MSD Série Agilent 5977

Manual de Operação

Agilent Technologies

Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2013

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

Código do manual

G3870-98003

Edição

Segunda edição, maio 2013

Primeira edição, fevereiro 2013

Impresso nos EUA

Agilent Technologies, Inc.
5301 Stevens Creek Boulevard
Santa Clara, CA 95052

Garantia

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

Avisos de segurança

CUIDADO

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

ADVERTÊN-

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

Sobre este manual

Este manual contém informações de operação e manutenção dos sistemas detectores seletivos de massa (MSD) Agilent série 5977.

1 "Introdução"

O capítulo 1 fornece informações gerais sobre os MSDs da série 5977, incluindo descrição de hardware, avisos de segurança gerais e informações de segurança relacionadas a hidrogênio.

2 "Instalar Colunas do GC"

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

3 "Operar no Modo de Impacto de Elétrons (EI)"

O capítulo 3 descreve as tarefas básicas, como configuração de temperatura, monitoramento de pressão, ajuste, ventilação e bombeamento. Boa parte das informações deste capítulo também se aplicam à operação de CI.

4 "Operar no Modo de Ionização Química (CI)"

O capítulo 4 descreve as tarefas adicionais necessárias de operação no modo CI.

5 "Manutenção Geral"

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

6 "Manutenção de CI"

O capítulo 6 descreve procedimentos de manutenção exclusivos para MSDs CI.

Informações de usuário on-line

Agora a documentação do seu instrumento da Agilent fica toda em um único local, sempre à mão.

O DVD de software enviado juntamente com o instrumento inclui um conjunto extensivo de ajuda on-line, vídeos e manuais para o **GC 7890B**, **GC 7820**,**MSD série 5977** e o **ALS 7693B** Agilent. Estão incluídas as traduções das informações mais necessárias, como:

- Documentação de apresentação do produto
- Guias de segurança e regulamentação
- Informações de instalação
- Guias de operação
- Informações de manutenção
- Detalhes de solução de problemas

Conteúdo

1 Introdução

Versão do MSD Série 5977 10

Abreviações Utilizadas 11

MSD Série 5977 13

Descrição do Hardware do MSD15 16

Avisos Importantes de Segurança 18

Segurança do Hidrogênio 21

Precauções do GC 22

Certificações de Segurança e Regulamentação 26

Limpeza/Reciclagem do Produto 29

Derramamento de líquido 29

Mudar de lugar ou armazenar o MSD 29

Substituir os fusíveis primários 30

2 Instalar Colunas do GC

Colunas 34

Instalar uma Coluna Capilar em uma Entrada com Divisor/sem Divisor 37

Acondicionar uma Coluna Capilar 41

Instalar uma Coluna Capilar na Interface GC/MS 42

3 Operar no Modo de Impacto de Elétrons (EI)

Operar o MSD pelo Sistema de Dados 46

Operar o MSD pelo LCP 46

Modos de operação 46

Mensagens de status do LCP 48

Para exibir o status do sistema durante a inicialização 49

Menus do LCP 49

A Interface GC/MSD EI 53

Antes de Ligar o MSD 55

Bombear 57

Controlar temperaturas 57

Controlar o fluxo da coluna 58

Ventilar o MSD 58

Exibir a Temperatura do MSD e o Vácuo no Ajuste Manual 60

Definir monitores de temperatura do MSD e status de vácuo 62

Definir as Temperaturas do Analisador pelo Modo de Exibição de Controle de Instrumento 64

Definir a Temperatura da Interface GC/MSD pelo MassHunter 66

Monitorar a Pressão a Alto Vácuo 68

Calibrar a Velocidade Linear do Fluxo da Coluna 70

Ajustar o MSD no Modo EI 73

Verificar o Desempenho do Sistema 75

Realizar Teste de Alta Massa (MSDs série 5977) 76

Abrir as Coberturas do MSD 79

Para Ventilar o MSD 80

Abrir a Câmara do Analisador 83

Fechar a Câmara do Analisador 86

Bombear o MSD no Modo EI 90

Mudar de Lugar ou Armazenar o MSD 93

4 Operar no Modo de Ionização Química (CI)

Diretrizes Gerais 96

A Interface GC/MSD CI 97

Ajuste Automático de CI 99

Operar o MSD CI 101

Alternar entre a Fonte EI Padrão ou Inerte e a Fonte CI 102

Alternar entre a Fonte EI do Extrator e a Fonte CI 103

Bombear o MSD no Modo CI 104

Configurar o Software para Operação de CI 105

Operar o Módulo de Controle de Fluxo de Gás Reagente 107

Configurar o Fluxo de Gás Metano como Reagente 110

Utilizar outros gases reagentes 113

Alternar entre a Fonte CI e a Fonte EI Padrão ou Inerte 116

Alternar entre a Fonte CI e a Fonte EI do Extrator 117

Executar um Ajuste Automático de PCI (Somente Metano) 118

Executar um Ajuste Automático de NCI (Gás Metano como Reagente) 120

Verificar o Desempenho do Sistema 122

Verificar o desempenho de NCI 123

Monitorar a Pressão de Alto Vácuo no Modo CI 124

5 Manutenção Geral

Antes de Começar 128

Manutenção do Sistema de Vácuo 133

Manutenção do Analisador 134

Remover a fonte de íons de EI 137

Desmontar a Fonte de Íons de EI Padrão ou Inerte 140

Desmontar a Fonte de Íons de EI do Extrator 143

Limpar a Fonte de Íons de EI 146

Montar a Fonte de Íons de EI Padrão ou Inerte 151

Montar a Fonte de Íons de EI do Extrator 154

Substituir um Filamento em uma Fonte de EI 157

Instalar a Fonte de Íons de EI 159

Substituir a sirene do multiplicador de elétrons 160

6 Manutenção de CI

Informações Gerais 164

Configurar o MSD para operação de CI 164

Instalar a Fonte de Íons de CI 165

Remover a Fonte de Íons de CI 167

Para Desmontar a Fonte de Íons de CI 169

Limpar a Fonte de Íons de CI 172

Montar a fonte de íons de CI 174

Instalar a Fonte de Íons de CI 177

Substituir Filamento em uma Fonte de CI 178

1 Introdução

Versão do MSD Série 5977 10
Abreviações Utilizadas 11
MSD Série 5977 13
Descrição do Hardware do MSD15 16
Avisos Importantes de Segurança 18
Segurança do Hidrogênio 21
Certificações de Segurança e Regulamentação 26
Limpeza/Reciclagem do Produto 29
Derramamento de líquido 29
Mudar de lugar ou armazenar o MSD 29
Substituir os fusíveis primários 30

Este capítulo fornece informações gerais sobre os MSDs da série 5977, incluindo descrição de hardware, avisos de segurança gerais e informações de segurança relacionadas a hidrogênio.

Versão do MSD Série 5977

Os MSDs da série 5977 são equipados com uma bomba turbomolecular (turbo) de alto desempenho ou uma bomba de difusão, e três opções de bombas foreline. Além disso, existem dois tipos de analisadores (aço inoxidável ou inerte) e quatro tipos de fonte de íon. A etiqueta do número de série exibe um número de produto (Tabela 1) que indica o tipo de MSD que você possui.

Tabela 1 Bombas de alto vácuo disponíveis

Nome do modelo	Número do produto	Descrição	Modo de ionização
Bomba de dif. do MSD 5977E para GC 7820	G7035A	Bomba de difusão	Impacto de elétrons (EI)
Bomba turbo do MSD 5977E para GC 7820	G7036A	Bomba turbo de desempenho	Impacto de elétrons (EI)
MSD inerte VL 5977A Bomba de difusão EI para GC 7890	G7037A	MSD com bomba de difusão	Impacto de elétrons (EI) - padrão, inerte
Turbo EI MSD inerte 5977A para GC 7890	G7038A	MSD com bomba turbo de desempenho	Impacto de elétrons (EI) - padrão, inerte
Turbo des. EI MSD extrator 5977A para GC 7890	G7039A	MSD com bomba turbo de desempenho	Impacto de elétrons (EI)
MSD EI/CI 5977A para GC 7890	G7040A	MSD com bomba turbo de desempenho	Impacto de elétrons (EI) - extrator, padrão Ionização química (PCI, NCI)

Abreviações Utilizadas

As abreviações em Tabela 2 são utilizadas nas discussões sobre este produto. Elas estão relacionadas aqui por conveniência.

Tabela 2 Abreviações

Abreviação	Definição
CA	Corrente alternada
ALS	Amostrador de líquidos automático
BFB	Bromofluorbenzeno (solução de calibração)
CI	Ionização química
CC	Corrente contínua
DFTPP	Decafluortrifenilfosfina (solução de calibração)
DIP	Ponta de prova de inserção direta
DP	Bomba de difusão
EI	Ionização por impacto de elétrons
EM	Multiplicador de elétrons (detector)
EMV	Tensão do multiplicador de elétrons
EPC	Controle pneumático eletrônico
eV	Elétron-volt
GC	Cromatógrafo a gás
HED	Dínodo de alta energia (refere-se ao detector e sua fonte de alimentação)
id	Diâmetro interno
LAN	Rede de área local
LCP	Painel de controle local (no MSD)
m/z	Proporção massa-carga
MFC	Controlador de fluxo de massa
MSD	Detector seletivo de massa

Tabela 2 Abreviações (cont.)

Abreviação	Definição
NCI	CI negativo
OFN	Octofluornaftaleno (solução de calibração)
PCI	CI positiva
PFDTD	Perfluor-5,8-dimetil-3,6,9-trioxidodecano (solução de calibração)
PFHT	2,4,6-tri(perfluorheptil)-1,3,5-triazina (solução de calibração)
PFTBA	Perfluortributilamina (solução de calibração)
Quad	Filtro de massa quadrupolo
RF	Frequência de rádio
RFPA	Amplificador de potência de frequência de rádio
Torr	Unidade de pressão, 1 mm Hg
Turbo	Turbomolecular (bomba)

MSD Série 5977

O MSD série 5977 é um detector de GC capilar independente para uso com um cromatógrafo a gás da Agilent (Tabela 3). Os recursos do MSD:

- Painel de controle local (LCP) para monitoramento local e operação d o MSD
- Uma dentre duas bombas de alto vácuo diferentes
- Uma dentre quatro bombas foreline diferentes
- Três tipos diferentes de fontes de ionização por elétrons (EI) independentemente aquecidas pelo MSD disponíveis: padrão (aço inoxidável), inerte e extração
- Filtro de massa quadrupolo hiperbólico independentemente aquecido por MSD
- Detector de multiplicador de elétrons com dínodo de alta energia (HED)
- Interface GC/MSD independentemente aquecida por GC
- Modos de ionização química opcionais (PCI/NCI) disponíveis, que adicionam uma fonte de ionização química (CI), tubulação e controlador de fluxo de gás reagente e calibração de ajuste de CI

Descrição física

O estrutura do MSD série 5977 tem aproximadamente 41 cm de altura, 30 cm de largura e 54 de profundidade. O peso é de 39 kg para os modelos com bomba de difusão, 44 kg para a unidade central de processamento da bomba turbo de desempenho de EI padrão e 49 kg para a unidade central de processamento da bomba turbo de desempenho de EI/CI. A bomba foreline (vácuo) tem 11 kg adicionais (bomba padrão) e costuma estar localizada no piso, atrás do MSD.

Os componentes básicos do instrumento são: a estrutura/conjuntos de coberturas, o painel de controle local, o sistema de vácuo, a interface do GC, componentes eletrônicos e o analisador.

Painel de controle local

O painel de controle local permite monitoramento local e a operação do MSD. É possível ajustar o MSD, executar um método ou sequência, e monitorar o status do instrumento.

Medidor de vácuo

O MSD série 5977 pode vir equipado com um medidor de vácuo de íons. O software MassHunter Data Acquisition pode ser usado para ler a pressão (alto vácuo) na tubulação de vácuo. A operação do controlador de medição é descrita neste manual.

O medidor é ***exigido*** nas operações de ionização química (CI).

Tabela 3 Recursos e modelos do MSD série 5977

	Modelo					
Recurso	**G7035A**	**G7036A**	**G7037A**	**G7038A**	**G7039A**	**G7040A**
Bomba de alto vácuo	Difusão	Turbo de desempenho	Difusão	Turbo de desempenho	Turbo de desempenho	Turbo de desempenho
Fluxo de coluna de He ideal - ml/min	1	1 a 2	1	1 a 2	1 a 2	1 a 2
Máximo recomendado de fluxo de gás - ml/min*	1.5	4	1.5	4	4	4
Fluxo de gás máximo, ml/min†	2	6.5	2	6.5	6.5	6.5
DI máximo de coluna	0.25 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)	0.25 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)
Recursos de GC	Não	Não	Não	Não	Não	Sim
Material inerte	Não	Não	Sim	Sim	Não	Não
Compatibilidade com GC	7820	7820	7890	7890	7890	7890
Vedação de ponta de interface separada	Não	Não	Não	Não	Sim	Sim

Tabela 3 Recursos e modelos do MSD série 5977 (cont.)

	Modelo					
Recurso	**G7035A**	**G7036A**	**G7037A**	**G7038A**	**G7039A**	**G7040A**
Bombas foreline disponível	DS42, Pfeiffer	DS42, IDP3, Pfeiffer,	DS42, Pfeiffer,	DS42, IDP3, Pfeiffer,	DS42, DS42i, IDP3, Pfeiffer,	DS42, DS42i, IDP3, Pfeiffer,
Capacidade de‡ IMERSÃO (terceiro)	Sim	Sim	Sim	Sim	Sim	Sim

* Fluxo de gás total para o MSD: fluxo de coluna mais fluxo de gás reagente (se aplicável).

† Degradação esperada de desempenho e sensibilidade espectrais.

‡ Ponta de prova de inserção direta.

Descrição do Hardware do MSD15

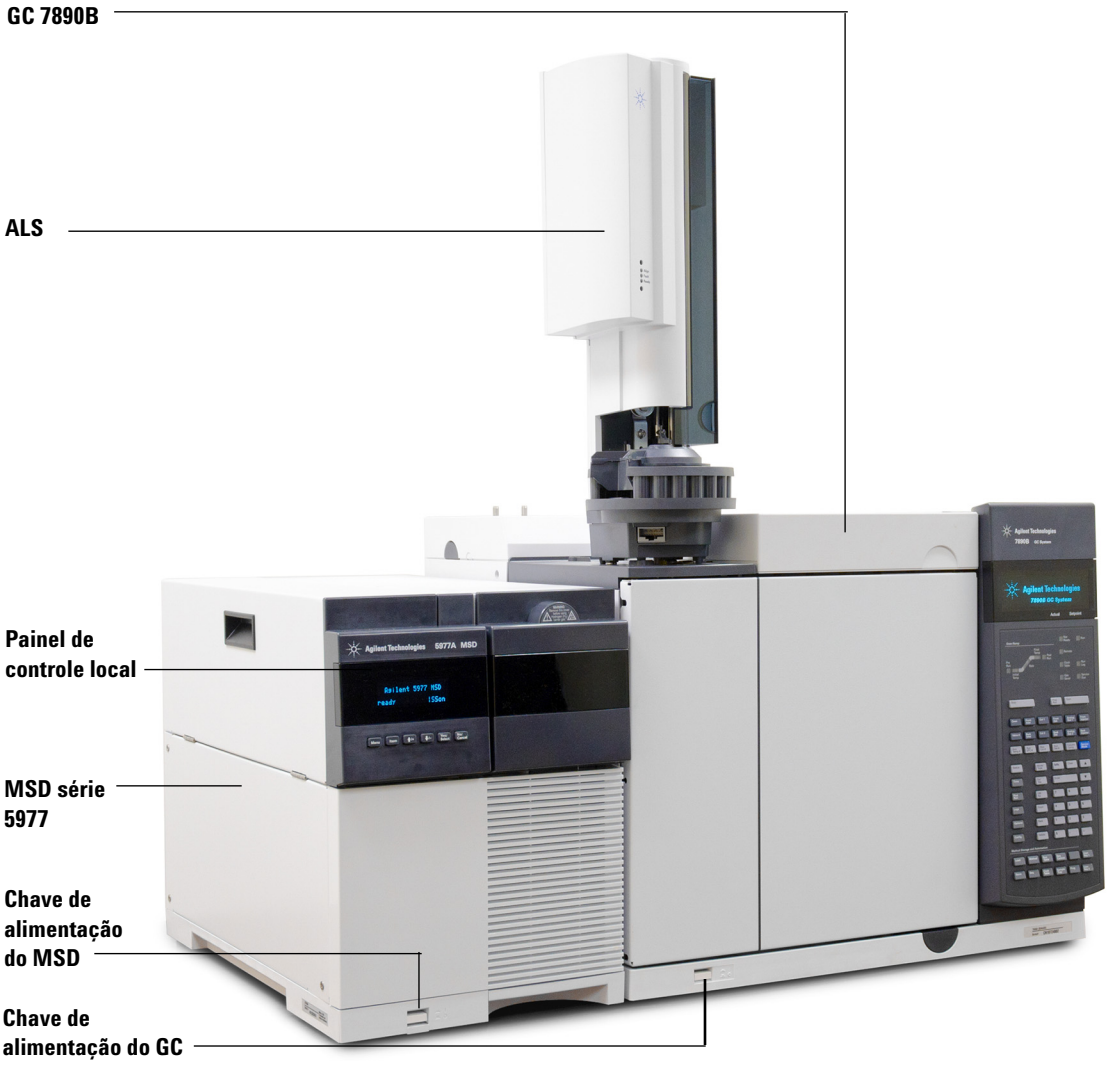


Figura 1 Sistema GC/MSD série 5977, mostrado com GC Agilent 7890B

O hardware de CI permite que o MSD série 5977 produza espectros clássicos e de alta qualidade, que incluem íons de aduto molecular. Diversos gases reagentes podem ser usados.

Neste manual, o termo "MSD CI" refere-se ao MSD G7040A e aos MSDs G7039A atualizados. Também se aplica, exceto se de outra forma especificado, aos módulos de fluxo para esses instrumentos.

O sistema de CI série 5977 adiciona ao MSD série 5977:

- Interface GC/MSD EI/CI
- Fonte de íons de CI com vedação de ponta de interface que também pode ser usada com uma fonte de EI do extrator
- Módulo de controle de fluxo de gás reagente
- Fonte de alimentação com HED bipolar para operação de PCI e NCI

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

Um controlador de medição de alto vácuo (G3397B) é ***requerido*** para MSD CI e recomendado para EI também.

O sistema MSD CI foi otimizado para atingir a pressão de fonte de CI relativamente alta requerida pela CI, enquanto ainda mantém o alto vácuo no quadrupolo e no detector. Vedações especiais ao longo do caminho de fluxo do gás reagente e aberturas bastante pequenas na fonte de íons mantêm os gases da fonte com um volume de ionização grande o bastante para que as reações apropriadas ocorram.

A interface CI possui tubulações especiais para o gás reagente. Uma vedação de isolamento por mola é colocada na extremidade da interface GC/MSD.

Alternar entre as fontes de CI e EI dura menos de uma hora, embora uma espera de uma a duas horas seja necessária para purgar as linhas de gás reagente e aquecer para melhorar o vácuo da água e de outros contaminantes. Alternar entre PCI e NCI requer cerca de 2 horas, para que a fonte de íons seja resfriada.

Avisos Importantes de Segurança

Existem diversos avisos de segurança importantes que devem ser sempre lembrados antes da utilização do MSD.

Muitas peças internas do MSD apresentam tensões perigosas

Se o MSD for conectado a uma fonte de alimentação, ainda que o botão ligar/desligar esteja desligado, continuarão existindo tensões potencialmente perigosas nos seguintes locais:

- Na fiação entre o cabo de alimentação do MSD e a fonte de alimentação CA, na própria fonte de alimentação CA, e na fiação entre a fonte de alimentação CA e a chave de alimentação.

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

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

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

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

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

As placas de circuito impresso do MSD podem ser danificadas se houver descarga eletrostática. Não toque as placas, a menos que seja absolutamente necessário. Se for preciso tocar nelas, coloque uma pulseira aterrada e tome outras precauções antiestáticas.

Muitas peças ficam tão quentes que são perigosas

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

- As entradas do GC
- O forno do GC e seu conteúdo, incluindo as porcas da coluna que fixam a coluna a uma entrada do GC, a interface GC/MS ou detector do GC
- O detector do GC
- A caixa de válvula do GC
- A bomba foreline
- A fonte de íons do MSD aquecida, a interface e o quadrupolo

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

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

ADVERTÊN- **O isolamento ao redor das entradas do GC, dos detectores, da caixa de válvula, e dos copos de isolamento é feito de fibras de cerâmica refratária. Para evitar a inalação de partículas de fibra, recomendamos os seguintes procedimentos de segurança: ventile a área de trabalho; use luvas longas, óculos de proteção e uma máscara cobrindo o nariz e a boca para evitar a inalação de poeira e vapor; descarte o isolamento em uma bolsa de plástico vedada; lave as mãos com sabonete neutro e água fria depois de mexer no isolamento.**

O recipiente de óleo na bomba foreline padrão pode apresentar perigo de incêndio

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

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

Segurança do Hidrogênio

ADVERTÊN- **O uso de hidrogênio como o gás portador do GC é potencialmente perigoso.**

ADVERTÊN- **Quando for usar o hidrogênio (H_2) como gás portador ou como gás de combustível, saiba que o gás hidrogênio pode entrar no forno do GC e criar um perigo de explosão. Sendo assim, certifique-se de que o abastecimento esteja desligado até que todas as conexões sejam feitas e que a entrada de alimentação e os conectores da coluna do detector estejam ligados a uma coluna ou cobertos sempre que o gás hidrogênio for fornecido ao instrumento.**

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

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

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

Precauções do GC

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

Perigos exclusivos da operação do GC/MSD

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

- Combustão de vazamento de hidrogênio
- Combustão devido à expansão rápida do hidrogênio a partir de um cilindro de alta pressão
- O acúmulo de hidrogênio no forno do GC e a combustão subsequente (consulte a documentação do GC e a etiqueta na parte de cima da porta do forno do GC)
- Acúmulo de hidrogênio no MSD e subsequente combustão

Acúmulo de hidrogênio em um MSD

ADVERTÊN- **O MSD não consegue detectar vazamentos na entrada e/ou em fluxos de gás do detector. Por esse motivo, é de suma importância que as conexões da coluna estejam sempre ligadas a uma coluna, que estejam cobertas, ou com um plugue instalado.**

Todos os usuários devem estar cientes de que os mecanismos pelos quais o hidrogênio podem se acumular (Tabela 4) e saber que precauções tomar, se eles souberem ou suspeitarem que houve acúmulo de hidrogênio. Observe que esses mecanismos se aplicam a *todos* os espectrômetros de massa, incluindo o MSD.

Tabela 4 Mecanismos de acúmulo de hidrogênio

Mecanismo	Resultados
Espectrômetro de massa desligado	Um espectrômetro de massa pode ser desligado deliberadamente. Ele também pode ser desligado acidentalmente, por uma falha interna ou externa. Há um dispositivo de segurança que desativará o fluxo do gás portador, caso de desligamento da bomba foreline de um MSD. Contudo, se esse dispositivo falhar, o hidrogênio poderá se acumular lentamente no espectrômetro de massa.
Válvulas de interrupção automatizadas do espectrômetro de massa fechadas	Alguns espectrômetros de massa estão equipados com válvulas de interrupção de bomba de difusão automatizadas. Nesses instrumentos, uma ação deliberada do operador ou falhas variadas podem fazer com que as válvulas de interrupção se fechem. O fechamento da válvula de interrupção não desativa o fluxo do gás portador. Como resultado, o hidrogênio pode se acumular lentamente no espectrômetro de massa.
Válvulas de interrupção manual do espectrômetro de massa fechadas	Alguns espectrômetros de massa estão equipados com válvulas de interrupção de bomba de difusão manuais. Nesses instrumentos, o operador pode fechar as válvulas de interrupção. O fechamento das válvulas de interrupção não desativa o fluxo do gás portador. Como resultado, o hidrogênio pode se acumular lentamente no espectrômetro de massa.
GC desligado	Um GC pode ser desligado deliberadamente. Ele também pode ser desligado acidentalmente, por uma falha interna ou externa. GCs diferentes reagem de maneiras diferentes. Se um GC 7890 equipado com controle eletrônico de pressão (EPC) for desligado, o EPC interromperá o fluxo do gás portador. Se o fluxo portador do GC **não** estiver sob controle do EPC, o fluxo aumentará ao seu máximo. Esse fluxo pode ser mais do que alguns espectrofotômetros de massa podem bombear para fora, resultando no acúmulo de hidrogênio no espectrofotômetro de massa. Se o espectrofotômetro de massa estiver desligado ao mesmo tempo, o acúmulo pode ser bem rápido.
Falha de energia	Se a energia falhar, tanto o GC quanto o espectrofotômetro de massa serão desligados. O gás portador, entretanto, não será necessariamente desligado. Como descrito anteriormente, em alguns GCs, uma falha de energia pode fazer com que o fluxo de gás portador seja definido para o máximo. Como resultado, o hidrogênio pode se acumular no espectrofotômetro de massa.

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

ADVERTÊN- **Depois de uma falha de energia, o espectrofotômetro de massa pode se iniciar e começar o processamento de bombeamento por si só. Isso não garante que todo o hidrogênio tenha sido removido do sistema ou que o perigo de explosão tenha sido removido.**

Precauções

Considere as seguintes precauções, ao operar o GC/MSD com o gás portador hidrogênio.

Precauções do equipamento

Você PRECISA garantir que o parafuso de aperto manual do painel frontal esteja bem preso. Não aperte demais o parafuso; isso pode causar vazamentos de gás.

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

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

Precauções laboratoriais gerais

- Evite vazamentos nas linhas de gás portador. Use equipamento de verificação de vazamentos, para verificar periodicamente vazamentos de hidrogênio.
- Elimine, do laboratório, todas as fontes de ignição possíveis (chamas abertas, dispositivos que podem soltar faíscas, fontes de eletricidade estática, etc).
- Não permita que o hidrogênio de um cilindro de alta pressão seja ventilado diretamente para a atmosfera (perigo de autoignição).

- Use um gerador de hidrogênio, em vez de hidrogênio engarrafado.

Precauções operacionais

- Desligue o hidrogênio na sua fonte, sempre que você desligar o GC ou MSD.
- Desligue o hidrogênio na sua fonte, sempre que você ventilar o MSD (não aqueça a coluna capilar sem o fluxo de gás portador).
- Desligue o hidrogênio em sua fonte, sempre que as válvulas de interrupção em um MSD forem fechadas (não aqueça a coluna capilar sem o fluxo de gás portador).
- Desligue o hidrogênio na sua fonte, se ocorrer uma falha de energia.
- Se ocorrer uma falha de energia quando não houver ninguém perto do sistema GC/MSD, mesmo se o sistema tiver se reiniciado sozinho:
  1. Desligue imediatamente o hidrogênio na sua fonte.
  2. Desligue o GC.
  3. Desligue o MSD e deixe ele resfriar por 1 hora.
  4. Elimine **todas** as fontes em potencial de ignição na sala.
  5. Abra a tubulação de vácuo do MSD para atmosfera.
  6. Espere, pelo menos, 10 minutos, para permitir que o hidrogênio se dissipe.
  7. Inicie o GC e o MSD, normalmente.

Ao usar gás hidrogênio, verifique se há vazamentos no sistema, para evitar possíveis incêndios e explosões, com base nos requisitos de Integridade e Segurança Ambientais (EHS). Sempre verifique se há vazamentos, após trocar um tanque ou fazer manutenções nas linhas de gás. Sempre verifique se a linha de ventilação está ventilando para uma coifa.

Certificações de Segurança e Regulamentação

O MSD série 5977 cumpre os seguintes padrões de segurança:

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

O MSD 5977 obedece às seguintes regulamentações de compatibilidade eletromagnética (EMC) e interferência de radiofrequência (RFI):

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

Este dispositivo ISM atende aos padrões do ICES-001 canadense.
Cet appareil ISM est conforme à la norme NMB—001 du Canada.

O MSD série 5977 foi projetado e produzido com o uso de um sistema de qualidade registrado, de acordo com o padrão ISO 9001.

Informação

O MSD série 5977 da Agilent Technologies atende às seguintes classificações da IEC (International Electro-technical Commission): Equipamento Classe I, Equipamento de Laboratório, Categoria II de Instalação, Grau de Poluição 2.

Essa unidade foi projetada e testada de acordo com padrões reconhecidos de segurança e se destina ao uso em ambientes internos. Se o instrumento for usado de uma forma não especificada pelo fabricante, a segurança deste poderá ser comprometida. Sempre que a proteção de segurança do MSD estiver comprometida, desconecte a unidade de todas as fontes de alimentação e proteja a unidade para que não seja operada acidentalmente.

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

Símbolos

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

Veja as informações relacionadas para obter mais informações.

Indica superfície quente.

Indica tensões perigosas.

Indica terminal terra.

Indica risco potencial de explosão.

ou

Indica risco de radioatividade.

Indica risco de descarga eletrostática.

Indica que esse produto eletroeletrônico não deve ser jogado em lixo doméstico.

Compatibilidade eletromagnética

Esse dispositivo obedece aos padrões CISPR 11. A operação está sujeita a estas duas condições:

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

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

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

Declaração de emissão sonora

Pressão sonora

Pressão sonora Lp <70 dB, de acordo com EN 27779:1991.

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel LP <70 dB am nach EN 27779:1991.

Limpeza/Reciclagem do Produto

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

Derramamento de líquido

Não derrame líquidos no MSD.

Mudar de lugar ou armazenar o MSD

A melhor maneira de manter seu MSD funcionando adequadamente é mantê-lo em bombeamento e quente, com fluxo de gás portador.
Se você pretende mudar de lugar ou armazenar o MSD, algumas precauções adicionais deverão ser tomadas. O MSD deve permanecer na vertical todo o tempo; ele requer cuidados especiais durante o transporte. O MSD não deve ser deixado com ventilação para a atmosfera por
longos períodos.

Substituir os fusíveis primários

Materiais necessários

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

A causa mais provável de falha nos fusíveis primários é algum problema na bomba foreline. Se os fusíveis primários em seu MSD falharem, verifique a bomba foreline.

Procedimento

1 Ventile o MSD e desconecte o cabo de alimentação da tomada elétrica.

Se um dos fusíveis primários tiver falhado, o MSD já estará desligado, mas por segurança deve-se desligar o MSD e desconectar o cabo de alimentação. Não é necessário deixar que o ar entre na câmara do analisador.

ADVERTÊN- **Nunca substitua fusíveis primários enquanto o MSD estiver conectado a uma fonte de alimentação.**

ADVERTÊN- **Se estiver usando hidrogênio como gás portador do GC, uma falha de energia poderá permitir que ele se acumule na câmara do analisador. Nesse caso, outras precauções são necessárias. Consulte "Segurança do Hidrogênio" na página 21.**

2 Gire um dos porta-fusíveis (Figura 2 na página 31) no sentido anti-horário até que ressalte. O porta-fusível é forçado por ação de mola.

3 Remova o fusível antigo do porta-fusível.

4 Instale um novo fusível no porta-fusível.

5 Reinstale o porta-fusível.

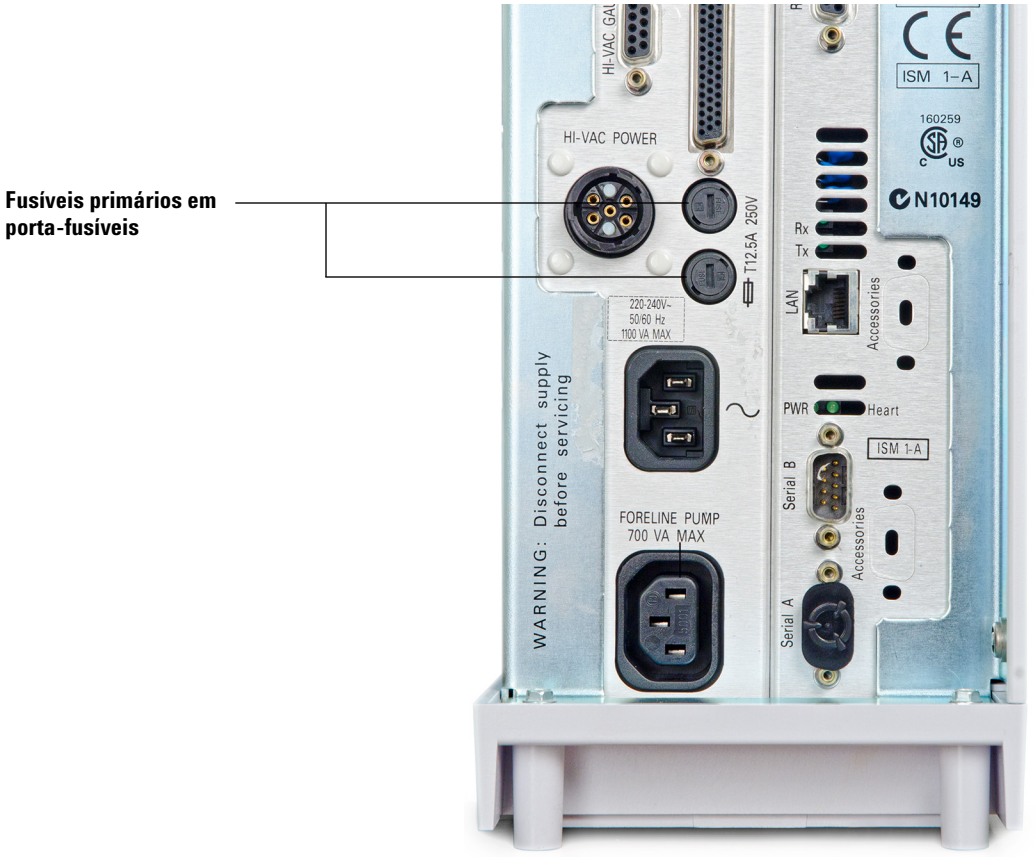


Figura 2 Fusíveis primários

6 Repita as etapas 3 a 5 para o outro fusível. Sempre substitua ambos os fusíveis.

7 Reconecte o cabo de alimentação do MSD à tomada elétrica.

8 Bombeie o MSD.

1 Introdução

2
Instalar Colunas do GC

Colunas 34
Instalar uma Coluna Capilar em uma Entrada com Divisor/sem Divisor 37
Acondicionar uma Coluna Capilar 41
Instalar uma Coluna Capilar na Interface GC/MS 42

Antes de operar o sistema GC/MSD, você deve selecionar, instalar e acondicionar uma coluna do GC. Este capítulo mostrará como se instalar e acondicionar uma coluna. Para seleção correta de coluna e fluxo, você precisa saber qual é o tipo de sistema de vácuo de seu MSD. A etiqueta de número de série localizada na parte frontal inferior do painel esquerdo mostra o número do modelo.

Colunas

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

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

Lembre-se de que os fluxos de coluna variam muito com a temperatura do forno. Consulte "Calibrar a Velocidade Linear do Fluxo da Coluna" na página 70 para obter instruções sobre como medir o fluxo real em sua coluna. Utilize o software Flow Calculation e a Tabela 5 para determinar se dada coluna fornecerá um fluxo aceitável com pressão realista no topo.

Tabela 5 Fluxos de gás

	Modelo					
Recurso	**G7035A**	**G7036A**	**G7037A**	**G7038A**	**G7039A**	**G7040A**
Bomba de alto vácuo	Difusão	Turbo de desempenho	Difusão	Turbo de desempenho	Turbo de desempenho	Turbo de desempenho
Fluxo de coluna de He ideal - ml/min	1	1 a 2	1	1 a 2	1 a 2	1 a 2
Fluxo de gás máximo recomendado, ml/min*	1.5	4	1.5	4	4	4
Fluxo de gás máximo, ml/min†	2	6.5	2	6.5	6.5	6.5
DI máximo de coluna	0.25 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)	0.25 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)
Recursos de GC	Não	Não	Não	Não	Não	Sim
Compatibilidade com GC	7820	7820	7890	7890	7890	7890

* Fluxo de gás total para o MSD: fluxo de coluna mais fluxo de gás reagente (se aplicável).

† Degradação esperada de desempenho e sensibilidade espectrais.

Acondicionar colunas

É essencial que uma coluna seja acondicionada antes de ser conectada à interface GC/MSD. Consulte "Acondicionar uma Coluna Capilar" na página 41.

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

O sangramento de coluna é mais comum em colunas novas ou com ligação cruzada fraca. É muito pior haver traços de oxigênio no gás portador quando a coluna está aquecida. Para minimizar o sangramento de coluna, todas as colunas capilares devem ser acondicionadas ***antes*** de serem instaladas na interface GC/MSD.

Acondicionar ferrulhos

Aquecer os ferrulhos algumas vezes até a temperatura máxima de operação estimada antes de instalá-los pode reduzir seu sangramento químico.

Dicas e sugestões

- Os procedimentos de instalação de coluna para o MSD série 5977 podem ser diferentes daqueles aplicáveis aos MSDs anteriores.
  A utilização de procedimentos aplicáveis a outro instrumento pode ***não*** funcionar, além de causar danos na coluna ou no MSD.
- Você pode remover ferrulhos antigos das porcas da coluna com uma tacha comum.
- Utilize sempre um gás portador que seja, no mínimo, 99,9995% puro.
- Por conta da expansão térmica, virolas novas podem afrouxar depois de serem aquecidos e resfriados por algumas vezes. Verifique o aperto após dois ou três ciclos de aquecimento.
- Utilize sempre luvas limpas ao manipular colunas, especialmente a extremidade que será inserida na interface GC/MSD.

ADVERTÊN- **Se você estiver utilizando hidrogênio como gás portador, não inicie o fluxo de gás portador até que a coluna esteja instalada no MSD, e o MSD tenha sido bombeado. Se as bombas de vácuo estiverem desligadas, haverá acúmulo de hidrogênio no MSD, o que pode causar uma explosão. Consulte "Segurança do Hidrogênio" .**

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

Instalar uma Coluna Capilar em uma Entrada com Divisor/sem Divisor

Materiais necessários

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

Para instalar colunas em outros tipos de colunas, consulte o Gas Chromatograph User Information.

ADVERTÊN- **O GC opera a altas temperaturas. Para evitar queimaduras, toque no GC apenas quando você tiver certeza de que ele está frio.**

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

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

Procedimento

1 Resfriar o forno até a temperatura ambiente.

2 Usando luvas limpas, deslize um septo, uma porca de coluna e um ferrulhoacondicionado na extremidade livre da coluna (Figura 3). A extremidade cônica doferrulho deve ficar em posição inversa à porca da coluna.

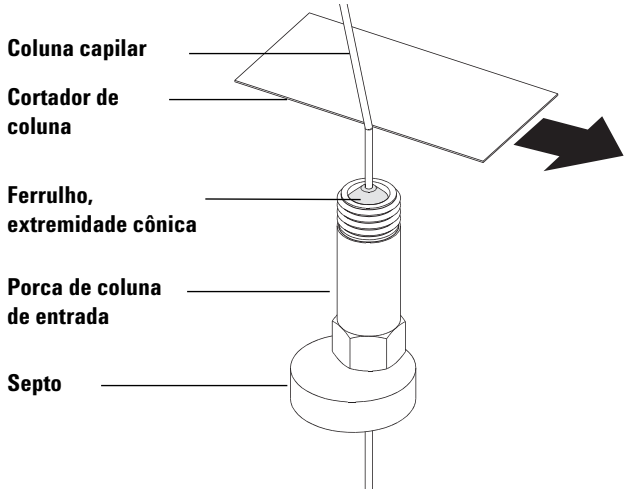


Figura 3 Preparação de coluna capilar para instalação

3 Faça uma incisão na coluna com o cortador a 2 cm da extremidade.

4 Enquanto segura a coluna contra o cortador usando o polegar, quebre a coluna com a borda do cortador.

5 Verifique na extremidade se há bordas serrilhadas ou com pontas. Se a quebra não ficar lisa e plana, repita as etapas 3 e 4.

6 Limpe a parte exterior da extremidade livre da coluna com um pano macio e sem fiapos, umedecido com metanol.

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

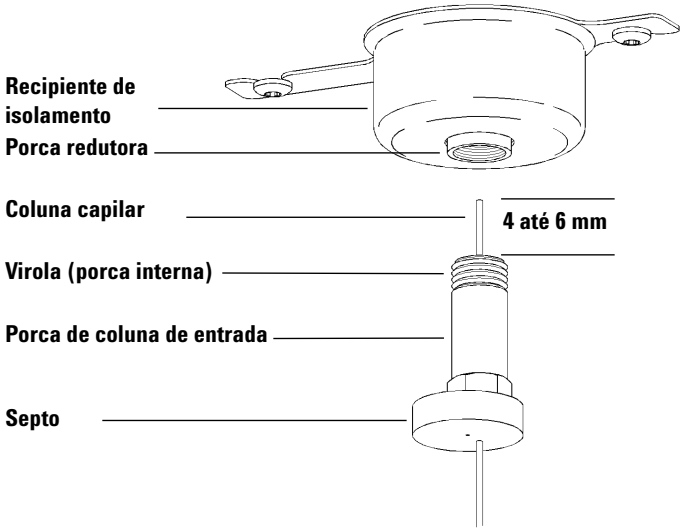


Figura 4 Instalação de coluna capilar para uma entrada com divisor/sem divisor

8 Deslize o septo para colocar a porca e o ferrulho na posição correta.

9 Instale a coluna na entrada.

10 Deslize a porca pela coluna até a base de entrada e então aperte a porca com os dedos.

11 Ajuste a posição da coluna até que o septo esteja paralelo à parte de baixo da porca da coluna.

12 Aperte a porca da coluna 1/4 a 1/2 de volta extra usando uma chave de boca. A coluna não deve deslizar caso seja puxada levemente.

13 Inicie o fluxo de gás portador.

14 Verifique o fluxo mergulhando a extremidade livre da coluna em isopropanol. Veja se há bolhas.

Veja também

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

Acondicionar uma Coluna Capilar

Materiais necessários

- Gás portador, (99,99995% de pureza ou melhor)
- Chave de boca, fixa, 1/4 pol. e 5/16 pol. (8710-0510)

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

ADVERTÊN- **O GC opera a altas temperaturas. Para evitar queimaduras, toque no GC apenas quando você tiver certeza de que ele está frio.**

Procedimento

1 Instale a coluna na entrada do GC. (Consulte "Instalar uma Coluna Capilar em uma Entrada com Divisor/sem Divisor" na página 37).

2 Defina uma velocidade mínima de 30 cm/s, ou a que for recomendada pelo fabricante da coluna. Deixe o gás fluir pela coluna à temperatura ambiente por 15 a 30 minutos para remover o ar.

3 Programe o forno de temperatura ambiente para o limite máximo de temperatura da coluna.

4 Aumente a temperatura até 10 ou 15 °C/min.

5 Conserve à temperatura máxima por 30 minutos.

CUIDADO Nunca ultrapasse a temperatura máxima da coluna, seja na interface GC/MS, no forno do GC ou na entrada.

6 Ajuste a temperatura do forno do GC para 30 °C e espere até que o GC esteja pronto.

7 Conecte a coluna à interface do GC. (Consulte "Instalar uma Coluna Capilar na Interface GC/MS" na página 42).

Instalar uma Coluna Capilar na Interface GC/MS

Este procedimento é aplicável para a instalação de uma coluna capilar diretamente na linha de transferência com uma porca de coluna.

GC Agilent série 7890

Materiais necessários

- Cortador de coluna, cerâmica (5181-8836) ou diamante (5183-4620)
- Virolas
  - DI de 0,3 mm, para colunas com DI de 0,10 mm (5062-3507)
  - DI de 0,4 mm, para colunas com DI de 0,20 mm e 0,25 mm (5062-3508)
  - DI de 0,5 mm, para colunas com DI de 0,32 mm (5062-3506)
  - DI de 0,8 mm, para colunas com DI de 0,53 mm (5062-3512)
- Lanterna
- Lupa
- Luvas limpas
  - Tamanho grande (8650-0030)
  - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Porca de coluna de interface (05988-20066)
- Óculos de proteção
- Chave de boca, fixa, 1/4 pol. e 5/16 pol. (8710-0510)
- Ferramenta de medição de coluna

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

Procedimento

1 Acondicione a coluna. (Consulte “Acondicionar uma Coluna Capilar” na página 41).

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

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

2 Se você não estiver utilizando Quick Swap, ventile o MS. Para ventilar o MS, consulte “Para Ventilar o MSD” na página 80.

ADVERTÊN- **O GC opera a altas temperaturas. Para evitar queimaduras, toque no GC apenas quando você tiver certeza de que ele está frio.**

3 Deslize uma porca de interface e um ferrulho acondicionada na extremidade livre da coluna do GC. A extremidade cônica do ferrulho deve apontar em direção à porca.

4 Insira a coluna na ferramenta de medição de coluna e deixe que a extremidade da coluna se projete por 10–15 mm além da extremidade da ferramenta.

5 Faça uma incisão na coluna com o cortador a 2 cm da extremidade.

6 Enquanto segura a coluna contra o cortador usando o polegar, quebre a coluna com a borda do cortador.

7 Verifique na extremidade se há bordas serrilhadas ou com pontas. Se a quebra não ficar lisa e plana, repita as etapas 4 e 5.

8 Limpe a extremidade com álcool.

9 Deslize a coluna de forma que a extremidade se projete a 1–2 mm 1-2 mm além da extremidade da ferramenta.

10 Aperte a conexão com os dedos.

11 Aperte 1/4 a 1/2 de volta usando uma chave de boca para fixar o ferrulho na coluna.

12 Deslize a coluna na interface GC/MS.

13 Aperte a porca com a mão. Certifique-se de que a posição da coluna não mude conforme você aperta a porca.

14 Verifique o forno do GC para ter certeza de que a coluna não está tocando suas paredes.

15 Aperte a porta 1/4 a 1/2 de volta usando uma chave de boca.

16 Verifique o aperto da porca após um ou dois ciclos de calor; aperte novamente conforme apropriado.

3 Operar no Modo de Impacto de Elétrons (EI)

Operar o MSD pelo Sistema de Dados 46
Operar o MSD pelo LCP 46
A Interface GC/MSD EI 53
Antes de Ligar o MSD 55
Bombear 57
Controlar temperaturas 57
Controlar o fluxo da coluna 58
Ventilar o MSD 58
Exibir a Temperatura do MSD e o Vácuo no Ajuste Manual 60
Definir monitores de temperatura do MSD e status de vácuo 62
Definir as Temperaturas do Analisador pelo Modo de Exibição de Controle de Instrumento 64
Definir a Temperatura da Interface GC/MSD pelo MassHunter 66
Monitorar a Pressão a Alto Vácuo 68
Calibrar a Velocidade Linear do Fluxo da Coluna 70
Ajustar o MSD no Modo EI 73
Verificar o Desempenho do Sistema 75
Realizar Teste de Alta Massa (MSDs série 5977) 76
Abrir as Coberturas do MSD 79
Para Ventilar o MSD 80
Abrir a Câmara do Analisador 83
Fechar a Câmara do Analisador 86
Bombear o MSD no Modo EI 90
Mudar de Lugar ou Armazenar o MSD 93

Este capítulo descreve como realizar alguns procedimentos operacionais básicos do GC/MSD Agilent 5977 usando a ionização por impacto de elétrons.

Operar o MSD pelo Sistema de Dados

O Agilent MassHunter Data Acquisition Workstation automatiza tarefas como bombeamento, remoção de fonte de íons, monitoramento de configurações, definição de temperaturas, ajuste e ventilação do MSD. Essas tarefas são descritas neste capítulo. Informações adicionais são descritas nos manuais e na ajuda on-line fornecida com o software MassHunter Workstation.

CUIDADO O software e o firmware são revisados periodicamente. Se as etapas nestes procedimentos não forem correspondentes com seu software MassHunter Workstation, consulte os manuais e a ajuda on-line fornecidos com o software para obter mais informações.

Operar o MSD pelo LCP

O painel de controle local (LCP) mostra o status do MSD ou inicia uma tarefa no MSD sem o uso do software Agilent MassHunter Data Acquisition.

O software Agilent MassHunter Data Acquisition pode estar localizado em qualquer lugar da rede de área local (LAN), portanto o próprio software Data Acquisition pode não estar próximo do instrumento. E como o LCP se comunica com o software Data Acquisition por meio da LAN, é possível acessar as funções do software Data Acquisition, como o ajuste ou início de uma operação, diretamente do MSD. Somente determinados recursos ficam disponíveis por meio do LCP. O software Data Acquisition é o controlador completo para a maioria das operações de controle do instrumento.

Modos de operação

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

O modo *Status* não requer interação e apenas exibe o status atual do instrumento MSD ou suas várias conexões de comunicação. Se você selecionar [**Menu**], e em seguida [**No/Cancel**], você voltará para o modo Status.

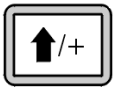
O modo *Menu* permite que você consulte os vários aspectos do GC/MSD e inicie algumas ações, como execução de um método ou sequência ou a preparação para a ventilação do sistema.

Para acessar uma opção de menu específica:

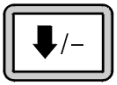
Pressione [**Menu**] até que o menu desejado apareça.

Pressione [**Item**] até que o menu desejado apareça.

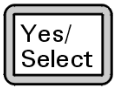
Use uma ou mais das teclas a seguir, conforme apropriado, para responder às solicitações ou selecionar opções:



Utilize a [**seta para cima**] para aumentar o valor exibido ou para rolar para cima (p. ex., uma lista de mensagens).



Utilize a [**seta para baixo**] para diminuir o valor exibido ou para rolar para baixo (p. ex., uma lista de mensagens).



Utilize [**Yes/Select**] para aceitar o valor atual.

Utilize [**No/Cancel**] para voltar ao modo Status.

Após fazer a seleção, ou passar por todos os menus disponíveis, a tela retornará automaticamente para o modo Status.

Pressionar [**Menu**] e em seguida [**No/Cancel**] sempre exibirá o modo Status.

Pressionar [**No/Cancel**] duas vezes sempre retornará ao modo Status.

Mensagens de status do LCP

As seguintes mensagens podem ser exibidas no LCP para informar o status do sistema MSD. Se o LCP estiver atualmente no modo Menu,
passe por todos os menus para retornar ao modo Status. Nenhuma mensagem será exibida se, no momento, nenhuma sessão on-line do instrumento estiver sendo executada no MassHunter Data Acquisition.

ChemStation Loading <data e hora>

O software Agilent MassHunter Data Acquisition está inicializando.

Executing <tipo>tune

Um procedimento de ajuste está em progresso (tipo = QuickTune ou Autotune; ajuste rápido ou automático).

Instrument Available <data e hora>

O software Agilent MassHunter Data Acquisition não está em execução.

Loading Method <nome do método>

Os parâmetros do método estão sendo enviados para o MSD.

Loading MSD Firmware

O firmware do MSD está sendo inicializado.

As mensagens a seguir aparecem de modo alternado no LCP, caso o MSD *NÃO* complete sua sequência de inicialização adequadamente:

Server not Found
Check LAN Connection

Seeking Server
Bootp Query xxx

Essas mensagens indicam que o MSD não recebeu seus endereço IP exclusivo do Windows Service. Se as mensagens persistirem após o login em sua conta do programa MassHunter Data Acquisition, consulte a seção Solução de problemas do manual de instalação do software.

Loading OS

O sistema operacionais do controlador do instrumento está sendo inicializado.

<método> Complete <data e hora>

A execução e o processamento de dados subsequente foram concluídos. A mesma mensagem aparece mesmo que a execução tenha sido terminada prematuramente.

Method Loaded <nome do método>

Os parâmetros do método foram enviados para o MSD.

MS locked by <nome do computador>

Os parâmetros do MS podem ser alterados somente no MassHunter Data Acquisition.

Press Sideplate

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

Run: <método> Acquiring <arquivo de dados>

Uma execução está em progresso; os dados estão sendo obtidos no arquivo de dados designado.

Para exibir o status do sistema durante a inicialização

1 As seguintes mensagens são exibidas no LCP durante a inicialização:
   - **Press sideplate**
   - **Loading OS**
   - **Press sideplate**
   - **Loading MSD Firmware**

2 Continue pressionando a placa lateral do MSD até que a mensagem **MSD Ready** apareça. Isso ajudará o instrumento a bombear mais rapidamente.

Menus do LCP

Para acessar uma opção de menu específica, pressione [**Menu**] até que o menu desejado apareça, depois pressione [**Item**] até que o item de menu desejado apareça. A Tabela 6 até a Tabela 11 relacionam os menus e seleções.

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

Tabela 6 Menu ChemStation

Ação	Descrição
Execução de método	Exibe o nome do método atual e inicia uma análise.
Executar sequência	Exibe a sequência atual e inicia uma sequência.
Executar ajuste atual	Exibe o arquivo de ajuste atual e inicia o ajuste automático (Modo EI apenas; o ajuste CI deve ser iniciado a partir do MassHunter Data Acquisition).
Número de mensagens	Exibe o número de mensagens e o texto da mensagem mais recente. Utilize as teclas de seta para ver as mensagens anteriores (até 20).
Liberar ChemStation	Desassocia o MassHunter Data Acquisition do MSD.
Estado da conexão	Exibe o status da conexão LAN para o MSD. Remota = conectado à sessão on-line do MassHunter Data Acquisition Local = não conectado à sessão on-line do MassHunter Data Acquisition
Nome do instrumento	Exibe o nome do instrumento se estiver conectado à sessão on-line do MassHunter Data Acquisition. O nome do instrumento é o nome atribuído ao MSD pelo diálogo de configuração do MassHunter Data Acquisition.

Tabela 7 Menu Manutenção

Ação	Descrição
Preparar para ventilação	Lembra que você deve desligar o GC e então prepara o instrumento para ventilação quando **[Yes/Select]** estiver pressionado.
Bombeamento para baixo	Inicia uma sequência de bombeamento para baixo.

Tabela 8 Menu Parâmetros de MS

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

NOTA Os parâmetros de MS não podem ser definidos a partir do LCP quando uma sessão on-line do MassHunter Data Acquisition está conectada ao MSD.

Tabela 9 Menu Rede

Ação	Descrição
IP do MSD via teclado	Exibe o endereço IP do MSD e é programado via MassHunter Data Acquisition.
Endereço IP do gateway	Exibe o endereço IP do gateway para o MSD.
Máscara de Sub-rede	Exibe a máscara de sub-rede para o MSD.
IP do ChemStation	Exibe o endereço IP para o MassHunter Data Acquisition.
Endereço IP do GC	Exibe o endereço IP para o GC.

Tabela 9 Menu Rede (cont.)

Ação	Descrição
Fazer ping no gateway	Verifica a comunicação com o gateway.
Fazer ping no ChemStation	Verifica a comunicação com o MassHunter Data Acquisition.
Fazer ping no GC	Verifica a comunicação com o GC.
Endereço MAC	Exibe o endereço MAC do SmartCard no MSD.
Reinicializar com novas configurações de rede	Reinicializa o sistema e salva as novas configurações de rede.

Tabela 10 Menu Versão

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

Tabela 11 Menu Controlador

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

A Interface GC/MSD EI

A interface GC/MSD (Figura 5 na página 54) é um condutor aquecido dentro do MSD para a coluna capilar. Ela está parafusada no lado direito da câmara do analisador, com uma vedação O-ring, além de possuir uma capa protetora que não deve ser removida.

Uma extremidade da interface GC/MSD passa pelo lado do cromatógrafo a gás e se estende no forno do GC. Esta extremidade é rosqueada de forma a permitir que a coluna seja conectada com uma porca e um ferrulho.
A outra extremidade da interface se encaixa na fonte de íons. Os últimos 1 a 2 milímetros da coluna capilar se estendem além da extremidade do tubo guia e na câmara de ionização.

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

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

A interface EI GC/MSD pode ser utilizada apenas com uma fonte de íons de EI. Existem dois tipos de vedação de ponta que podem ser utilizados com fontes EI, os quais são necessários para a operação. As fontes
EI padrão/inertes usam a vedação de ponta de interface padrão (n/p G3870-20543), enquanto a fonte EI do extrator utiliza a vedação de ponta de interface do extrator (G3870-20542).

Veja também

"Instalar uma Coluna Capilar na Interface GC/MS" na página 42.

ADVERTÊN- **A interface GC/MSD opera a altas temperaturas. Ela causará queimaduras caso seja tocada enquanto estiver quente.**

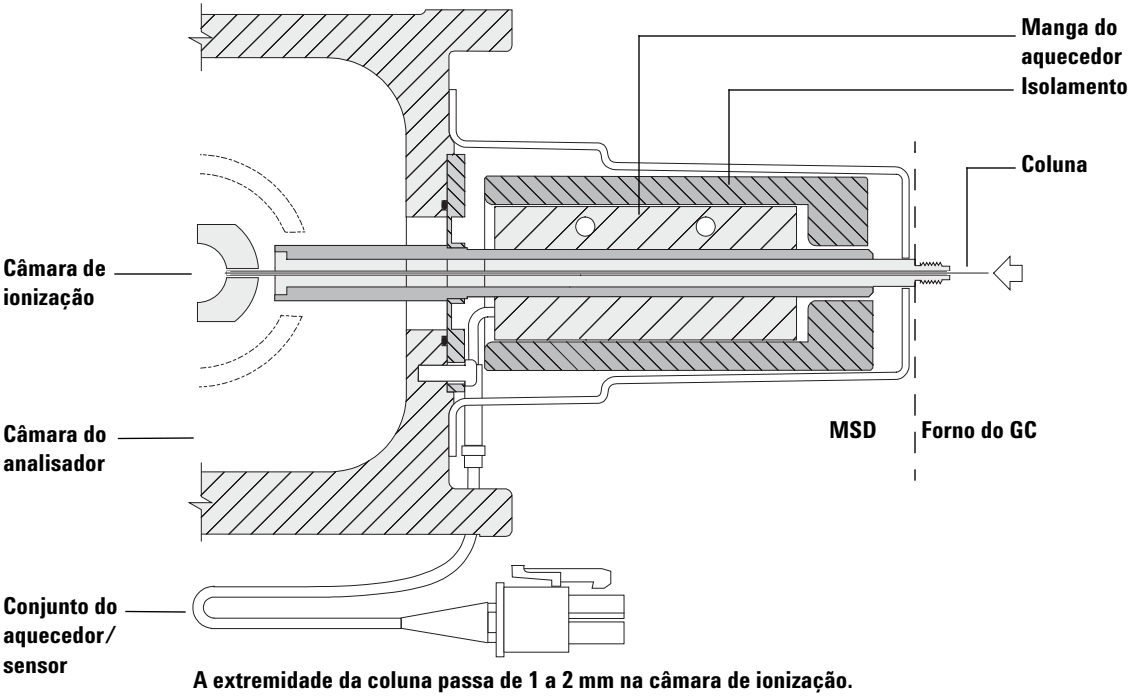


Figura 5 A interface GC/MSD EI

Antes de Ligar o MSD

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

- A válvula de ventilação deve estar fechada (o botão deve ser virado completamente no sentido horário).
- Todas as outras conexões e vedações de vácuo devem estar nos locais corretos e fixadas corretamente. (O parafuso frontal da placa lateral não deve ser apertado, exceto se gases portadores ou reagentes perigosos estejam sendo usados).
- O MSD está conectado a uma fonte de alimentação aterrada.
- A interface GC/MSD se estende até o forno do GC.
- Uma coluna capilar condicionada está instalada na entrada do GC e na interface GC/MSD.
- O GC está ligado, mas as zonas aquecidas para a interface GC/MSD, a entrada do GC e o forno estão desligados.
- O gás portador de, no mínimo, 99,9995% de pureza está encanado no GC com as armadilhas recomendadas.
- Se hidrogênio for utilizado como gás portador, seu fluxo deve estar desativado, e o parafuso de aperto manual da placa lateral frontal deve estar levemente apertado.
- A exaustão da bomba foreline está adequadamente ventilada.

ADVERTÊN-

A exaustão da bomba foreline contém solventes e os produtos químicos que você está analisando. Se estiver usando a bomba foreline padrão, ela também contém traços de óleo de bomba. Se estiver usando solventes tóxicos ou analisando produtos químicos tóxicos, remova a armadilha de óleo (bomba padrão) e instale uma mangueira (DI - 11-mm) para levar a exaustão da bomba foreline para fora ou para uma coifa. Certifique-se de estar cumprindo as regulamentações locais. A armadilha de óleo fornecida com a bomba padrão interrompe somente o óleo da bomba. Ela não bloqueia ou filtra produtos químicos tóxicos.

ADVERTÊN- **Se estiver usando hidrogênio como gás portador, não inicie o fluxo de gás portador até que o MSD tenha sido bombeado. Se as bombas de vácuo estiverem desligadas, haverá acúmulo de hidrogênio no MSD, o que pode causar uma explosão.**
Leia "Segurança do Hidrogênio" antes de operar o MSD com hidrogênio como gás portador.

Bombear

O sistema de dados ou painel de controle local ajuda no bombeamento do MSD. O processo é em sua maior parte automatizado. Assim que a válvula de ventilação é fechada ou a chave de alimentação é ligada (enquanto a placa lateral é pressionada), o MSD é bombeado por si só. O software do sistema de dados monitora e exibe o status do sistema durante o bombeamento. Quando a pressão está baixa o bastante, o programa ativa a fonte de íons e os aquecedores de filtro de massa, além de solicitar a ativação o aquecedor da interface GC/MSD. O MSD será desligado caso não consiga realizar o bombeamento corretamente.

Ao utilizar os menus ou monitores do MS, o sistema de dados pode exibir:

- Velocidade de motor para MSDs com bomba turbo (porcentagem de velocidade de rotação)
- Pressão foreline para MSDs com bomba de difusão
- Pressão da câmara do analisador (vácuo) para MSDs com o controlador de medição Micro Ion G3397B opcional

O LCP também exibe esses dados.

Controlar temperaturas

As temperaturas do MSD são controladas por meio do sistema de dados. O MSD possui aquecedores independentes e sensores de temperatura para a fonte de íons e o filtro de massa quadrupolo. É possível ajustar os pontos de ajuste e visualizar essas temperaturas pelo sistema de dados ou pelo painel de controle local.

Normalmente, o aquecedor da interface GC/MSD é alimentado e controlado pela zona aquecida Aux Térmica nº 2 do GC. Para os GCs série 7820, o aquecedor é conectado tanto à zona térmica de entrada traseira, no caso de modelos com entrada única, quanto à zona térmica da válvula manual, no caso de modelos com entrada dupla. A temperatura da interface GC/MSD pode ser definida e monitorada pelo sistema de dados ou pelo GC.

Controlar o fluxo da coluna

O fluxo do gás portador é controlado pela pressão de entrada no GC. Em determinada pressão de entrada, o fluxo da coluna diminuirá conforme a temperatura do forno do GC aumenta. Com o controle pneumático eletrônico (EPC) e o modo de coluna definido como **Constant Flow** (fluxo constante), o mesmo fluxo de coluna é mantido, independentemente da temperatura.

O MSD pode ser usado para medir o fluxo de coluna real. Basta injetar uma quantidade ***pequena*** de ar ou outro produto químico não retido e marcar em quanto tempo o MSD é alcançado. Com essa medição de tempo, é possível calcular o fluxo de coluna. Consulte "Calibrar a Velocidade Linear do Fluxo da Coluna" na página 70.

Ventilar o MSD

Um programa no sistema de dados guiará você pelo processo de ventilação. Ele desliga os aquecedores do GC e do MSD e o aquecedor da bomba de difusão ou a bomba turbo no momento correto. Também permite monitorar temperaturas no MSD e indica quando se deve ventilar o MSD.

O MSD ***será*** danificado se houver uma ventilação incorreta. A bomba de difusão conduzirá o fluido da bomba vaporizado em sentido contrário até o analisador, caso o MSD seja ventilado antes do completo resfriamento da bomba de difusão. A bomba turbo será danificada caso seja ventilada durante a rotação em uma velocidade acima de 50% de sua velocidade de operação normal.

ADVERTÊN- **Certifique-se de que a interface GC/MSD e as zonas do analisador estejam frias (abaixo de 100 °C) antes de ventilar o MSD. Uma temperatura de 100 °C é quente o suficiente para causar queimaduras de pele; sempre utilize luvas de pano ao manusear peças do analisador.**

ADVERTÊN- **Caso esteja usando hidrogênio como gás portador, o fluxo deste deve estar desativado antes do desligamento da alimentação do MSD. Se a bomba foreline estiver desligada, haverá acúmulo de hidrogênio no MSD, o que pode causar uma explosão. Leia "Segurança do Hidrogênio" antes de operar o MSD com hidrogênio como gás portador.**

CUIDADO Nunca ventile o MSD permitindo que ar entre por meio de ambas as extremidades da mangueira foreline. Utilize a válvula de ventilação ou remova a porca da coluna e a coluna.

Não ventile enquanto a bomba turbo estiver ainda em rotação acima de 50%.

Não exceda o fluxo total máximo de gás recomendado. Consulte "Recursos e modelos do MSD série 5977" .

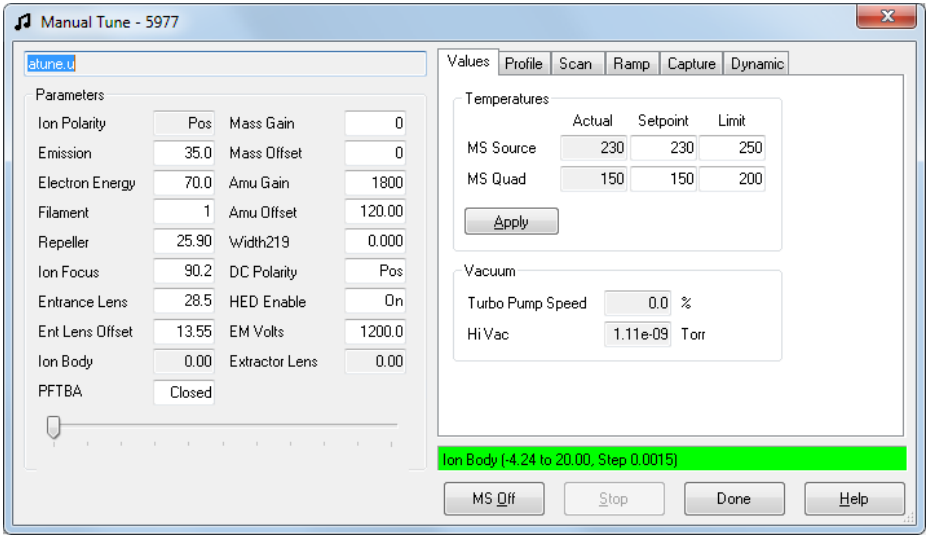
Exibir a Temperatura do MSD e o Vácuo no Ajuste Manual

Também é possível usar o painel de controle local para executar e ssa tarefa. Consulte "Operar o MSD pelo LCP" na página 46.

Procedimento

1 No modo de exibição de Controle de Instrumento, selecione **Edit Tune Parameters** no menu do instrumento para exibir a caixa de diálogo **Manual Tune**.

2 Clique na guia **Values** para visualizar as temperaturas e o vácuo do MSD.



3 Para alterar o **Setpoint** (ponto de ajuste) ou o **Limit** (limite) de temperatura, insira os novos parâmetros e clique em **Apply**.

Exceto se o processo de bombeamento tiver recém-começado, a pressão foreline deverá ser de menos de 300 mTorr, ou a bomba turbo deverá estar sendo executada a 80% de sua velocidade, no mínimo.
Os aquecedores do MSD permanecem desligados enquanto a bomba de difusão está fria ou a bomba turbo está operando a menos de 80%; Normalmente, a pressão foreline ficará abaixo de 100 mTorr, ou a velocidade da bomba turbo ficará em 100%.

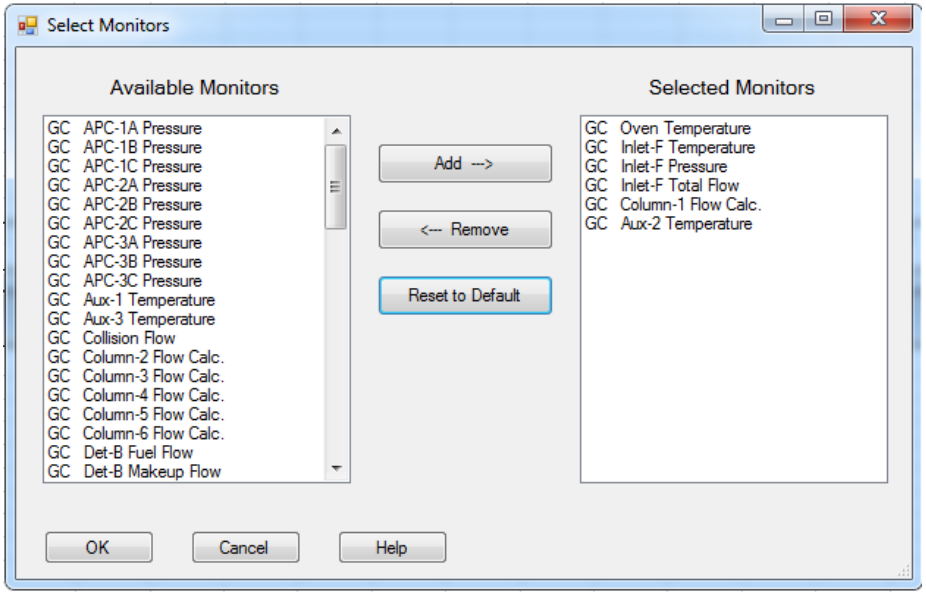
Os aquecedores do MSD são ligados no fim do ciclo de bombeamento e são desligados no início do ciclo de ventilação. Os pontos de ajuste reportados não serão alterados durante a ventilação ou o bombeamento, mesmo que ambas as zonas do MSD sejam desativadas.

Definir monitores de temperatura do MSD e status de vácuo

Um monitor exibe o valor atual do parâmetro de um único instrumento. Ele pode ser adicionado à janela de controle do instrumento padrão.
Os monitores podem ser configurados para alterar sua cor caso o parâmetro atual varie além do limite determinado pelo usuário a
partir de seu ponto de ajuste.

Procedimento

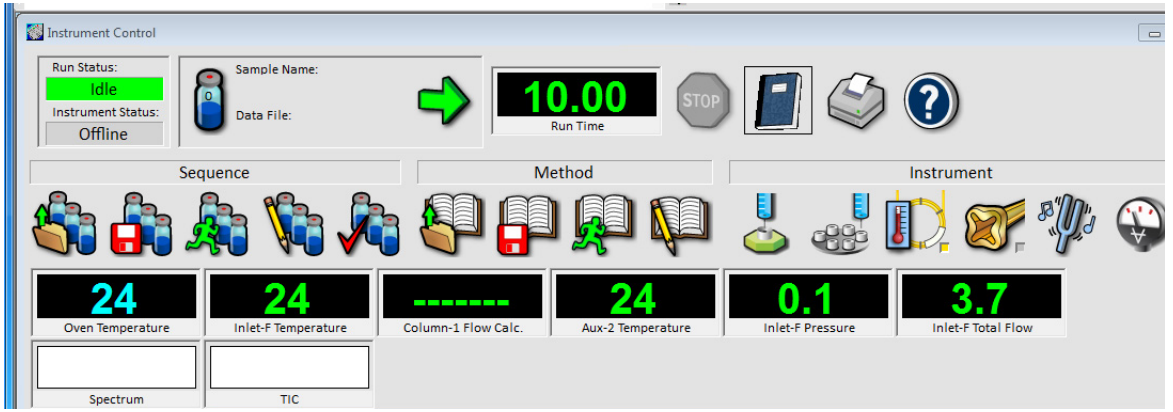
4 Na exibição **Instrument Control**, selecione **Edit Monitors** no menu **Instrument** para exibir a caixa de diálogo **Select Monitors**.



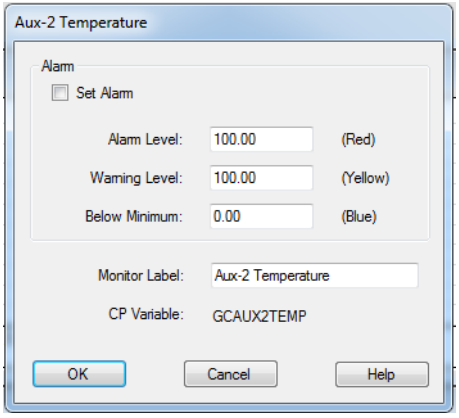
5 Na coluna **Available Monitors**, selecione um monitor e clique no botão **Add** para mover a seleção para a coluna **Selected Monitors**. Repita o procedimento para outros monitores.

6 Clique em **OK**. Os novos monitores serão colocados um acima do outro no canto inferior direito da janela **Instrument Control**.

7 Selecione **Window > Arrange Monitors**, ou clique e arraste cada monitor para a posição desejada.



8 Para configurar um alarme de monitor, clique duas vezes em um monitor exibido no modo de exibição de Controle de Instrumento para abrir a caixa de diálogo de tal monitor para a configuração de alarmes.



a Marque a caixa de seleção **Set Alarm**.

b Defina os valores apropriados em **Warning Level**, **Alarm Level** e **Below Minimum**.

c Insira texto descritivo no campo **Monitor Label** caso o rótulo padrão não seja apropriado.

d Clique em **OK** para concluir a configuração de alarme do monitor.

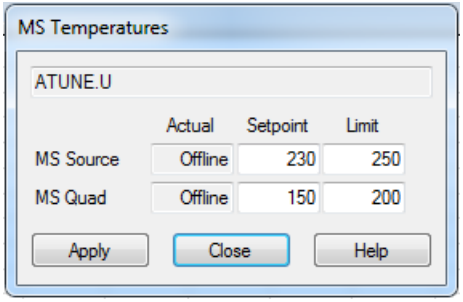
9 Para proceder para a parte de novas configurações do método, salve o Método.

Definir as Temperaturas do Analisador pelo Modo de Exibição de Controle de Instrumento

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

Procedimento

1 No modo de exibição de Controle de Instrumento, selecione **MS Temperatures** a partir do menu **Instrument**.



2 Insira as temperaturas de **MS Source** e **MS Quad** filtro de massa) nos campos **Setpoint** e **Limit**.

Tabela 12 Configurações recomendadas de temperatura

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

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

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

3 Para enviar os novos parâmetros de temperatura para o arquivo de ajuste carregado atualmente e baixar estes parâmetros para o MSD clique em **Apply**.

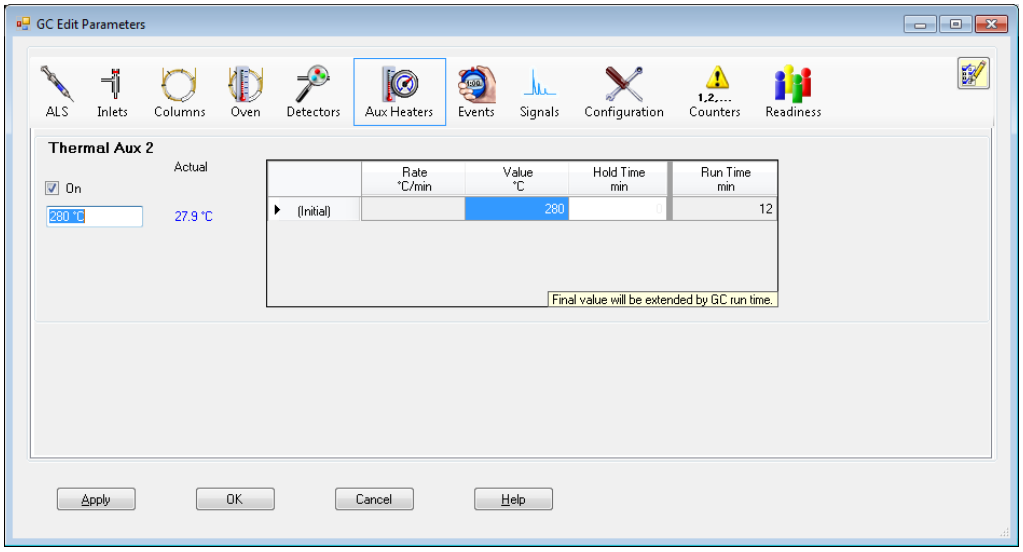
4 Clique em **Close** para sair da caixa de diálogo. Se forem feitas alterações em quaisquer parâmetros, a caixa de diálogo **Save MS Tune File** será exibida. Clique em **OK** para salvar as alterações no mesmo arquivo ou então digite um novo nome de arquivo e clique em **OK**. Clique em **Cancel** para descartar a edição feita em quaisquer parâmetros.

Definir a Temperatura da Interface GC/MSD pelo MassHunter

Procedimento

1 No modo de exibição de **Instrument Control**, selecione **Instrument>GC Edit Parameters.**

2 Clique no ícone **Aux Heater** para editar a temperatura da interface.



3 Selecione **On** para ativar o aquecedor e digite o ponto de ajuste na coluna **Value °C**.

O ponto de ajuste normal é 280 °C. Os limites são 0 °C e 350 °C.
Um ponto de ajuste abaixo da temperatura ambiente desliga o aquecedor da interface.

CUIDADO

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

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

4 Clique em **Apply** para baixar os pontos de ajuste ou clique em **OK** para baixar os pontos de ajuste e então feche a janela.

5 Para proceder para a parte de novas configurações do método, selecione **Save** a partir do menu Method.

Monitorar a Pressão a Alto Vácuo

O monitoramento de pressão requer um medidor de vácuo Micro-Ion G3379A opcional.

ADVERTÊN- **Caso você esteja utilizando hidrogênio como gás portador, não ligue o medidor de vácuo Micro-Ion se houver possibilidade de que o hidrogênio tenha se acumulado na câmara do analisador. Leia "Segurança do Hidrogênio" antes de operar o MSD com hidrogênio como gás portador.**

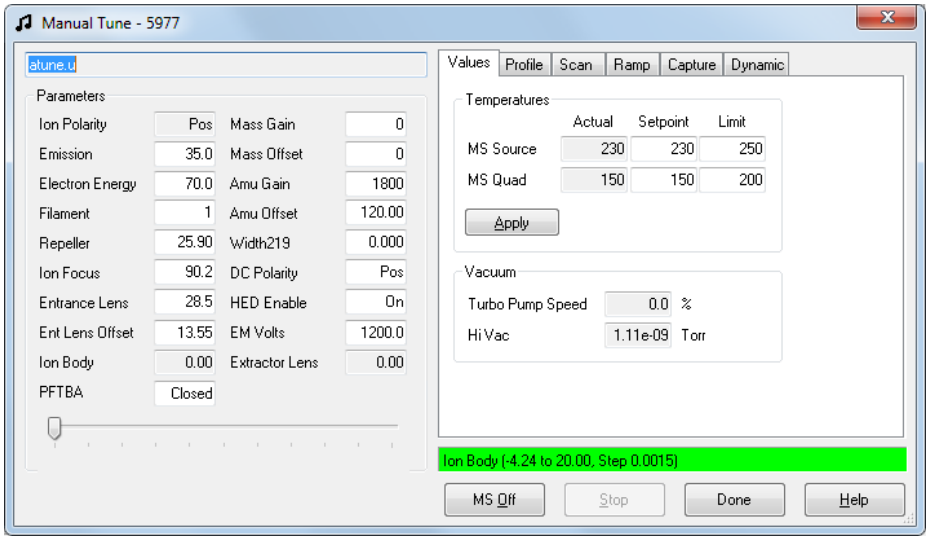
Procedimento

1 Inicialize e bombeie o MSD ("Bombear o MSD no Modo EI" na página 90).

2 No modo de exibição Tune and Vacuum Control, selecione **Turn Vacuum gauge on/off** no menu **Vacuum**.

3 Selecione **Ajuste manual** no menu **Parameters** para exibir a caixa de diálogo Ajuste manual.

4 Selecione a guia **Values** para visualizar a leitura HiVac.



A maior influência na pressão operacional no modo EI é o fluxo do gás portador (coluna). A Tabela 13 lista as pressões normais para vários fluxos de hélio como gás portador. Estas pressões são números aproximados e podem variam de instrumento para instrumento
em até 30%.

Tabela 13 Leitura do medidor de vácuo Ion

Fluxo de coluna, ml/min	Leitura do medidor opcional, Torr Bomba turbo de *desempenho*	Leitura do medidor, Torr Bomba de *diffusion*	Leitura foreline, Torr Bomba de *diffusion*
0.5	3.18E–06	2.18E–05	34.7
0.7	4.42E–06	2.59E–05	39.4
1	6.26E–06	3.66E–05	52.86
1.2	7.33E–06	4.46E–05	60.866
2	1.24E–05	7.33E–05	91.784
3	1.86E–05	1.13E–04	125.76
4	2.48E–05		
6	3.75E–05		

Se a pressão estiver consistentemente maior do que aquelas listadas, consulte a ajude on-line no software MassHunter Data Acquisition para obter informações sobre como solucionar vazamentos de ar e outros problemas de vácuo.

No modo de exibição de Controle de Instrumento, é possível configurar o Monitor MS para exibir esta leitura de vácuo. O vácuo também pode ser lido no LCP ou a partir da tela Ajuste manual.

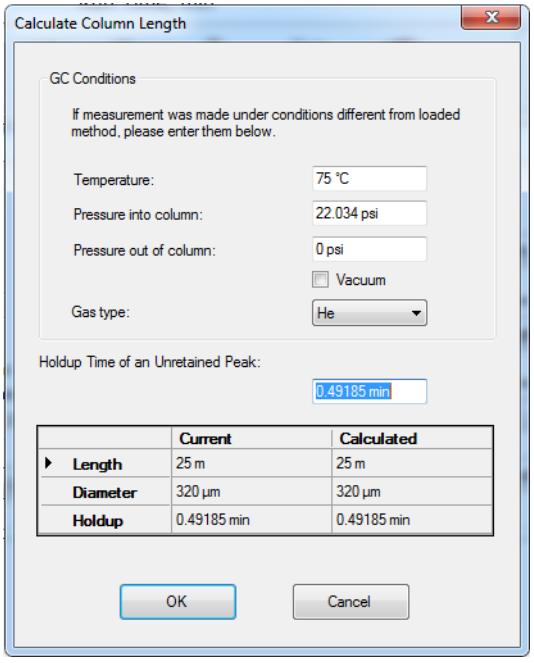
Calibrar a Velocidade Linear do Fluxo da Coluna

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

Procedimento

1. Defina a Aquisição de dados para injeção manual sem divisor e configure um gráfico de tempo real para monitorar *m/z* 28.
2. Pressione **[Prep Run]** no teclado do GC.
3. Injete 1 µL de ar na entrada do GC e pressione **[Start Run]**
4. Espere até que um pico seja eluído a *m/z* 28. Observe o tempo de retenção.
5. No modo de exibição **Instrument Control**, selecione **GC Parameters** no menu **Instrument** menu.
6. Selecione a guia **Configuration** e depois a guia **Columns**.
7. Selecione na tabela a sua coluna.
8. Clique no botão **Calibrate** para exibir a caixa de diálogo **Calibrate Column**.

9 Clique no botão **Calc Length** na seção I**f unretained peak holdup time is known** para exibir a caixa de diálogo **Calculate Column Length**.



10 Certifique-se de que os parâmetros listados (temperatura, pressões de entrada e saída e o tipo de gás) foram os utilizados no método para determinar o tempo de retenção. Mude os parâmetros que estiverem diferentes dos que foram utilizados em seu método.

11 Insira o tempo de retenção registrado no campo **Holdup Time**. Mova o cursor para outro campo de parâmetro para que então o comprimento da coluna calibrada apareça.

12 Clique em **OK** para salvar as alterações e sair da caixa de diálogo.

13 Clique em **OK** na caixa de diálogo **Calibrate Columns** para salvar a calibração.

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

Cálculo da velocidade linear média

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

onde:

L = Comprimento da coluna em metros

t = Tempo de retenção em segundos

Cálculo da taxa de fluxo volumétrico

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

onde:

D = Diâmetro interno da coluna em milímetros

L = Comprimento da coluna em metros

t = Tempo de retenção em minutos

Ajustar o MSD no Modo EI

Você pode utilizar também o Painel de controle local para executar o ajuste automático atualmente carregado no MassHunter. Consulte "Operar o MSD pelo LCP" na página 46.

Procedimento

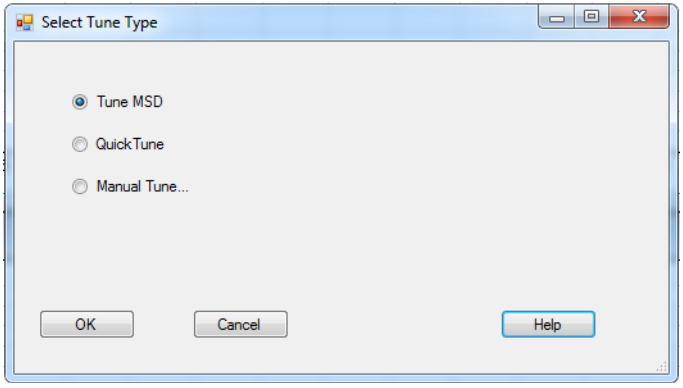
1 Carregue o método que será utilizado para a aquisição de dados.

2 No modo de exibição de Controle de Instrumento, verifique se o arquivo correto de ajuste está exibido na barra de blocos. Na maioria das aplicações, o ATUNE.U (**Autotune)** gera bons resultados. STUNE.U (**Standard Tune)** não é recomendável, uma vez que pode reduzir a sensibilidade.

3 Para selecionar um arquivo de ajuste diferente, selecione **MS Tune File** no menu **Instrument** para exibir a caixa de diálogo **Select Tune File**. A área **Settings** exibe os parâmetros importantes para um arquivo de ajuste selecionado.

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

4 Clique no ícone **MS Tune** para exibir a caixa de diálogo **Select Tune Type**.



5 Selecione **Tune MSD** para realizar um ajuste automático completo, ou **Quick Tune** para ajustar a largura do pico, atribuição de massa e abundância, sem alterar os índices de íon.

6 Clique em **OK** para fechar esta caixa de diálogo e iniciar o ajuste.
Se as temperaturas do MSD não estiverem estáveis, pode ser solicitado que você espere ou então que você ignore a espera clicando em **Override**.

7 Espere até que o ajuste seja concluído e o relatório seja gerado.

8 Para avaliar os resultados do ajuste, selecione **Evaluate Tune** no menu **Checkout**.

Para visualizar o histórico de resultados de ajuste, selecione **Checkout>View Previous Tunes...** no modo de exibição de Controle de Instrumento.

Para ajustar manualmente seu MSD ou realizar auto ajustes especiais, selecione o modo de exibição **Tune and Vacuum Control** no menu **View**.
Para mais informações sobre ajuste, consulte os manuais e a ajuda on-line fornecida com o software MassHunter Data Acquisition.

Verificar o Desempenho do Sistema

Materiais necessários

- Amostra OFN 1 pg/µl (0,001 ppm) (5188-5348)

Verificar o desempenho do ajuste

1 Verifique se o sistema foi bombeado por, no mínimo, 60 minutos.

2 Defina a temperatura do forno do GC para 150 °C e o fluxo da coluna para 1,0 ml/min.

3 No modo de exibição de Controle de Instrumento, selecione **Checkout Tune** no menu Checkout. O software executará o ajuste automático e imprimirá o relatório.

4 Quando o ajuste automático for concluído, salve o método e selecione **Evaluate Tune** no menu **Checkout**.

O software avaliará o último ajuste automático e imprimirá o relatório Verificação do sistema - Ajuste.

Verificar o desempenho de sensibilidade

1 Faça a configuração para injetar 1 µL de OFN, tanto com o ALS quanto manualmente.

2 No modo de exibição de Controle de Instrumento, selecione **Sensitivity Check** no menu **Checkout**. O sistema exibirá uma caixa de diálogo **Alert** como lembrete para resolver o método OFN_SN e colocar a amostra de OFN no frasco 1 quando o ALS estiver configurado.

3 Se necessário, resolva seu hardware com esse método e coloque a amostra na posição do frasco 1.

4 Clique em **OK** para executar o método.

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

Verifique se a proporção de sinal-para-ruído em rms atende à especificação publicada. Consulte o site da Agilent em www.agilent.com/chem para obter especificações.

Realizar Teste de Alta Massa (MSDs série 5977)

Materiais necessários

- Amostra de calibração FHT (5188-5357)

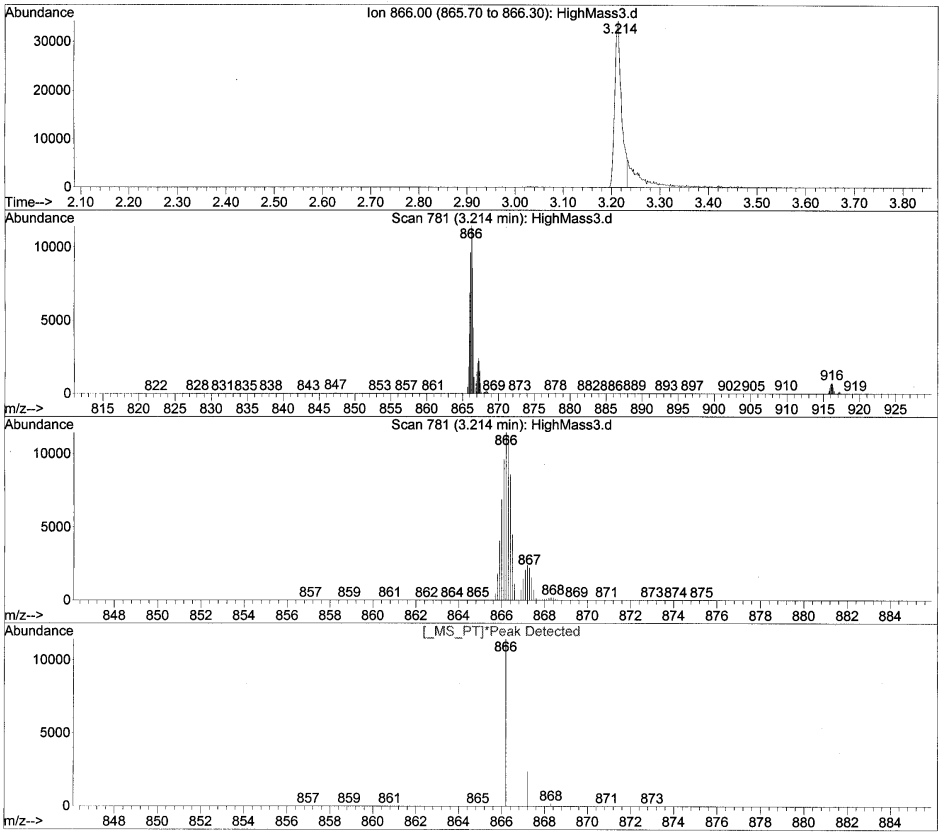
Procedimento

1. Carregue o arquivo de ajuste ATUNE.U e depois faça o ajuste automático no MSD. Consulte "Ajustar o MSD no Modo EI" na página 73.
2. Resolva o método PFHT.M em x\5977\PFHT.M, em que x é o número do instrumento que está sendo utilizado.
3. Atualize e salve o método.
4. Carregue a amostra de calibração FHT em um frasco e coloque-o na posição 2.
5. No modo de exibição de Controle de Instrumento, selecione **High Mass Check** no menu **Checkout**.
6. Siga as instruções apresentadas na tela.
7. A execução é concluída e os resultados são impressos dentro de cinco minutos. Consulte "Relatório de alta massa PFHT" na página 77.

Resultados

```
                    *PFHT HIGH MASS REPORT

Data File : C:\msdchem\1\5975\HighMass3.d                Vial: 2
Acq On    : 28 Apr 2005  15:07                        Operator:
Sample    : *HIGH MASS TEST                           Inst    : Instrument #1
Misc      : _[]                                       Multiplr: 1.00
Barcode   : *EXPECTED=*  <NONE>  ACTUAL=*  <NONE>  Sample Amount:0.00
MS Integration Params: NA
```



* MASS	ACTUAL	ISOTOPE	ABUND	ISOTOPE	RATIO	RELATIVE	WIDTH
866.00	866.20	867.20	11439	2402	21.00	100.00	0.512
867.00	867.20	868.30	2402	171	7.12	21.00	0.512
916.00	916.20	917.20	742	155	20.89	6.49	0.553

Figura 6 Relatório de alta massa PFHT

Os resultados indicarão a quantidade recomendada de ajuste do desvio de AMU para alta massa. Se os resultados estiverem dentro de cinco unidades da quantidade-alvo, não há necessidade de fazer ajustes.

Ajustes

1. Verifique se ATUNE.U foi carregado.
2. No modo de exibição de Controle de Instrumento, selecione **Edit Tune Parameters** no menu **Instrument** para exibir a caixa de diálogo **Manual Tune**.
3. Clique na guia **Dynamic** e depois na subguia **Amu Offset**.
4. Marque a caixa de seleção **Enable This Lens**.
5. Insira a **tensão (V)** de desvio dinâmico recomendada e clique em **OK.**
6. Clique em **Save** para salvar o **Amu Offset** (desvio de amu) dinâmico para alta massa.

   É possível substituir o ATUNE.U existente para incluir o ajuste de alta massa ou salvar esse arquivo com um novo nome, por exemplo, ATUNEHIGH.U.

   Sempre que ATUNE.U for executado, ele substituíra esse **desvio de amu** dinâmico que foi inserido. É por isso que o ajuste deve ser renomeado.
7. Clique em **Done** para fechar a caixa de diálogo Ajuste manual.
8. Carregue o PFHT.M, depois carregue o arquivo de ajuste salvo e, em seguida, salve o método.
9. Execute novamente a mistura de teste (repetir a verificação de alta massa). Se a correção estiver dentro de cinco unidades, nenhum outro ajuste será necessário.

Abrir as Coberturas do MSD

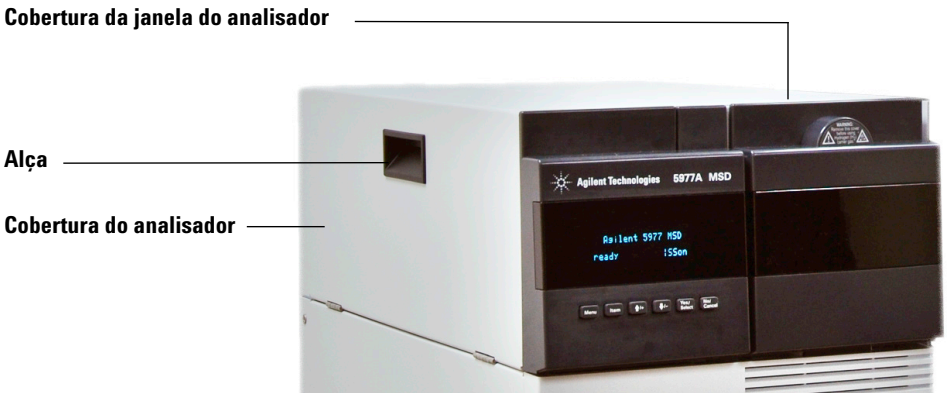
Se você precisar abrir uma das coberturas do MSD, siga estes procedimentos.

Para remover a cobertura da janela do analisador

Pressione a área arredondada no topo da janela, incline a janela um pouco para a frente e levante o MSD.

.

CUIDADO Não faça muito força, pois as abas de plástico que fixam a cobertura à unidade de processamento podem quebrar.



Para abrir a cobertura do analisador

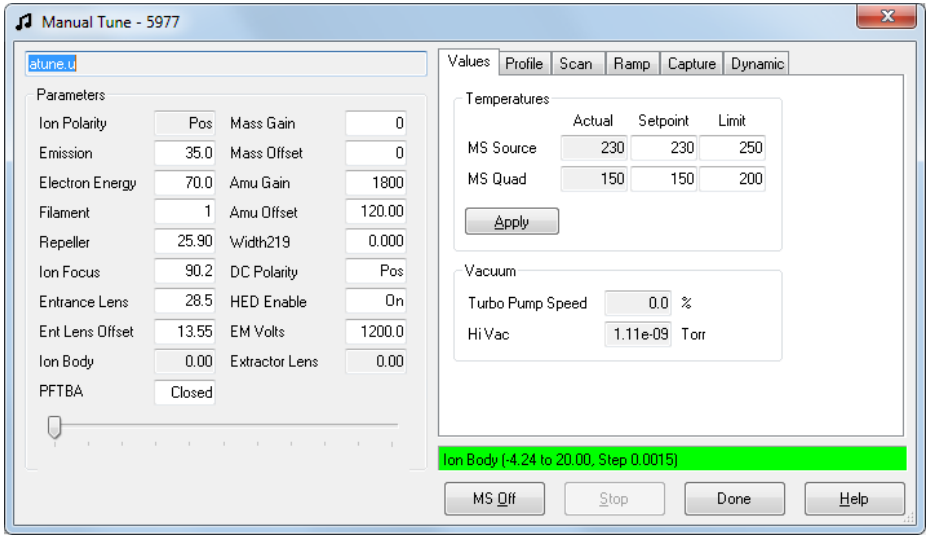
Puxe a alça na lateral do MSD para a esquerda e para baixo a fim de liberar a trava magnética e abrir a cobertura. A cobertura é fixada por dobradiças.

ADVERTÊN- **Não remove nenhuma outra cobertura. Tensões perigosas estão presentes sob as outras coberturas.**

Para Ventilar o MSD

Procedimento

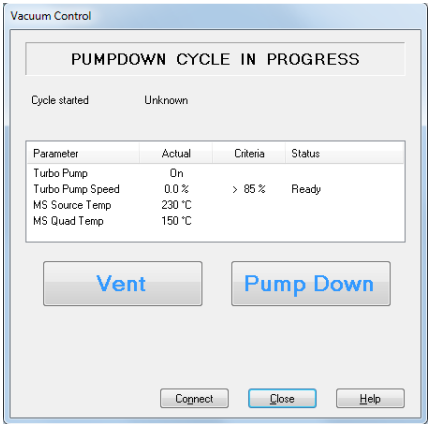
1. No modo de exibição de Controle de Instrumento, selecione **GC Parameters** no menu **Instrument** para exibir a caixa de diálogo **Manual Tune**. Selecione **Oven** e defina a temperatura do forno com a temperatura ambiente. Selecione também **Oven, Thermal Aux (MSD Transfer line), and Inlet** e defina essas temperaturas com a temperatura ambiente. Clique em **OK** para fechar a caixa de diálogo e definir essa temperatura no GC.
2. No modo de exibição de Controle de Instrumento, selecione **Edit Tune Parameters** no menu **Instrument** para exibir a caixa de diálogo **Manual Tune**.
3. Selecione a guia **Values** e defina as temperaturas Fonte de MS e Quad de MS para ambiente (temperatura ambiente) e clique em **Apply** para baixar essas configurações para o MSD.



ADVERTÊN- **Caso esteja usando hidrogênio como gás portador, o fluxo deste deve estar desativado antes do desligamento da alimentação do MSD. Se a bomba foreline estiver desligada, haverá acúmulo de hidrogênio no MSD, o que pode causar uma explosão. Leia "Segurança do Hidrogênio" antes de operar o MSD com hidrogênio como gás portador.**

CUIDADO Certifique-se de que o forno do GC e a interface GC/MSD estejam frias antes de desativar o fluxo do gás portador, evitando assim danos à coluna.

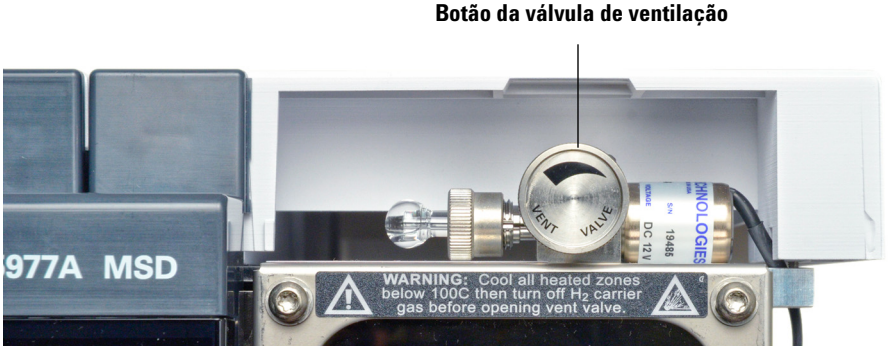
4 Na caixa de diálogo **Manual Tune**, selecione a guia **Vacuum Control**.



5 Remova a cobertura da janela do analisador (consulte "Abrir as Coberturas do MSD" na página 79)

6 Clique em **Vent** para iniciar o desligamento automático do MSD. Siga as instruções apresentadas.

7 Quando for solicitado, gire o botão da válvula de ventilação no sentido anti-horário *apenas* 3/4 de volta ou até que se possa ouvir um som de assobio de ar fluindo para dentro da câmara do analisador.



Não gire o botão em excesso; caso contrário, o o-ring poderá cair de sua ranhura. Não se esqueça de reapertar o botão antes do bombeamento.

Abrir a Câmara do Analisador

Materiais necessários

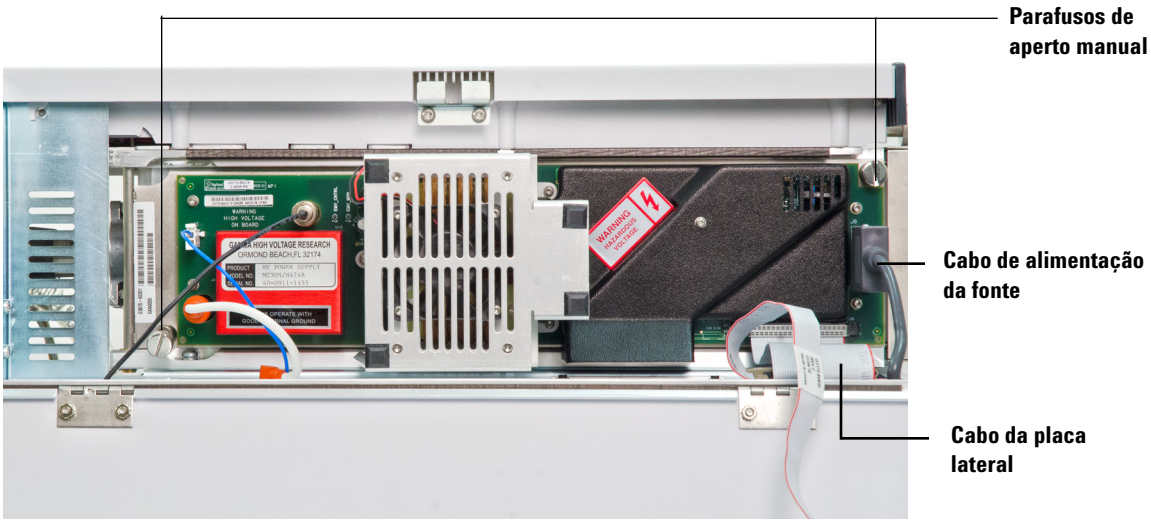
- Luvas, limpas, sem fiapos
  - Tamanho grande (8650-0030)
  - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Pulseira aterrada, antiestática
  - Tamanho pequeno (9300-0969)
  - Tamanho médio (9300-1257)
  - Tamanho grande (9300-0970)

CUIDADO Descargas eletroestáticas nos componentes do analisador são conduzidas para a placa lateral, onde elas podem danificar componentes sensíveis. Use uma pulseira aterrada antiestática e tome outras precauções antiestáticas (page 132) antes de abrir a câmara do analisador.

Procedimento

1 Ventilar o MSD (consulte “Para Ventilar o MSD” na página 80).

2 Desconecte o cabo de controla da placa lateral e o cabo de alimentação da fonte na placa lateral.



3 Solte os parafusos da placa lateral se eles estiverem apertados.

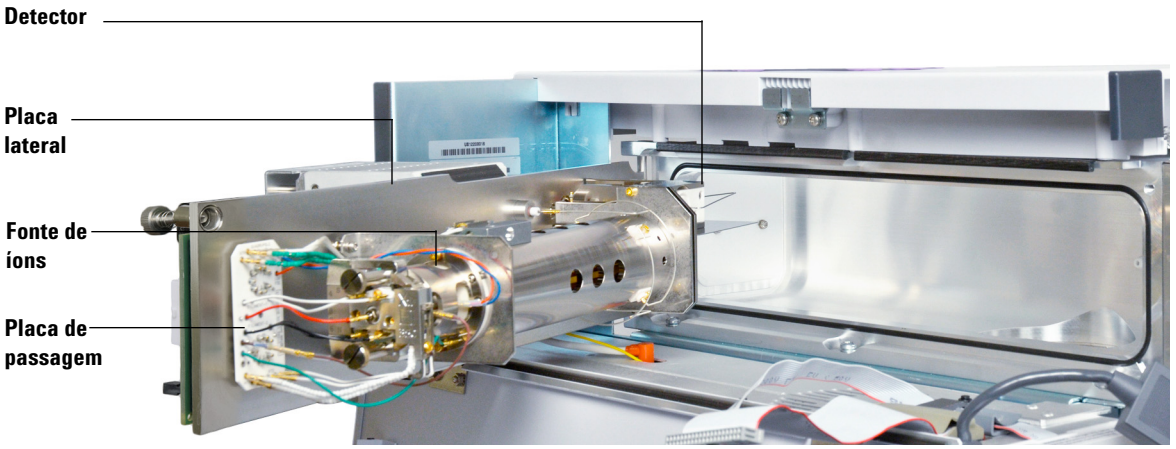
O parafuso da placa lateral traseiro deve ser solto durante o uso normal. Ele é apertado somente durante o transporte. O parafuso frontal da placa lateral deve ser apertado somente para operações de CI ou caso o hidrogênio ou outras substâncias tóxicas ou inflamáveis estejam sendo usados como gás portador.

CUIDADO Na próxima etapa, se sentir resistência, **interrompa** o procedimento. Não tente forçar a abertura da placa lateral. Verifique se o MSD está ventilado. Verifique se ambos os parafusos, frontal e traseiro, da placa lateral estão completamente soltos.

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

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

4 Gire *levemente* a placa lateral para fora.



Fechar a Câmara do Analisador

Materiais necessários

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

Procedimento

1 Certifique-se de que todos os fios elétricos internos do analisador estejam corretamente fixados. A fiação é a mesma para ambas as fontes-padrão de EI e CI. A fonte de EI do extrator possui um fio extra que conduz às lentes do extrator.

A fiação é descrita na Tabela 14 e ilustrada na Figura 7 na página 87 e na Figura 8 na página 88. O termo "placa" na tabela refere-se à placa de passagem localizada ao lado da fonte de íons.

Tabela 14 Fiação do analisador

Descrição do fio	Fixado a(o)	Conecta-se a(o)
Com isolamento verde (2)	Aquecedor do quad	Placa, parte superior esquerda (HTR)
Branco com cobertura trançada (2)	Sensor do quad	Placa, parte superior (RTD)
Branco (2)	Placa, parte central (FILAMENT-1)	Filamento 1 (parte superior)
Vermelho (1)	Placa, parte central esquerda (REP)	Repulsor
Preto (2)	Placa, parte central (FILAMENT-2)	Filamento 2 (parte inferior)
Laranja (1)	Placa, parte superior direita (ION FOC)	Lente de foco de íons
Azul (1)	Placa, parte superior direita (ENT LENS)	Lente de entrada
Com isolamento verde (2)	Aquecedor da fonte de íon	Placa, parte inferior esquerda (HTR)
Branco (2)	Sensor da fonte de íon	Placa, parte inferior (RTD)
Marrom (1)	Lente do extrator (somente fonte Xtr EI)	Placa, parte intermediária esquerda

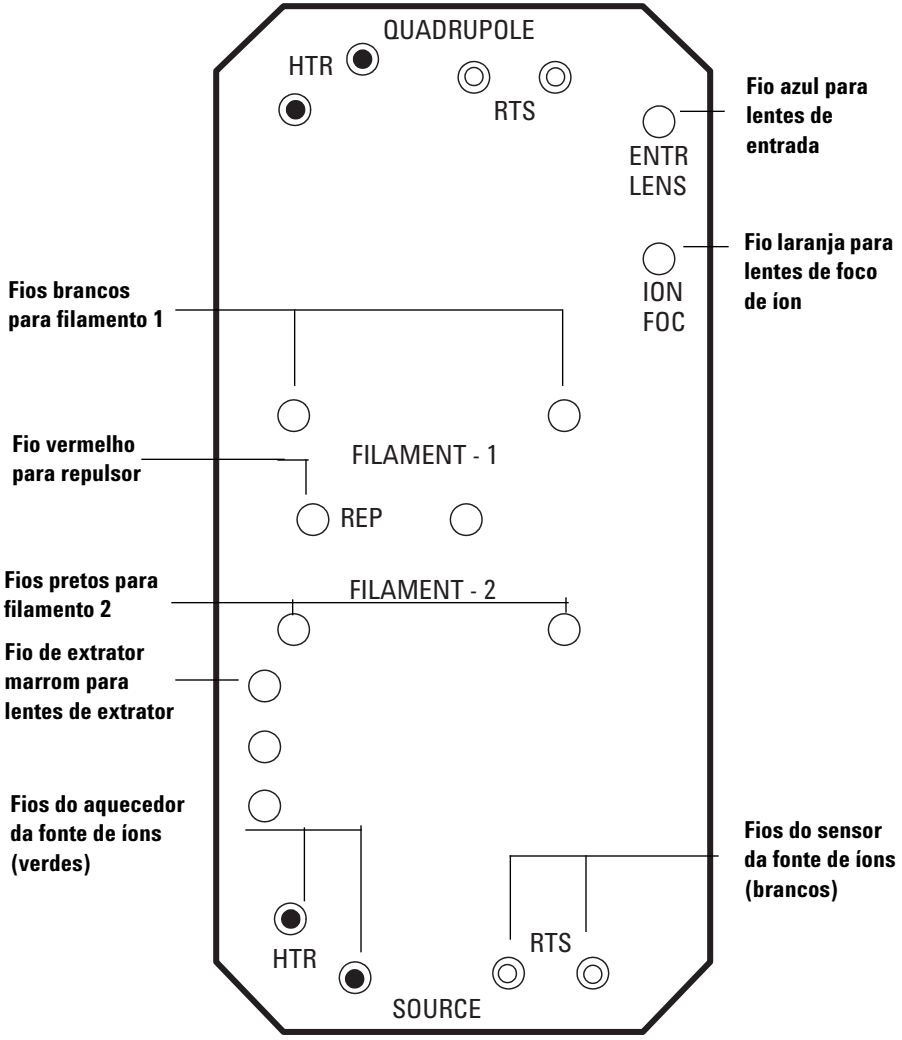


Figura 7 Fiação da placa de passagem

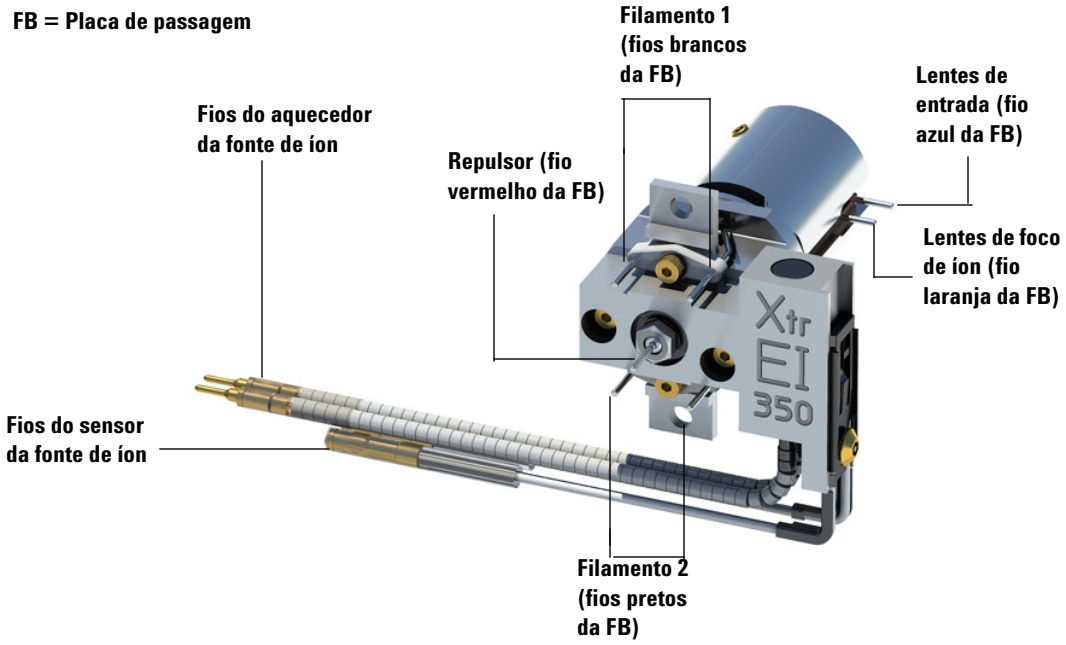


Figura 8 Fiação da fonte de íon

Verifique o o-ring da placa lateral. Certifique-se de que ele está com uma cobertura ***bem*** fina de graxa de alto vácuo Apiezon L. Se não estiver bem seco, o o-ring talvez não resulte em uma vedação muito boa. Se o o-ring estiver brilhando, isto é sinal de que ele está com muita graxa. Consulte o 5977 Series MSD Troubleshooting and Maintenance Manual para saber as instruções de lubrificação.

2 Feche a placa lateral.

3 Reconecte os cabos de controle da placa lateral.

4 Certifique-se de que a válvula de ventilação esteja fechada.

5 Bombeie o MSD. Consulte "Bombear o MSD no Modo EI" na página 90.

6 Se você estiver operando em modo CI, ou se hidrogênio ou outra substância inflamável ou tóxica for utilizada como gás portador, aperte *suavemente* o parafuso de aperto manual frontal da placa lateral.

ADVERTÊN- **O parafuso frontal de aperto manual deve estar preso para a operação CI ou caso hidrogênio (ou outro gás perigoso) estiver sendo utilizado como um gás portador do GC. No improvável caso de explosão, isso pode evitar que a placa lateral se abra.**

CUIDADO Não aperte demais o parafuso; isso pode causar vazamentos de gás ou evitar que o bombeamento seja bem-sucedido. Não utilize uma chave de fenda para apertar o parafuso.

7 Assim que o MSD tiver sido bombeado, feche a cobertura do analisador.

Bombear o MSD no Modo EI

Também é possível usar o painel de controle local para executar essa tarefa. Consulte "Operar o MSD pelo LCP" na página 46.

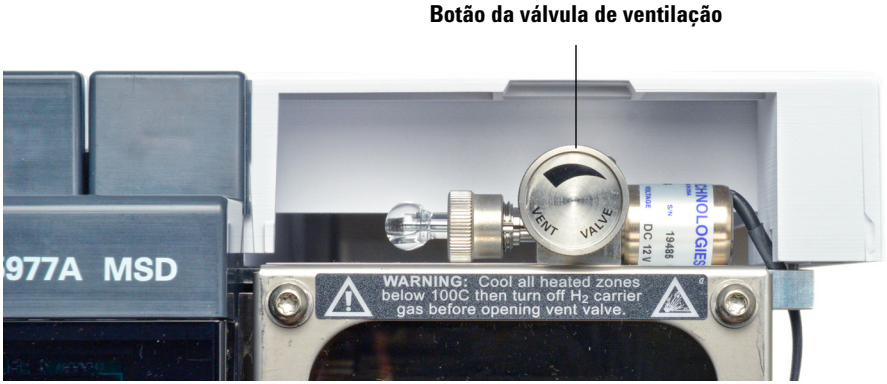
ADVERTÊN- **Certifique-se de que seu MSD cumpra todas as condições listadas na introdução deste capítulo (page 53) antes de inicializá-lo e bombeá-lo. Você pode sofrer danos caso isso não seja feito.**

ADVERTÊN- **Se estiver usando hidrogênio como gás portador, não inicie o fluxo de gás portador até que o MSD tenha sido bombeado. Se as bombas de vácuo estiverem desligadas, haverá acúmulo de hidrogênio no MSD, o que pode causar uma explosão. Leia "Segurança do Hidrogênio" antes de operar o MSD com hidrogênio como gás portador.**

Procedimento

1 Remova a cobertura da janela do analisador (consulte "Abrir as Coberturas do MSD" na página 79)

2 Feche a válvula de ventilação girando o botão em sentido horário.



3 Conecte o cabo de alimentação do MSD.

4 Pressione o botão Power on na frente do MSD.

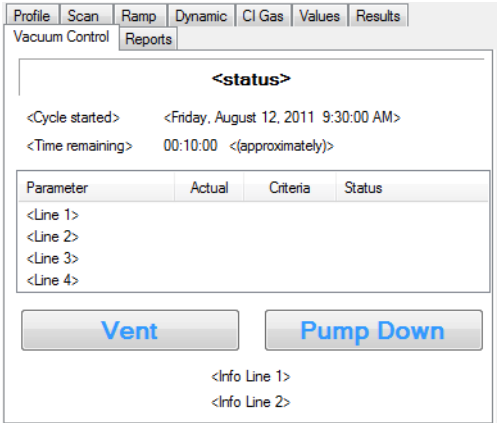
5 Pressione levemente a placa lateral para garantir uma vedação correta. Pressione a caixa de metal na placa lateral.

A bomba foreline fará um som de gorgolejo, o qual deve parar dentro de um minuto. Caso este som continue, isso significa que há um ***grande*** vazamento de ar em seu sistema, provavelmente na vedação da placa lateral, na porca da coluna da interface ou na válvula de ventilação.

6 Inicialize o programa MassHunter Data Acquisition.

7 No modo de exibição de Controle de Instrumento, selecione **Edit Tune Parameters** no menu **Instrument** para exibir a caixa de diálogo **Manual Tune**.

8 Na caixa de diálogo **Manual Tune**, selecione a guia **Vacuum Control**.



9 Selecione **Pump Down** na guia **Vacuum** e siga as solicitações do sistema.

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

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

O software ligará os aquecedores da fonte de íons e do filtro de massa (quad). Os pontos de ajuste de temperatura ficam armazenados no arquivo de auto ajuste (*.u) atual.

11 Depois que a mensagem **Okay to run** surgir, espere duas horas para o MSD alcançar o equilíbrio térmico. Os dados adquiridos antes de o MSD ter atingindo o equilíbrio térmico podem não ser reproduzíveis.

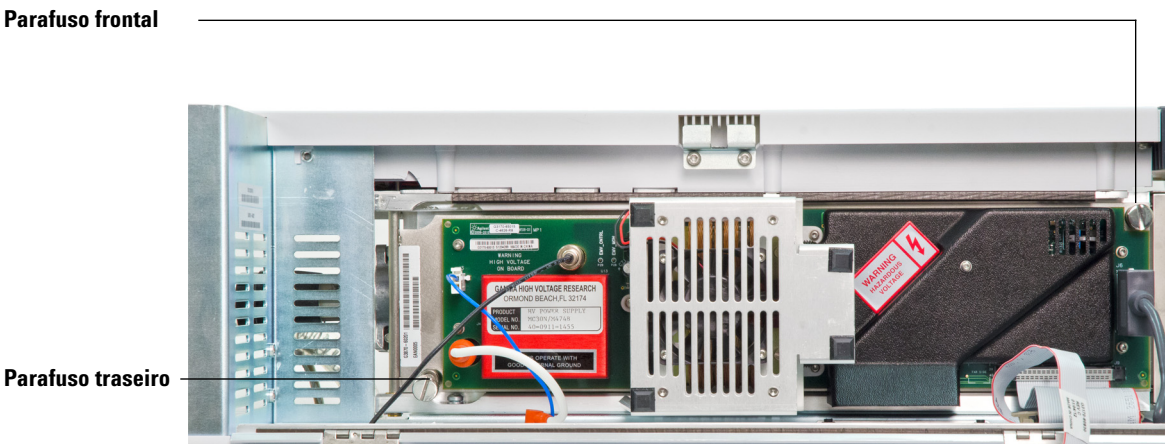
Mudar de Lugar ou Armazenar o MSD

Materiais necessários

- Ferrulho, em bruto (5181-3308)
- Porca de coluna de interface (05988-20066)
- Chave de boca, fixa, 1/4 pol. e 5/16 pol. (8710-0510)

Procedimento

1. Ventile o MSD (“Para Ventilar o MSD” na página 80).
2. Remova a coluna e instale um ferrulho em bruto e uma porca de interface.
3. Aperte a válvula de ventilação.
4. Coloque o MSD longe do GC (consulte o 5977 Series MSD Troubleshooting and Maintenance Manual).
5. Desconecte o cabo do aquecedor da interface GC/MSD do GC.
6. Abra a cobertura do analisador (“Abrir as Coberturas do MSD” na página 79).
7. Aperte os parafusos da placa lateral manualmente.



CUIDADO Não aperte os parafusos da placa lateral em excesso. O aperto excessivo danificará as roscas da câmara do analisador. Também deformará a placa lateral, causando vazamentos.

8 Conecte o cabo de alimentação no MSD.

9 Ligue o MSD para estabelecer um baixo vácuo. Verifique se a velocidade da bomba turbo é superior a 50% ou se a pressão foreline é ~1 Torr.

10 Desligue o MSD.

11 Feche a cobertura do analisador.

12 Desconecte a LAN, o dispositivo remoto e os cabos de alimentação.

O MSD agora pode ser armazenado ou movido. A bomba foreline não pode ser desconectada, ela deve ser movida junto com o MSD. Certifique-se de que o MSD está na vertical e que nunca fique lateralmente inclinado ou invertido.

CUIDADO O MSD deverá permanecer sempre na vertical. Se você precisar transportar o MSD para outro local, entre em contato com um representante de serviços da Agilent Technologies para obter ajuda sobre embalagem e transporte.

4
Operar no Modo de Ionização Química (CI)

Diretrizes Gerais 96
A Interface GC/MSD CI 97
Ajuste Automático de CI 99
Operar o MSD CI 101
Alternar entre a Fonte EI Padrão ou Inerte e a Fonte CI 102
Alternar entre a Fonte EI do Extrator e a Fonte CI 103
Bombear o MSD no Modo CI 104
Configurar o Software para Operação de CI 105
Operar o Módulo de Controle de Fluxo de Gás Reagente 107
Configurar o Fluxo de Gás Metano como Reagente 110
Utilizar outros gases reagentes 113
Alternar entre a Fonte CI e a Fonte EI Padrão ou Inerte 116
Alternar entre a Fonte CI e a Fonte EI do Extrator 117
Executar um Ajuste Automático de PCI (Somente Metano) 118
Executar um Ajuste Automático de NCI (Gás Metano como Reagente) 120
Verificar o Desempenho do Sistema 122
Verificar o desempenho de NCI 123
Monitorar a Pressão de Alto Vácuo no Modo CI 124

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

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

O software contém instruções para a configuração do fluxo de gás reagente e para a realização de ajustes automáticos de CI. Os ajustes automáticos são fornecidos para a CI positiva (PCI) com metano como gás reagente e para a CI negativa (NCI) com qualquer gás reagente.

Diretrizes Gerais

- Use sempre metano com a mais alta pureza (e outros gases reagentes, se aplicável). O metano deve ser no mínimo 99,9995% puro.
- Certifique-se sempre de que o MSD está funcionando bem no modo EI antes de alternar para CI. Consulte "Verificar o Desempenho do Sistema" na página 75.
- Certifique-se de que a fonte de íons de CI e a vedação de ponta da interface GC/MSD estão instaladas.
- Certifique-se de que não há vazamentos de ar na tubulação do gás reagente. Isto está determinado no modo PCI, a verificação por 32 *m/z* após o pré-ajuste do metano.
- Certifique-se de que a linha de entrada do gás reagente está equipada com purificadores de gás (não aplicável para amônia).

A Interface GC/MSD CI

A interface GC/MSD CI (Figure 9) é um condutor aquecido dentro do MSD para a coluna capilar. Ela está parafusada no lado direito da câmara do analisador, com uma vedação O-ring, além de possuir uma capa protetora que não deve ser removida.

Uma extremidade da interface passa pela lateral do GC e se estende até o forno. Esta extremidade é rosqueada de forma a permitir que a coluna seja conectada com uma porca e uma virola. A outra extremidade da interface se encaixa na fonte de íons. Os últimos 1 a 2 milímetros da coluna capilar se estendem além da extremidade do tubo guia e na câmara de ionização.

O gás reagente é levado por tubos para dentro da interface. A ponta do conjunto da interface se estende na câmara de ionização. Uma peça de vedação com mola impede que o gás reagente vaze da fonte de CI na ponta. O gás reagente entra na estrutura da interface e se mistura com o gás portador e com a amostra na fonte de íons.

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

Esta interface é utilizada também para a operação de EI nos MSDs CI. A vedação de ponta da CI, a qual é necessária para a operação de CI, pode permanecer em sua posição quando a fonte do extrator EI está sendo utilizada. Ela pode ser facilmente substituída pela fonte padrão ou pela fonte de EI inerte.

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

CUIDADO Nunca ultrapasse a temperatura máxima da coluna, seja na interface GC/MSD, no forno do GC ou na entrada.

ADVERTÊN- **A interface GC/MSD opera a altas temperaturas. Ela causará queimaduras caso seja tocada enquanto estiver quente.**

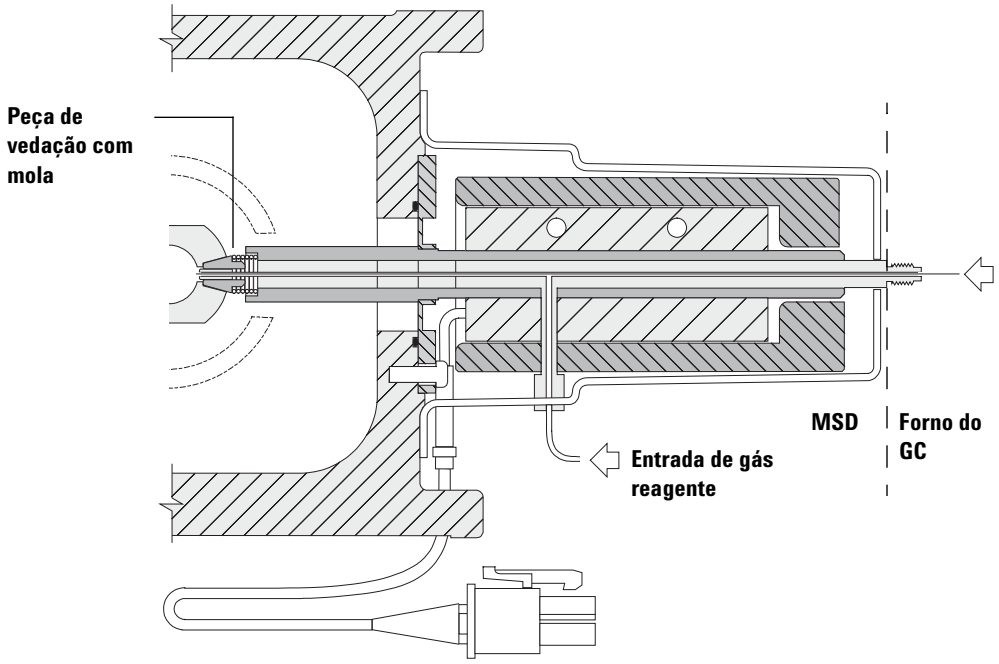


Figura 9 A interface GC/MSD CI

Veja também

"Instalar uma Coluna Capilar na Interface GC/MS" na página 42.

Ajuste Automático de CI

Depois que o fluxo de gás reagente estiver ajustado, as lentes e os componentes eletrônicos do MSD devem ser ajustados. Consulte "Configurações do gás reagente" na página 100. Perfluor-5,8-dimetil-3,6,9-trioxidodecano (PFDTD) é utilizado como solução de calibração. Em vez de preencher toda a câmara a vácuo, o PFDTD é introduzido diretamente na câmara de ionização por meio da interface GC/MSD, utilizando o módulo de controle de fluxo de gás.

CUIDADO Depois de a fonte EI ser trocada pela CI ou então de ter sido ventilada por qualquer outra razão, o MSD deve ser purgado e aquecido para melhorar o vácuo (bake out) por no mínimo duas horas antes do ajuste. Este aquecimento feito para melhorar o vácuo é recomendado por um tempo maior antes de se executar amostras que requerem sensibilidade otimizada.

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

Não existem critérios de desempenho de ajuste. O ajuste automático de CI já estará aprovado se for concluído.

Contudo, se EMVolts (tensão do multiplicador de elétrons) for igual ou maior do que 2600 V, isso indica um problema. Caso o seu método exija EMVolts em +400, talvez você não consiga ter a sensibilidade adequada na sua aquisição de dados.

CUIDADO Sempre verifique o desempenho do MSD em EI antes de alternar para a operação de CI. Consulte "Verificar o Desempenho do Sistema" na página 75. Sempre configure o MSD CI em PCI primeiro, mesmo que for executar NCI.

Tabela 15 Configurações do gás reagente

Gás reagente	Metano		Isobutano		Amônia		EI
Polaridade do íon	Positiva	Negativa	Positiva	Negativa	Positiva	Negativa	N/D
Emissão	150 µA	50 µA	150 µA	50 µA	150 µA	50 µA	35 µA
Energia de elétrons	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	70 eV
Filamento	1	1	1	1	1	1	1 ou 2
Repulsor	3 V	3 V	3 V	3 V	3 V	3 V	30 V
Foco de íon	130 V	130 V	130 V	130 V	130 V	130 V	90 V
Desvio das lentes de entrada	20 V	20 V	20 V	20 V	20 V	20 V	25 V
Volts do EM	1200	1400	1200	1400	1200	1400	1300
Válvula de interrupção	Aberta	Aberta	Aberta	Aberta	Aberta	Aberta	Fechada
Seleção de gás	A	A	B	B	B	B	Nenhuma
Fluxo sugerido	20%	40%	20%	40%	20%	40%	N/D
Temp da fonte	250 °C	150 °C	250 °C	150 °C	250 °C	150 °C	230 °C
Temp do quad	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C
Temp da interface	280 °C	280 °C	280 °C	280 °C	280 °C	280 °C	280 °C
Ajuste automático	Sim	Sim	Não	Sim	Não	Sim	Sim

N/D não disponível

Operar o MSD CI

Operar o MSD no modo CI é um pouco mais complicado do que operá-lo no modo EI. Após o ajuste, o fluxo de gás, a temperatura da fonte (Tabela 16) e a energia dos elétrons podem precisar de otimização para seu analito específico.

Tabela 16 Temperaturas para operação de CI

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

Iniciar o sistema no modo PCI

Ao ativar o sistema no modo PCI primeiramente, você poderá fazer o seguinte:

- Configurar o MSD com metano em primeiro lugar, mesmo que for utilizar outro gás reagente.
- Verificar a vedação de ponta da interface observando a proporção 28 para 27*m/z* (no painel de ajuste de fluxo de metano).
- Determinar se há um grande vazamento de ar monitorando os íons a 19 (água protonada) e 32 *m/z* .
- Confirmar se o MS está gerando íons "reais" e não apenas ruído de fundo.

É praticamente impossível executar qualquer diagnóstico no sistema em NCI. Em NCI, não há como monitorar íons de gás reagente. É difícil diagnosticar um vazamento de ar e difícil de determinar se uma boa vedação está sendo criada entre a interface e o volume de íons.

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

- Modo PCI, definir fluxo de gás reagente para 20 (1 ml/min)
- Modo NCI, definir fluxo de gás reagente para 40 (2 ml/min)

Alternar entre a Fonte EI Padrão ou Inerte e a Fonte CI

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

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

Procedimento

1 Ventile o MSD. Consulte "Para Ventilar o MSD" na página 80.

2 Abra o analisador. Consulte "Abrir a Câmara do Analisador" na página 83.

3 Remova a fonte de íons de EI. Consulte "Remover a fonte de íons de EI" na página 137.

CUIDADO Descargas eletroestáticas nos componentes do analisador são conduzidas para a placa lateral, onde elas podem danificar componentes sensíveis. Use uma pulseira antiestática aterrada. Consulte "Descarga eletrostática". Tome precauções antiestáticas ***antes*** de abrir a câmara do analisador.

4 Instale a fonte de íons de CI. Consulte "Instalar a Fonte de Íons de CI" na página 165.

5 Instale a vedação de ponta da interface CI/Xtr (n/p G1999-60412). Consulte "Instalar a Fonte de Íons de CI" na página 165.

6 Feche o analisador. Consulte "Fechar a Câmara do Analisador" na página 86

7 Bombeie o MSD. Consulte "Bombear o MSD no Modo CI" na página 104.

Alternar entre a Fonte EI do Extrator e a Fonte CI

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

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

CUIDADO Descargas eletroestáticas nos componentes do analisador são conduzidas para a placa lateral, onde elas podem danificar componentes sensíveis. Use uma pulseira antiestática aterrada. Consulte "Descarga eletrostática" na página 132. Tome precauções antiestáticas ***antes*** de abrir a câmara do analisador.

Procedimento

1. Ventile o MSD. Consulte "Para Ventilar o MSD" na página 80.
2. Abra o analisador. Consulte "Abrir a Câmara do Analisador" na página 83
3. Remova a fonte de íons de EI do extrator. Consulte "Remover a fonte de íons de EI" na página 137.
4. Remova o fio marrom do extrator da placa de passagem e armazene-o com a fonte do extrator EI. Consulte Figura 7 na página 87
5. Instale a fonte de íons de CI. Consulte "Instalar a Fonte de Íons de CI" na página 165.
6. Feche o analisador. Consulte "Fechar a Câmara do Analisador" na página 86
7. Bombeie o MSD. Consulte "Bombear o MSD no Modo CI" na página 104.

Bombear o MSD no Modo CI

Este procedimento considera que o instrumento será submetido eventualmente ao ajuste de PCI com metano após o sistema ser estabilizado.

Procedimento

1 Siga as instruções para o MSD EI. Veja "Bombear o MSD no Modo EI" na página 90.

Após o software solicitar a ativação do aquecedor e do forno do GC, siga as etapas abaixo.

2 Na caixa de diálogo **Manual Tune**, clique na guia **Values** para observar se a pressão está diminuindo (opção de medição de alto vácuo instalada).

3 Na caixa de diálogo **Manual Tune**, clique na guia **CI Gas** e, na área **Valve Settings**, feche **Gas Valve A**, **Gas Valve B** e **ShutOff Valve**.

4 Verifique se **PCICH4.U** está carregado (parte superior esquerda da caixa de diálogo **Manual Tune**) e clique na guia **Values** para aceitar os pontos de ajuste de temperatura.

Sempre inicialize e verifique o desempenho do sistema no modo PCI antes de mudar para NCI.

5 Configure a interface GC/MSD para 280 °C.

6 Defina **Gas A (metano)** para 20%.

7 Deixe o sistema aquecer, para melhorar o vácuo, e fazer purga por, no mínimo, 2 horas. Se estiver executando NCI, para melhor sensibilidade, aqueça o MSD para melhorar o vácuo (bake out) durante a noite.

Configurar o Software para Operação de CI

CUIDADO Sempre verifique o desempenho do GC/MS em EI antes de alternar para a operação de CI.

Procedimento

1 No modo de exibição **Tune and Vacuum Control**, selecione **Load Tune Parameters** no menu **File** e carregue o arquivo de ajuste **PCICH4.U**.

2 Se o ajuste automático de CI nunca tiver sido executado com esse arquivo de ajuste, o software exibirá uma série de caixas de diálogo. *Aceite os valores-padrão, exceto se tiver um motivo muito bom para alterar qualquer valor.*

Os valores de ajuste têm um efeito drástico no desempenho do MSD. Sempre comece com os valores-padrão ao configurar a CI pela primeira vez, e em seguida faça os ajustes para sua aplicação em especial. Consulte Tabela 17 para obter valores-padrão para a caixa Tune Control Limits. Esses limites são utilizados somente pelo Ajuste Automático. Eles *não* devem ser confundidos com os parâmetros definidos em Edit MS Parameters ou com aqueles que aparecem no relatório de ajuste.

Tabela 17 Limites-padrão de controle de ajuste, usados somente pelo ajuste automático de CI

Gás reagente	Metano		Isobutano		Amônia	
Polaridade do íon	Positiva	Negativa	Positiva	Negativa	Positiva	Negativa
Meta de abundância	$1x10^6$	$1x10^6$	N/D	$1x10^6$	N/D	$1x10^6$
Meta de largura de pico	0.6	0.6	N/D	0.6	N/D	0.6
Repulsor máximo	4	4	N/D	4	N/D	4
Corrente de emissão máxima, µA	240	50	N/D	50	N/D	50
Energia de elétrons máx, eV	240	240	N/D	240	N/D	240

Observações da Tabela 17:

- **N/D** não disponível. Não há íons de PFDTD formados na PCI com nenhum gás reagente além do metano. Portanto, o ajuste automático de CI não está disponível com estas configurações.
- **Polaridade do íon** Configure sempre em PCI primeiro com metano, depois mude para a polaridade de íon e gás reagente desejados.
- **Meta de abundância** Ajuste para mais ou para menos para atingir a abundância de sinal desejada. Uma maior abundância de sinal traz também maior abundância de ruídos. Isto pode ser ajustado para a aquisição de dados configurando-se a EMV no método.
- **Meta de largura de pico** Valores maiores de largura de pico resultam em melhor sensibilidade, enquanto valores menos resultam em melhor resolução.
- **Corrente de emissão máxima** A corrente de emissão máxima ideal para a NCI é muito específica para cada composto e deve ser selecionada de modo empírico. A corrente de emissão ideal para pesticidas, por exemplo, deve ser de aproximadamente 200 µA.

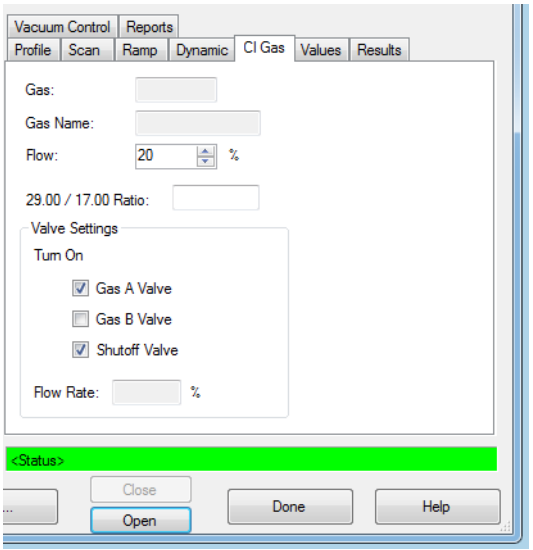
Operar o Módulo de Controle de Fluxo de Gás Reagente

CUIDADO Depois de o sistema ter sido alternado do modo EI para CI, ou então ter sido ventilado por qualquer outra razão, o MSD deve ser aquecido para melhorar o vácuo (bake out) por, no mínimo, duas horas antes do ajuste.

CUIDADO Continuar com o ajuste automático de CI caso o MS tenha um vazamento de ar ou grandes quantidades de água resultará na contaminação ***severa*** da fonte de íons. Caso isso aconteça, será necessário ***ventilar o MS*** e ***limpar a fonte de íons***.

Procedimento

1 Na caixa de diálogo **Manual Tune**, clique na guia **CI Gas** para acessar as configurações de parâmetros de controle do fluxo de gás de CI.



2 Na área **Valve Settings**, selecione um gás reagente para o arquivo de ajuste atual. Selecionar **Gas A Valve** ou **Gas B Valve** exibirá a válvula de gás **A** ou **B** no campo **Gas**, e o nome do gás no campo **Gas Name**.

O sistema evacuará as linhas de gás durante seis minutos, e depois ativará o gás selecionado (A ou B). Isso acontece para reduzir a mistura cruzada dos gases nas linhas.

3 Insira o ponto de ajuste de fluxo do gás reagente no campo **Flow**.
Esse valor é inserido na forma de porcentagem da taxa de fluxo máximo. O fluxo recomendado é de 20% para um fonte de PCI e de 40% para uma fonte de NCI.

O hardware de controle de fluxo lembra a configuração de fluxo de cada gás. Quando outro gás é selecionado, a placa de controle define automaticamente o mesmo fluxo que foi usado para aquele gás da última vez.

4 Para iniciar o fluxo de gás reagente, selecione **Shutoff Valve**.

O sistema desativa o fluxo de gás presente enquanto deixa a válvula de interrupção (Figure 10) aberta. Isso serve para remover qualquer gás residual nas linhas. O tempo de evacuação é de seis minutos, normalmente, e em seguida a válvula de interrupção é fechada.

O módulo de controle de fluxo

O módulo de controle do fluxo de gás reagente da CI regula o fluxo do gás reagente na interface GC/MSD da CI. O módulo de fluxo consiste em um controlador de fluxo de massa (MFC), válvulas de seleção de gás, válvula de calibração de CI, válvula de interrupção, componentes eletrônicos de controle e tubulação. Veja a Figure 10 e a Tabela 18 na page 112.

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

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

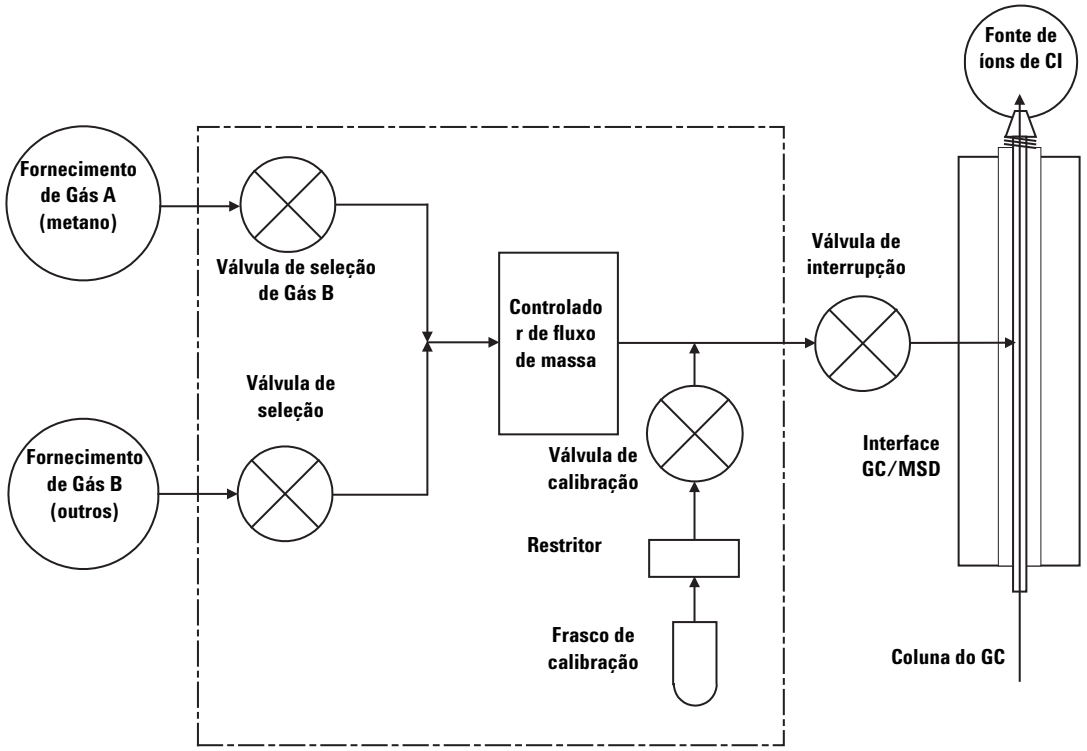


Figura 10 Esquema do módulo de controle de fluxo de gás reagente

Tabela 18 Diagrama de estado do módulo de controle de fluxo

Resultado	Fluxo de Gás A	Fluxo de Gás B	Purga com Gás A	Purga com Gás B	Módulo de fluxo de bombeamento	Modo de espera, ventilado ou EI
Gás A	Aberta	Fechada	Aberta	Fechada	Fechada	Fechada
Gás B	Fechada	Aberta	Fechada	Aberta	Fechada	Fechada
MFC	Ativado → ponto de ajuste	Ativado → ponto de ajuste	Ativado → 100%	Ativado → 100%	Ativado → 100%	Desativado → 0%
Válvula de interrupção	Aberta	Aberta	Aberta	Aberta	Aberta	Fechada

Os estados **Aberto** e **Fechado** são mostrado nos monitores como **1** e **0** respectivamente.

Configurar o Fluxo de Gás Metano como Reagente

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

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

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

Procedimento

1. Usando uma fonte EI, execute o ajuste automático padrão, salve o relatório e anote a pressão relatada. Consulte "Ajustar o MSD no Modo EI" na página 73.
2. Ventile o sistema. Consulte "Ventilar o MSD" na página 58.
3. Instale a fonte CI. "Instalar a Fonte de Íons de CI" na página 165.
4. Bombeie o sistema. Consulte "Bombear o MSD no Modo CI" na página 104.
5. Aguarde até que a pressão fique próxima da pressão registrada anteriormente para o ajuste automático de EI. Consulte "Monitorar a Pressão de Alto Vácuo no Modo CI" na página 124.
6. Selecione **Bake out MSD** em Manual Tune, depois clique em **Execute** para exibir a caixa de diálogo **Specify Bake Out parameters**. Defina um tempo mínimo de duas horas, ajuste os outros parâmetros e clique em **OK** para iniciar o aquecimento (bake out).

CUIDADO

Depois de o sistema ter sido alternado do modo EI para CI, ou então ter sido ventilado por qualquer outra razão, o MSD deve ser aquecido para melhorar o vácuo (bake out) por, no mínimo, duas horas antes do ajuste.

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

7 Selecione **Methane Pretune** no menu Setup e siga as informações do sistema. Consulte a ajuda on-line do massHunter para obter informações adicionais.

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

8 Examine a verificação dos íons reagentes do perfil exibido.

- Não deve haver pico visível a 32 *m/z* . Um pico nesse local indica vazamento de ar. Repare o vazamento antes de prosseguir. Operar no modo CI com um vazamento de ar causará contaminação rapidamente na fonte de íons.
- O pico a 19 *m/z* (água protonada) é menor do que 50% do pico a 17 *m/z* .

9 Quando for solicitado, clique em **OK** para executar o Ajuste de fluxo de metano.

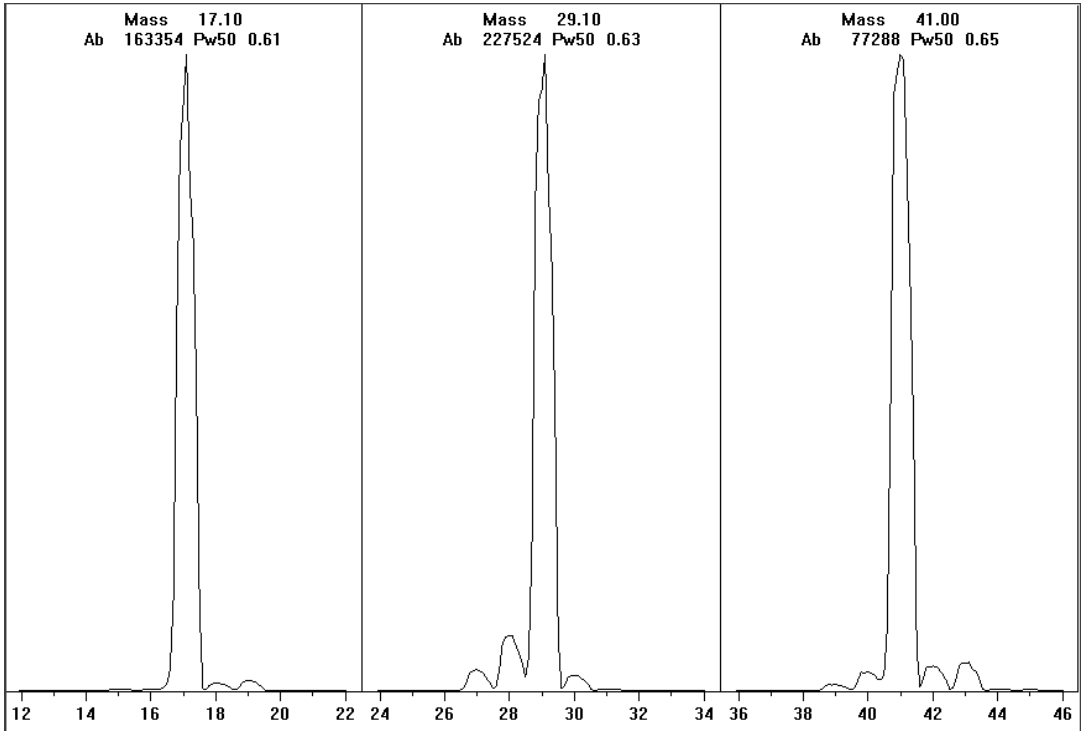


Figura 11 Verificações de íon reagente após um aquecimento (bake out) muito longo

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

Observe a baixa abundância de 19 *m/z* e a ausência de quaisquer picos visíveis a 32 *m/z* . O MSD provavelmente mostrará mais água, a princípio, porém a abundância de 19 *m/z* ainda deve ser menor do que 50% de 17 *m/z* .

Utilizar outros gases reagentes

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

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

Alterar o gás reagente de metano para isobutano ou amônia altera a química do processo de ionização e resulta em íons diferentes. As principais reações de ionização química encontradas estão descritas em linhas gerais no 5977 Concepts Guide. Caso não esteja familiarizado com ionização química, sugerimos a revisão do material antes de prosseguir.

CUIDADO Nem todas as operações de configuração podem ser realizadas em todos os modos com todos os gases reagentes. Consulte Tabela 19 para detalhes.

Tabela 19 Gases reagente

Modo/gás reagente	Massas de íons reagentes	Íons da solução de calibração PFDTD	Íons de ajuste de fluxo: Proporção Bomba turbo de desempenho do MSD EI/PCI/NCI Fluxo recomendado: 20% PCI 40% NCI
Metano/PCI	17, 29, 41*	41, 267, 599	28/27: 1.5 – 5.0
Metano/NCI	17, 35, 235†	185, 351, 449	N/D
Isobutano/PCI	39, 43, 57	N/D	57/43: 5.0 – 30.0
Isobutano/NCI	17, 35, 235	185, 351, 449	N/D
Amônia/PCI	18, 35, 52	N/D	35/18: 0.1 – 1.0
Amônia/NCI	17, 35, 235	185, 351, 517	N/D

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

† Não existem íons de gás reagente **negativos** formados. Para pré-ajustar em modo negativo, utilize íons de fundo: 17 (OH-), 35 (Cl-) e 235 (ReO3-). Esses íons não podem ser usados para ajuste de fluxo de gás reagente. Defina o fluxo para 40% para NCI e ajuste conforme necessário para obter resultados aceitáveis para seu aplicativo.

CI com isobutano

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

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

CI com amônia

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

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

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

Procedimento

1 Execute um ajuste automático de CI positivo padrão com metano e PFDTD. Consulte "Executar um Ajuste Automático de PCI (Somente Metano)" na página 118.

2 No modo de exibição Tune and Vacuum Control, no menu **Tune**, clique em **Tune Wizard** e, quando for solicitado, selecione **Isobutane** ou **Ammonia**. Isso alterará os menus para utilização do gás selecionado e seleção dos parâmetros de ajuste padrão apropriados.

3 Quando for solicitado, selecione **Gas B**. (a porta por onde o isobutano ou a amônia será canalizada). Continue seguindo as instruções do Assistente de Ajuste e defina o fluxo de gás em 20%.

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

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

Não existe ajuste automático de CI para isobutano ou amônia em PCI.

Se você deseja executar a NCI com isobutano ou amônia, carregue **NCICH4.U** ou um arquivo de ajuste de NCI já existente para o gás específico. Para mais informações sobre a operação de CI utilizando amônia, consulte a Agilent Application Note "Implementation of Ammonia Reagent Gas for Chemical Ionization on the Agilent 5977 Series MSDs" (5989-5170EN).

CUIDADO A utilização de amônia afeta os requisitos de manutenção do MSD. Consulte "Manutenção de CI" para mais informações.

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

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

A amônia tende a romper os fluidos e vedações da bomba de vácuo. O uso de CI com amônia faz com que a manutenção do sistema de vácuo seja necessária com mais frequência. (Consulte o *5977 Series MSD Troubleshooting and Maintenance Manual*.)

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

CI com dióxido de carbono

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

Alternar entre a Fonte CI e a Fonte EI Padrão ou Inerte

Procedimento

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

CUIDADO Descargas eletroestáticas nos componentes do analisador são conduzidas para a placa lateral, onde elas podem danificar componentes sensíveis. Use uma pulseira aterrada antiestática e tome outras precauções antiestáticas ***antes*** de abrir a câmara do analisador.
Veja "Descarga eletrostática" na página 132.

1. A partir do modo de exibição Tune and Vacuum Control, ventile o MSD. Consulte "Para Ventilar o MSD" na página 80. O software solicitará para você as ações apropriadas.
2. Abra o analisador. Consulte "Abrir a Câmara do Analisador" na página 83.
3. Remova a vedação da ponta da interface CI/Xtr. Consulte "Instalar a Fonte de Íons de CI" na página 165.
4. Instale a fonte de íons de EI. Consulte "Instalar a Fonte de Íons de EI" na página 159.
5. Coloque a fonte de íons de CI e a vedação da ponta da interface na caixa de armazenamento da fonte de íons.
6. Bombeie o MSD. Consulte "Bombear o MSD no Modo EI" na página 90.
7. Carregue o arquivo de ajuste de EI.

Alternar entre a Fonte CI e a Fonte EI do Extrator

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

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

Procedimento

1 A partir do modo de exibição Tune and Vacuum Control, ventile o MSD. Consulte "Para Ventilar o MSD" na página 80. O software solicitará para você as ações apropriadas.

2 Abra o analisador. Consulte "Abrir a Câmara do Analisador" na página 83.

3 Remova a fonte de íons de CI. Consulte "Remover a Fonte de Íons de CI" na página 167. Não é preciso remover a vedação da ponta, como na fonte padrão ou EI inerte. A vedação da ponta da interface CI encaixará na fonte EI do extrator.

4 Instale a fonte EI Xtr. Consulte "Instalar a Fonte de Íons de EI" na página 159.

5 Localize o fio do extrator marrom do armazenamento e o conecte às lentes do extrator e à placa da fonte.

6 Coloque a fonte de íons de CI na caixa de armazenamento da fonte de íons.

7 Bombeie o MSD. Consulte "Bombear o MSD no Modo EI" na página 90.

8 Carregue o arquivo de ajuste de EI.

Executar um Ajuste Automático de PCI (Somente Metano)

CUIDADO

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

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

Procedimento

1. Certifique-se primeiro de que o MSD funciona corretamente no modo EI. Consulte "Verificar o Desempenho do Sistema" na página 75.
2. Carregue o arquivo de ajuste **PCICH4.U** ou um arquivo de ajuste já existente para o gás reagente que você estiver utilizando.

   Se for utilizar um arquivo de ajuste existente, não se esqueça de salvá-lo com um novo nome caso não queira substituir os valores existentes.
3. Aceite as configurações padrão.
4. Realize a configuração do metano. Consulte "Configurar o Fluxo de Gás Metano como Reagente" na página 110.
5. No menu **Tune**, clique em **CI Autotune**.

Não existem critérios de desempenho de ajuste. O ajuste automático de CI já estará aprovado se for concluído (Figure 12). Se o ajuste definir a tensão do multiplicador de elétrons (EMVolts) em um valor igual ou maior que 2600 V, contudo, você talvez não consiga adquirir dados de forma bem-sucedida caso seu método define EMVolts em "+400" ou maior.

O relatório de ajuste automático contém informações sobre ar e água no sistema. Veja "Relatório de ajuste automático de PCI" na página 119.

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

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

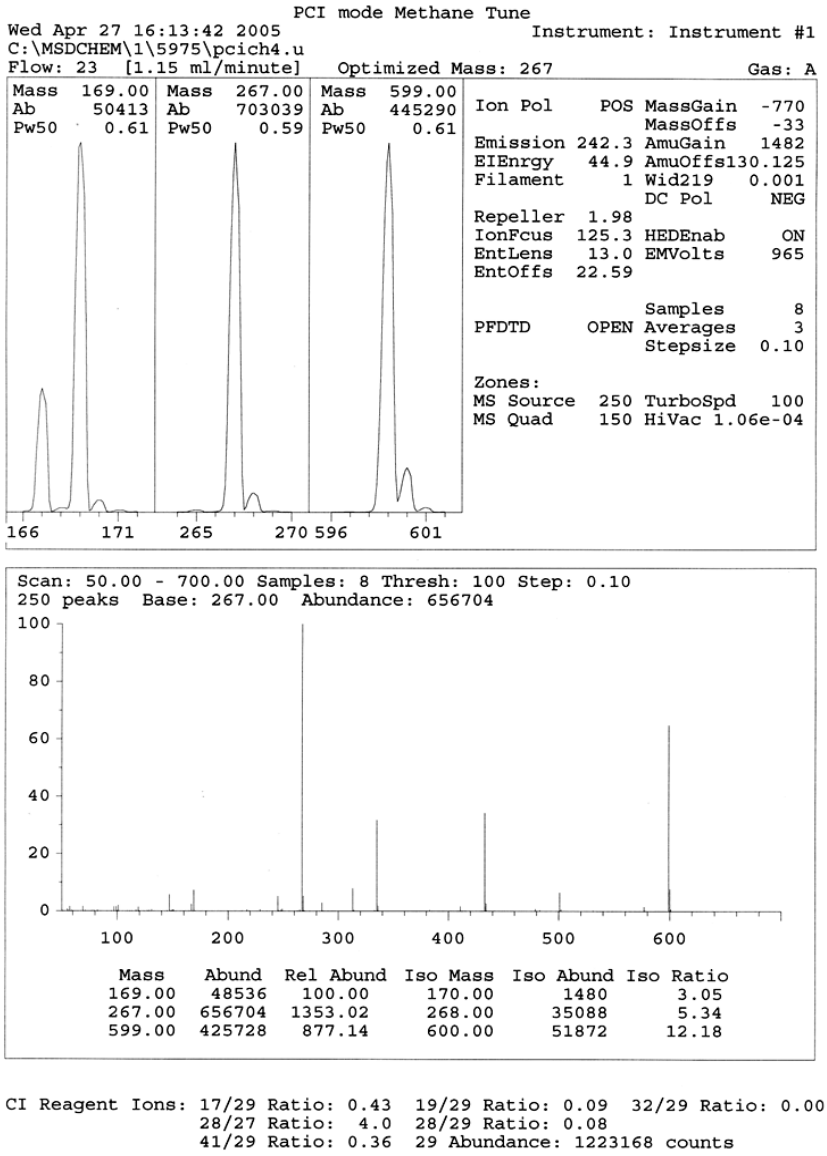


Figura 12 Relatório de ajuste automático de PCI

Executar um Ajuste Automático de NCI (Gás Metano como Reagente)

CUIDADO Sempre verifique o desempenho do MSD em EI antes de alternar para a operação de CI. Consulte "Verificar o Desempenho do Sistema" na página 75. Sempre configure primeiro a CI de MSD em PCI com metano como gás reagente, mesmo se você for utilizar um gás reagente diferente ou executar a NCI.

Procedimento

1. No modo de exibição Tune and Vacuum Control, carregue o arquivo **NCICH4.U** (ou um arquivo de ajuste já existente para o gás reagente que você estiver utilizando).
2. No menu Setup, selecione **CI Tune Wizard** e siga as solicitações do sistema.

   Aceite a temperatura-padrão e outras configurações.

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

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

Não existem critérios de desempenho de ajuste. O ajuste automático de CI já estará aprovado se for concluído (Figure 13). Se o ajuste definir a tensão do multiplicador de elétrons (EMVolts) em um valor igual ou maior que 2600 V, contudo, você talvez não consiga adquirir dados de forma bem-sucedida caso seu método define EMVolts em "+400" ou maior.

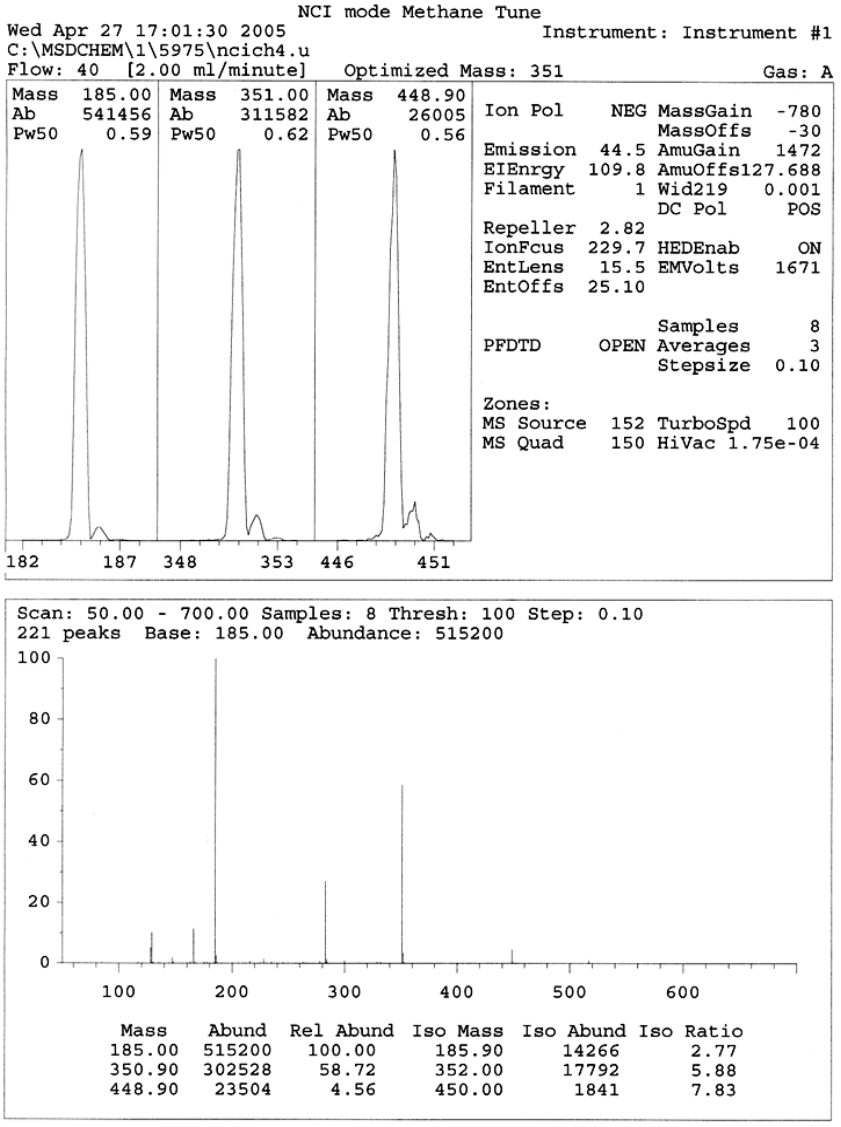


Figura 13 Ajuste automático de NCI

Verificar o Desempenho do Sistema

Materiais necessários

- Benzofenona, 100 pg/µl (8500-5440)

CUIDADO Sempre verifique o desempenho do MSD em EI antes de alternar para a operação de CI. Consulte page 75. Sempre configure o MSD CI em PCI primeiro, mesmo que for executar NCI.

Procedimento

1. Certifique-se de que o MSD funciona corretamente no modo E1.
2. Certifique-se de que o arquivo de ajuste **PCICH4.U** esteja carregado.
3. Selecione **Gas A** e defina o fluxo para 20%.
4. No modo de exibição Tune and Vaccum Control, realize a configuração de CI. Consulte "Alternar entre a Fonte CI e a Fonte EI do Extrator" na página 117.
5. Execute o ajuste automático de CI. Consulte "Ajuste Automático de CI" na página 99.
6. Execute o método de sensibilidade de PCI **BENZ_PCI.M** utilizando 1 µL de 100 pg/µL de benzofenona.
7. Certifique-se de que o sistema está em conformidade com a especificação de sensibilidade publicada. Consulte o site da Agilent em www.agilent.com/chem para obter especificações.

Verificar o desempenho de NCI

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

Materiais necessários

- Octafluornaftaleno (OFN), 100 fg/µl (5188-5347).

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

Procedimento

1. Certifique-se de que o MSD funciona corretamente no modo EI.
2. Carregue o arquivo de ajuste **NCICH4.U** e aceite os pontos de ajuste de temperatura.
3. Selecione **Gas A** e defina o fluxo. para 40%.
4. No modo de exibição Tune and Vaccum Control, execute o ajuste automático de CI. Consulte "Executar um Ajuste Automático de NCI (Gás Metano como Reagente)" .

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

Monitorar a Pressão de Alto Vácuo no Modo CI

ADVERTÊN- **Caso você esteja utilizando hidrogênio como gás portador, não ligue o medidor de vácuo Micro-Ion se houver possibilidade de que o hidrogênio tenha se acumulado na tubulação. Leia "Segurança do Hidrogênio" antes de operar o MSD com hidrogênio como gás portador.**

Procedimento

1 Inicialize e bombeie o MSD. Consulte "Bombear o MSD no Modo CI" na página 104.

2 No modo de exibição Tune and Vacuum Control, selecione **Turn Vacuum gauge on/off** no menu **Vacuum**.

3 No modo de exibição Instrument Control, é possível configurar um Monitor MS para leitura. O vácuo também pode ser lido no LCP ou a partir da tela Ajuste manual.

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

A maior influência na pressão operacional é o fluxo do gás portador (coluna). A Table 20 on page 125 lista as pressões normais para vários fluxos de hélio como gás portador. Estas pressões são valores aproximados e podem variam de instrumento para instrumento.

Leituras normais de pressão

Utilize o medidor a vácuo G3397B Micro-Ion. Note que o controlador de fluxo de massa é calibrado para metano e o controlador a vácuo para nitrogênio, de forma que estas medições não são exatas, servindo apenas como um guia para leituras normalmente observadas (Table 20 on page 125). Elas foram feitas com o seguinte conjunto de condições. Observe que estas temperaturas são temperaturas de PCI típicas:

Temperatura da fonte	250 °C
Temperatura Quad	150 °C
Temperatura da interface	280 °C
Fluxo de hélio como gás portador	1 ml/min

Tabela 20 Configurações do controlador de fluxo de massa e leituras normais de pressão

MFC	Pressão (Torr)	
(%)	**Metano**	**Amônia**
	EI/PCI/NCI de MSD (Bomba turbo de desempenho)	EI/PCI/NCI de MSD (Bomba turbo de desempenho)
10	5.5×10^{-5}	5.0×10^{-5}
15	8.0×10^{-5}	7.0×10^{-5}
20	1.0×10^{-4}	8.5×10^{-5}
25	1.2×10^{-4}	1.0×10^{-4}
30	1.5×10^{-4}	1.2×10^{-4}
35	2.0×10^{-4}	1.5×10^{-4}
40	2.5×10^{-4}	2.0×10^{-4}

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

4 Operar no Modo de Ionização Química (CI)

5
Manutenção Geral

Antes de Começar 128
Manutenção do Sistema de Vácuo 133
Manutenção do Analisador 134
Remover a fonte de íons de EI 137
Desmontar a Fonte de Íons de EI Padrão ou Inerte 140
Desmontar a Fonte de Íons de EI do Extrator 143
Limpar a Fonte de Íons de EI 146
Montar a Fonte de Íons de EI Padrão ou Inerte 151
Montar a Fonte de Íons de EI do Extrator 154
Substituir um Filamento em uma Fonte de EI 157
Instalar a Fonte de Íons de EI 159
Substituir a sirene do multiplicador de elétrons 160

Antes de Começar

Você pode executar uma grande parte da manutenção requerida pelo MSD. Para sua segurança, leia todas as informações nesta introdução antes de realizar quaisquer tarefas de manutenção.

Tabela 21 Cronograma de manutenção

Tarefa	Semanalmente	Semestralmente	Anualmente	Conforme necessário
Ligar o MSD				X
Verificar o nível do óleo da bomba foreline	X			
Verificar os frascos de calibração		X		
Trocar o óleo da bomba foreline*		X		
Substituir o fluido da bomba de difusão			X	
Verificar a bomba foreline a seco				X
Substituir a vedação da ponta da bomba foreline a seco			X	
Substituir o filtro de exaustão da bomba foreline				X
Substituir o filtro de névoa azul da bomba foreline DS42				X
Limpar a fonte de íons				X
Verificar as armadilhas do gás portador no GC e no MSD				X
Substituir as peças desgastadas				X
Lubrificar os o-rings da placa lateral ou da válvula de ventilação†				X
Substituir o suprimento de gás reagente de CI				X
Substituir os suprimentos de gás do GC				X

* Trimestralmente para MSDs CI utilizando amônia como gás reagente.

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

Manutenção programada

A Tabela 21 lista tarefas comuns de manutenção. A realização destas tarefas conforme o programado pode reduzir problemas operacionais, além de prolongar a vida do sistema e reduzir os custos gerais de operação.

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

Ferramentas, peças sobressalentes e suprimentos

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

Precauções sobre alta tensão

Sempre que o MSD estiver plugado, mesmo se o botão ligar/desligar estiver desligado, haverá tensão perigosa em potencial (120 VCA ou 200/240 VCA):

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

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

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

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

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

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

Temperaturas perigosas

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

- Interface GC/MSD
- Peças do analisador
- Bombas a vácuo

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

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

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

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

Resíduo químico

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

Uma armadilha para óleo é fornecida com a bomba foreline padrão. Esta armadilha retém ***apenas*** estes pingos de óleo da bomba. Ela ***não*** retém outras substâncias químicas. Se você estiver utilizando solventes tóxicos ou se estiver analisando substâncias químicas também tóxicas, não utilize a armadilha para óleo. Para todas as bombas foreline, instale uma mangueira para levar a exaustão da bomba foreline para fora ou para uma coifa com ventilação para fora. Para a bomba foreline padrão, isto requer a remoção da armadilha para óleo. Certifique-se de estar cumprindo as regulamentações locais de qualidade de ar.

ADVERTÊN- **A armadilha de óleo fornecida com a bomba padrão retém apenas o óleo da bomba foreline. Ela não bloqueia ou filtra produtos químicos tóxicos. Se você estiver utilizando solventes tóxicos ou se estiver analisando substâncias químicas também tóxicas, remova a armadilha para óleo. Não utilize a armadilha se você tiver um MSD CI. Instale uma mangueira para levar a exaustão da bomba foreline para fora ou para uma coifa.**

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

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

Descarga eletrostática

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

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

Tome precauções extras, como usar um tapete antiestático aterrado,
caso tenha de trabalhar com componentes ou conjuntos que foram removidos do MSD. Isso inclui o analisador.

CUIDADO

Para ser eficiente, a pulseira antiestática deve estar bem ajustada (não apertada). Se a pulseira ficar solta, haverá pouca ou nenhum proteção.

Precauções antiestáticas não são 100% eficientes. Manuseie placas de circuito eletrônico o menos possível e, quando o fizer, segure-as pelas extremidades. Nunca toque em componentes, traços expostos ou pinos em conectores e cabos.

Manutenção do Sistema de Vácuo

Manutenção periódica

Conforme descrito anteriormente na Tabela 21, algumas tarefas de manutenção do sistema de vácuo devem ser executadas periodicamente. Elas são:

- Verificar o fluido da bomba foreline (semanalmente)
- Verificar o(s) frasco(s) de calibração (semestralmente)
- Lastrar a bomba foreline (diariamente nos MSDs usando amônia como gás reagente)
- Trocar o óleo da bomba foreline (semestralmente; a cada três meses para MSDs CI que usam amônia como gás reagente)
- Apertar os parafusos da caixa da bomba foreline (primeira troca de óleo após a instalação)
- Trocar o fluido da bomba de difusão (anualmente)
- Trocar a bomba foreline a seco (normalmente, a cada três anos)

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

Outros procedimentos

Tarefas como substituir um medidor de vácuo foreline ou medidor de vácuo Micro-Ion devem ser realizadas somente quando for necessário. Consulte o manual *5977 Series MSD Troubleshooting and Maintenance* e a ajuda on-line help no software MassHunter Data Acquisition para verificar sintomas que indicam que esse tipo de manutenção é requerida.

Mais informações disponíveis

Se você precisa de mais informações sobre os locais ou funções dos componentes do sistema a vácuo, consulte o manual *5977 Series MSD Troubleshooting and Maintenance*.

A maioria dos procedimentos neste capítulo está ilustrada em videoclipes nos discos Agilent GC/GCMSD Hardware User Information & Instrument Utilities e 5977 Series MSD User Information.

Manutenção do Analisador

Programação

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

- Limpar a fonte de íons
- Substituir filamentos
- Substituir a sirene do multiplicador de elétrons

O manual de solução de problemas e manutenção fornece informações sobre os sintomas que indicam a necessidade de manutenção do analisador. O material de solução de problemas da ajuda on-line do software MassHunter oferece informações mais abrangentes.

Precauções

Limpeza

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

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

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

Algumas peças podem ser danificadas por descarga eletroestática

Os fios, contatos e cabos conectados aos componentes do analisador podem carregar descargas eletroestáticas (ESD) para as placas eletrônicas às quais estão conectados. Isso se aplica principalmente aos fios de contato do filtro (quadrupolo) de massa que pode conduzir ESD para componentes sensíveis da placa lateral. Os danos do ESD podem não causar falha imediatamente, mas gradualmente reduzirão o desempenho
e a estabilidade. Consulte page 132 para mais informações.

CUIDADO Descargas eletroestáticas nos componentes do analisador são conduzidas para a placa lateral, onde elas podem danificar componentes sensíveis. Use uma pulseira antiestática aterrada
(consulte page 132) e tome outras precauções antiestáticas ***antes*** de abrir a câmara do analisador.

Algumas peças do analisador não devem ser tocadas

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

CUIDADO O manuseio ou limpeza incorretos do filtro de massa podem danificá-lo e causar um efeito negativo e grave no desempenho do instrumento. Não toque no isolador de cerâmica com HED.

Mais informações disponíveis

Se você precisa de mais informações sobre os locais ou funções dos componentes do analisador, consulte o *Agilent 5977 Troubleshooting and Maintenance Manual*.

Muitos procedimentos neste capítulo estão ilustrados em videoclipes.

Remover a fonte de íons de EI

Materiais necessários

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

Procedimento

1 Ventile o MSD. Consulte "Para Ventilar o MSD" na página 80.

2 Abra a câmara do analisador. Consulte "Abrir a Câmara do Analisador" na página 83.

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

3 Caso esteja usando uma fonte de EI padrão, desconecte os sete fios da fonte de íons. Não dobre os fios além do necessário (Figura 14 na página 139 e Tabela 22).

Tabela 22 Fios da fonte de íons de EI padrão

Cor do fio	Conecta-se a(o)	Número de fios
Azul	Lente de entrada	1
Laranja	Foco de íon	1
Branco	Filamento 1 (filamento superior)	2
Vermelho	Repulsor	1
Preto	Filamento 2 (filamento inferior)	2

CUIDADO Puxe os conectores, não os fios.

4 Se você estiver utilizando uma fonte de íons de EI, desconecte os oito fios da fonte de íons. Não dobre os fios além do necessário (Figura 14 na página 139 e Tabela 23).

Tabela 23 Fios da fonte de íon de EI do extrator

Cor do fio	Conecta-se a(o)	Número de fios
Azul	Lente de entrada	1
Laranja	Foco de íon	1
Branco	Filamento 1 (filamento superior)	2
Vermelho	Repulsor	1
Preto	Filamento 2 (filamento inferior)	2
Marrom	Lente do extrator	1

5 Siga os fios do aquecedor da fonte de íons e do sensor de temperatura até a placa de passagem. Desconecte-os de lá.

6 Remova os parafusos de aperto manual que mantém a fonte de íons no lugar.

7 Puxe a fonte de íons para fora do radiador da fonte.

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

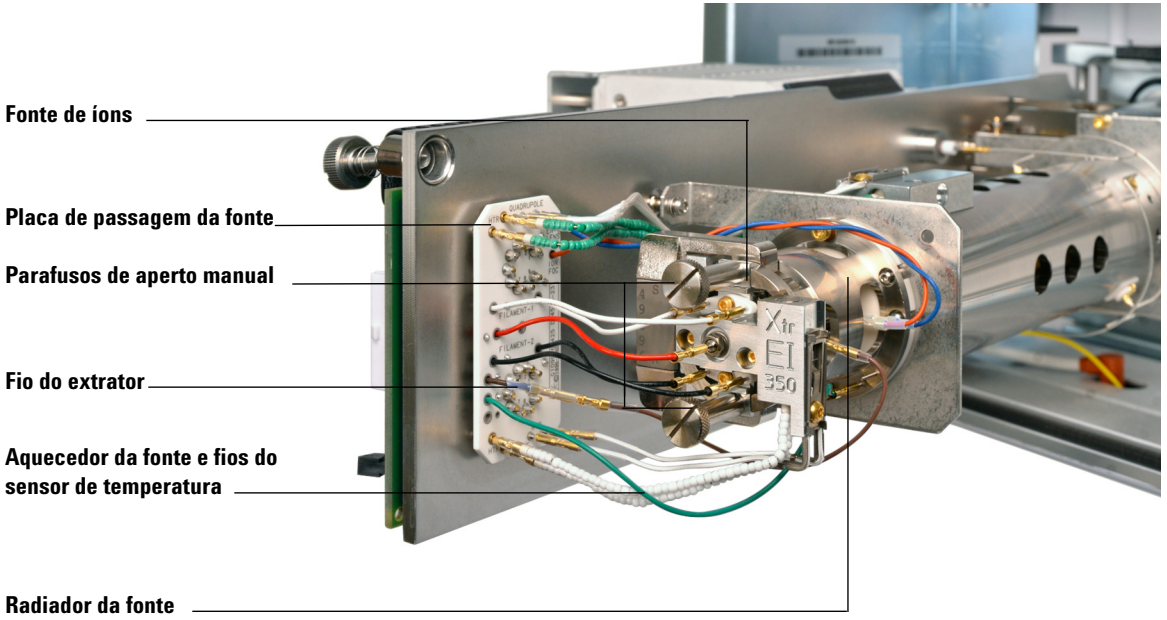


Figura 14 Remoção da fonte de íons de EI.

Desmontar a Fonte de Íons de EI Padrão ou Inerte

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
  - Tamanho grande (8650-0030)
  - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Chave hexagonal de ponta redonda, 1,5 mm (8710-1570)
- Chave hexagonal de ponta redonda, 2.0 mm (8710-1804)
- Chave de boca, fixa, 10 mm (8710-2353)

Procedimento

1 Remova a fonte de íons. Consulte "Remover a fonte de íons de EI" na página 137.

2 Remova os parafusos dourados dos filamentos e então remova os filamentos da fonte. Consulte Figura 15 na página 141.

3 Solte os dois parafusos dourados do conjunto do bloco do aquecedor da fonte e separe o conjunto do repulsor da estrutura da fonte. Esse conjunto inclui o bloco do aquecedor da fonte, o repulsor e peças relacionadas.

4 Remova a porca e as arruelas do repulsor e então o remova do bloco do aquecedor da fonte.

5 Remova os isoladores do repulsor e o encaixe do bloco do repulsor do conjunto do bloco do aquecedor da fonte.

6 Desparafuse o soquete da interface. Uma chave fixa de 10 mm serve para os encaixes no soquete da interface.

7 Remova o parafuso de fixação dourado da lateral da estrutura da fonte.

8 Empurre a placa removível para tirar a lentes de entrada e de foco de íon, além do cilindro e da placa removíveis da outra extremidade da fonte. Remova o isolador da lente.

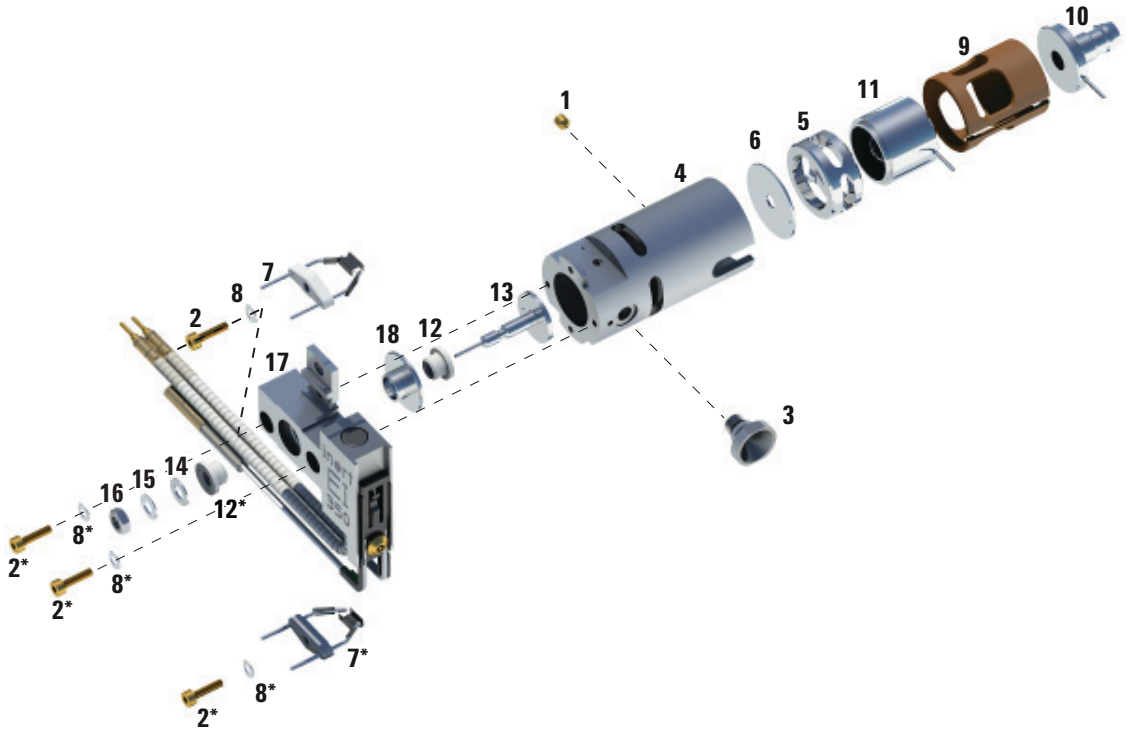


Figura 15 Desmontar a fonte de íons de EI padrão ou inerte

Tabela 24 Lista de peças da fonte de íons de EI padrão ou inerte (Figure 15)

Número do item	Descrição do item
1	Parafuso de fixação dourado
2	Parafuso dourado
3	Soquete da interface
4	Estrutura da fonte
5	Cilindro removível
6	Placa removível

Tabela 24 Lista de peças da fonte de íons de EI padrão ou inerte (Figure 15) (cont.)

Número do item	Descrição do item
7	Filamento de 4 voltas
8	Arruela de pressão
9	Isolador da lente
10	Lente de entrada
11	Lente de foco de íons
12	Isolador do repulsor
13	Repulsor
14	Arruela plana
15	Arruela de pressão de belleville
16	Porca do repulsor
17	Conjunto do bloco do aquecedor da fonte
18	Encaixe do bloco do repulsor

Desmontar a Fonte de Íons de EI do Extrator

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
  - Tamanho grande (8650-0030)
  - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Chave hexagonal de ponta redonda, 1,5 mm (8710-1570)
- Chave hexagonal de ponta redonda, 2.0 mm (8710-1804)
- Chave de boca, fixa, 10 mm (8710-2353)

Procedimento

1 Remova a fonte de íons. Consulte Consulte “Remover a fonte de íons de EI” na página 137.

2 Remova os filamentos removendo os dois parafusos dourados e separando os filamentos da fonte. Consulte Figura 16 na página 144.

3 Solte os dois parafusos dourados do conjunto do bloco do aquecedor da fonte e separe o conjunto do repulsor da estrutura da fonte.
Esse conjunto inclui o bloco do aquecedor da fonte, o repulsor e peças relacionadas.

4 Remova a porca do repulsor, as arruelas e os isoladores do conjunto do bloco do aquecedor da fonte, depois remova o repulsor.

5 Remova o parafuso de fixação dourado da lateral da estrutura da fonte.

6 Empurre a lente do extrator para remover a lente de entrada, a lente de foco de íons e a lente do extrator da outra extremidade da estrutura da fonte. Remova o isolador da lente.

7 Remova o isolador da lente do extrator.

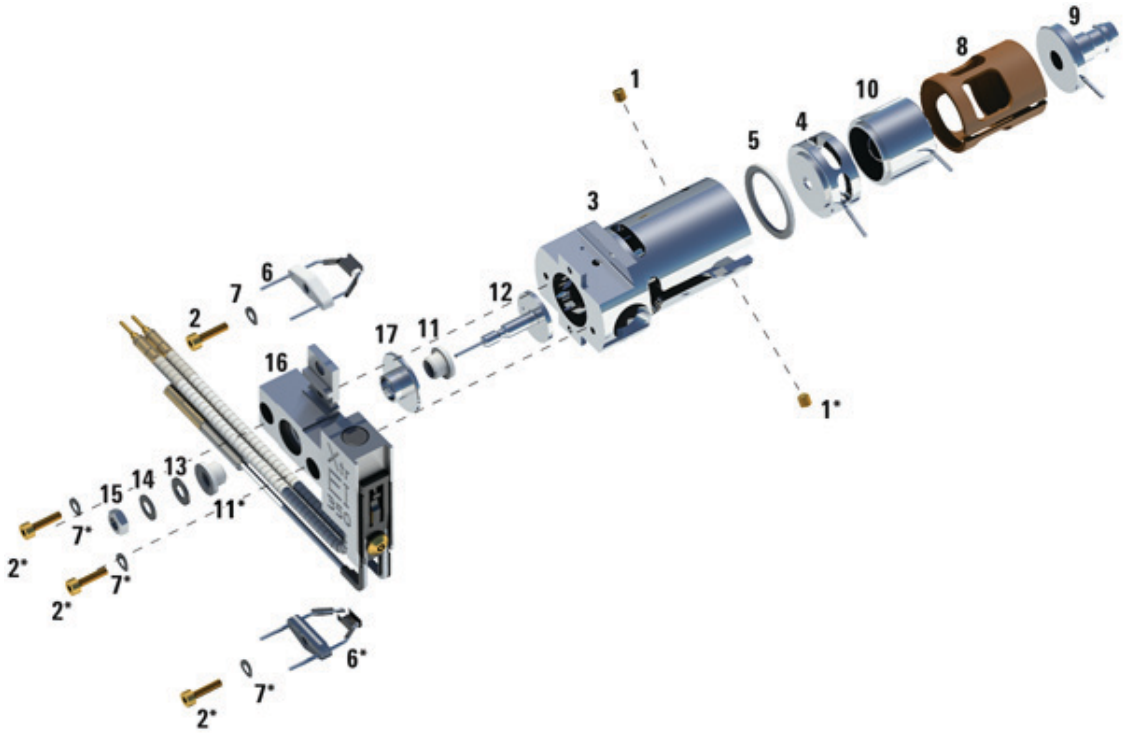


Figura 16 Desmontagem da fonte de EI do extrator

Tabela 25 Lista de peças da fonte de íons do extrator Figure 16

Número do item	Descrição do item
1	Parafusos de fixação
2	Parafusos
3	Estrutura da fonte
4	Lente do extrator
5	Isolador da lente do extrator
6	Filamentos

Tabela 25 Lista de peças da fonte de íons do extrator (cont.)Figure 16

Número do item	Descrição do item
7	Arruela de pressão
8	Isolador da lente
9	Lente de entrada
10	Lente de foco de íons
11	Isolador do repulsor
12	Repulsor
13	Arruela plana
14	Arruela de pressão de belleville
15	Porca do repulsor
16	Conjunto do bloco do aquecedor da fonte
17	Isolador

Limpar a Fonte de Íons de EI

Materiais necessários

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

Preparação

1 Desmonte a fonte de íons. Consulte "Desmontar a Fonte de Íons de EI Padrão ou Inerte" na página 140 ou "Desmontar a Fonte de Íons de EI do Extrator" na página 143.

2 Colete as seguintes peças de uma fonte de EI padrão ou inerte a serem limpas: (Figura 17 na página 148)
   - Repulsor
   - Soquete da interface
   - Estrutura da fonte
   - Placa removível
   - Cilindro removível
   - Lente de foco de íons
   - Lente de entrada

3 Colete as seguintes peças de uma fonte de EI do extrator a serem limpas: (Figura 17 na página 148)

- Repulsor
- Isolador
- Estrutura da fonte
- Lente do extrator
- Lente de foco de íons
- Lente de entrada

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

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

Figura 17 Peças da fonte a serem limpas

Procedimento

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

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

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

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

3 Remova todos os resíduos abrasivos usando metanol em grau reagente.

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

4 Separe as peças que foram limpas de forma abrasiva das peças que não foram limpas de forma abrasiva.

5 Limpe as peças de maneira ultrassônica (cada grupo separadamente) por 15 minutos. No caso de peças sujas, utilize três solventes na ordem mostrada, fazendo a limpeza por 15 minutos com cada um dos solventes a seguir:

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

Para limpeza de rotina, limpar com metanol é suficiente.

ADVERTÊN- **Todos esses solventes são perigosos. Trabalhe com uma coifa e tome todas as precauções apropriadas.**

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

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

ADVERTÊN- **Deixe as peças esfriarem antes de manuseá-las.**

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

Montar a Fonte de Íons de EI Padrão ou Inerte

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
  - Tamanho grande (8650-0030)
  - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Chave hexagonal de ponta redonda, 1,5 mm (8710-1570)
- Chave hexagonal de ponta redonda, 2.0 mm (8710-1804)
- Chave de boca, fixa, 10 mm (8710-2353)

Procedimento

1 Insira a placa e o cilindro removíveis na estrutura da fonte. Consulte Figura 18 na página 152.

2 Monte a lente de foco de íons, a lente de entrada e o isolador de lentes.

3 Deslize essas peças montadas para dentro da estrutura da fonte.

4 Instale o parafuso de fixação das lentes.

5 Monte o conjunto do repulsor.

   a Instale o encaixe do bloco do repulsor no conjunto do bloco do aquecedor da fonte. Consulte Figura 18 na página 152.

   b Instale os isoladores do repulsor no conjunto do bloco do aquecedor da fonte e no encaixe do bloco do repulsor.

   c Instale o repulsor através dos isoladores do repulsor. Depois, coloque a arruela plana seguida da arruela de pressão de belleville na extremidade do eixo do repulsor e fixe, utilizando os dedos, a porca do repulsor.

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

6 Fixe o conjunto do repulsor à estrutura da fonte usando os dois parafusos dourados e arruelas de pressão.

7 Instale os filamentos usando os dois parafusos dourados e arruelas de pressão.

8 Instalar o soquete da interface

CUIDADO Não aperte demais o soquete da interface. A força excessiva poderá danificar as roscas.

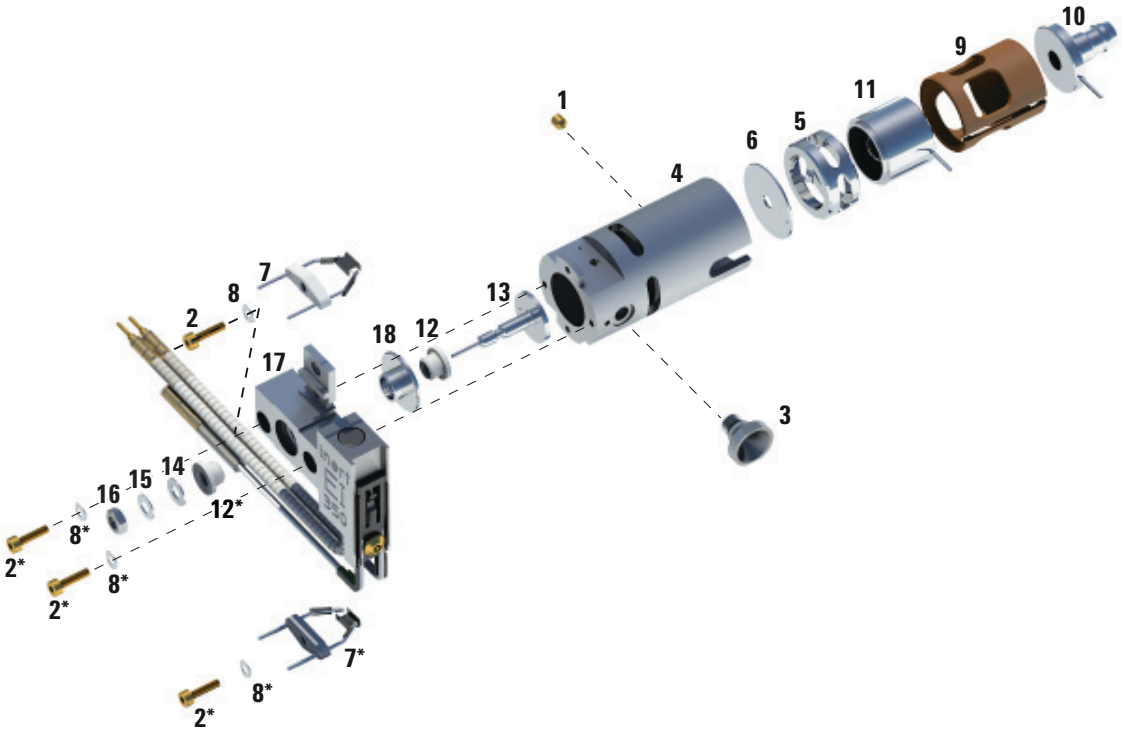


Figura 18 Montar a fonte de íons de EI padrão ou inerte

Tabela 26 Lista de peças da fonte de íons de EI padrão ou inerte (Figure 18)

Número do item	Descrição do item
1	Parafuso de fixação
2	Parafuso de fixação
3	Soquete da interface
4	Estrutura da fonte
5	Cilindro removível
6	Placa removível
7	Filamento de 4 voltas
8	Arruela de pressão
9	Isolador da lente
10	Lente de entrada
11	Lente de foco de íons
12	Isolador do repulsor
13	Repulsor
14	Arruela de pressão de belleville
15	Arruela plana
16	Porca do repulsor
17	Bloco do aquecedor da fonte
18	Encaixe do bloco do repulsor

Montar a Fonte de Íons de EI do Extrator

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
  - Tamanho grande (8650-0030)
  - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Chave hexagonal de ponta redonda, 1,5 mm (8710-1570)
- Chave hexagonal de ponta redonda, 2.0 mm (8710-1804)
- Chave de boca, fixa, 10 mm (8710-2353)

Procedimento

9 Insira a lente de entrada e de foco de íons no isolador conforme a ordem mostrada abaixo (Figure 19).

10 Deslize a arruela de cerâmica para dentro da estrutura da fonte.

11 Insira a lente do extrator na fonte, primeiro pelo lado plano (Figure 19).

12 Deslize o isolador com o foco de íons e a lente de entrada para dentro da fonte, com a lente de foco de íon voltada contra a lente do extrator (Figure 19)

13 Instale os dois parafusos dourados de fixação que mantém as lentes no lugar.

14 Monte o conjunto do repulsor.

a Instale o encaixe do bloco do repulsor no conjunto do bloco do aquecedor da fonte. Consulte Figura 18 na página 152.

b Instale os isoladores do repulsor no conjunto do bloco do aquecedor da fonte e no encaixe do bloco do repulsor.

c Instale o repulsor através dos isoladores do repulsor. Depois, coloque a arruela plana seguida da arruela de pressão de belleville na extremidade do eixo do repulsor e fixe, utilizando os dedos, a porca do repulsor.

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

15 Fixe o conjunto do repulsor à estrutura da fonte usando os dois parafusos dourados e arruelas de pressão.

16 Instale os filamentos usando os dois parafusos dourados e arruelas de pressão.

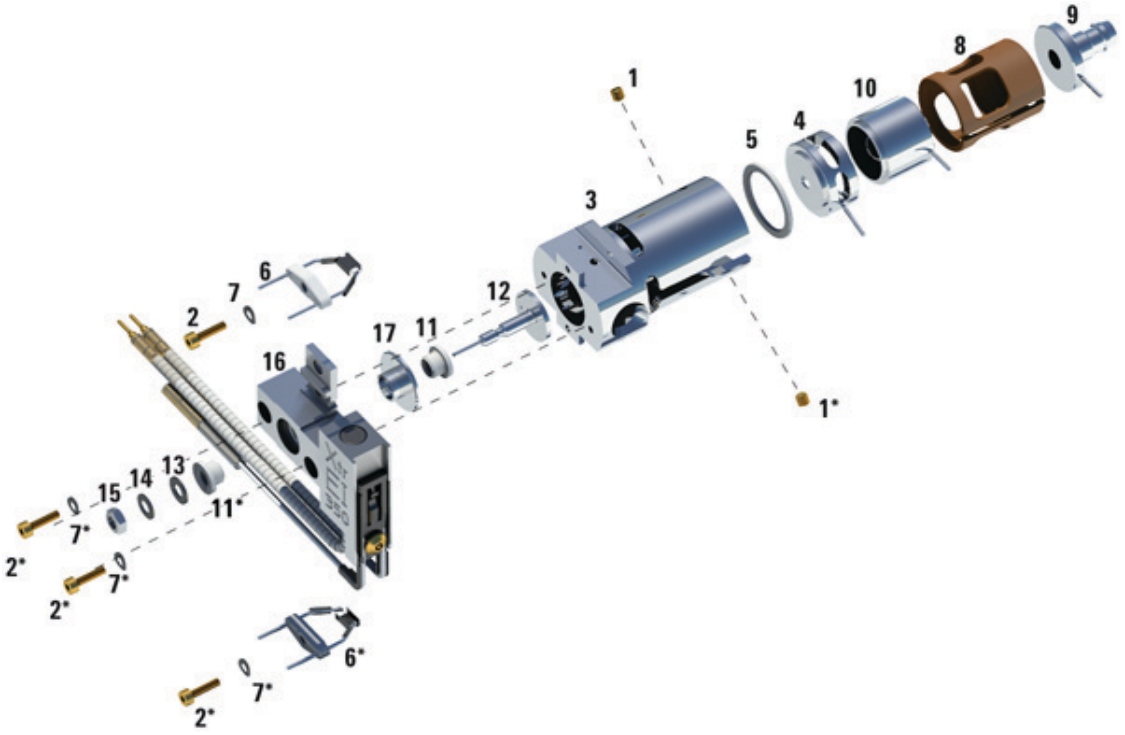


Figura 19 Montagem da fonte de EI do extrator

Tabela 27 Lista de peças da fonte de íons (Figure 19)

Número do item	Descrição do item
1	Parafusos de fixação
2	Parafusos

Tabela 27 Lista de peças da fonte de íons (Figure 19) (cont.)

Número do item	Descrição do item
3	Estrutura da fonte
4	Lente do extrator
5	Isolador da lente do extrator
6	Filamentos
7	Arruela de pressão
8	Isolador da lente
9	Lente de entrada
10	Lente de foco de íons
11	Isolador do repulsor
12	Repulsor
13	Arruela plana
14	Arruela de pressão de belleville
15	Porca do repulsor
16	Conjunto do bloco do aquecedor da fonte
17	Encaixe do bloco do repulsor

Substituir um Filamento em uma Fonte de EI

Materiais necessários

- Conjunto do filamento (G2590-60053)
- Luvas, limpas, sem fiapos
  - Tamanho grande (8650-0030)
  - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Chave hexagonal de ponta redonda, 1,5 mm (8710-1570)

Procedimento

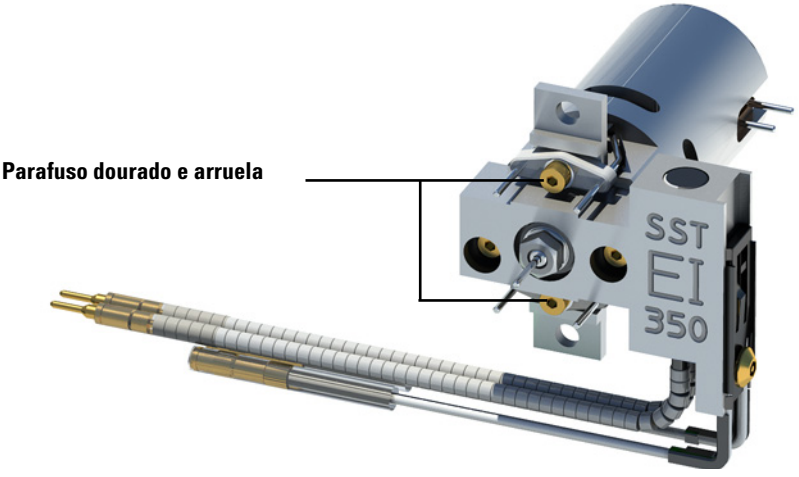
1 Ventile o MSD. Consulte “Ventilar o MSD” na página 58.

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

2 Abra a câmara do analisador. Consulte “Abrir a Câmara do Analisador” na página 83.

3 Remova a fonte de íons. Consulte “Remover a fonte de íons de EI” na página 137.

4 Remova o parafuso dourado e a arruela dos filamentos.



5 Fixe os novos filamentos usando o parafuso dourado e a arruela.

6 Após a instalação do filamento, verifique se este não está aterrado na estrutura da fonte.

7 Instale a fonte de íons. Consulte "Instalar a Fonte de Íons de EI" na página 159.

8 Feche a câmara do analisador. Consulte "Fechar a Câmara do Analisador" na página 86.

9 Bombeie o MSD. Consulte "Bombear o MSD no Modo EI" na página 90.

10 Execute o ajuste automático do MSD. Consulte "Ajustar o MSD no Modo EI" na página 73.

11 Na caixa de diálogo Manual Tune, o parâmetro **Filament** permite que você insira **1** ou **2** para o número de filamentos. Qualquer que seja o número definido durante o ajuste automático anterior, insira o outro número de filamento.

12 Execute novamente o ajuste automático do MSD.

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

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

14 Selecione **Save Tune Parameters** no menu **File**.

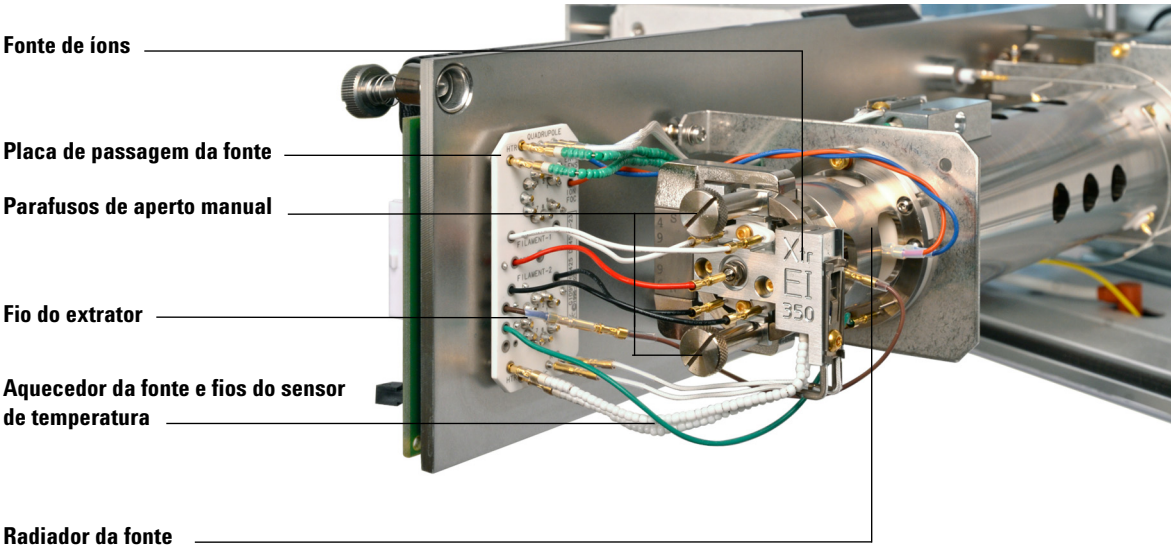
Instalar a Fonte de Íons de EI

Materiais necessários

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

Procedimento

1 Deslize a fonte de íons para dentro do radiador da fonte.



2 Instale e aperte manualmente os parafusos da fonte. Não aperte demais os parafusos de aperto manual.

3 Conecte os fios da fonte de íons conforme mostrado emFigura 8 na página 88.

4 Feche a câmara do analisador. Consulte "Fechar a Câmara do Analisador" na página 86.

Substituir a sirene do multiplicador de elétrons

Materiais necessários

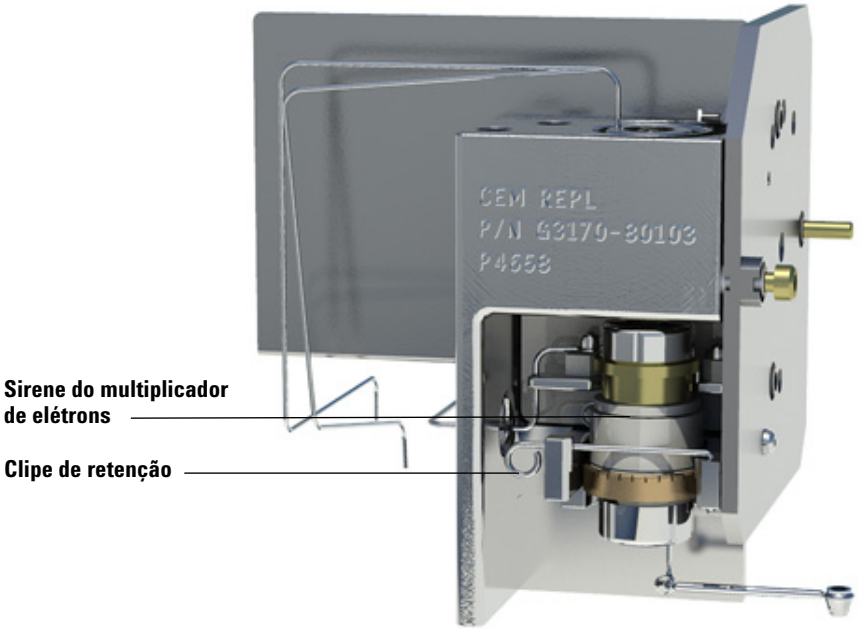
- Sirene do multiplicador de elétrons (G3170-80103)
- Luvas, limpas, sem fiapos
  - Tamanho grande (8650-0030)
  - Tamanho pequeno (8650-0029)

Procedimento

1 Ventile o MSD. Consulte “Para Ventilar o MSD” na página 80.

2 Abra a câmara do analisador. Consulte “Abrir a Câmara do Analisador” na página 83.

3 Abra o clipe de retenção. Levante o braço do clipe e então retire o clipe da sirene do multiplicador de elétrons.



4 Remova a sirene do multiplicador de elétrons

5 Instale a nova sirene do multiplicador de elétrons

6 Feche o clipe de retenção.

   O pino do sinal na sirene deve estar ***na parte de fora*** na alça da faixa de contato. ***Não*** coloque o pino do sinal na parte de dentro da alça da faixa de contato. A instalação incorreta resultará em sensibilidade ruim ou em falta de sinal.

7 Feche a câmara do analisador. Consulte "Fechar a Câmara do Analisador" na página 86.

8 Bombeie o MSD. Consulte "Bombear o MSD no Modo EI" na página 90.

6
Manutenção de CI

Informações Gerais 164
Instalar a Fonte de Íons de CI 165
Remover a Fonte de Íons de CI 167
Para Desmontar a Fonte de Íons de CI 169
Limpar a Fonte de Íons de CI 172
Montar a fonte de íons de CI 174
Instalar a Fonte de Íons de CI 177
Substituir Filamento em uma Fonte de CI 178

Este capítulo descreve os procedimentos de manutenção e os requisitos exclusivos dos MSDs série 5977 equipados com o hardware de ionização química.

Informações Gerais

Limpeza da fonte de íons

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

ADVERTÊN- **Sempre realize embaixo de uma coifa os procedimentos de manutenção que utilizem solventes perigosos. Certifique-se de estar operando o MSD em uma sala bem ventilada.**

Amônia

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

Purgue sempre o MSD com metano após utilizar amônia.

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

Configurar o MSD para operação de CI

Para configurar o MSD para operação de CI, é preciso cuidado especial para se evitar contaminação e vazamentos de ar.

Diretrizes

- Antes de fazer a ventilação em modo EI para a instalação da fonte de CI, certifique-se de que o sistema GC/MSD está funcionando corretamente. Consulte "Verificar o Desempenho do Sistema" na página 75.
- Certifique-se de que as linhas de entrada do gás reagente estão equipadas com purificadores de gás (não aplicável para amônia).
- Utilize gases reagentes extremamente puros; 99,99% ou mais para metano e a maior pureza disponível para outros gases reagentes.

Instalar a Fonte de Íons de CI

Materiais necessários

- Vedação da ponta da interface (G1999-60412)

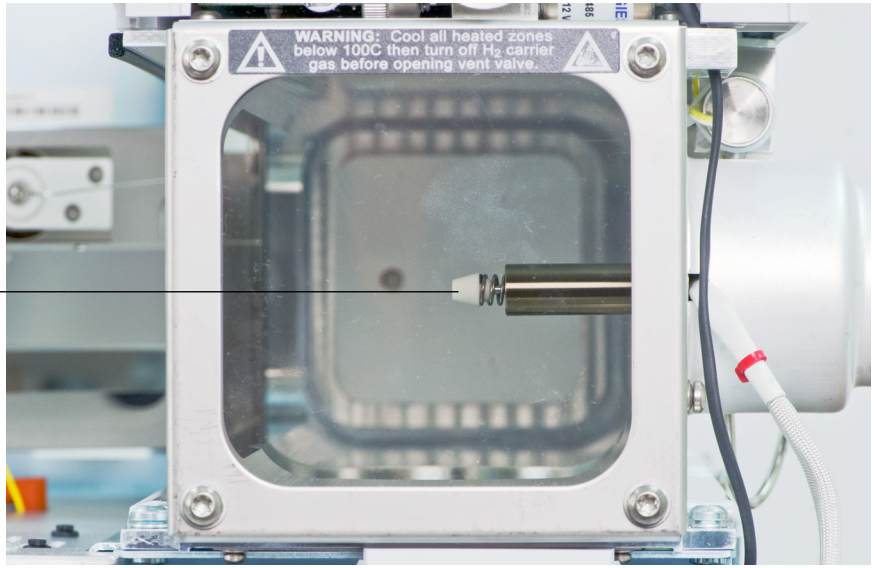
  A vedação da ponta da interface deve ser colocada para a fonte de CI e para a fonte de extração.

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

Procedimento

1 Verifique se a fonte de EI Etr ou a fonte de CI está instalada.
A vedação da ponta não deve ser instalada quando uma fonte de SST EI padrão ou uma fonte EI inerte estiver instalada.

2 Remova a vedação da ponta de Ci/Xtr da caixa de armazenamento da fonte de íons e a coloque sobre a extremidade da interface.



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

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

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

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

Remover a Fonte de Íons de CI

Materiais necessários

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

Procedimento

1 Ventile o MSD. Consulte "Para Ventilar o MSD" na página 80.

2 Abra a câmara do analisador. Consulte "Abrir a Câmara do Analisador" na página 83.

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

3 Desconecte os sete fios na fonte de íon. Use os alicates para puxar os conectores de metal na fonte. Não dobre os fios além do necessário. Consulte a Tabela 28 para o código de cores dos fios.

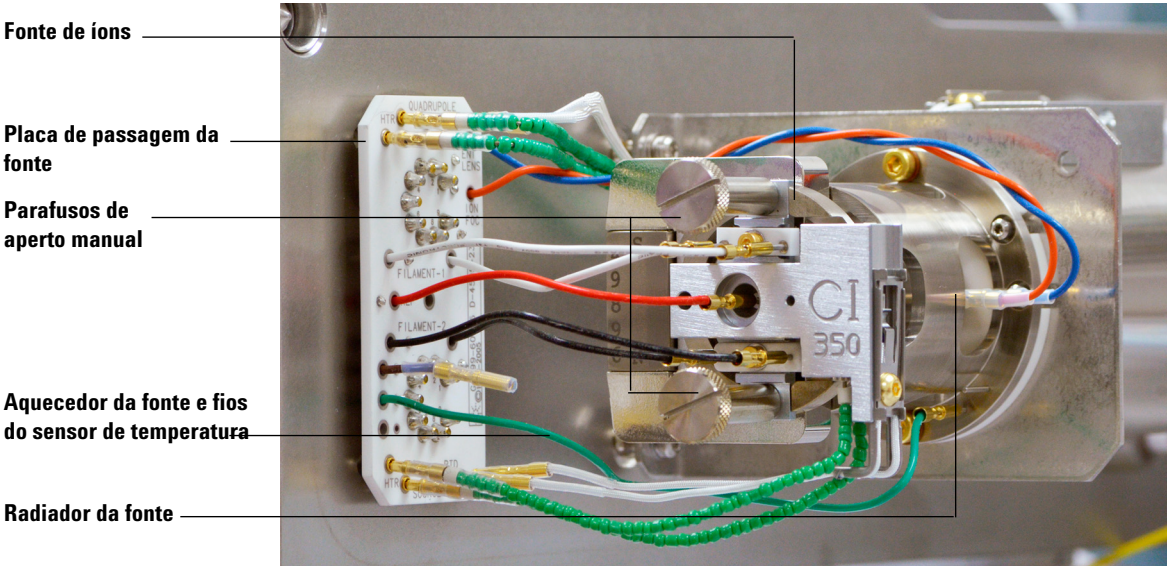


Tabela 28 Fios da fonte de íons de CI padrão

Cor do fio	Conecta-se a(o)	Número de fios
Azul	Lente de entrada	1
Laranja	Foco de íon	1
Branco	Filamento 1 (filamento superior)	2
Vermelho	Repulsor	1
Preto	Filamento 2 (filamento inferior)	2

4 Siga os fios do aquecedor da fonte de íons e do sensor de temperatura até a placa de passagem. Utilize os alicates para puxar os conectores de metal a fim de remover estes quatro fios das conexões da placa de passagem.

CUIDADO Puxe os conectores, não os fios.

5 Remova os parafusos de aperto manual que mantém a fonte de íons no lugar.

6 Puxe a fonte de íons para fora do radiador da fonte.

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

Para Desmontar a Fonte de Íons de CI

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
  - Tamanho grande (8650-0030)
  - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Chave hexagonal de ponta redonda, 1,5 mm (8710-1570)
- Chave hexagonal de ponta redonda, 2.0 mm (8710-1804)
- Chave de boca, fixa, 10 mm (8710-2353)

Procedimento

1. Remova a fonte de íons. Consulte "Remover a Fonte de Íons de CI" na página 167.
2. Remova os filamentos. Consulte a Figura 20 na página 170.
3. Separe o conjunto do repulsor da estrutura da fonte. Este conjunto inclui o bloco do aquecedor da fonte, o repulsor e peças relacionadas.
4. Remova e separe o repulsor e o isolador de cerâmica.
5. Remova o parafuso de fixação das lentes.
6. Puxe o conjunto de lentes para fora da estrutura da fonte.
7. Remova o cilindro e a placa removíveis da estrutura da fonte.
8. Separe as lentes de foco de íon, as lentes de entrada e o isolador.

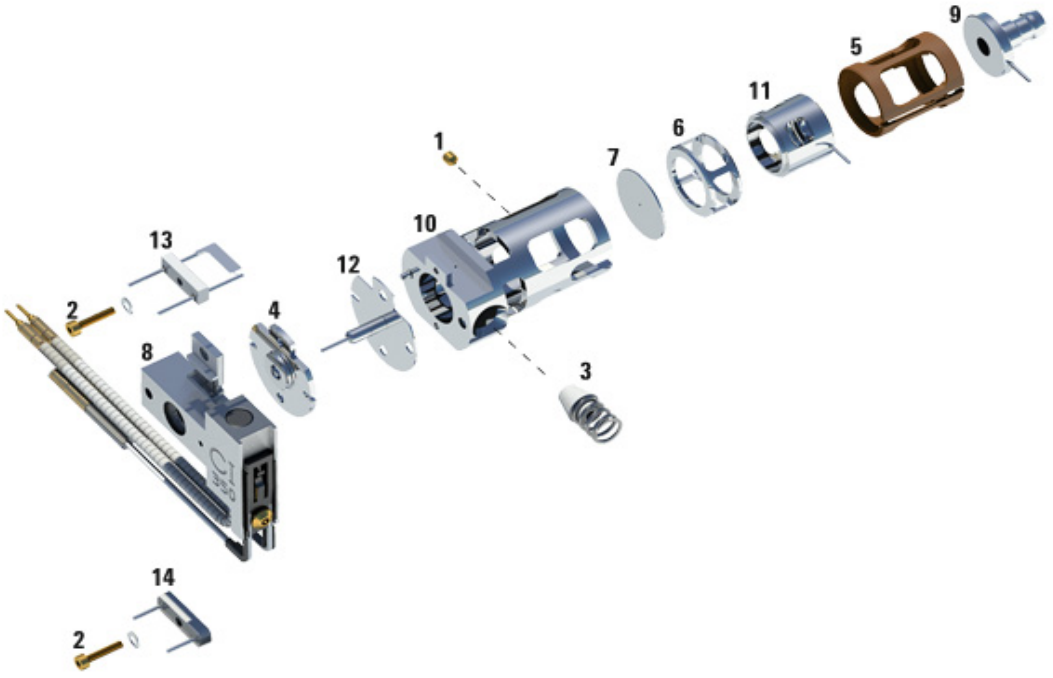


Figura 20 Desmontagem da fonte de íons de CI

Tabela 29 Lista de peças da fonte de íons de CI (Figure 20)

Número do item	Descrição do item
1	Parafuso de fixação
2	Parafuso de filamento
3	Vedação da ponta da interface de CI
4	Isolador do repulsor de CI
5	Isolador da lente de CI

Tabela 29 Lista de peças da fonte de íons de CI (Figure 20)

Número do item	Descrição do item
6	Cilindro removível de CI
7	Placa removível de CI
8	Conjunto do bloco do aquecedor da fonte de CI
9	Lente de entrada
10	Estrutura da fonte de CI
11	Lente de foco de íons de CI
12	Repulsor de CI
13	Filamento de CI
14	Filamento simulador

Limpar a Fonte de Íons de CI

Materiais necessários

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

Preparação

1 Desmonte a fonte de íons. Consulte "Para Desmontar a Fonte de Íons de CI" na página 169.

2 Colete as seguintes peças de uma fonte de CI a serem limpas: (Figura 21 na página 173)
   - Repulsor
   - Estrutura da fonte
   - Placa removível
   - Cilindro removível
   - Lente de foco de íons
   - Lente de entrada

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

3 Limpe as peças conforme descrito em "Limpar a Fonte de Íons de EI" na página 146.

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

Figura 21 Peças da fonte de CI a serem limpas

Montar a fonte de íons de CI

Materiais necessários

- Luvas, limpas, sem fiapos
  - Tamanho grande (8650-0030)
  - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Chave hexagonal de ponta redonda, 1,5 mm (8710-1570)
- Chave hexagonal de ponta redonda, 2.0 mm (8710-1804)
- Chave de boca, fixa, 10 mm (8710-2353)

Procedimento

1 Deslize a placa e o cilindro removíveis para dentro da estrutura da fonte (Figura 22 na página 175).

2 Monte a lente de foco de íons, a lente de entrada e o isolador de lentes.

3 Deslize as peças montadas para dentro da estrutura da fonte.

4 Instale o parafuso de fixação das lentes.

5 Instale o repulsor, os isoladores do repulsor, a arruela e a porca do repulsor no conjunto do bloco do aquecedor da fonte.

O conjunto resultante é chamado de conjunto do repulsor.

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

6 Anexe o conjunto do repulsor à estrutura da fonte. O conjunto do repulsor inclui o conjunto do aquecedor da fonte, o repulsor e as peças relacionadas.

7 Reinstale os filamentos usando o parafuso dourado e a arruela de pressão

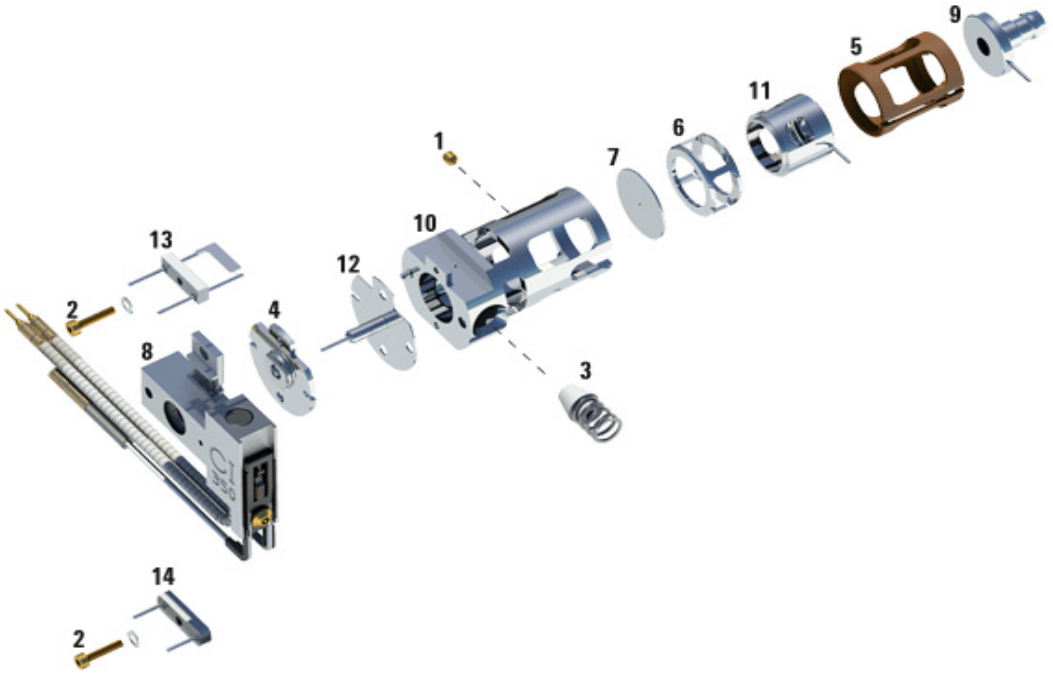


Figura 22 Montagem da fonte de íons de CI

Tabela 30 Lista de peças da fonte de íons de CI (Figure 22)

Número do item	Descrição do item
1	Parafuso de fixação
2	Parafuso de filamento
3	Vedação da ponta da interface de CI
4	Isolador do repulsor de CI

Tabela 30 Lista de peças da fonte de íons de CI (Figure 22)

Número do item	Descrição do item
5	Isolador da lente de CI
6	Cilindro removível de CI
7	Placa removível de CI
8	Conjunto do bloco do aquecedor da fonte de CI
9	Lente de entrada
10	Estrutura da fonte de CI
11	Lente de foco de íons de CI
12	Repulsor de CI
13	Filamento de CI
14	Filamento simulador

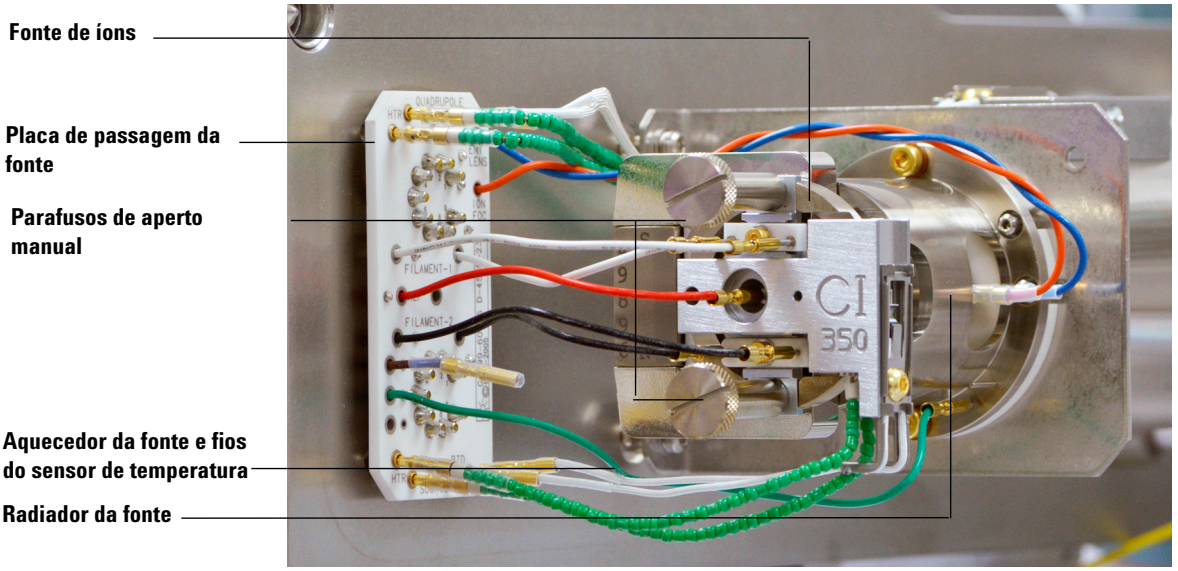
Instalar a Fonte de Íons de CI

Materiais necessários

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

Procedimento

1 Deslize a fonte de íons para dentro do radiador da fonte.



2 Instale e aperte manualmente os parafusos da fonte. Não aperte demais os parafusos de aperto manual.

3 Conecte os fios da fonte de íons conforme mostrado em "Fechar a Câmara do Analisador" na página 86.

4 Feche a câmara do analisador. Consulte "Fechar a Câmara do Analisador" na página 86.

Substituir Filamento em uma Fonte de CI

Materiais necessários

- Conjunto do filamento (G2590-60053)
- Luvas, limpas, sem fiapos
  - Tamanho grande (8650-0030)
  - Tamanho pequeno (8650-0029)
- Chave hexagonal de ponta redonda, 1,5 mm (8710-1570)

Procedimento

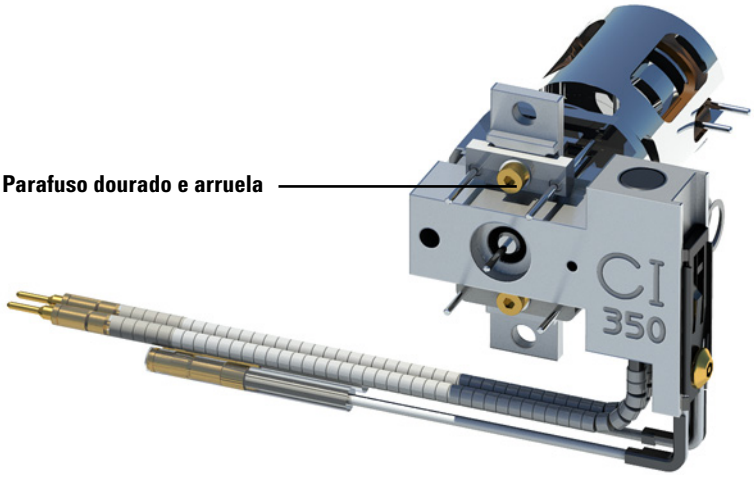
1 Ventile o MSD. Consulte “Ventilar o MSD” na página 58.

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

2 Abra a câmara do analisador. Consulte “Abrir a Câmara do Analisador” na página 83.

3 Remova a fonte de íons. Consulte “Remover a Fonte de Íons de CI” na página 167.

4 Remova o parafuso dourado e a arruela do filamento.



5 Fixe o novo filamento usando o parafuso dourado e a arruela.

6 Após a instalação do filamento, verifique se este não está aterrado na estrutura da fonte.

7 Instale a fonte de íons. Consulte "Instalar a Fonte de Íons de CI" na página 165.

8 Feche a câmara do analisador. Consulte "Fechar a Câmara do Analisador" na página 86.

9 Bombeie o MSD. Consulte "Bombear o MSD no Modo CI" na página 104.

10 Execute um ajuste automático de PCI com metano. Consulte "Executar um Ajuste Automático de PCI (Somente Metano)" na página 118.

11 Selecione **Save Tune Parameters** no menu **File**.

Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

Impresso nos EUA, maio 2013

G3870-98003