O GC aplica todas a alteração feita. O sistema é alterado para a localidade selecionada. Esse procedimento poderá demorar alguns minutos.

NOTA

O valor de diminuição do brilho do display deve ser menor do que o valor de brilho.
O valor do brilho do display deve ser maior do que 0.

Para acessar dados de corrida armazenados

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

- 1 Na página **Parâmetros**, selecione a guia **Acesso**. Anote o PIN exibido.

The screenshot displays the 'Acesso' (Access) tab within the 'GC IP' interface. On the left is a vertical sidebar with icons for home, list, graph, and settings. The main area features a PIN input field containing '0000' and an 'Aplicar' button. Below this, the section 'Requer PIN para:' contains three checkboxes: 'Acessar a Interface do Navegador' (unchecked), 'Excluir Dados de Corrida' (checked), and 'Montar Drive Compartilhado' (checked). At the bottom, a green status bar shows 'Sequência', 'Método', 'Amostra', and 'Tempo de Corrida' with a value of '0.00'.

- 2 Selecione a guia **Armazenamento**. Anote o caminho para o compartilhamento do GC.
- 3 No seu PC, mapeie uma unidade de rede para o compartilhamento do GC. Quando solicitado, conecte-se usando as credenciais:
usuário: results
senha: o PIN (padrão: 0000).

Para controlar o acesso à interface do navegador

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

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

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

- 1 Na página **Parâmetros**, selecione a guia **Acesso**.
- 2 Selecione o PIN de quatro dígitos para inserir um novo PIN.
- 3 Se desejar, marque a caixa de seleção ao lado de Acessar a interface do navegador para solicitar o acesso do PIN para a interface do navegador.

GC IP **Acesso** Armaz.

PIN: 0000 **Aplicar**

Requer PIN para:

- ☐ Acessar a Interface do Navegador
- ☒ Excluir Dados de Corrida
- ☒ Montar Drive Compartilhado

Sequência Método Amostra Tempo de Corrida 0.00

Ferramentas

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

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

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

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

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

Executar uma corrida de compensação de coluna

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

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

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

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

Sobre a Configuração	128
Alterações na Configuração	129
Configuração da Válvula	130
Para configurar válvulas	130
Configuração do Injetor	131
Colunas	132
Para configurar uma coluna única	132
Para configurar uma coluna empacotada	133
Notas adicionais sobre configuração de coluna	134
Forno	135
Para configurar o forno	135
Configuração do Detector	136
Configurações da Saída Analógica	137
Configuração do MSD	138
Configuração do MSD	138
Para habilitar ou desabilitar as comunicações do MS	138
Para utilizar o GC quando o MS estiver desligado	139
Configurações Diversas	140
Prontidão	141
Caixa de Válvula	142
PCMs	143
Aux EPCs	144

Sobre a Configuração

As propriedades de configuração de um dispositivo são constantes para uma definição de hardware do instrumento, diferentemente da definição de método, que pode ser diferente de uma corrida de amostra para outra. Duas definições de configuração, por exemplo, são o tipo de gás que passa através de um dispositivo pneumático e o limite temperatura de operação de um dispositivo. O GC tentará definir quaisquer propriedades de configuração necessárias para qualquer dispositivo que encontrar instalado. Por exemplo, se o GC souber que está conectado a um MSD, ele configurará automaticamente a linha de transferência aquecida do MSD. As únicas configurações que precisam ser feitas manualmente são os itens que podem ser alterados dependendo da sua análise, como colunas instaladas e tipo de gás de arraste ou um item que pode ser instalado em um local fora do padrão. Por exemplo, um módulo EPC auxiliar instalado em uma posição do módulo EPC de entrada pode exigir configuração manual.

Verifique se todos os dispositivos foram configurados corretamente antes de rodar qualquer amostra.

Alterações na Configuração

4

Para alterar as propriedades de configuração de um dispositivo:

Selecione o **Método**.

The screenshot shows the 'Método' (Method) configuration screen. The top navigation bar includes 'Método', 'Sequências', 'Diagnóstico', 'Manutenção', 'Logs', 'Parâmetros', and 'Ajuda'. Below the navigation bar is a toolbar with icons for back, forward, save, delete, and other actions. On the left, a tree view shows the configuration hierarchy: 'ALS/Bandeja' (Autoinjeter Frontal, Outro), 'Válvulas', 'Injetores' (Injetor Frontal - SS, Injetor Posterior - MMI), 'Colunas', 'Forno', 'Detectores' (Detector Frontal - FID, Detector Posterior - TCD, Detector Aux 2 - TCD), 'Saída Analógica' (Saída Analógica 1, Saída Analógica 2), 'Eventos', 'Sinais', 'Desempenho do GC' (Detector Frontal - FID, Detector Posterior - TCD, Detector Aux 2 - TCD, Avaliação de Detector), and 'Configuração'. The main area displays a table with columns: 'Nome', 'Tipo', 'Ligar', 'Tempo de Carga (min)', and 'Tempo de Injeção (min)'. The table contains 10 rows, all with 'Não Instalado' in the 'Tipo' column. At the bottom, a green status bar shows 'STATUS: PRONTO' and a table with columns: 'Sequência', 'Método', 'Nome da Amostra', and 'Est. Restante'. The 'Método' column shows 'AddedColB' and the 'Est. Restante' column shows '8.45'.

Nome	Tipo	Ligar	Tempo de Carga (min)	Tempo de Injeção (min)
1	Não Instalado			
2	Não Instalado			
3	Não Instalado			
4	Não Instalado			
5	Não Instalado			
6	Não Instalado			
7	Não Instalado			
8	Não Instalado			
9	Não Instalado			
10	Não Instalado			

- 5 Selecione o tipo de dispositivo desejado na lista à esquerda da tela. As propriedades do tipo de dispositivo selecionado aparecem no lado direito da tela.
- 6 Vá até a configuração do dispositivo e altere a propriedade. Isso pode envolver fazer uma seleção na lista ou inserir um valor numérico.
- 7 Quando todas as alterações tiverem sido efetuadas, selecione o ícone Salvar .

Configuração da Válvula

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

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

Para configurar válvulas

- 1 Selecione **Método > Válvulas**.
- 2 Use a caixa da lista suspensa **Tipo de Válvula** para selecionar o tipo de válvula correspondente. Os possíveis tipos de válvulas são:
 - **Amostragem de Gás** De duas posições (carregar e injetar). Na posição de carga, um fluxo de amostra externo flui através de um loop anexado (amostragem de gás) ou interno (amostragem de líquido) e sai para o descarte. Na posição de injeção, o loop já preenchido com amostra é inserido no caminho do gás de arraste. Quando a válvula é alterada de Carga para Injeção, um corrida se inicia, se já não estiver em processo.
 - **Válvula de alternância** Válvula de duas posições com quatro, seis ou mais portas. Estas são válvulas de propósitos gerais usadas para tarefas como seleção de coluna, isolamento de coluna e muitas outras.
 - **Other** Algo mais.
 - **Not installed** Auto-explicativo.
- 3 Para inserir o volume de loop e o tempo de passo, selecione **Método > Configuração > Diversos** e defina os valores conforme desejado.
- 4 Quando todas as alterações tiverem sido efetuadas, selecione o ícone Salvar .

Configuração do Injetor

- 1 Selecione **Método > Injetores** > o injetor desejado. As propriedades do tipo de dispositivo selecionado aparecem no lado direito da tela.
- 2 Selecione o tipo de gás desejado na caixa da lista suspensa **Tipo de Gás de Arraste**.
- 3 Selecione Prontidão na lista de dispositivos à esquerda e, em seguida, clique na caixa de seleção ao lado do injetor para ativar sua preparação. Se Prontidão estiver desativada, o GC ficará pronto mesmo que este dispositivo não tenha alcançado ou não possa alcançar seus setpoints.
- 4 Ajuste os parâmetros para o segundo injetor conforme necessário.
- 5 Quando todas as alterações tiverem sido efetuadas, selecione o ícone Salvar .

Colunas

Comprimento O comprimento, em metros, de cada coluna capilar. Insira **0** para uma coluna empacotada ou se o comprimento for desconhecido.

Diâmetro O diâmetro interno, em milímetros, de uma coluna capilar. Insira **0** para uma coluna empacotada.

Espessura do filme A espessura, em micrômetros, da fase estacionária das colunas capilares.

Injetor Identifique a fonte de gás da coluna.

Saída Identifica o dispositivo para o qual o fluxo da coluna se dirige.

Zona aquecida Identifica o dispositivo que controla a temperatura da coluna.

Para configurar uma coluna única

Você define uma coluna capilar, informando o comprimento, diâmetro e espessura do filme. Em seguida, você insere o dispositivo que controla a pressão do Injetor (extremidade da coluna), o dispositivo que controla a pressão na saída da coluna, e a Zona aquecida que controla sua temperatura.

Com tais informações, o instrumento pode calcular o fluxo através da coluna. Isto apresenta grandes vantagens quando se trata de usar colunas capilares, porque assim se torna possível:

- Inserir razões de divisão diretamente e fazer com que o instrumento calcule e defina os níveis de fluxo apropriados.
- Inserir uma taxa de fluxo, pressão na cabeça da coluna ou velocidade linear média. O instrumento calcula a pressão necessária para atingir a taxa ou velocidade de fluxo, define e relata os três valores. (Apenas injetor split/splitless)
- Realize injeções splitless sem a necessidade de medir os fluxos de gás.
- Escolha qualquer modo de coluna. Exceto pelas configurações mais simples, como a coluna conectada ao injetor e ao detector específicos, nós recomendamos que você comece a fazer um esboço de como a coluna será conectada.

Para configurar uma coluna capilar:

- 1 Selecione **Método > Configuração > Colunas**.
- 2 Clique duas vezes na coluna que deseja configurar.
- 3 Em Tipo de Coluna, selecione **Capilar**.
- 4 Insira o comprimento, o diâmetro e a espessura do filme nos campos adequados.

Se você não sabe quais são as dimensões da coluna — elas normalmente são oferecidas com a própria coluna — ou se você não deseja usar as funções de cálculo do GC, insira **0** tanto para **Comprimento** quanto para **Diâmetro**. A coluna ficará como *não definida*.

NOTA

A Agilent recomenda sempre definir as colunas capilares.

- 5 Em Conexão de injetor, selecione a entrada desejada no menu suspenso. As seleções incluem os injetores do GC instalados e os canais PCM instalados.
- 6 Em Conexão de saída, selecione a saída desejada no menu suspenso.
 - Quando um detector for selecionado, a saída posterior da coluna será controlada por 0 psig para FID, TCD, FPD, NPD e ECD ou por vácuo para MSD.
 - Se a saída da coluna estiver conectada a um detector ou condição ambiental não-padrão (que não seja pressão ambiente ou vácuo completo), selecione **Outro** e insira a pressão de saída.
- 7 Em Aquecido Por, selecione a zona térmica desejada no menu suspenso.
- 8 Defina a Temp. Mín., Temp. Máx. e a Temp. Máx. Programa para sua coluna.
- 9 Selecione o seguinte para as colunas
 - Fabricante
 - Número de série
- 10 Clique em OK para salvar suas alterações.
- 11 Quando todas as alterações tiverem sido efetuadas, selecione o ícone Salvar .

Para configurar uma coluna empacotada

Para configurar uma coluna empacotada:

- 1 Selecione **Método > Configuração > Colunas**.
- 2 Clique duas vezes na coluna que deseja configurar.
- 3 Em Tipo de Coluna, selecione **Empacotada**.
- 4 Defina a Temp. Mín., Temp. Máx. e a Temp. Máx. Programa para sua coluna.
- 5 Selecione o seguinte para as colunas
 - Fabricante
 - Número de série
- 6 Em Conexão de injetor, selecione a entrada desejada no menu suspenso. As seleções incluem os injetores do GC instalados e os canais PCM instalados.
- 7 Em Conexão de saída, selecione a saída desejada no menu suspenso.
 - Quando um detector for selecionado, a saída posterior da coluna será controlada por 0 psig para FID, TCD, FPD, NPD e ECD ou por vácuo para MSD.

- Se a saída da coluna estiver conectada a um detector ou condição ambiental não-padrão (que não seja pressão ambiente ou vácuo completo), selecione **Outro** e insira a pressão de saída.
- 8 Em Aquecido Por, selecione a zona térmica desejada no menu suspenso.
 - 9 Selecione **Aplicar**. Isso salva as alterações no GC.

Notas adicionais sobre configuração de coluna

Você deve checar as configurações de todas as colunas para verificar se elas especificam o controle de pressão correto em cada extremidade. O GC utiliza esta informação para determinar o caminho do fluxo do gás de arraste. Configure apenas colunas que estejam atualmente em uso em seu caminho de fluxo de gás de arraste do GC. Colunas não usadas, mas configuradas no mesmo dispositivo de controle de pressão, como uma coluna no caminho atual de fluxo, podem causar resultados de fluxo incorretos.

É possível, e às vezes apropriado, configurar ambas as colunas instaladas no mesmo Injetor.

Alguns pontos de ajuste pneumáticos se alteram com a temperatura do forno por causa das mudanças na viscosidade do gás. Isto pode confundir os usuários que observam os pontos de controle pneumático sendo modificados quando a temperatura do forno se altera. No entanto, a condição de fluxo da coluna permanece a especificada pelo modo da coluna (fluxo ou pressão constantes, rampa de fluxo ou pressão) e pelos valores do ponto de ajuste inicial.

Forno

Standby do Forno Quando habilitada, a temperatura do forno muda para a temperatura especificada depois que o GC ficou ocioso pelo tempo inserido. Um exemplo de uso seria definir a temperatura de standby como um valor relativamente alto para manter o sistema limpo entre as corridas (reduzindo o carryover) quando o GC ficar ocioso por longos períodos.

Temperatura máxima Define um limite máximo para a temperatura do forno. Usado para prevenir dano acidental às colunas. O intervalo é de 70 a 425 °C. Observe as recomendações do fabricante da coluna.

Para configurar o forno

- 1 Selecione **Método > Forno**.
- 2 Use a janela de configuração do forno para definir a Temperatura Máxima do Forno, o Tempo de Equilíbrio e as Temperaturas do Forno.
- 3 Quando todas as alterações tiverem sido efetuadas, selecione o ícone Salvar .

Configuração do Detector

Se você estiver operando com *coluna definida*, você tem a opção de dois modos de gases auxiliares. Para definir o gás auxiliar de um detector:

- 1 Selecione **Método > Detectores**, em seguida, selecione o detector que você deseja configurar.
- 2 Se disponível, selecione o tipo de gás auxiliar que é bombeado no detector. Dependendo do seu tipo de detector e da seleção do gás de arraste, o tipo de gás já pode estar definido para você.
- 3 Faça ou insira os parâmetros para o detector, conforme aplicável:
 - **Lit Offset.** FID e FPD+. Consulte **"Detectores"**.
 - **Prontidão.** Habilite se estiver usando este detector. Quando desativada, o GC ficará pronto mesmo que este dispositivo não tenha alcançado ou não possa alcançar seus setpoints.
 - **Offset Alvo.** Apenas NPD. Digite o offset alvo padrão. O GC tentará lentamente alcançar esse valor alvo depois que os fluxos do detector forem lidos, a temperatura estiver estável e o tempo de secagem da pérola tiver decorrido.
- 4 Quando todas as alterações tiverem sido efetuadas, selecione o ícone Salvar .

Configurações da Saída Analógica

Ao conectar o GC a um integrador ou gravador, o dispositivo deve ser rápido o suficiente para processar os dados provenientes do GC. Caso não seja possível acompanhar o GC, os dados poderão estar incorretos ou corrompidos. Isso geralmente é exibido na forma de picos ampliados e perda de resolução.

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

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

Caso esteja usando o recurso de picos rápidos, o integrador deverá operar em aproximadamente 15 Hz.

NOTA

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

Para alterar as configurações de saída analógica:

- 1 Selecione **Método > Sinal Analógico** e, em seguida, selecione **Sinal Analógico 1** ou **Sinal Analógico 2**.
- 2 Para utilizar picos rápidos nos canais de saída analógica, marque a caixa de seleção **Habilitar Picos** correspondentes.

Configuração do MSD

Configuração do MSD

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

5977B GC/MSD

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

Para alterar as configurações MSD:

- 1 Na touchscreen, selecione a página de configurações e, em seguida, a guia de configuração do MSD. Consulte **Figura 14**.

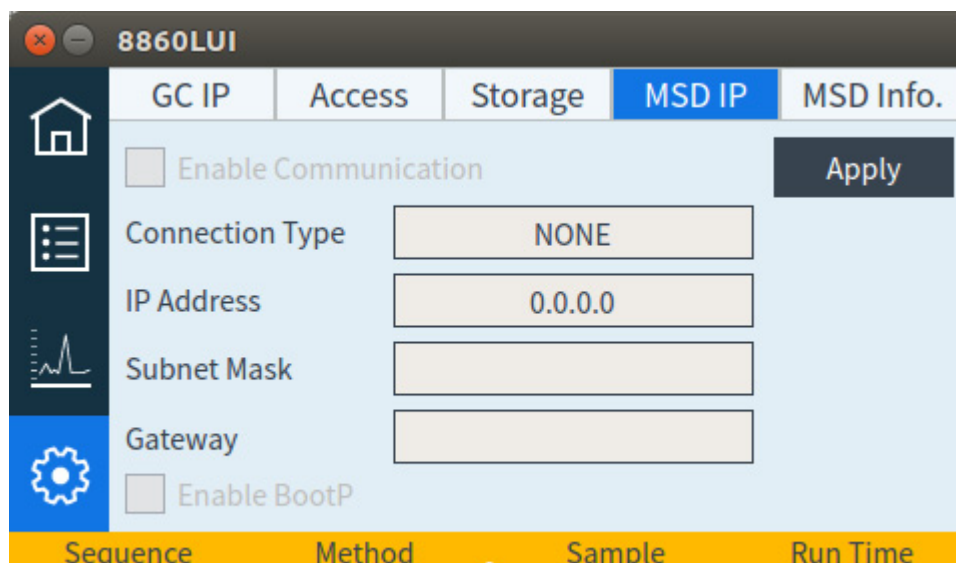


Figura 14. Página de configurações do MSD do detector

- 2 Insira detalhes para o MSD e controle-o.

Para habilitar ou desabilitar as comunicações do MS

Para desabilitar temporariamente comunicações do GC-MS:

- 1 Na interface do navegador, selecione **Método > Detectores** e selecione seu MS. Ou, na touchscreen, selecione a página de configurações e, em seguida, a guia de configuração do **MSD IP**.
- 2 Role até que a caixa de seleção **Habilitar Comunicação** esteja visível.
- 3 Marque ou desmarque a caixa de seleção ao lado de **Habilitar Comunicação** para habilitar ou desabilitar a comunicação com o MS.

Para utilizar o GC quando o MS estiver desligado

Para utilizar o GC enquanto o MS estiver sendo reparado ou passando por manutenção, faça o seguinte:

Tenha o cuidado de evitar configurações que enviem o gás de transporte para o MS, ou que aumentem a temperatura de peças que possam causar queimaduras enquanto se trabalha com o MS.

- 1 Desabilite as comunicações do MS. Consulte **“Para habilitar ou desabilitar as comunicações do MS”**.
- 2 Se necessário, desinstale por completo o MS do GC.

Configurações Diversas

O GC oferece a opção de alterar as unidades de pressão exibidas por ele.

Para alterar as unidades de pressão exibidas:

- 1 Selecione **Método > Configuração > Diversos**.
- 2 Selecione o tipo de unidade desejada na lista **Unidades de Pressão**.
 - **psi** — libra por polegada quadrada, lb./pol.²
 - **bar** — unidade cgs absoluta de pressão, dina/cm²
 - **kPa** — unidade mks de pressão, 10³ N/m²
- 3 Ative ou desative o ventilador lento para o forno.
- 4 Defina o tipo de Auxiliar Térmico.
- 5 Defina o volume do Loop, o Tempo de Passo e o BCD Invertido para todas as válvulas instaladas.
- 6 Quando todas as alterações tiverem sido efetuadas, selecione o ícone Salvar .

Prontidão

Os estados de vários componentes de hardware estão entre os fatores que determinam se o GC está Pronto para análise.

Sob algumas circunstâncias, você pode não desejar ter a prontidão de um componente específico levada em consideração na determinação de prontidão do GC. Este parâmetro lhe permite fazer tal escolha. Os seguintes componentes permitem que a prontidão seja ignorada: injetores, detectores, o forno e o PCM.

Por exemplo, suponha que um aquecedor do injetor está com defeito, mas você não planeja utilizar esse injetor hoje. Desmarcando a caixa de seleção **Habilitar** em **Prontidão** para esse injetor, você pode usar o restante do GC. Depois que o aquecedor for reparado, marque novamente a caixa de seleção ou a corrida pode começar antes que as condições do injetor estejam prontas.

Para ignorar a prontidão de um componente, clique em **Método> Prontidão**. Clique na caixa de seleção ao lado do componente desejado para remover sua marca de seleção.

Para reativar a prontidão de um componente, clique em **Método> Prontidão**. Clique na caixa de seleção ao lado do componente desejado para restaurar sua marca de seleção.

Caixa de Válvula

A caixa de válvulas é montada no topo do forno da coluna. Ela pode conter até três válvulas montadas em blocos aquecidos.

As posições das válvulas nos blocos são enumeradas. Nós sugerimos que as válvulas sejam instaladas nos blocos em ordem numérica.

Todas as válvulas aquecidas são controladas pelo mesmo ponto de ajuste de temperatura.

Para configurar uma válvula:

- 1 Selecione **Método > Configuração > Diversos**.
- 2 Para cada válvula instalada, selecione o tipo de válvula e, em seguida, defina o volume de loop, o tempo de passo e a inversão de BCD conforme aplicável ao tipo de válvula.
- 3 Quando todas as alterações tiverem sido efetuadas, selecione o ícone Salvar .

PCMs

Para configurar um PCM:

- 1 Selecione **Parâmetros > Configuração > PCMs**.
- 2 Selecione o modo auxiliar PCMs:
 - Pressão avançada: A pressão é sentida a montante da válvula proporcional de fluxo.
 - Pressão contrária: A pressão é sentida a montante da válvula proporcional de fluxo.
- 3 Selecione o tipo de gás para o canal 1, o canal de controle de pressão para a frente.
- 4 Selecione o tipo de gás para o canal auxiliar (canal 2).

O canal 1 do PCM fornece pressão direta ou controle de fluxo direto. Ele pode ser usado para fornecer fluxo de coluna ou pressão para sistemas com válvulas, dispositivos de preparação de amostras ou dispositivos de fluxo avançados, como splitters ou chaves.

O canal 2, ou o canal auxiliar, só pode fornecer regulação de pressão avançada quando bombeado normalmente, ou regulação de pressão contrária quando invertida. Assim sendo, o canal 2 (reverso) funciona como um vazamento controlado. Se a pressão de entrada cai abaixo do setpoint, o regulador pode ser fechado para restaurá-la. Se a pressão de entrada subir acima do setpoint, o regulador poderá ser aberto para restaurá-la.

Aux EPCs

Um controlador de pressão auxiliar oferece três canais de regulação de forward-pressure. Três módulos podem ser instalados para um total de nove canais.

A numeração dos canais depende de qual tipo de controlador está instalado. Em um único módulo, os canais são numerados e rotulados.

Para configurar um EPC Aux:

- 1 Selecione **Parâmetros > Configuração > EPCs Aux**.
- 2 Para cada canal, selecione o tipo de gás.

Conservação de Recurso	146
Métodos de Suspensão	147
Métodos Despertar e Condicionar	148
Para configurar o GC para Economizar Recursos	149

Esta seção descreve as funções de economia de recursos do GC.

Conservação de Recurso

O GC oferece uma agenda de instrumentos para conservar recursos como eletricidade e gases. Utilizando a agenda de instrumentos, você pode atribuir métodos para suspender, despertar e condicionar que permitem que você agende o uso de recursos. Um método **Suspender** define fluxos e temperaturas baixos. Um método **Despertar** define novos fluxos e temperaturas, geralmente para restaurar condições de operação. Um método **Condicionar** define fluxos e temperaturas para um tempo de corrida específico, normalmente alto o suficiente para limpar a contaminação, se houver.

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

Métodos de Suspensão

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

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

- **O detector.** Enquanto você pode reduzir a temperatura e o uso de gás, considere o tempo de estabilização requerido para preparar o detector para o uso. A economia de energia é mínima.
- **Dispositivos conectados.** Se conectados a um dispositivo externo, como um espectrômetro de massa, defina fluxos e temperaturas compatíveis.
- **Os injetores.** Mantenha fluxo o suficiente para prevenir a contaminação.

Confira a **Tabela 16** para obter recomendações gerais.

Tabela 16 Recomendações do método suspender

Componente do GC	Comentário
Colunas	• Mantenha algum fluxo de gás de arraste para proteger as colunas.
Forno	• Reduza a temperatura para economizar energia. • Desligue para salvar a maior parte da energia.
Injetores	Para todas os injetores: • Reduza temperaturas. Reduza temperaturas para 40 °C ou para Desligado para salvar a maior parte da energia.
Split/splitless	• Utilize o modo split para prevenir a difusão de contaminantes da linha de vent. Usado para reduzir a razão split. • Reduza a pressão. Considere utilizar os níveis atuais do economizador de gás, se aplicável.
PPIP/PCI	• Utilize o modo split para prevenir a difusão de contaminantes da linha de vent. Usado para reduzir a razão split. • Reduza a pressão. Considere utilizar os níveis atuais do economizador de gás, se aplicável. • Reduza temperaturas.
Detectores	
FID	• Apague a chama. (Isso desliga o hidrogênio e o fluxo de ar.) • Reduza temperaturas. (Mantenha a ou acima de 150 °C para reduzir a contaminação) • Desligue o fluxo auxiliar.
FPD+	• Apague a chama. (Isso desliga o hidrogênio e o fluxo de ar.) • Reduza temperaturas. • Deixe o bloco de emissão a 125-175 °C. • Reduza a linha de transferência para 150 °C. • Desligue o fluxo auxiliar.
ECD	• Reduza o fluxo auxiliar. Tente utilizar 15–20 mL/min e teste os resultados. • Mantenha a temperatura para evitar longos períodos de recuperação/estabilização.
NPD	• Mantenha fluxos e temperaturas. Suspender não é recomendado por conta dos tempos de recuperação e também porque o ciclo térmico pode reduzir o tempo de vida da Pérola.
TCD	• Mantenha o filamento ligado. • Mantenha a temperatura do bloco. • Reduza os fluxos de referência e auxiliar.

Tabela 16 Recomendações do método suspender (cont.)

Componente do GC	Comentário
Outros dispositivos	
Caixa da válvula	Reduza temperaturas. (Mantenha a temperatura da caixa de válvulas alta o suficiente para prevenir a condensação de amostras, se aplicável.)
Zonas térmicas auxiliares	Reduza ou desligue. Consulte também os manuais dos dispositivos conectados (por exemplo, do MSD conectado).
Pressões ou fluxos auxiliares	Reduza ou desligue conforme apropriado para colunas conectadas, linhas de transferência etc. Sempre consulte o manual dos dispositivos ou instrumentos conectados (por exemplo, de um MSD conectado) para manter pelo menos os fluxos ou pressões mínimos recomendados.

Métodos Despertar e Condicionar

O GC pode ser programado para despertar de várias maneiras:

- Carregando o último Método Ativo usado antes da suspensão
- Carregando o método **Despertar**
- Correndo um método chamado **Condicionar** e, em seguida, carregando o último Método Ativo
- Correndo um método chamado **Condicionar** e, em seguida, carregando o método **Despertar**

NOTA

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

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

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

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

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

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

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

Para configurar o GC para Economizar Recursos

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

- 1 Selecione **Parâmetros > Agendador**.
- 2 Se necessário, selecione a guia **Suspender/Acordar**.
- 3 Crie a **Agenda do Instrumento**. Você não precisa agendar eventos para todos os dias. Por exemplo, você pode agendar o GC para suspender na sexta-feira à noite e para despertar na segunda-feira de manhã, mantendo-o continuamente em condições de operação durante os dias da semana.
- 4 Selecione **Despertar** para cada dia desejado, conforme aplicável. Isso fará com que o método Despertar seja executado assim que o GC despertar nos dias escolhidos.
- 5 Insira a **Hora de Despertar** para cada dia desejado (com base em um relógio de 24 horas (por exemplo, 9:00 AM é 9:00, 9:00 PM é 21:00).
- 6 Selecione **Suspender** para cada dia desejado, conforme aplicável. Isso fará com que o método suspender seja executado antes de o GC entrar em suspensão nos dias escolhidos.
- 7 Insira a **Hora de Suspender** para cada dia desejado, com base em um relógio de 24 horas.
- 8 Se você quiser, edite os métodos de suspender, acordar ou condicionar. Selecione **Editar método de despertar**, **Editar método de condicionamento** ou **Editar método de suspensão**, conforme o necessário.
- 9 Selecione **Opções do Agendador**.
- 10 Decida como restaurar fluxos. Escolha as opções desejadas:
 - **Despertar no último método ativo antes da suspensão**: No momento especificado, o GC restaurará o último método ativo utilizado antes do início da suspensão.
 - **Executar corrida de condicionamento antes de despertar**: No momento especificado, o GC carregará o método de condicionamento. Esse método é executado uma vez.
- 11 Selecione **Aplicar**. As configurações são salvas no GC.

Programação do tempo do relógio	152
Uso de eventos de horário do relógio	152
Adicionar eventos à tabela de relógio	152
Excluir eventos de horário do relógio	152

Programação do tempo do relógio

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

Possíveis eventos de horário do relógio incluem:

- Controle de válvula
- Método e carregamento de sequência
- Sequências iniciais
- Iniciar corridas em branco e de preparação
- Mudanças na compensação da coluna
- Ajustes do offset do detector
- Iniciar corridas em branco e de preparação

Uso de eventos de horário do relógio

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

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

Adicionar eventos à tabela de relógio

- 1 Selecione **Parâmetros > Agendador> Tabela de relógio**.
- 2 Selecione **Adicionar**.
- 3 Escolha o seu **Tipo de relógio** e **Frequência**, nos respectivos menus suspensos.
- 4 Defina a Hora em que você deseja que este evento ocorra.
- 5 Selecione **Adicionar** para incluir esta entrada na tabela de relógio.
- 6 Selecione **Aplicar**.
- 7 Repita este processo até que todas as entradas sejam adicionadas.

Excluir eventos de horário do relógio

- 1 Selecione **Parâmetros > Agendador> Tabela de relógio**.
- 2 Toque ou clique **Selecionar**.
- 3 Toque ou clique no evento a excluir e selecione **Excluir**.
- 4 Selecione **Pronto** para aceitar as mudanças.
- 5 Selecione **Aplicar**.

Sobre o controle de fluxo e pressão 154

Pressão operacional máxima 155

Controladores de Pressão Auxiliar 156

Restritores 157

Selecionar uma frit 158

Exemplo: Uso de canais PCM 159

PIDs 160

Sobre o controle de fluxo e pressão

O GC usa quatro tipos de controladores eletrônicos de fluxo ou pressão; módulos injetores, módulos detectores, módulos de controle de pressão (PCMs) e controladores de pressão auxiliares (EPCs Aux).

Todos esses módulos são montados nos slots na parte superior traseira do GC. Os slots são identificados por números, como mostrado aqui.

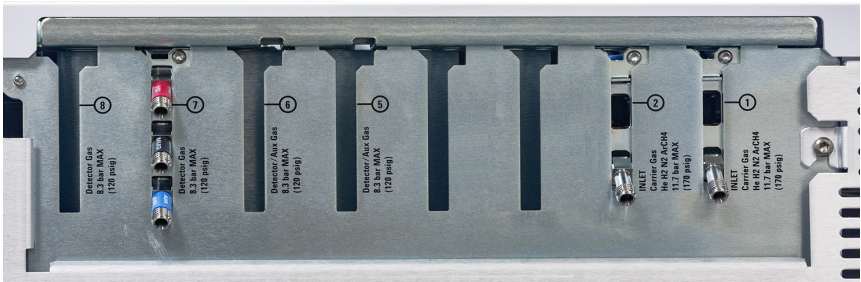


Figura 15. Slots do módulo EPC

Tabela 17 Módulos de EPC

Número	Uso
1	Módulo do injetor
2	Módulo do injetor
3	branco
4	branco
5	EPC aux
6	Módulo do detector/Aux EPC
7	Módulo do detector
8	Módulo do detector

Pressão operacional máxima

Recomendamos uma pressão operacional contínua máxima de 170 psi, para evitar desgaste excessivo e vazamentos.

Controladores de Pressão Auxiliar

O Controlador de Pressão Auxiliar (epc aux) também é um dispositivo de propósito geral. Ele tem três canais regulados independentes de forward-pressure. Os canais são designados pelos números de 1 a 3.

Restritores

Os canais Aux EPC e Aux PCM usam restritores do tipo frit para permitir um controle de vazão preciso. Para funcionar corretamente, deve haver uma resistência de fluxo adequada a jusante do sensor de pressão. Cada canal fornece um restritor do tipo frit. Quatro frits estão disponíveis.

Tabela 18 Frits de canais auxiliares

Marcação de frit	Resistência de fluxo	Característica de fluxo	Frequentemente usado com
Três anéis Azul	Alto	$3,33 \pm 0,3$ SCCM a 15 PSIG	Hidrogênio NPD
Dois anéis Vermelho	Médio	$30 \pm 1,5$ SCCM H ₂ a 15 PSIG	Hidrogênio FID
Um anel Marrom	Baixo	400 ± 30 SCCM AIR a 40 PSIG	Ar FID, Ar FPD+, QuickSwap, Divisor, Deans Switch
Nenhum (tubo de latão)	Zero	Sem restrição	Pressurização de vial de headspace

A frit de um anel (baixa resistência, alto fluxo) é instalada em todos os canais no EPC AUX quando o instrumento (ou acessório) é enviado. Nenhuma frit é enviada no canal Aux PCM.

Ao instalar ou substituir uma frit, use sempre um novo O-ring (5180-4181, 12/pk).

Selecionar uma frit

As frits alteram a faixa de controle dos canais. O objetivo é encontrar uma frit que possibilite a faixa necessária de fluxos a pressões de fonte razoáveis.

- Para um canal auxiliar ordenado como uma opção (parte do pedido do GC), use a frit fornecida pela fábrica.
- Para um canal auxiliar encomendado como acessório (separado do pedido do GC), consulte as informações de instrução fornecidas com o acessório.
- Para um instrumento que não seja da Agilent, experimente encontrar a frit adequada.

Quando você altera uma frit, você altera as características físicas do canal. Pode ser desejável (ou necessário) alterar as constantes PID para esse canal. Consulte **"PIDs"**.

Exemplo: Uso de canais PCM

Os dois canais em um PCM são diferentes. O canal 1 é usado para *fornecer* uma pressão. O canal 2 pode ser usado da mesma maneira, mas também pode ser usado para *manter* a pressão invertendo as conexões de entrada e saída.

Canal 1: Pressão avante

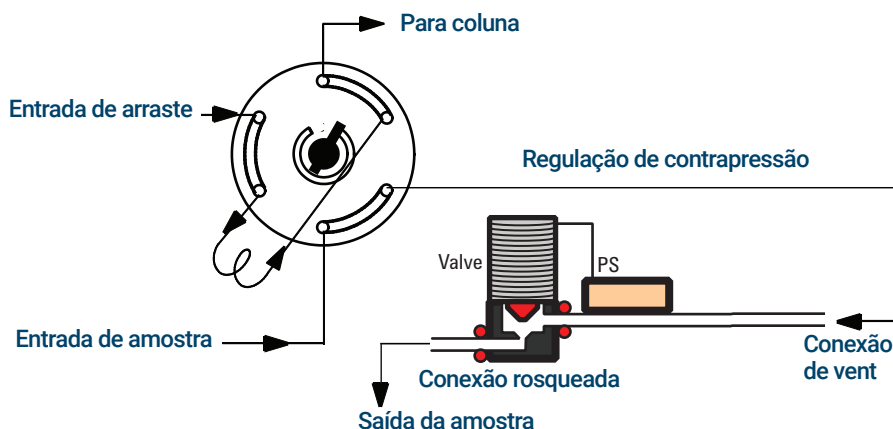
Isto é idêntico ao canal do gás de arraste para o injetor da coluna empacotada.

Canal 2: Canal de duas vias

Se o gás é fornecido na conexão rosqueada e entregue pela tubulação, isso funciona como um regulador de pressão avante. Porém, as conexões podem ser revertidas – exigindo alguns ajustes – de modo a manter o gás fornecido a uma pressão fixa. Assim sendo, ele funciona como um vazamento controlado.

Isso pode ser usado para manter o gás em uma válvula de amostragem de gás a uma pressão fixa, mesmo que o fornecimento varie um pouco. O resultado é uma melhor reprodutibilidade na quantidade da amostra.

A figura mostra as conexões com a válvula na posição de carga.



PIDs

O comportamento de um módulo de controle de pressão é governado por um conjunto de três constantes, chamadas **P** (proporcional), **I** (integral) e **D** (diferencial).

Determinados gases ou aplicações especiais (como pressurização de vial de headspace, divisor de fluxo e aplicações de backflush) exigem PIDs diferentes daqueles fornecidos de fábrica.

Se você precisar atualizar ou alterar os valores de PID pneumáticos de um aplicativo, use o programa utilitário no DVD de *Ferramentas e Manuais do Usuário do GC e do GC/MS* fornecido com o GC.

A tabela resume os valores PID personalizados necessários para aplicativos selecionados. Observe que, se você estiver atualizando um módulo EPC AUX, precisará alterar a frit do canal usado. Consulte também "**Restritores**."

Tabela 19 PIDs e frits

Aplicação	Módulo	Frit AUX	Selecione os valores de PID disponíveis
Pressurização de vial de headspace	EPC AUX	Sem cor ou anéis	EPC AUX_Headspace
Loop de amostra de headspace	PCM no controle de contrapressão		PCM_Headspace

Visão Geral de Injetores	162
Sobre o Injetor Split/Splitless	163
Selecionar o liner do injetor S/SL correto	163
Sobre o injetor de coluna empacotada com purga	165
Sobre o injetor de coluna empacotada	166
Sobre o injetor on-column	167
Modos de configuração do injetor do COC	167
Colunas sem fase	167

Visão Geral de Injetores

Tabela 20 Comparar injetores

Injetor	Coluna	Modo	Amostra concentração	Comentários	Amostra para coluna
Split/splitless	Capilar	Split Split pulsado*	Alto Alto		Muito pouco Muito pouco
		Splitless Splitless pulsado*	Baixo Baixo		Todos Todos
Coluna empacotada com purga	Empacotado Capilares grandes	n/d n/d	Qualquer Qualquer	OK se a resolução não for crítica	Todos Todos
Coluna empacotada	Empacotado	n/d	Qualquer		Todos
On-column resfriado	Capilar	n/d	Baixo ou instável	Discriminação mínima e decomposição	Todos

* Os modos split/splitless pulsado não estão disponíveis para injetores split/splitless em GCs equipados com EPR (regulação pneumática eletrônica).

Sobre o Injetor Split/Splitless

Esse injetor é usado para análises split, splitless, split pulsado ou splitless pulsado. Você pode escolher o modo de operação na lista de parâmetros do injetor. O *modo split* é geralmente usado para análises de componentes principais, enquanto o *modo splitless* é usado para análises de traço. Os *modos split pulsado* e *splitless pulsado* são usados para o mesmo tipo de análise como splitr/splitless, mas permitem a injeção de amostras maiores. O *modo de suspensão* é usado para criar métodos de suspensão ou se todo o gás precisar fluir para a coluna.

NOTA

Os modos com divisor pulsado e sem divisor pulsado não são compatíveis com GCs equipados com EPR (regulação pneumática eletrônica).

Esta entrada está disponível em ambos os GCs equipados com EPC (controle pneumático eletrônico) e EPR (regulagem pneumática eletrônica).

Selecionar o liner do injetor S/SL correto

Liner do divisor

Um bom liner para operação em modo com divisor oferecerá pouca restrição ao caminho de fluxo dividido entre a parte inferior do liner e a vedação de ouro do injetor e entre a parte externa do liner e o interior do corpo da porta de injeção. O liner preferido para modo split da Agilent, número de peça 5183-4647, incorpora um ponto de posicionamento na parte inferior do vidro para facilitar esse processo. Ele também tem lã de vidro na parte de dentro do liner que forneça vaporização completa da amostra em toda a faixa de ponto de ebulição da amostra. Selecione um liner adequado de **Tabela 21**.

Tabela 21 Liners do modo com divisor

Liner	Descrição	Volume	Modo	Desativado	Número de peça
	Gota de Baixa Pressão - Ponto de Posicionamento	870 µL	Divisor – Injeção rápida	Sim	5183-4647
	ID 4mm, Lã de Vidro	990 µL	Divisor – Injeção rápida	Não	19251-60540
	Queda de Baixa Pressão, Lã de Vidro	870 µL	Split	Sim	5190-2295

Liner sem divisor

NOTA

Os modos com divisor pulsado e sem divisor pulsado não são compatíveis com GCs equipados com EPR (regulação pneumática eletrônica).

O volume do liner deve conter o vapor do solvente. O liner deve ser desativado para minimizar a degradação da amostra durante o tempo splitless. O volume de vapor do solvente pode ser reduzido usando o modo pulsado sem divisor. Use a calculadora de volume de vapor para determinar os requisitos de volume de vapor.

Volume de vapor < 300 µL Use um liner de 2 mm (volume de 250 µL), 5181-8818 ou similar.

Volume de vapor 225 – 300 µL Considere o modo sem divisor pulsada para reduzir o volume de vapor.

Volume de vapor > 300 µL Use liner de 4 mm, 5062-3587 ou similar.

Volume de vapor > 800 µL Considere o modo sem divisor pulsada para reduzir o volume de vapor.

Para amostras termicamente instáveis ou reativas, use liners G1544-80700 (parte superior aberta) ou G1544-80730 (taper superior).

Tabela 22 Liner de modo sem divisor

Liner	Descrição	Volume	Modo	Desativado	Número de peça
	Taper único, lâ de vidro	900 uL	Splitless	Sim	5062-3587
	Taper único	900 uL	Splitless	Sim	5181-3316
	Taper duplo	800 uL	Splitless	Sim	5181-3315
	2 mm Quartzo	250 uL	Splitless	Não	18740-80220
	2 mm Quartzo	250 uL	Splitless	Sim	5181-8818
	1,5 mm	140 uL	Injeção direta, Purga e Trap, Headspace	Não	18740-80200
	Taper único, lâ de vidro	900 uL	Splitless	Sim	5062-3587
	Taper único	900 uL	Splitless	Sim	5181-3316
	4 mm Taper único	Conexão de coluna direta		Sim	G1544-80730
	4 mm Taper duplo	Conexão de coluna direta		Sim	G1544-80700

Sobre o injetor de coluna empacotada com purga

Esse injetor é usado com colunas empacotadas quando não são necessárias separações de alta eficiência. Também pode ser usado com colunas capilares wide bore se fluxos superiores a 10 mL/min forem aceitáveis.

O injetor é controlada por fluxo quando se utiliza uma coluna indefinida (colunas empacotadas), um fluxo ou pressão controlada ao usar colunas capilares.

Sobre o injetor de coluna empacotada

Esse injetor é usado com colunas empacotadas quando não são necessárias separações de alta eficiência.

O injetor é controlado por fluxo, independentemente de a coluna ser ou não definida.

Este injetor está disponível somente em GCs equipados com EPR (regulação pneumática eletrônica).

Sobre o injetor on-column

Este injetor introduz a amostra líquida diretamente em uma coluna capilar. Para fazer isso, tanto o injetor quanto o forno devem estar frios na injeção, no ponto de ebulição ou abaixo do ponto de ebulição do solvente.

Como a amostra não vaporiza imediatamente no injetor, os problemas com a discriminação da amostra e a alteração da amostra são minimizados. Se feito corretamente, a injeção de coluna fria também fornece resultados precisos e rigorosos.

Você pode operar o injetor no modo seguir o forno, onde a temperatura de entrada segue o forno da coluna, ou você pode programar até três rampas de temperatura.

Modos de configuração do injetor do COC

O hardware do injetor do COC deve ser configurado para um dos três usos, dependendo do tipo de injeção e do tamanho da coluna.

- 0,25 mm ou 0,32 mm automatizado na coluna.
- Coluna automática de 0,53 mm ou coluna sem fase
- 0,2 mm manual

Colunas sem fase

Como a amostra é injetada diretamente na coluna, é altamente recomendável que uma coluna sem fase – ou coluna de proteção – seja usada para proteger sua coluna. Uma coluna sem fase é uma coluna desativada conectada entre o injetor e a coluna analítica. Se você optar por usar uma, sugere-se que pelo menos 1 m de coluna sem fase seja instalada para cada 1 mL de amostra injetada. Informações sobre como solicitar retention gaps podem ser encontradas no catálogo da Agilent para consumíveis e suprimentos.

Sensor de hidrogênio	170
Logs de instrumentos	170
Calibração	170
Informação de status	170
Operação com um sistema de dados Agilent	170

Sensor de hidrogênio

O módulo do sensor do hidrogênio opcional verifica o hidrogênio livre não queimado no forno da coluna do GC. Durante a operação normal com hidrogênio como gás de arraste, vazamentos dos injetores ou detectores podem colocar o gás hidrogênio diretamente no forno. As misturas de hidrogênio e ar são potencialmente explosivas em concentrações de 4 a 74,2% de hidrogênio em volume. O sensor monitora o nível de hidrogênio livre no forno e acionará um desligamento de todos os fluxos de gás hidrogênio se a concentração de hidrogênio no forno for $> 1\%$.

No caso de um desligamento de segurança de hidrogênio, o GC registra o evento em seu log de eventos.

Consulte o manual de *solução de problemas* para obter mais informações sobre eventos de desligamento do GC e como resolvê-los.

O GC só pode desligar os fluxos de gás hidrogênio que foram configurados corretamente. Sempre configure os tipos de gás usados para os injetores, detectores e assim por diante.

Logs de instrumentos

O GC registrará os seguintes eventos do sensor de hidrogênio em seus logs de eventos:

- Desligamentos de segurança de hidrogênio iniciados pelo sensor de hidrogênio
- Calibrações
- Testes do sensor de hidrogênio

Calibração

O sensor de hidrogênio requer calibração periódica para uma performance ótima. Se o sensor não estiver calibrado dentro do cronograma ou se uma calibração falhar por qualquer motivo (por exemplo, falta de gás de calibração), o sensor continuará a usar os dados de calibração existentes.

Informação de status

Se uma calibração falhar, uma notificação aparecerá na guia de diagnósticos.

Operação com um sistema de dados Agilent

O uso do sensor de hidrogênio com um sistema de dados Agilent fornece recursos adicionais. Utilize o sistema de dados para:

- Imprimir relatórios de calibração. O relatório apresenta um gráfico de todos os dados de calibração armazenados no GC,
- Acesse o controle de cronograma de calibração automatizado (ligado/desligado).
- Armazene as informações de número do lote e de data de vencimento do cilindro de gás de calibração.

- Veja as informações de status do sensor de hidrogênio na interface do usuário de status do GC. O status mostra o percentual atual de nível de hidrogênio e todas as mensagens relacionadas ao sensor de hidrogênio.
- Coloque no gráfico o nível de hidrogênio medido como um sinal de diagnóstico, se desejado.
- Visualize e imprima todas as entradas registradas para calibrações, informações do cilindro e desligamentos.

Sobre a Verificação Cromatográfica 174

Preparando a Verificação Cromatográfica 175

Para Verificar a Performance do FID 177

Para verificar o desempenho do FID com um injetor de coluna empacotado (PCI) 177

Para verificar o desempenho de FID com um injetor de coluna empacotada com purga, split/splitless ou oncolumn 179

Para Verificar a Performance do TCD 183

Para verificar o desempenho do TCD com um injetor de coluna empacotado (PCI) 183

Para verificar o desempenho de TCD com um injetor de coluna empacotada com purga, split/splitless ou oncolumn 185

Para Verificar a Performance do NPD 189

Para Verificar a Performance do ECD 192

Para Verificar a Performance do FPD+ (Amostra 5188-5953) 195

Preparação 195

Performance do fósforo 195

Performance do enxofre 198

Para Verificar a Performance do FPD+ (amostra 5188-5245, Japão) 200

Preparação 200

Performance do fósforo 200

Performance do enxofre 203

Esta seção descreve o procedimento geral para a verificação de performance em relação aos padrões de fábrica originais. Os procedimentos de verificação descritos aqui pressupõem um GC que esteja em uso há algum período de tempo. Portanto, os procedimentos pedem que você realize o condicionamento térmico (bakeout), substitua os consumíveis e instale a coluna de verificação etc.

Sobre a Verificação Cromatográfica

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

Os testes assumem o seguinte:

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

Preparando a Verificação Cromatográfica

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

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

NOTA

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

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

Tabela 23 Peças recomendadas para cada verificação de injetor

Peça recomendada para verificação	Numero de peça
Injetor com divisor/sem divisor	
Seringa de 10µL	5181-1267
O-ring	5188-5365
Septo	5183-4757
Liner	5190-2295
Injetor de coluna empacotada com purga	
Seringa de 10µL	5181-1267
O-ring	5080-8898
Septo	5183-4757
Injetor de coluna empacotada	
Seringa de 10µL	5181-1267
O-ring	5080-8898
Septo	5183-4757

Tabela 23 Peças recomendadas para cada verificação de injetor

Peça recomendada para verificação	Numero de peça
Injetor On-Column Resfriado	
Septo	5183-4758
Porca do septo	19245-80521
Seringa de 5 µL para on-column	5182-0836
Agulha de 0,32 mm para seringa de 5µL	5182-0831
7693A ALS: Insert para suporte da agulha, COC	G4513-40529
Insert, sílica fundida, id de 0,32 mm	19245-20525

Tabela 24 Padrões de verificação

Padrão	Numero de peça	Número de ampolas
Verificação de FID	5188-5372	3
Verificação de TCD	18710-60170	3
Verificação de ECD	18713-60040	3
Verificação de NPD	18789-60060	3
Verificação de FPD+ (parationa metílica)	5188-5953	3
Verificação de headspace OQ/PV	5182-9733	1

Para Verificar a Performance do FID

O desempenho do FID é verificado de forma diferente, dependendo do injetor sendo usado. Para GCs equipados com um injetor de coluna empacotada (PCI), consulte **"Para verificar o desempenho do FID com um injetor de coluna empacotado (PCI)"**. Para todos os outros tipos de injetor, consulte **"Para verificar o desempenho de FID com um injetor de coluna empacotada com purga, split/splitless ou oncolumn"**.

Para verificar o desempenho do FID com um injetor de coluna empacotado (PCI)

- 1 Reúna o seguinte:
 - Coluna de avaliação, 10% OV-101, 1,5 m (5 pés), OD 1/8, ID 2 mm (G3591-81093)
 - Amostra FID MDL (5188-5372)
 - Iso-octano grau cromatografia
 - Frascos de 4-mL para solventes e descarte ou equivalente para autoinjeter
 - Vials de amostra de 2-mL ou equivalente, para amostras
 - Hardware do injetor e amostrador (Veja **"Preparando a Verificação Cromatográfica."**)
- 2 Verifique o seguinte:
 - Jet para coluna empacotada instalado. Se não, selecione e instale um jet para coluna empacotada.
 - Adaptador para coluna empacotada instalado. Se negativo, instale-o.
 - Gases de classe cromatográfica supridos e configurados: hélio como gás de arraste, nitrogênio, hidrogênio e ar.
 - Esvazie os vials de descarte posicionados na torre de amostragem.
 - Vial de solvente de 4-mL com tampa, preenchido com isooctano e inserido na posição Solvente A do autoinjeter.
- 3 Substitua os consumíveis (liner, septo, traps, seringa etc.) conforme necessário, para a verificação. Consulte **"Preparando a Verificação Cromatográfica"**.
- 4 Instale a coluna de avaliação. (Veja o procedimento para PCI no manual de manutenção.)
 - Faça o bake out da coluna de avaliação por, pelo menos, 30 min a 180 °C. (Veja o procedimento para PCI no manual de manutenção.)
 - Certifique-se de configurar a coluna.
- 5 Verifique a saída da linha de base do FID. O sinal de saída deve estar entre 5 pA e 20 pA e ser relativamente estável. (Se usar um gerador de gás ou gás ultra-puro, o sinal poderá se estabilizar abaixo de 5 pA.) Se o sinal de saída estiver fora da faixa ou for instável, resolva o problema antes de continuar.
- 6 Se o sinal de saída for muito baixo:
 - Certifique-se de que o eletrômetro está ligado.
 - Verifique se a chama está acesa.
 - Verifique se o sinal está sendo coletado para o detector correto.

7 Crie ou carregue um método com os valores de parâmetros listados em **Tabela 25**.

Tabela 25 Condições de verificação do FID - Injetor de coluna empacotada

Coluna e amostra	
Tipo	10% OV-101, 1,5 m (5 pés), OD 1/8, ID 2 mm (G3591-81093)
Amostra	Amostra FID MDL (5188-5732)
Fluxo da coluna	20 mL/min
Modo da coluna	Modo de fluxo
Injetor de coluna empacotada	
Temperatura	250 °C
Detector	
Temperatura	300 °C
Fluxo H2	30 mL/min
Fluxo de ar	400 mL/min
Fluxo auxiliar (N ₂)	DESL.
Modo	Fluxo auxiliar constante DESLIGADO
Chama	Ligado
Lit offset	Normalmente 2 pA
Forno	
Temperatura constante	180 °C
Tempo	15 min
Configurações do ALS (se instalado)	
Lavagens com amostra	2
Bombeamentos de amostra	6
Volume da lavagem de amostra	8 µL
Volume de injeção	1 µL
Tamanho da seringa	10 µL
Pré-lavagem de solvente A	2
Pós-lavagem de solvente A	2
Volume de lavagem de solvente A	8 µL
Modo de injeção (7693A)	Normal
Volume do intervalo de ar (7693A)	0,20
Atraso de viscosidade	0
Velocidade de dispensa da injeção (7693A)	6000
Espera de pré-injeção	0
Espera da pós-injeção	0

Tabela 25 Condições de verificação do FID (cont.)- Injetor de coluna empacotada

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

- 8 Se usar um sistema de dados, prepare-o para realizar um ciclo utilizando o método de verificação carregado. Garanta que o sistema de dados fornecerá um cromatograma.

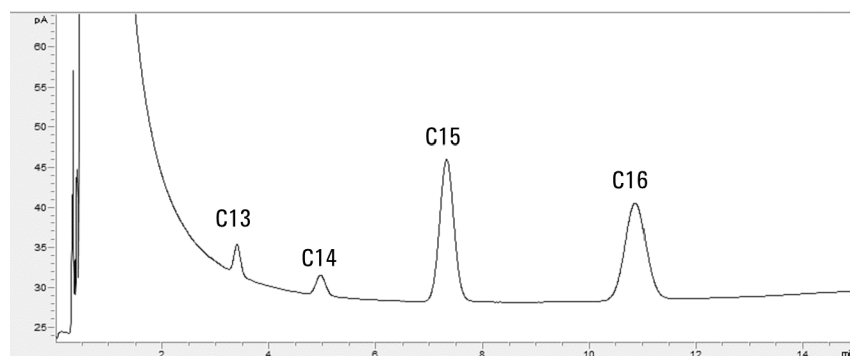
Se não usar um sistema de dados, crie uma sequência de exemplo usando a interface do navegador.

- 9 Dê início na corrida.

Ao realizar uma injeção utilizando um amostrador automático, inicie a corrida utilizando o sistema de dados ou, então, pressione  na interface do navegador.

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

- Pressione  para preparar o injetor para a injeção splitless.
- Assim que o GC estiver pronto, injete 1 µL da amostra de verificação e pressione  na interface do navegador.
- O seguinte cromatograma mostra resultados típicos para um detector novo, com novos consumíveis instalados nitrogênio como gás auxiliar.



Para verificar o desempenho de FID com um injetor de coluna empacotada com purga, split/splitless ou oncolumn

- Reúna o seguinte:
 - Coluna de avaliação, HP-5 30 m x 0,32 mm x 0,25 µm (19091J-413)
 - Amostra de avaliação de performance do FID (verificação) (5188-5372)
 - Iso-octano grau cromatografia
 - Frascos de 4-mL para solventes e descarte ou equivalente para autoinjeter
 - Vials de amostra de 2-mL ou equivalente, para amostras

- Hardware do injetor e amostrador (Veja "**Preparando a Verificação Cromatográfica.**")
- 2 Verifique o seguinte:
 - Jet para coluna capilar instalado. Se negativo, selecione e instale um jet para coluna capilar.
 - Adaptador de coluna capilar instalado. Se negativo, instale-o.
 - Gases de classe cromatográfica supridos e configurados: hélio como gás de arraste, nitrogênio, hidrogênio e ar.
 - Esvazie os vials de descarte posicionados na torre de amostragem.
 - Vial de solvente de 4-mL com tampa, preenchido com isooctano e inserido na posição Solvente A do autoinjeter.
 - 3 Substitua os consumíveis (liner, septo, traps, seringa etc.) conforme necessário, para a verificação. Consulte "**Preparando a Verificação Cromatográfica.**"
 - 4 Instale a coluna de avaliação.
 - Faça bakeout da coluna de avaliação por pelo menos 30 min a 180 °C.
 - Certifique-se de configurar a coluna.
 - 5 Verifique a saída da linha de base do FID. O sinal de saída deve estar entre 5 pA e 20 pA e ser relativamente estável. (Se usar um gerador de gás ou gás ultra-puro, o sinal poderá se estabilizar abaixo de 5 pA.) Se o sinal de saída estiver fora da faixa ou for instável, resolva o problema antes de continuar.
 - 6 Se o sinal de saída for muito baixo:
 - Certifique-se de que o eletrômetro está ligado.
 - Verifique se a chama está acesa.
 - Verifique se o sinal está sendo coletado para o detector correto.
 - 7 Crie ou carregue um método com os valores de parâmetros listados em **Tabela 26.**

Tabela 26 Condições de Verificação do FID

Coluna e amostra	
Tipo	HP-5, 30 m x 0,32 mm x 0,25 µm (19091J-413)
Amostra	Verificação do FID 5188-5372
Fluxo da coluna	6,5 mL/min
Modo da coluna	Fluxo constante para GCs equipados com EPC. Modo de pressão constante (30 psi) para GCs equipados com EPR.
Injetor split/splitless	
Temperatura	250 °C
Modo	Splitless
Fluxo de purga	40 mL/min
Tempo de purga	0,5 min
Economizador de gás	Desl.

Tabela 26 Condições de Verificação do FID

Injetor de coluna empacotada com purga	
Temperatura	250 °C
Injetor On-Column Resfriado	
Temperatura	Seguir forno
Purga do septo	15 mL/min
Detector	
Temperatura	300 °C
Fluxo H ₂	30 mL/min
Fluxo de ar	400 mL/min
Fluxo auxiliar (N ₂)	25 mL/min
Lit offset	Normalmente 2 pA
Forno	
Temp. inicial	75 °C
Tempo inicial	0,5 min
Taxa 1	20 °C/min
Temp. final	190 °C
Tempo final	0 min
Configurações do ALS (se instalado)	
Lavagens com amostra	2
Bombeamentos de amostra	6
Volume da lavagem de amostra	8 (máximo)
Volume de injeção	1 µL
Tamanho da seringa	10 µL
Pré-lavagem de solvente A	2
Pós-lavagem de solvente A	2
Volume de lavagem de solvente A	8
Pré-lavagem de solvente B	0
Pós-lavagem de solvente B	0
Volume de lavagem de solvente B	0
Modo de injeção (7693A)	Normal
Volume do intervalo de ar (7693A)	0,20
Atraso de viscosidade	0
Velocidade de dispensa da injeção (7693A)	6000
Espera de pré-injeção	0
Espera da pós-injeção	0

Tabela 26 Condições de Verificação do FID

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

- 8** Se usar um sistema de dados, prepare-o para realizar um ciclo utilizando o método de verificação carregado. Garanta que o sistema de dados fornecerá um cromatograma.

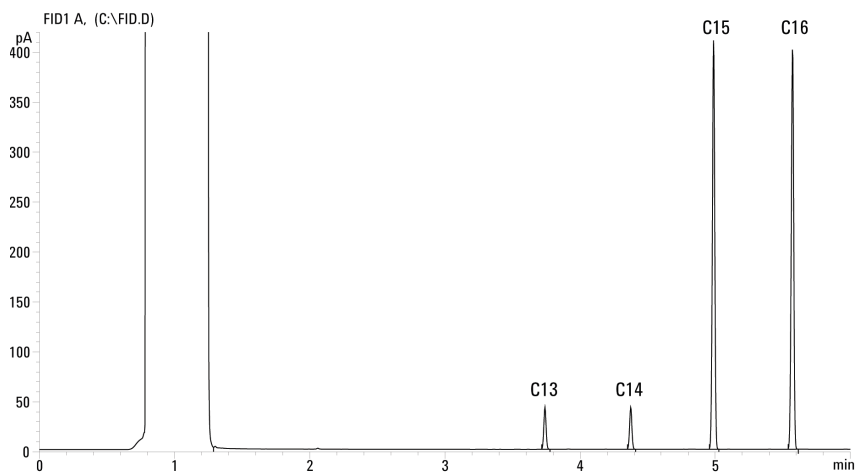
Se não usar um sistema de dados, crie uma sequência de exemplo usando a interface do navegador do GC.

- 9** Dê início na corrida.

Ao realizar uma injeção utilizando um amostrador automático, inicie a corrida utilizando o sistema de dados ou, então, pressione .

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

- Selecione  para preparar o injetor para a injeção splitless.
- Assim que o GC estiver pronto, injete 1 µL da amostra de verificação e selecione  no GC.
- O seguinte cromatograma mostra resultados típicos para um detector novo, com novos consumíveis instalados nitrogênio como gás auxiliar.



Para Verificar a Performance do TCD

O desempenho do TCD é verificado de forma diferente, dependendo do injetor sendo usado. Para GCs equipados com um injetor de coluna empacotada (PCI), consulte **"Para verificar o desempenho do TCD com um injetor de coluna empacotado (PCI)"**. Para todos os outros tipos de injetor, consulte **"Para verificar o desempenho de TCD com um injetor de coluna empacotada com purga, split/splitless ou oncolumn"**.

Para verificar o desempenho do TCD com um injetor de coluna empacotado (PCI)

- 1 Reúna o seguinte:
 - Coluna de avaliação, 10% OV-101, 1,5 m (5 pés), OD 1/8, ID 2 mm (G3591-81093)
 - Amostra de avaliação de performance do FID/TCD (verificação) (18710-60170)
 - Frascos de 4-mL para solventes e descarte ou equivalente para autoinjeter
 - Hexano grau cromatografia
 - Vials de amostra de 2-mL ou equivalente, para amostras
 - Hélio de classe cromatográfica como gás de arraste, auxiliar e referência
 - Hardware do injetor e amostrador (Veja **"Preparando a Verificação Cromatográfica."**)
- 2 Verifique o seguinte:
 - Gases de classe cromatográfica supridos e configurados: hélio como gás de arraste e gás de referência.
 - Esvazie os vials de descarte posicionados na torre de amostragem.
 - Vial de solvente de 4-mL com tampa preenchido com hexano e inserido na posição Solvente A do autoinjeter.
- 3 Substitua os consumíveis (liner, septo, traps, seringa etc.) conforme necessário, para a verificação. Consulte **"Preparando a Verificação Cromatográfica."**
- 4 Instale a coluna de avaliação. (Veja o procedimento para PCI no manual de manutenção.)
 - Faça o bake out da coluna de avaliação por, pelo menos, 30 min a 180 °C. (Veja o procedimento para **PCI** no manual de manutenção.)
 - Configure a coluna
- 5 Crie ou carregue um método com os valores de parâmetros listados em **Tabela 27**.

Tabela 27 Condições de verificação do TCD - Injetor de coluna empacotada

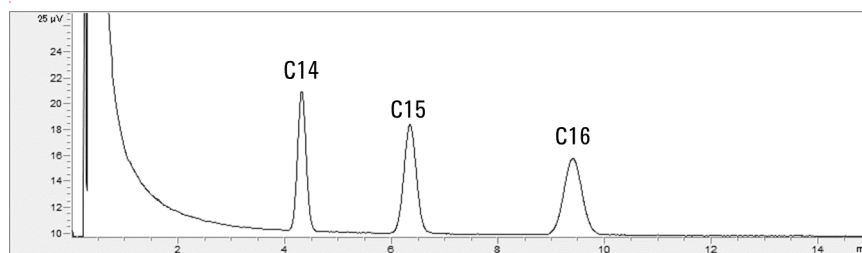
Coluna e amostra	
Tipo	10% OV-101, 1,5 m (5 pés), OD 1/8, ID 2 mm (G3591-81093)
Amostra	Verificação de FID/TCD 18710-60170
Fluxo da coluna	20 mL/min
Modo da coluna	Modo de fluxo

Tabela 27 Condições de verificação do TCD (cont.)- Injetor de coluna empacotada

Injetor de coluna empacotada	
Temperatura	250 °C
Detector	
Temperatura	300 °C
Fluxo de referência (He)	20 mL/min
Fluxo auxiliar (He)	DESL.
Saída linha de base	< 30 contagens exibidas no Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition (< 750 μ V)
Forno	
Temp constante	180 °C
Tempo	15 min
Configurações do ALS (se instalado)	
Lavagens com amostra	2
Bombeamentos de amostra	6
Volume da lavagem de amostra	8 μ L
Volume de injeção	1 μ L
Tamanho da seringa	10 μ L
Pré-lavagem de solvente A	2
Pós-lavagem de solvente A	2
Volume de lavagem de solvente A	8 μ L
Modo de injeção (7693A)	Normal
Volume do intervalo de ar (7693A)	0,20
Atraso de viscosidade	0
Velocidade de dispensa da injeção (7693A)	6000
Espera de pré-injeção	0
Espera da pós-injeção	0
Injeção manual	
Volume de injeção	2 μ L
Sistema de dados	
Taxa de dados:	5 Hz

- 6 Exiba a saída do sinal. Uma saída estável a qualquer valor entre 12,5 e 750 μ V (inclusive) é aceitável.
- Se a saída da linha de base for < 0,5 unidades de exibição (< 12,5 μ V), verifique se o filamento detector está ligado. Se o resultado ainda for < 0,5 unidades de exibição (< 12,5 μ V), é preciso fazer a manutenção de seu detector.

- Se a saída da linha de base for > 30 unidades de exibição ($> 750 \mu V$), poderá haver contaminação química contribuindo para o sinal. Aqueça o TCD. Se limpezas repetidas não oferecem um sinal aceitável, cheque a pureza do gás. Use gases de maior pureza e/ou instale traps.
- 7 Se usar um sistema de dados, prepare-o para realizar um ciclo utilizando o método de verificação carregado. Garanta que o sistema de dados fornecerá um cromatograma.
 - 8 Dê início na corrida.
 Ao realizar uma injeção utilizando um amostrador automático, inicie a corrida utilizando o sistema de dados ou, então, pressione  no GC.
 Se realizar uma injeção manual (com ou sem sistema de dados):
 - a Clique em  para preparar o injetor para a injeção sem divisor.
 - b Assim que o GC estiver pronto, injete $1 \mu L$ da amostra de verificação e pressione  no GC.
 - c O seguinte cromatograma mostra resultados típicos para um detector novo, com consumíveis novos instalados.



Para verificar o desempenho de TCD com um injetor de coluna empacotada com purga, split/splitless ou oncolumn

- 1 Reúna o seguinte:
 - Coluna de avaliação, HP-5 30 m x 0,32 mm x 0,25 μm (19091J-413)
 - Amostra de avaliação de performance do FID/TCD (verificação) (18710-60170)
 - Frascos de 4-mL para solventes e descarte ou equivalente para autoinjeter
 - Hexano grau cromatografia
 - Vials de amostra de 2-mL ou equivalente, para amostras
 - Hélio de classe cromatográfica como gás de arraste, auxiliar e referência
 - Hardware do injetor e autoinjeter, consulte "**Preparando a Verificação Cromatográfica**".
- 2 Verifique o seguinte:
 - Gases de classe cromatográfica supridos e configurados: hélio como gás de arraste e gás de referência.
 - Esvazie os vials de descarte posicionados na torre de amostragem.

- Vial de solvente de 4-mL com tampa preenchido com hexano e inserido na posição Solvente A do autoinjeter.
- 3 Substitua os consumíveis (liner, septo, traps, seringa etc.) conforme necessário, para a verificação. Consulte "**Preparando a Verificação Cromatográfica.**"
 - 4 Instale a coluna de avaliação.
 - Faça bakeout da coluna de avaliação por pelo menos 30 min a 180 °C.
 - Configure a coluna
 - 5 Crie ou carregue um método com os valores de parâmetros listados em **Tabela 28.**

Tabela 28 Condições de Verificação de TCD

Coluna e amostra	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
Amostra	Verificação de FID/TCD 18710-60170
Fluxo da coluna	6,5 mL/min
Modo da coluna	Fluxo constante para GCs equipados com EPC. Modo de pressão constante (30 psi) para GCs equipados com EPR.
Injetor split/splitless	
Temperatura	250 °C
Modo	Splitless
Fluxo de purga	60 mL/min
Tempo de purga	0,75 min
Injetor de coluna empacotada com purga	
Temperatura	250 °C
Injetor On-Column Resfriado	
Temperatura	Seguir o forno
Purga do septo	15 mL/min
Detector	
Temperatura	300 °C
Fluxo de referência (He)	30 mL/min
Fluxo auxiliar (He)	2 mL/min
Saída linha de base	< 30 contagens exibidas no Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition (< 750 µV)
Forno	
Temp. inicial	75 °C

Tabela 28 Condições de Verificação de TCD (cont.)

Tempo inicial	0,5 min
Taxa 1	20 °C/min
Temp. final	190 °C
Tempo final	6,25 min
Configurações do ALS (se instalado)	
Lavagens com amostra	2
Bombeamentos de amostra	6
Volume da lavagem de amostra	8 (máximo)
Volume de injeção	1 µL
Tamanho da seringa	10 µL
Pré-lavagem de solvente A	2
Pós-lavagem de solvente A	2
Volume de lavagem de solvente A	8
Pré-lavagem de solvente B	0
Pós-lavagem de solvente B	0
Volume de lavagem de solvente B	0
Modo de injeção (7693A)	Normal
Volume do intervalo de ar (7693A)	0,20
Atraso de viscosidade	0
Velocidade de dispensa da injeção (7693A)	6000
Espera de pré-injeção	0
Espera da pós-injeção	0
Injeção manual	
Volume de injeção	1 µL
Sistema de dados	
Taxa de dados:	5 Hz

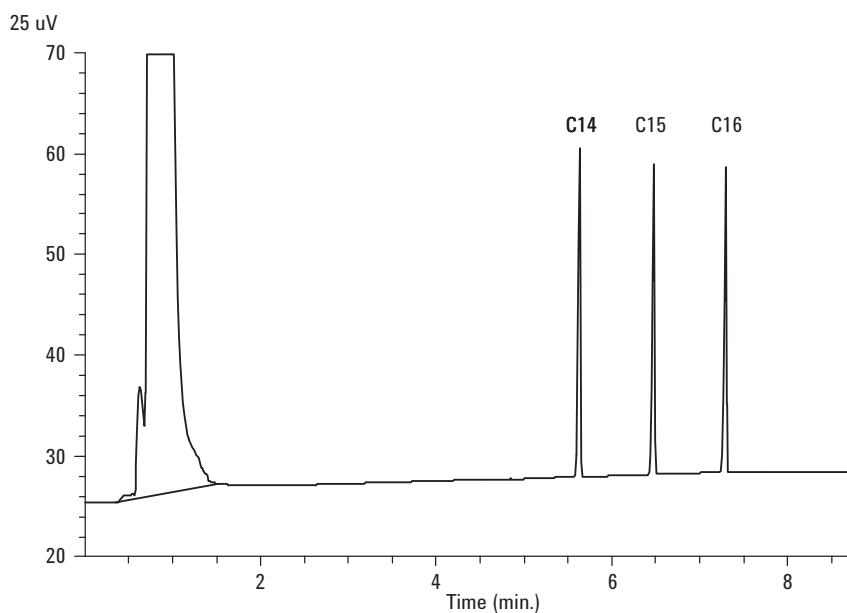
- 6 Exiba a saída do sinal. Uma saída estável a qualquer valor entre 12,5 e 750 µV (inclusive) é aceitável.
 - Se a saída da linha de base for < 0,5 unidades de exibição (< 12,5 µV), verifique se o filamento detector está ligado. Se o resultado ainda for < 0,5 unidades de exibição (< 12,5µV), é preciso fazer a manutenção de seu detector.
 - Se a saída da linha de base for > 30 unidades de exibição (> 750 µV), poderá haver contaminação química contribuindo para o sinal. Aqueça o TCD. Se limpezas repetidas não oferecem um sinal aceitável, cheque a pureza do gás. Use gases de maior pureza e/ou instale traps.
- 7 Se usar um sistema de dados, prepare-o para realizar um ciclo utilizando o método de verificação carregado. Garanta que o sistema de dados fornecerá um cromatograma.

8 Dê início na corrida.

Ao realizar uma injeção utilizando um amostrador automático, inicie a corrida utilizando o sistema de dados ou, então, pressione .

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

- a** Selecione  para preparar o injetor para a injeção splitless sem divisor.
- b** Assim que o GC estiver pronto, injete 1 μL da amostra de verificação e selecione  na touchscreen.
- c** O seguinte cromatograma mostra resultados típicos para um detector novo, com consumíveis novos instalados.



Para Verificar a Performance do NPD

- 1 Reúna o seguinte:
 - Coluna de avaliação, HP-5 30 m x 0,32 mm x 0,25 µm (19091J-413)
 - Amostra de avaliação de performance do NPD (verificação) (18789-60060)
 - Frascos de 4-mL ou equivalente para solvente e descarte para o autoinjeter.
 - Iso-octano grau cromatografia
 - Vials de amostra de 2-mL ou equivalente, para amostras
 - Hardware do injetor e autoinjeter, consulte "**Preparando a Verificação Cromatográfica**".
- 2 Verifique o seguinte:
 - Jet para coluna capilar instalado. Se negativo, selecione e instale um jet para coluna capilar.
 - Gases de classe cromatográfica supridos e configurados: hélio como gás de arraste, nitrogênio, hidrogênio e ar.
 - Esvazie os vials de descarte posicionados na torre de amostragem.
 - Vial de 4-mL com tampa preenchido com isooctano e inserido na posição Solvente A do autoinjeter.
- 3 Substitua os consumíveis (liner, septo, traps, seringa etc.) conforme necessário, para a verificação. Consulte "**Preparando a Verificação Cromatográfica**."
- 4 Se houver, remova qualquer tampa de proteção das aberturas de vent dos controladores de pressão dos injetores.
- 5 Instale a coluna de avaliação.
 - Faça bakeout da coluna de avaliação por pelo menos 30 min a 180 °C.
 - Certifique-se de configurar a coluna.
- 6 Crie ou carregue um método com os valores de parâmetros listados em **Tabela 29**.

Tabela 29 Condições de Verificação do NPD

Coluna e amostra	
Tipo	HP-5, 30 m x 0,32 mm x 0,25 µm (19091J-413)
Amostra	Verificação do NPD 18789-60060
Modo da coluna	Fluxo constante
Fluxo da coluna	6,5 mL/min (hélio)

Tabela 29 Condições de Verificação do NPD (cont.)

Injetor split/splitless	
Temperatura	200 °C
Modo	Splitless
Fluxo de purga	60 mL/min
Tempo de purga	0,75 min
Injetor de coluna empacotada com purga	
Temperatura	200 °C
Injetor On-Column Resfriado	
Temperatura	Seguir forno
Purga do septo	15 mL/min
Detector	
Temperatura	300 °C
Fluxo H ₂	3 mL/min
Fluxo de ar	60 mL/min
Fluxo auxiliar (N ₂)	Auxiliar + coluna = 3 mL/min
Saída	20 unidades de exibição (20 pA)
Forno	
Temp. inicial	60 °C
Tempo inicial	0 min
Taxa 1	20 °C/min
Temp. final	200 °C
Tempo final	3 min

Tabela 29 Condições de Verificação do NPD (cont.)

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

7 Se usar um sistema de dados, prepare-o para realizar um ciclo utilizando o método de verificação carregado. Garanta que o sistema de dados fornecerá um cromatograma.

8 Dê início na corrida.

Se realizar uma injeção utilizando o amostrador automático, dê início utilizando o sistema de dados ou criando uma sequência de amostras e pressionando  na interface do navegador.

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

- a Selecione  para preparar o injetor para a injeção splitless.
- b Assim que o GC estiver pronto, injete 1 µL da amostra de verificação e pressione .
- c O seguinte cromatograma mostra resultados típicos para um detector novo, com consumíveis novos instalados.

Para Verificar a Performance do ECD

- 1 Reúna o seguinte:
 - Coluna de avaliação, HP-5 30 m x 0,32 mm x 0,25 µm (19091J-413)
 - Amostra de avaliação de performance do ECD (verificação) (18713-60040, Japão: 5183-0379)
 - Frascos de 4-mL ou equivalente para solvente e descarte para o autoinjeter.
 - Iso-octano grau cromatografia
 - Vials de amostra de 2-mL ou equivalente, para amostras
 - Hardware do injetor e autoinjeter, consulte "**Preparando a Verificação Cromatográfica**".
- 2 Verifique o seguinte:
 - Liner de mistura de sílica fundida limpo e instalado. Se negativo, instale-o.
 - Gases de classe cromatográfica supridos e configurados: hélio como gás de arraste, nitrogênio como auxiliar.
 - Esvazie os vials de descarte posicionados na torre de amostragem.
 - Vial de 4-mL com tampa preenchido com hexano e inserido na posição Solvente A do autoinjeter.
- 3 Substitua os consumíveis (liner, septo, traps, seringa etc.) conforme necessário, para a verificação. Consulte "**Preparando a Verificação Cromatográfica**".
- 4 Instale a coluna de avaliação.
 - Faça bakeout da coluna de avaliação por pelo menos 30 minutos a 180 °C.
 - Certifique-se de configurar a coluna.
- 5 Exiba a saída de sinal para determinar o sinal da linha de base. Uma saída estável com linha de base de qualquer valor entre 0,5 e 1.000 Hz (unidades de exibição do OpenLAB CDS ChemStation Edition) (inclusive) é aceitável.
 - Se a saída da linha de base for < 0,5 Hz, verifique se o eletrômetro está ligado. Se a saída ainda for de < 0,5 Hz, seu detector precisa de manutenção.
 - Se a saída da linha de base for > 1000 Hz, poderá haver contaminação química contribuindo para o sinal. Faça bakeout do ECD. Se limpezas repetidas não oferecem um sinal aceitável, cheque a pureza do gás. Use gases de maior pureza e/ou instale traps.
- 6 Crie ou carregue um método com os valores de parâmetros listados em **Tabela 30**.

Tabela 30 Condições de Verificação do ECD

Coluna e amostra	
Tipo	HP-5, 30 m x 0,32 mm x 0,25 µm (19091J-413)
Amostra	Verificação do ECD (18713-60040 ou Japão: 5183-0379)
Modo da coluna	Fluxo constante
Fluxo da coluna	6,5 mL/min (hélio)

Tabela 30 Condições de Verificação do ECD (cont.)

Injetor split/splitless	
Temperatura	250 °C
Modo	Splitless
Fluxo de purga	60 mL/min
Tempo de purga	0,75 min
Injetor de coluna empacotada com purga	
Temperatura	250 °C
Injetor On-Column Resfriado	
Temperatura	Seguir forno
Purga do septo	15 mL/min
Detector	
Temperatura	300 °C
Fluxo auxiliar (N2)	25 mL/min (constante + auxiliar)
Saída linha de base	Deve ser de < 1000 contagens de exibição. Em Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition (< 1.000 Hz)
Forno	
Temp. inicial	80 °C
Tempo inicial	0 min
Taxa 1	15 °C/min
Temp. final	180 °C
Tempo final	10 min

Tabela 30 Condições de Verificação do ECD (cont.)

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

- 7 Se usar um sistema de dados, prepare-o para realizar um ciclo utilizando o método de verificação carregado. Garanta que o sistema de dados fornecerá um cromatograma.
- 8 Dê início na corrida.
 Ao realizar uma injeção utilizando um amostrador automático, inicie a corrida utilizando o sistema de dados ou, então, pressione .
 Se realizar uma injeção manual (com ou sem sistema de dados):
 - a Selecione  para preparar o injetor para a injeção splitless.
 - b Assim que o GC estiver pronto, injete 1 µL da amostra de verificação e pressione .
- 9 O seguinte cromatograma mostra resultados típicos para um detector novo, com consumíveis novos instalados. O pico de Aldrin não estará presente quando se utilizar a amostra japonesa 5183-0379.

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

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

Preparação

- 1 Reúna o seguinte:
 - Coluna de avaliação, HP-5 30 m x 0,32 mm x 0,25 μ m (19091J-413)
 - Amostra de avaliação de performance do FPD+ (5188-5953), 2,5 mg/L ($\pm$ 0,5%) parationa metílica em isoctano
 - Filtro de fósforo
 - Filtro de enxofre e espaçador de filtro
 - Frascos de 4-mL ou equivalente para solvente e descarte para o autoinjeter.
 - Vials de amostra de 2-mL ou equivalente, para amostras
 - Isoctano de classe cromatográfica para solvente de lavagem de seringa.
 - Hardware do injetor e autoinjeter, consulte "[Preparando a Verificação Cromatográfica](#)".
- 2 Verifique o seguinte:
 - Gases de classe cromatográfica supridos e configurados: hélio como gás de arraste, nitrogênio, hidrogênio e ar.
 - Esvazie os vials de descarte posicionados na torre de amostragem.
 - Vial de 4-mL com tampa preenchido com isoctano e inserido na posição Solvente A do autoinjeter.
- 3 Substitua os consumíveis (liner, septo, traps, seringa etc.) conforme necessário, para a verificação. Consulte "[Preparando a Verificação Cromatográfica](#)".
- 4 Verifique se **Lit Offset** está configurado corretamente. Normalmente, deve estar a cerca de 2,0 pA para o método de verificação.
- 5 Instale a coluna de avaliação.
- 6 Configure o forno, o injetor e o detector para 250 °C e aqueça por pelo menos 15 minutos.
- 7 Certifique-se de configurar a coluna.

Performance do fósforo

- 1 Se ainda não estiver instalado, instale o filtro de fósforo.
- 2 Crie ou carregue um método com os valores de parâmetros listados em [Tabela 31](#).

Tabela 31 Condições de Verificação do FPD+ (P)

Coluna e amostra	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
Amostra	Verificação do FPD (5188-5953)
Modo da coluna	Fluxo constante
Fluxo da coluna	6,5 mL/min
Injetor split/splitless	
Temperatura	180 °C split/splitless
Modo	Splitless
Fluxo de purga	60 mL/min
Tempo de purga	0,75 min
Injetor de coluna empacotada com purga	
Temperatura	180 °C
Injetor On-Column Resfriado	
Temperatura	Seguir forno
Purga do septo	15 mL/min
Detector	
Temperatura	200 °C (Ligado)
Fluxo de hidrogênio	60 mL/min (Ligado)
Fluxo de ar (oxidante)	60 mL/min (Ligado)
Modo	Fluxo auxiliar constante DESLIGADO
Fluxo auxiliar	60 mL/min (Ligado)
Tipo de gás auxiliar:	Nitrogênio
Chama	Ligado
Lit offset	Normalmente 2 pA
Tensão no PMT	Ligado
Bloco de Emissão	125 °C

Tabela 31 Condições de Verificação do FPD+ (cont.)(P)

Forno	
Temp. inicial	70 °C
Tempo inicial	0 min
Taxa 1	25 °C/min
Temp. final 1	150 °C
Tempo final 1	0 min
Taxa 2	5 °C/min
Temp. final 2	190 °C
Tempo final 2	7 min
Configurações do ALS (se instalado)	
Lavagens com amostra	2
Bombeamentos de amostra	6
Volume da lavagem de amostra	8 (máximo)
Volume de injeção	1 µL
Tamanho da seringa	10 µL
Pré-lavagem de solvente A	2
Pós-lavagem de solvente A	2
Volume de lavagem de solvente A	8
Pré-lavagem de solvente B	0
Pós-lavagem de solvente B	0
Volume de lavagem de solvente B	0
Modo de injeção (7693A)	Normal
Volume do intervalo de ar (7693A)	0,20
Atraso de viscosidade	0
Velocidade de dispensa da injeção (7693A)	6000
Espera de pré-injeção	0
Espera da pós-injeção	0
Injeção manual	
Volume de injeção	1 µL
Sistema de dados	
Taxa de dados:	5 Hz

- 3 Acenda a chama do FPD+ se ela não estiver acesa.
- 4 Exiba a saída do sinal e monitore-a. Essa saída geralmente é executada em torno de 10. Aguarde até que o resultado se estabilize. Isso leva cerca de 1 hora.

Se a linha de base estiver muito alta:

- Verifique a instalação da coluna. Se estiver instalada muito para cima, a fase estacionária queima na chama, aumentando o valor do sinal medido
- Verifique se há vazamentos.
- Aqueça o detector e a coluna a 250 °C.
- Fluxos incorretos definidos para filtro instalado.

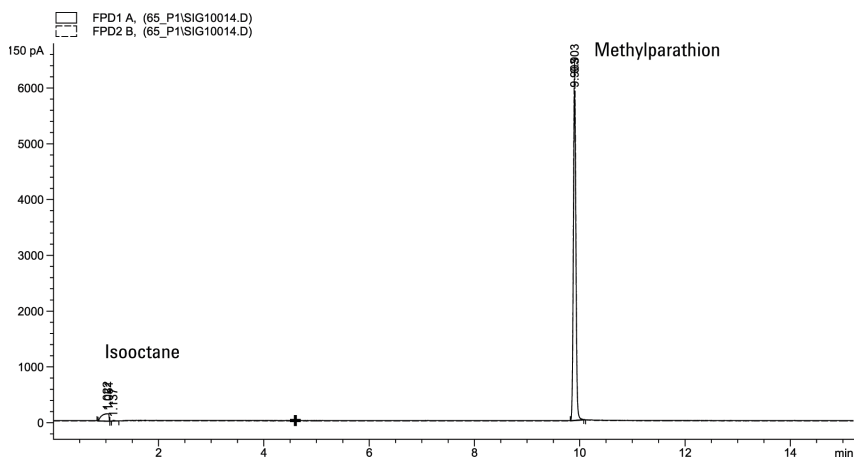
Se a linha de base de saída é zero, verifique se o eletrômetro está ligado e se a chama está acesa.

- 5 Se usar um sistema de dados, prepare-o para realizar um ciclo utilizando o método de verificação carregado. Garanta que o sistema de dados fornecerá um cromatograma.
- 6 Dê início na corrida.

Ao realizar uma injeção utilizando um amostrador automático, inicie a corrida utilizando o sistema de dados ou, então, pressione .

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

- a Selecione  para preparar o injetor para a injeção splitless.
- b Assim que o GC estiver pronto, injete 1 µL da amostra de verificação e pressione .
- c O seguinte cromatograma mostra resultados típicos para um detector novo, com consumíveis novos instalados.



Performance do enxofre

- 1 Instale o filtro do enxofre e o espaçador de filtro.
- 2 Acenda a chama do FPD+ se ela não estiver acesa.
- 3 Exiba a saída do sinal e monitore-a. Esse resultado normalmente se encontra entre 50 e 60, mas pode chegar a 70. Aguarde até que o resultado se estabilize. Isto leva cerca de 1 hora.

Se a linha de base estiver muito alta:

- Verifique a instalação da coluna. Se estiver instalada muito para cima, a fase estacionária queima na chama, aumentando o valor do sinal medido.
- Verifique se há vazamentos.

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

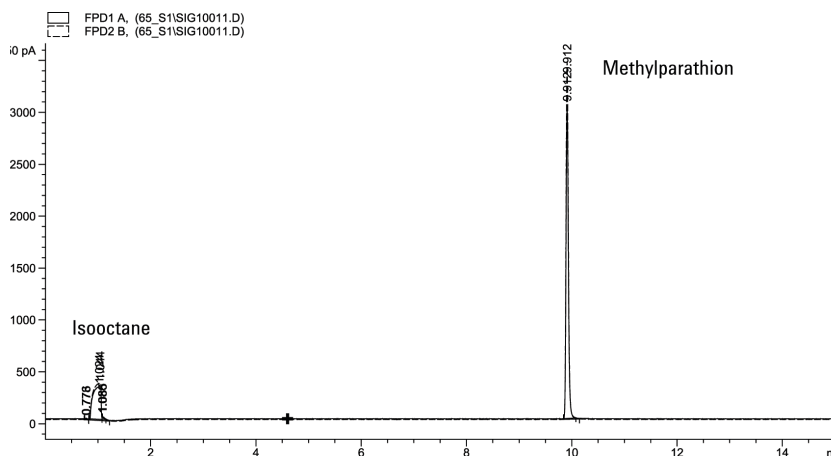
Se a linha de base de saída é zero, verifique se o eletrômetro está ligado e se a chama está acesa.

- Se usar um sistema de dados, prepare-o para realizar um ciclo utilizando o método de verificação carregado. Garanta que o sistema de dados fornecerá um cromatograma.
- Dê início na corrida.

Ao realizar uma injeção utilizando um amostrador automático, inicie a corrida utilizando o sistema de dados ou, então, pressione .

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

- Selecione  para preparar o injetor para a injeção splitless.
 - Assim que o GC estiver pronto, injete 1 µL da amostra de verificação e pressione .
- O seguinte cromatograma mostra resultados típicos para um detector novo, com consumíveis novos instalados.



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

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

Preparação

- 1 Reúna o seguinte:
 - Coluna de avaliação, DB5 15 m x 0,32 mm x 1,0 µm (123-5513)
 - Amostra de avaliação de desempenho de FPD (verificação) (5188-5245, Japão), composição: n-Dodecano 7499 mg/L ($\pm 5\%$), Dodecanetiol 2,0mg/L ($\pm 5\%$), Tributyl Fosfato 2,0mg/L ($\pm 5\%$), tert-Butildissulfídeo 1,0mg/L ($\pm 5\%$), com isooctano como solvente
 - Filtro de fósforo
 - Filtro de enxofre e espaçador de filtro
 - Frascos de 4-mL ou equivalente para solvente e descarte para o autoinjeter.
 - Vials de amostra de 2-mL ou equivalente, para amostras
 - Isoctano de classe cromatográfica para solvente de lavagem de seringa.
 - Hardware do injetor e autoinjeter, consulte "**Preparando a Verificação Cromatográfica**".
- 2 Verifique o seguinte:
 - Gases de classe cromatográfica supridos e configurados: hélio como gás de arraste, nitrogênio, hidrogênio e ar.
 - Esvazie os vials de descarte posicionados na torre de amostragem.
 - Vial de 4-mL com tampa preenchido com isooctano e inserido na posição Solvente A do autoinjeter.
- 3 Substitua os consumíveis (liner, septo, traps, seringa etc.) conforme necessário, para a verificação. Consulte "**Preparando a Verificação Cromatográfica**".
- 4 Verifique se o Lit Offset está configurado corretamente. Normalmente, deve estar a cerca de 2,0 pA para o método de verificação.
- 5 Instale a coluna de avaliação.
 - Configure o forno, o injetor e o detector para 250 °C e aqueça por pelo menos 15 minutos.
- 6 Configure a coluna.

Performance do fósforo

- 1 Se ainda não estiver instalado, instale o filtro de fósforo.
- 2 Crie ou carregue um método com os valores de parâmetros listados em **Tabela 32**.

Tabela 32 Condições de Verificação do Fósforo do FPD+

Coluna e amostra	
Tipo	DB-5MS, 15 m x 0,32 mm x 1,0 µm (123-5513)
Amostra	Verificação do FPD (5188-5245)
Modo da coluna	Fluxo constante
Fluxo da coluna	7,5 mL/min
Injetor split/splitless	
Temperatura	250 °C
Modo	Splitless
Fluxo de purga total	69,5 mL/min
Fluxo de purga	60 mL/min
Tempo de purga	0,75 min
Injetor de coluna empacotada com purga	
Temperatura	250 °C
Injetor On-Column Resfriado	
Temperatura	Seguir o forno
Purga do septo	15 mL/min
Detector	
Temperatura	200 °C (Ligado)
Fluxo de hidrogênio	60,0 mL/min (Ligado)
Fluxo de ar (oxidante)	60,0 mL/min (Ligado)
Modo	Fluxo auxiliar constante DESLIGADO
Fluxo auxiliar	60,0 mL/min (Ligado)
Tipo de gás auxiliar:	Nitrogênio
Chama	Ligado
Lit offset	Normalmente 2 pA
Tensão no PMT	Ligado
Bloco de Emissão	125 °C

Tabela 32 Condições de Verificação do Fósforo do FPD+ (cont.)

Forno	
Temp. inicial	70 °C
Tempo inicial	0 min
Taxa 1	10 °C/min
Temp. final	105 °C
Tempo final	0 min
Taxa 2	20 °C/min
Temp. final 2	190 °C
Tempo final 2	7,25 min para enxofre 12,25 min para fósforo
Configurações do ALS (se instalado)	
Lavagens com amostra	2
Bombeamentos de amostra	6
Volume da lavagem de amostra	8 (máximo)
Volume de injeção	1 µL
Tamanho da seringa	10 µL
Pré-lavagem de solvente A	2
Pós-lavagem de solvente A	2
Volume de lavagem de solvente A	8
Pré-lavagem de solvente B	0
Pós-lavagem de solvente B	0
Volume de lavagem de solvente B	0
Modo de injeção (7693A)	Normal
Volume do intervalo de ar (7693A)	0,20
Atraso de viscosidade	0
Velocidade de dispensa da injeção (7693A)	6000
Espera de pré-injeção	0
Espera da pós-injeção	0
Injeção manual	
Volume de injeção	1 µL
Sistema de dados	
Taxa de dados:	5 Hz

- 3 Acenda a chama do FPD+ se ela não estiver acesa.
- 4 Exiba a saída do sinal e monitore-a. Essa saída geralmente é executada em torno de 10. Aguarde até que o resultado se estabilize. Isso leva cerca de 1 hora.

Se a linha de base estiver muito alta:

- Verifique a instalação da coluna. Se estiver instalada muito para cima, a fase estacionária queima na chama, aumentando o valor do sinal medido.
- Verifique se há vazamentos.
- Aqueça o detector e a coluna a 250 °C.
- Fluxos incorretos definidos para filtro instalado.

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

- 5 Se usar um sistema de dados, prepare-o para realizar um ciclo utilizando o método de verificação carregado. Garanta que o sistema de dados fornecerá um cromatograma.

- 6 Dê início na corrida.

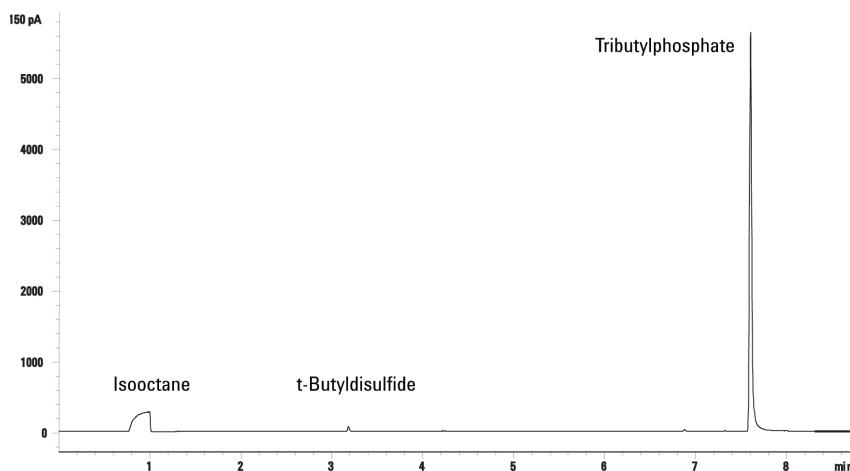
Ao realizar uma injeção utilizando um amostrador automático, inicie a corrida utilizando o sistema de dados ou, então, pressione .

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

a Selecione  para preparar o injetor para a injeção splitless.

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

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



Performance do enxofre

- 1 Instale o filtro de enxofre.
- 2 Acenda a chama do FPD+ se ela não estiver acesa.
- 3 Exiba a saída do sinal e monitore-a. Esse resultado normalmente se encontra entre 50 e 60, mas pode chegar a 70. Aguarde até que o resultado se estabilize. Isto leva cerca de 2 horas.

Se a linha de base estiver muito alta:

- Verifique a instalação da coluna. Se estiver instalada muito para cima, a fase estacionária queima na chama, aumentando o valor do sinal medido.

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

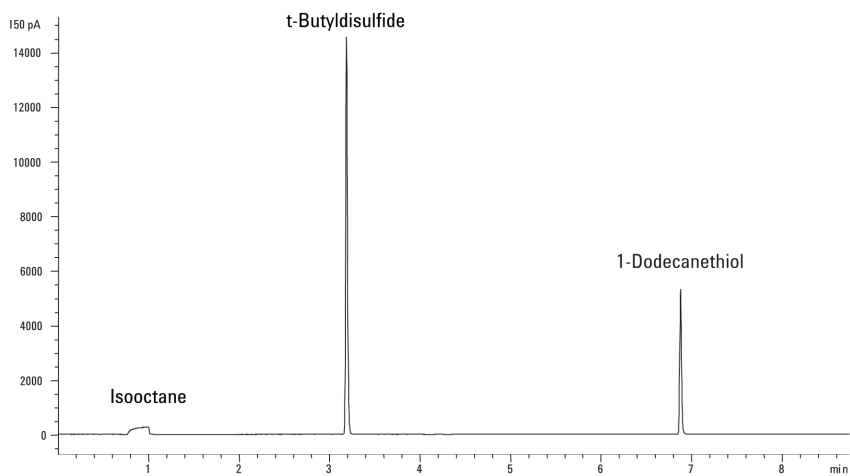
Se a linha de base de saída é zero, verifique se o eletrômetro está ligado e se a chama está acesa.

- 4 Se usar um sistema de dados, prepare-o para realizar um ciclo utilizando o método de verificação carregado. Garanta que o sistema de dados fornecerá um cromatograma.
- 5 Dê início na corrida.

Ao realizar uma injeção utilizando um amostrador automático, inicie a corrida utilizando o sistema de dados ou, então, pressione .

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

- a Selecione  para preparar o injetor para a injeção splitless.
 - b Assim que o GC estiver pronto, injete 1 µL da amostra de verificação e pressione .
- 6 O seguinte cromatograma mostra resultados típicos para um detector novo, com consumíveis novos instalados.



Fatores de conversão de unidades do FPD+ e do ECD **206**

Fatores de conversão do FPD+ **206**

Fator de conversão do ECD **207**

Utilizar os fatores de conversão **208**

Referências **209**

O GC 8860 está em conformidade com o seguinte padrão da empresa:
Q31/0115000033C005-2016-02.

O teste de metrologia chinesa do GC 8860 é realizado de acordo com o padrão da empresa Q31/0115000033C005-2016-02. Este capítulo fornece informações e técnicas que determinam adequadamente ruídos e desvios nos testes do FPD+ ou ECD.

Fatores de conversão de unidades do FPD+ e do ECD

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

Detector	Unidades de reportagem
FID	A
TCD	mV
NPD	A
FPD+	A
ECD	mV

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

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

- A escala aplicada a sinais analógicos vs. digitais
- Uma configuração de faixa de sinal analógico de 5 (2⁵) no GC
- O filtro exclusivo aplicado pelo ADC 35900
- As diferenças na largura de banda (BW) associadas ao canal digital do GC (5 Hz) e ao caminho analógico do ADC 35900 (3 Hz)

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

$$BW = \text{caminho do ADC 35900} / \text{caminho digital do GC} = \sqrt{(3 \text{ Hz} / 5 \text{ Hz})} = 0,7$$

Fatores de conversão do FPD+

Para o FPD+, o fator de conversão é o mesmo, independentemente da utilização do filtro de fósforo ou enxofre:

$$\text{FPD+ (fósforo): } 1 \text{ DU} = 1 \times 10^{-12} \text{ A}$$

$$\text{FPD+ (enxofre): } 1 \text{ DU} = 1 \times 10^{-12} \text{ A}$$

Fator de conversão do ECD

Para o ECD, o padrão da metrologia da China foi estabelecido com base em um modelo anterior do ECD. A Agilent relaciona unidades de exibição e Hz (a unidade-base de medição do ECD) em uma proporção diferente para o ECD em comparação com o ECD utilizado para desenvolver o padrão. O ECD correlaciona a DU a 1 Hz, enquanto o ECD mais antigo correlaciona 1 DU a 5 Hz. Portanto, a conversão também inclui a diferença na reportagem do sinal digital entre o ECD e o ECD. Para converter o resultado do ruído do ECD em um valor comparável à especificação do CMC, utilize a seguinte fórmula:

ECD: 1 DU = 0,2 mV

O fator de conversão do ECD mostra que o fator de conversão comparável do ECD seria $1 \text{ mV/DU} = 1 \text{ mV/1 Hz}$.

Utilizar os fatores de conversão

Para usar os fatores de conversão, multiplique o ruído ASTM reportado pelo sistema de dados Agilent para o caminho do sinal digital do GC pelo fator de conversão apropriado.

Por exemplo, considere aplicar fatores de conversão do FPD+ e do ECD a uma amostragem estatística de performances de ruídos digitais medidos pelos dois detectores da Agilent:

Ruído ASTM médio do FPD+, DU¹²: 1,54

Ruído ASTM médio do ECD, DU³: 0,16

Aplicando fatores de conversão:

FPD+: $1,54 \text{ DU} \times (1 \times 10^{-12} \text{ A/1 DU}) = 1,54 \times 10^{-12} \text{ A}$

ECD: $0,16 \text{ DU} \times (0,2 \text{ mV/1 DU}) = 0,032 \text{ mV}$

- 1 Os dados da Agilent para o ruído do FPD+, neste exemplo, representa apenas o modo de enxofre.
- 2 Os dados coletados por questões de comparação devem ser adquiridos com um desvio nominal do FPD de < 100 DU no modo de enxofre e < 20 DU no modo de fósforo e a uma taxa de dados de 5 Hz.
- 3 Os dados coletados por questões de comparação devem ser adquiridos com uma linha de base nominal a ou abaixo de 150 DU e a uma taxa de dados de 5 Hz.

Referências

Publicação 5964-0282E "Cálculo de fatores de performance do cromatógrafo a gás HP 6890 utilizando diferentes dispositivos de manuseio de dados" da Agilent Technologies.

Publicação 5091-9207E "Cálculo de fatores de performance do cromatógrafo a gás HP 6890 utilizando diferentes dispositivos de manuseio de dados" da Agilent Technologies.

Publicação 5965 8901E "Cálculo de fatores de performance do cromatógrafo a gás HP 6890 utilizando diferentes dispositivos de manuseio de dados" da Agilent Technologies.

Os termos em **Tabela 33** são usados na discussão deste produto. Eles são coletados aqui para sua conveniência.

Tabela 33 Termos

Termo	Definição
ADC	Conversor analógico para digital
ALS	Amostrador automático de líquidos
AS	Amostrador automático
BCD	Decimal codificado binário
COC	Injetor on column
DHCP	Protocolo de criação de host dinâmico
ECD	Detector de captura de elétron
ELVDS	Porta para comunicações externas com MSDs Agilent
EMF	Feedback de manutenção antecipada
EPC	Controle pneumático eletrônico
EPR	Regulação pneumática eletrônica
FID	Detector de ionização de chama
FPD+	Detector fotométrico de chama plus
GC	Cromatógrafo a gás
HS	Amostrador headspace
LAN	Rede local
LUI	Interface de usuário local
LVDS	Sinalização diferencial de baixa tensão
MS	Espectrômetro de massa
MSD	Detector seletivo de massa
NPD	Detector de nitrogênio e fósforo
NTP	Temperatura e pressão normais (25 °C e 1 atmosfera)
PCI	Injetor de coluna empacotada
PCM	Módulo de controle de pressão
PID	Integral proporcional e diferencial
PP	Injetor para Colunas Empacotadas com Purga
PTFE	Politetrafluoretileno
SSL	Injetor split/splitless
TCD	Detector de condutividade térmica

Esta página foi intencionalmente deixada em branco.

www.agilent.com

© Agilent Technologies, Inc. 2019

Segunda edição, julho de 2019



G2790-90015

