

JetClean da Agilent para OpenLAB

Manual de operação



Agilent Technologies

Avisos

© Agilent Technologies, Inc. 2017

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

Nº de peça do manual

G7077-98118

Edição

Primeira edição, setembro de 2017

Impresso nos EUA

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

Garantia

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

Avisos de segurança

CUIDADO

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

AVISO

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

Conteúdo

1 Introdução

Conceito Geral	6
Dois Modos de Operação	7
Qual Modo Você Deverá Usar?	8
Configurar o MS no OpenLAB	9
Configurar uma Fonte CI com JetClean	12
Configurar uma Fonte HES ou EI com JetClean	14
Configurar uma Fonte HES ou EI sem JetClean	15

2 Modo Somente Limpeza

Conceito	18
Execução do Modo Somente Limpeza Após um Lote de Amostras – Conceito	22
Execução do Modo Somente Limpeza Após Correr Cada Amostra – Conceito	23
Otimizar Parâmetros (Setpoints)	23
Criar e Executar um Método Somente Limpeza do JetClean	31

3 Modo Adquirir e Limpar

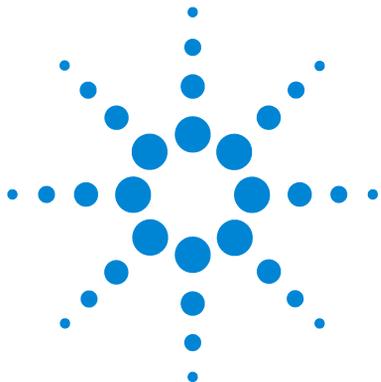
Conceito	38
Execução do JetClean no Modo Adquirir e Limpar	39
Criar e Executar um Método Adquirir e Limpar do JetClean	41

4 Solução de Problemas

Solução de Problemas Geral	48
Solução de Problemas do JetClean	49

5 Hardware

Uso Pretendido	52
Sistemas Suportados	52
Operação e Manutenção do Sistema	53
Avisos gerais	53
Tubulação de fornecimento de hidrogênio	54
Precauções do Equipamento	55
Precauções Operacionais	56
Tubulação de Hidrogênio	57
Recomendações gerais	57
Tubulação de fornecimento para gás hidrogênio	58
Sistemas de fornecimento de hidrogênio	58
Conexões da tubulação de fornecimento de gás do regulador de pressão	59
Alteração do Filtro de Fornecimento de Hidrogênio	60
Limpeza Manual da Fonte de Íons	61
Precauções Laboratoriais Gerais	61



1 Introdução

Conceito Geral	6
Dois Modos de Operação	7
Qual Modo Você Deverá Usar?	8
Configurar o MS no OpenLAB	9
Configurar uma Fonte CI com JetClean	12
Configurar uma Fonte HES ou EI com JetClean	14
Configurar uma Fonte HES ou EI sem JetClean	15

O sistema JetClean da Agilent permite aumentar consideravelmente o número de amostras que é possível processar antes de precisar limpar manualmente a fonte de íons. Este capítulo fornece um breve resumo sobre como o sistema JetClean funciona.



Conceito Geral

Durante o processo do JetClean, é introduzida uma pequena quantidade de hidrogênio no volume de íons da fonte de íons enquanto o filamento está emitindo elétrons: são criadas espécies de hidrogênio reativo. Sempre que esse processo é executado, a contaminação é removida da fonte de íons, dependendo das condições e da natureza da contaminação.

Consequentemente:

- O background é reduzido (ruído químico)
- Os limites de detecção do composto "perdido" podem ser recuperados
- A limpeza manual será necessária com menor frequência

Contudo, ao longo do tempo, apesar do processo JetClean, contaminantes menos reativos podem acumular na óptica da fonte de íons e a fonte terá de ser limpa manualmente. Por meio de aplicação cuidadosa do processo e uso dos parâmetros para JetClean, este processo manual pode se tornar muito menos frequente.

Dois Modos de Operação

A aplicação do JetClean pode ser realizada de dois modos diferentes:

- Modo **Somente Limpeza** – Neste modo, o hidrogênio é introduzido no sistema após a(s) amostra(s) ser(em) processada(s). Ao usar esse modo, você cria um novo método que será usado no processo do JetClean, enquanto seus métodos de processamento de amostras existentes permanecem inalterados.
- Modo **Adquirir e Limpar** – Neste modo, as amostras são analisadas por GC/MS EI, enquanto uma grande quantidade de hidrogênio é simultaneamente introduzida no volume de íons para remover e reduzir os contaminantes. Ao usar esse modo, você modifica seus métodos de aquisição existentes para incluir um baixo fluxo de hidrogênio adequado para sua aplicação.

Cada modo oferece vantagens e desvantagens com base nas variáveis de seu sistema, como por exemplo:

- As amostras que está processando e seu grau de limpeza, contaminação e matriz
- Os analitos visados
- Seus Procedimentos Operacionais Padrão existentes
- Seu fluxo de trabalho atual ou lotes de amostras

Outras considerações se tornarão evidentes à medida que você adquire uma melhor compreensão do JetClean.

Qual Modo Você Deverá Usar?

Para decidir qual o modo JetClean (Somente Limpeza ou Adquirir e Limpar) que é melhor para você, é necessário considerar as variáveis específicas de seu sistema (como, por exemplo, o tipo de amostras, a eficácia de limpeza e a química dos analitos) e avaliar o impacto que cada modo teria em seu fluxo de trabalho.

Embora cada situação seja diferente, alguns dos principais itens a considerar estão listados abaixo.

1 Que compostos você está analisando?

Compostos polares, compostos que contêm oxigênio, nitrogênio, enxofre ou fósforo podem reagir com o fluxo de hidrogênio residual (gotas) do processo JetClean e comprometer os limites de detecção ou os resultados espectrais. Nesse caso, o modo Adquirir e Limpar não poderá ser aceito. O modo "Somente Limpeza" pode ser uma solução melhor.

Por outro lado, os **compostos não polares** e outros compostos altamente estáveis (PAHs, PCBs etc.) terão uma reatividade limitada no hidrogênio e, conseqüentemente, poderão funcionar bem com o modo Adquirir e Limpar.

2 Você precisará modificar seus Procedimentos Operacionais Padrão (SOPs)?

Ao usar o modo Adquirir e Limpar, você precisará modificar seus métodos analíticos de GC/MS, incluindo hidrogênio durante a análise de amostras. Se seus métodos estiverem incluídos em SOPs validados, você precisará modificar e revalidar seus SOPs.

Por outro lado, o modo Somente Limpeza não precisará de um novo método de aquisição e, dependendo de suas operações internas, ele poderá ser somente uma adição aos SOPs de manutenção de seu sistema. Porém, os métodos de aquisição e SOPs existentes poderiam permanecer inalterados e não precisariam ser revalidados.

Configurar o MS no OpenLAB

Para configurar o instrumento de MS:

- 1 Adicione o MS ao Painel de Controle.
- 2 Certifique-se de que o instrumento esteja ligado e conectado na mesma rede do OpenLAB Control Panel.
- 3 No Painel de Controle, com seu instrumento selecionado (GCMS 12 na Figura 1), clique em **Configurar Instrumento**.



Figura 1 OpenLAB Control Panel

- 4 Clique duas vezes em **Agilent 597x MSD** e, em seguida, clique duas vezes em **Agilent 597x MSD (Não configurado)**. (Consulte Figura 2.) Isso exibe a caixa de configuração. (Consulte Figura 3 na página 10.)

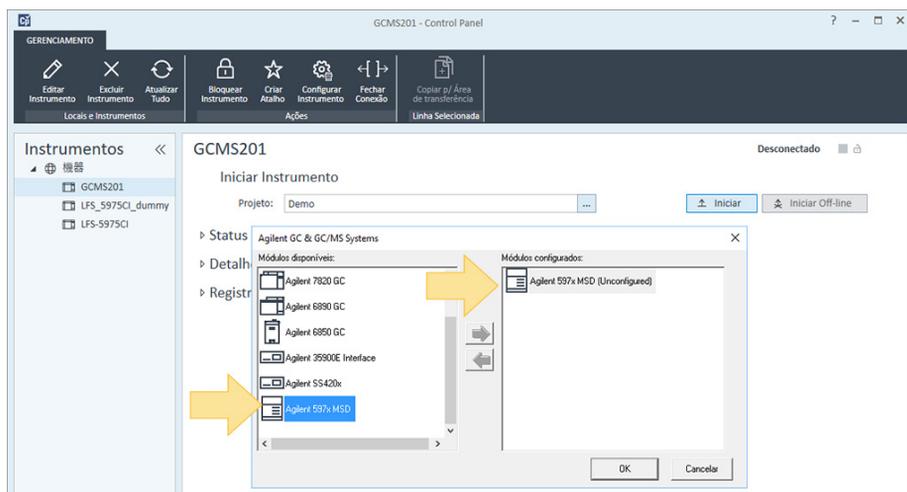


Figura 2 Configurar o painel de controle do instrumento

- 5 Insira o **Endereço IP** para este instrumento na caixa realçada.

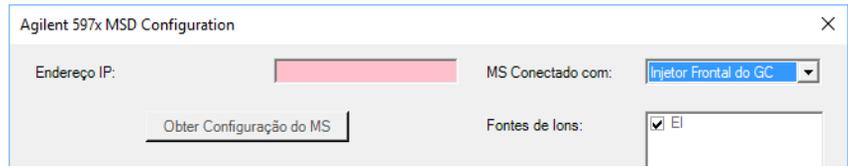


Figura 3 Caixa de configuração

- 6 Clique em **Obter Configuração do MS**.
- 7 Verifique se a coluna está configurada com a entrada correta. Se o MS não estiver configurado com um GC, selecione **Outro** para esta caixa.
- 8 Selecione a **fonte de íons** atualmente instalada em seu instrumento (EI, CI, HES).
- 9 Verifique se a **Polaridade DC Quad**, conforme observado na porta lateral do analisador, é a correta para essa fonte.
- 10 Clique em **Configuração de Controle de Gás** para definir o tipo de controlador e a configuração de gás. (Consulte [Figura 4](#).)

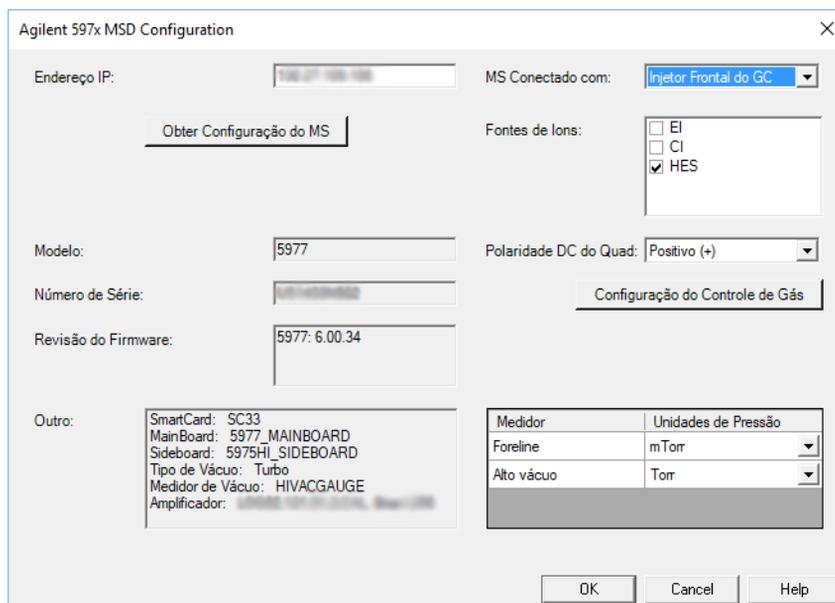


Figura 4 Configuração de controle de gás

- 11** A caixa de diálogo Configuração de Controle de Gás exibida será baseada na fonte que você identificou.

Para obter detalhes sobre a configuração de sua fonte de íons específica, consulte uma das opções a seguir:

- "Configurar uma Fonte CI com JetClean" na página 12
- "Configurar uma Fonte HES ou EI com JetClean" na página 14
- "Configurar uma Fonte HES ou EI sem JetClean" na página 15

- 12** Após concluir a Configuração de Controle de Gás, você regressará aqui novamente. Clique em **OK** para concluir a configuração.

Configurar uma Fonte CI com JetClean

Para uma Fonte de CI, será exibida uma caixa de diálogo semelhante à exibida na [Figura 5](#). Para configurar o instrumento **para usar a função JetClean**:

- 1 A opção **JetClean – Sistema EI/CI** está automaticamente selecionada. As opções **Nenhum** e **JetClean - Somente sistema EI** não estão disponíveis.
- 2 Para o **Canal A**, selecione o gás reagente de CI.
- 3 Para o **Canal B**, selecione:
 - **Hidrogênio** se você estiver usando um sistema **JetClean**.
 - Um gás reagente CI **alternativo** se você não estiver usando um sistema JetClean.
- 4 Se você selecionou **Hidrogênio** para o Canal B, insira o tempo em minutos durante o qual o gás hidrogênio deverá estar desligado quando inativo. (O exemplo mostra 10 minutos.)
- 5 Se você selecionou **Outro** no Canal A ou B, insira o nome do gás apropriado no local fornecido.
- 6 Clique em **OK** para retornar à caixa de diálogo Configuração 597xMSD.

Configuração de Controle de Gás

Tipo de Controlador

Nenhum

JetClean - Sistema EI

CI/JetClean - Sistema EI/CI

Configuração de Gás

Gás do Canal A Outro

Gás do Canal B Outro

Desligar o gás hidrogênio se estiver inativo (min)

Figura 5 Tipo de Controlador – CI/JetClean – Sistema EI/CI

Configurar uma Fonte HES ou EI com JetClean

Para uma Fonte de HES ou EI, será exibida uma caixa de diálogo semelhante à exibida abaixo. Para configurar o instrumento **para usar a função JetClean**:

- 1 Selecione **JetClean - Somente sistema EI**. A Configuração de Gás muda automaticamente para configurar o Canal A como **Nenhum** e o Canal B como **Hidrogênio**. Esses não podem ser alterados. (Consulte [Figura 6](#).)
- 2 Insira o tempo em minutos ao qual o gás hidrogênio deve ser desligado quando inativo. (O exemplo mostra 10 minutos.)
- 3 Clique em **OK** para retornar à caixa de diálogo Configuração 597xMSD.

Configuração de Controle de Gás

Tipo de Controlador

Nenhum

JetClean - Sistema EI

CI/JetClean - Sistema EI/CI

Configuração de Gás

Gás do Canal A Outro

Gás do Canal B Outro

Desligar o gás hidrogênio se estiver inativo (min)

Figura 6 Tipo de Controlador – Sistema somente EI do JetClean

Configurar uma Fonte HES ou EI sem JetClean

Para uma Fonte de HES ou EI, será exibida uma caixa de diálogo semelhante à exibida abaixo. Para configurar o instrumento para **funcionar sem usar a função JetClean**:

- 1 Selecione **Nenhum**. As opções de configuração do canal A e do canal B são definidas como **Nenhum** e não podem ser modificadas. (Consulte [Figura 7](#).)
- 2 Clique em **OK** para retornar à caixa de diálogo Configuração 597xMSD.

Configuração de Controle de Gás

Tipo de Controlador

Nenhum

JetClean - Sistema EI

CI/JetClean - Sistema EI/CI

Configuração de Gás

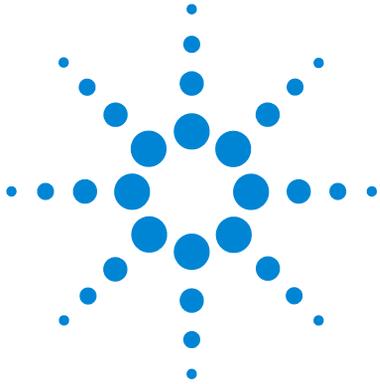
Gás do Canal A

Gás do Canal B

Desligar o gás hidrogênio se estiver inativo (min)

Figura 7 Tipo de Controlador – Nenhum

1 Introdução



2 Modo Somente Limpeza

Conceito 18

Execução do Modo Somente Limpeza Após um Lote de Amostras –
Conceito 22

Execução do Modo Somente Limpeza Após Correr Cada Amostra –
Conceito 23

Otimizar Parâmetros (Setpoints) 23

Criar e Executar um Método Somente Limpeza do JetClean 31



Conceito

O modo **Somente Limpeza** do JetClean é independente de sua aquisição de amostras padrão e usa um método completamente diferente e separado de seu(s) método(s) de aquisição de amostras. Não é necessário modificar seus métodos de aquisição de amostras existentes.

O modo **Somente Limpeza** do JetClean requer uma investigação para determinar o número de amostras que podem ser executadas antes de executar o método **Somente Limpeza** do JetClean e quais os parâmetros a aplicar no método do JetClean. Por regra, todos os analistas vivenciam a mesma tendência geral. Quando o sistema está limpo e sem vazamentos, as respostas do composto e os limites de detecção permanecem adequados à medida que as amostras são executadas. A determinada altura, os limites de detecção começam a ser afetados e é necessária manutenção. Ela pode incluir a substituição do septo e do liner, redução da coluna, aperto da anilha etc., e os limites de detecção serão restaurados. O exame cuidadoso dos arquivos de tune automático pode revelar problemas específicos da fonte para além dos vazamentos ou problemas relacionados com o GC. Normalmente, esse é o momento em que a fonte necessita de condicionamento, atualizando os fatores de ganho, ou de limpeza manual. Antes de o sistema atingir esse estágio, o analista, com base em sua experiência, poderá aplicar um método **Somente Limpeza** do JetClean fácil e rápido para evitar a degradação da fonte. De fato, podemos considerar o método **Somente Limpeza** do JetClean como uma ferramenta adicional semelhante ao condicionamento da fonte a fim de remover a contaminação. O método **Somente Limpeza** do JetClean é muito mais eficaz do que proceder somente ao condicionamento. É apresentada uma ilustração da situação na [Figura 8](#) na página 19.

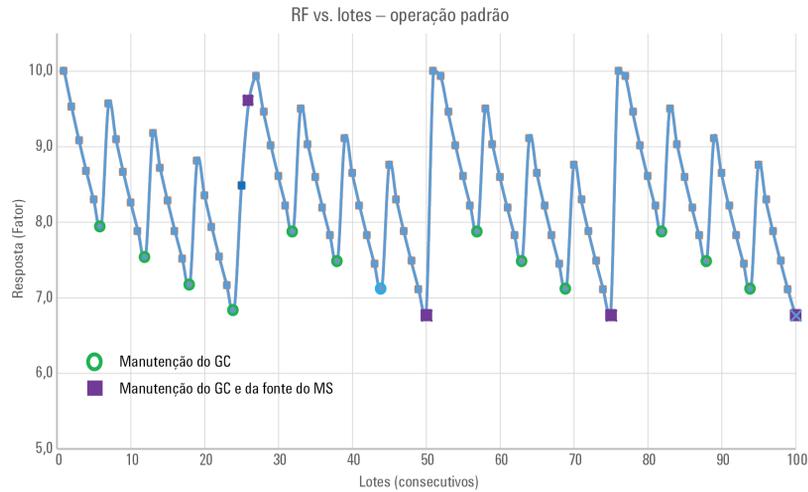


Figura 8 Fator de resposta vs. lotes – Condições de operação padrão

A **Figura 8** mostra a situação analítica dos resultados da resposta de um padrão à medida que o curso de lotes de amostras sequenciais está sendo executado. Da esquerda para a direita, à medida que o número de lotes de amostras é adquirido, há um declínio evidente de (fator de) resposta desde a resposta inicial (em 0) até ao 6º conjunto. No 6º conjunto, a resposta caiu $> \sim 20\%$ e indica que a manutenção do GC é necessária, estando marcado na figura como um círculo (verde) (provavelmente sem usar o backflush intracoluna rápido).

Após a manutenção do GC, a resposta regressou, mas não para o valor anterior (de 10 do lote 0). Isso significa que ocorreu alguma degradação da resposta da fonte (e de sua respectiva contribuição).

São adquiridos outros 6 conjuntos e é realizada outra manutenção do GC (no lote 12) e esse processo continua para os lotes 18 e 24.

Porém, após manutenção no lote 24, o 25º lote mostra uma resposta inferior em $> \sim 15\%$ do que a resposta inicial, o que é considerado inaceitável e, por isso, o MS é ventilado e a fonte limpa, sendo indicado pelo marcador quadrado no lote 26.

A resposta quase regressa e, à medida que a fonte é "invadida precipitadamente" por injeções contínuas, ela regressa à resposta inicial no lote 0.

2 Modo Somente Limpeza

A sequência de lotes prossegue com a manutenção do GC a cada 6 lotes, de acordo com a perda de resposta, até ter de ser realizada uma limpeza da fonte do MS e uma manutenção do GC nos lotes 50, 75 e assim por diante.

A **Figura 9** mostra a mesma situação, mas com o modo **Somente Limpeza** do JetClean operando após cada lote.

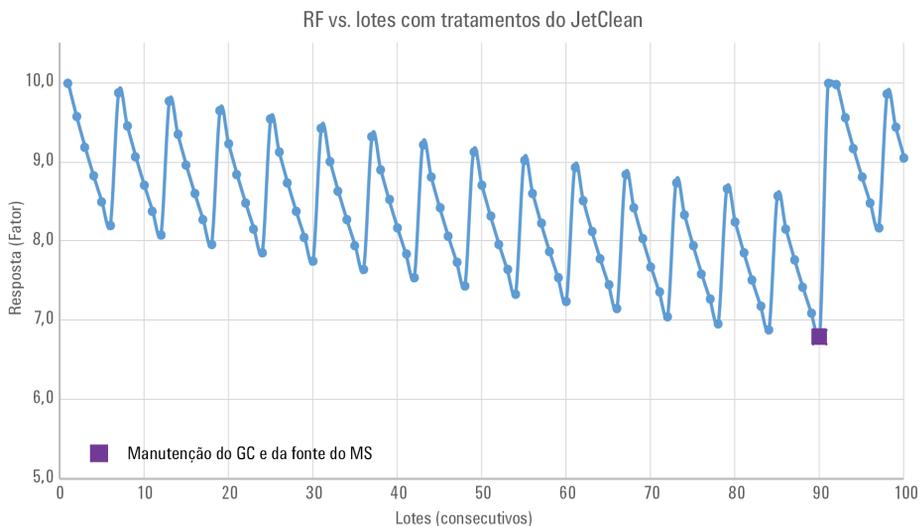


Figura 9 Fator de resposta vs. lotes com o modo Somente Limpeza do JetClean após cada lote

A manutenção do GC continua sendo necessária a cada 6 lotes (não indicado, mas visível como anteriormente), mas agora a manutenção do GC e MS não é necessária até depois do lote 90; de a cada 25 lotes para a cada 90 lotes – uma diminuição substancial na manutenção do MS. Isso ilustra aquilo que o JetClean pode oferecer.

É importante observar que a abordagem desse gráfico de controle, embora amplamente aplicada, não é estritamente correta e é muitas vezes enganadora. Da mesma forma que a relação sinal/ruído não é uma boa métrica, essa abordagem deve ser substituída por uma que foque os limites de detecção do método.

Dependendo dos resultados das investigações de suas amostras e da frequência de manutenção necessária, você pode implementar o modo **Somente Limpeza** do JetClean:

- Após correr um lote de amostras

- Após correr uma única amostra (caso seja observado um desempenho degradado imediatamente após uma amostra ser adquirida)

A seção a seguir descreve esse conceito um pouco mais. Testes de investigação ajudarão a determinar a melhor solução para estender o ciclo de limpeza manual da fonte de íons quando forem analisados tipos de amostra específicos.

É importante reconhecer que o JetClean não é uma substituição de procedimentos como, por exemplo, a preparação de amostras adequada ou a manutenção de problemas do GC, como vazamentos, e os usuários devem considerar a implementação de um backflush (rápido, intracoluna) (Kit de Backflush de PCT de GC/MS G1472A Universal da Agilent) que demonstrou a melhor confiabilidade na prevenção da degradação de limites de detecção de composto relacionada com a fonte.

Execução do Modo Somente Limpeza Após um Lote de Amostras – Conceito

O seguinte descreve o procedimento geral que você deveria seguir para aplicar o modo **Somente Limpeza** do JetClean após correr um lote de amostras.

- 1 Crie um método de aquisição **Somente Limpeza** padrão do JetClean. Comece com o método de condicionamento mais simples, que será descrito abaixo.
- 2 Corra suas amostras como habitualmente, com o seu método de aquisição de amostras padrão.
- 3 Quando você observar uma perda de sinal ou ruído de fundo, execute sua rotina de solução de problemas padrão (manutenção da coluna e liner do GC, teste de vazamento, atualização do fator de ganho, condicionamento do analisador, tune automático etc.). (Consulte "[Solução de Problemas](#)" na página 47.)
 - a Se, após a execução da manutenção e solução de problemas de rotina, o sinal for restaurado ou o ruído de fundo removido, você poderá retomar o processamento de amostras como habitualmente.
 - b Se a solução de problemas não melhorar os resultados, execute o método **Somente Limpeza** do JetClean.
- 4 Após executar o método **Somente Limpeza** do JetClean, corra uma amostra para observar a eficácia da aplicação do JetClean.
 - a Se os resultados tiverem melhorado satisfatoriamente, retome o processamento normal das amostras.
 - b Se os resultados tiverem melhorado, mas não suficientemente, ajuste os setpoints do método **Somente Limpeza** do JetClean, muito ligeiramente, e volte a executar o método do JetClean. (Por exemplo, aumente a quantidade de hidrogênio adicionado ou o tempo de exposição.)
 - c Se os resultados tiverem piorado, talvez seja hora de executar uma limpeza manual. Também poderá ser outro problema que é comum nas fontes limpas e que será discutido posteriormente nesse documento.

É importante levar em conta que "os resultados" se referem à capacidade de o sistema detectar compostos de interesse (não somente o sinal nem a relação sinal/ruído!), bem como considerações de fidelidade espectral, ruído de fundo do sistema etc.

Execução do Modo Somente Limpeza Após Correr Cada Amostra – Conceito

De um modo geral, para executar o modo **Somente Limpeza** do JetClean após correr cada amostra, você deverá fazer o seguinte:

- 1 Crie um método **Somente Limpeza** do JetClean de execução muito curta para ser executado após a execução de cada amostra.
- 2 Corra a amostra 1 com seu método de aquisição de amostras normal, como habitualmente.
- 3 Execute o método do JetClean.
- 4 Corra a amostra 2, como habitualmente.
- 5 Execute o método do JetClean.
- 6 Continue executando alternadamente as amostras normais e o método do JetClean até observar um aumento dos limites de detecção.
- 7 Quando observar o aumento, execute sua rotina de manutenção e solução de problemas padrão (teste de vazamento, atualização do fator de ganho, condicionamento, tune automático). (Consulte "[Solução de Problemas](#)" na página 47.)
 - **Se seus resultados tiverem melhorado**, retome alternadamente o processamento de amostras e a execução do método do JetClean, conforme descrito acima.
 - **Se seus resultados não tiverem melhorado**, talvez seja hora de limpar manualmente sua fonte de íons ou diminuir ou aumentar a intensidade do método do JetClean.

Otimizar Parâmetros (Setpoints)

O hidrogênio pode ser agressivo para o filamento, por isso, o método **Somente Limpeza** do JetClean usa o filamento número dois, deixando o filamento analítico como filamento número um. (Na operação de CI existe somente um filamento disponível.)

Para obter o melhor rendimento de amostras possível com o mínimo de defeitos da fonte durante o desenvolvimento de seu método **Somente Limpeza** do JetClean, existem vários parâmetros que você pode ajustar, testar e reajustar para obter resultados ideais. Alguns desses parâmetros incluem:

- Tempo
- Fluxo de hidrogênio
- Emissão
- Temperatura da fonte
- Número de amostras entre aplicações do JetClean
- Tipo de amostras
- Etc.

É importante obter o menor fluxo de hidrogênio possível, mas mantendo bons resultados. Para começar, use a configuração mais baixa que acha que será eficaz. Se os resultados não forem satisfatórios, aumente o fluxo e teste novamente.

- **Pouco hidrogênio** não limpará a fonte suficientemente.
- **Muito hidrogênio** irá supercondicionar a fonte – um tópico que será discutido posteriormente.

Se você aplicar o processo **Somente Limpeza**, manualmente ou como uma execução de método em uma sequência, será criado um arquivo de dados de scan do processo de condicionamento. Esse arquivo de dados contém informações valiosas que fornecem uma melhor compreensão do grau de condicionamento.

NOTA

O método deve ser configurado para coletar esses dados de scan em um intervalo adequado para o instrumento – isso é descrito abaixo.

A Figura 10 mostra um exemplo do EIC de um arquivo de dados **Somente Limpeza** do JetClean coletado em um 5977B com fonte de HES. Os íons extraídos de 55, 57, 91 são exemplos de íons que indicam a contaminação em segundo plano; 55 e 57 refletem os hidrocarbonetos e 91 os aromáticos etc.

Observe que os íons indicam que nem todas as espécies têm exatamente a mesma cinética nem abundâncias iniciais ou finais. Você pode determinar o grau de tratamento adequado para seus compostos e sua análise.

Observe que existe a possibilidade de um tratamento ligeiro rápido durante ~1,5 minutos, mais extensivo durante ~3,5 minutos ou de uma duração ainda maior. Ao manipular os parâmetros, é possível usar períodos de tratamento curtos para remover diferentes graus de contaminação.

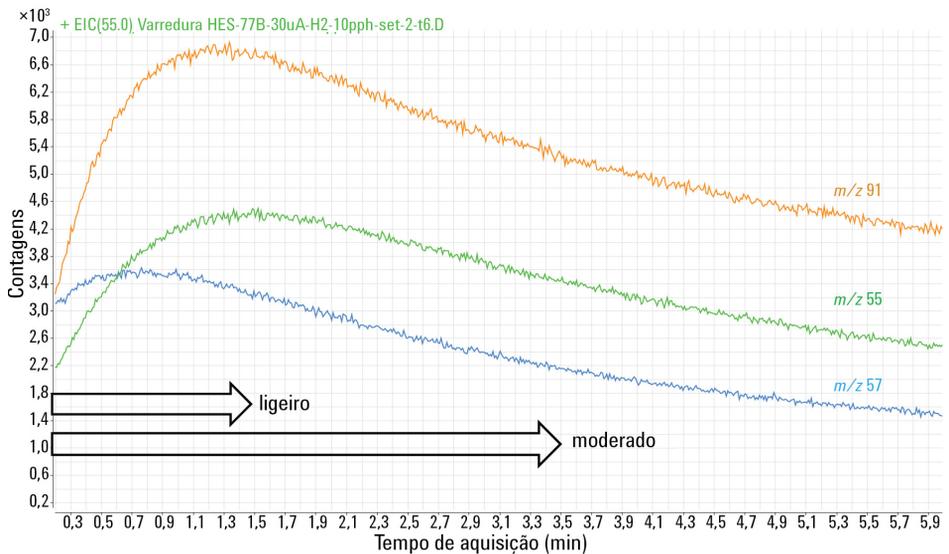


Figura 10 EICs do modo Somente Limpeza do JetClean para 5977B SQ-HES em um intervalo de 0 a 6 minutos

A abordagem para explorar isso é sequencial na lógica a seguir.

Começando com os parâmetros padrão, trate uma fonte contaminada e, em seguida, continue operando. Se considerar insuficiente, aumente primeiro o tempo do tratamento e continue incrementando o tempo para um tempo de corrida de cerca de 10 minutos. Nesse momento, os tratamentos estarão se tornando muito longos em duração, pelo que deve diminuir o tempo para 1 ou 2 minutos e aumentar o fluxo de hidrogênio duplicando ou triplicando a

quantidade. Continue até o setpoint do fluxo de hidrogênio se aproximar de metade do fluxo máximo recomendado para esse tipo de fonte. Em seguida, diminua o tempo e o fluxo e aumente a emissão.

O último parâmetro a ser implementado está aumentando a temperatura da fonte. Isso é útil para remover depósitos muito recalcitrantes, mas acrescenta tempo adicional ao processo, uma vez que a fonte deve arrefecer até a temperatura de funcionamento, sendo geralmente usado em último caso.

Como na limpeza manual padrão, existe um período em que o analisador precisa estabilizar. Após a limpeza manual, é realizado o condicionamento e o novo tune do processo. Porém, para o modo **Somente Limpeza** do JetClean, existem outras abordagens adicionais, sendo a de maior êxito a de "invadir precipitadamente o analisador". Em vez da alternativa de uma configuração de tempo de estabilização longo, uma configuração de tempo curto é compensada por várias injeções de padrões ou matriz ou protetores de analitos (como nas aplicações de pesticidas) que estabilizam o sistema. O novo tune deve ser aplicado novamente no final desse processo e antes de os lotes de amostras serem enviados.

É possível "sobrecondicionar" uma fonte que resulta na formação de cauda em picos para compostos que não estão associados a problemas do GC. Observe essas circunstâncias e os parâmetros de **Somente Limpeza** do JetClean e evite-os no futuro.

A [Tabela 1](#) na página 27, a [Tabela 2](#) na página 28 e a [Tabela 3](#) na página 29 fornecem padrões e intervalos dos parâmetros importantes. Consulte essas tabelas enquanto desenvolve seu próprio método "Somente Limpeza" do JetClean.

Tabela 1 Intervalo de parâmetros do JetClean 5975, 5977A/B e 7000A/B/C/D

Parâmetro/ Setpoint inicial	Extremidade inferior	Extremidade superior	Comentário
Fluxo de hidrogênio: Modo Somente Limpeza 0,67 mL/min	0,13 mL/min	3,52	As etapas de fluxo são em unidades de 0,069 sccm. A configuração da lente removível de 3 mm padrão não deverá precisar de mais de ~3,5 mL/min em qualquer setpoint do modo Somente Limpeza.
Emissão (µA) 10 µA	10	35	Os aumentos da emissão e do fluxo têm os maiores efeitos na aceleração da limpeza da fonte. Para manter os tempos curtos, incremente esses dois parâmetros.
Duração (min) 1 min	1 min	120	Embora o limite superior seja alto, uma vantagem do JetClean é a economia de tempo, pelo que devem ser explorados parâmetros mais agressivos.
Temperatura da fonte Use a configuração do Arquivo de Tune operacional.	150°C	350°C	Comece com a temperatura da fonte do Arquivo de Tune de seu método de aquisição para economizar tempo. O mesmo se aplica à temperatura do quadrupolo.
Fluxo de hidrogênio: Modo Adquirir e Limpar 0,13	0,13 mL/min	0,49 mL/min	A maioria das aplicações usará configurações muito baixas para o modo Adquirir e Limpar (<0,5 mL/min) e aumentará esse parâmetro em pequenos incrementos.

Tabela 2 Intervalo de parâmetros do JetClean 5977B HES e 7010 HES

Parâmetro/ Setpoint inicial	Extremidade inferior	Extremidade superior	Comentário
Fluxo de hidrogênio: Modo Somente Limpeza 0,67 mL/min	0,13 mL/min	3,52	As etapas de fluxo são em unidades de 0,069 sccm. Nenhum setpoint deve exceder ~3,5 mL/min em nenhum ponto de ajuste do método Somente Limpeza.
Emissão (µA) 10 µA	10	100	O valor máximo recomendado é de 50 µA; os setpoints baixos levarão algum tempo a estabilizar.
Duração (min) 1 min	1 min	120	Embora o limite superior seja alto, uma vantagem do JetClean é a economia de tempo, pelo que devem ser explorados parâmetros mais agressivos.
Temperatura da fonte. Use as configurações do Arquivo de Tune operacional.	150°C	350°C	Comece com a temperatura da fonte do Arquivo de Tune de seu método de aquisição para economizar tempo. O mesmo se aplica à temperatura do quadrupolo.
Fluxo de hidrogênio: Modo Adquirir e Limpar	0,13 mL/min	0,53 mL/min	

Tabela 3 Parâmetros de scan do modo Somente Limpeza do JetClean de acordo com o instrumento e o tipo de fonte

Parâmetro	5975 5977A/B	5977B HES 7000A/B/C/D	7010A HES 7010B HES
• eV	70 eV	70 eV	70 eV
• Fator de ganho*	1	0,2	0,2
• Modo	Scan	Scan/MS1 Scan	MS1 Scan
• Massa inicial [†]	29	29/45	29/45
• Massa final	300	300	300
• Tempo/amostras	2 [^] 5	2 [^] 5/250 ms (5)	250 ms (5)
• Threshold	25	25	25

* O fator de ganho deve ser ajustado com base nos parâmetros para manter as contagens totais $< 10^5$ para qualquer corrente de íons (um economizador EM deve estar ligado). À medida que o fluxo atual e de H_2 é aumentado, as contagens de íons também aumentarão.

† A massa inicial em 29 exibirá a presença de N_2H^+ que indicará se o H_2 está ligado e o processo funcionando. Depois disso, a massa inferior deverá ser elevada para abranger o intervalo de interesse, talvez 50 ou mais, mas aqui é referida a borda inferior de 45 (acima de CO_2).

2 Modo Somente Limpeza

Tabela 4 Modo Somente Limpeza – Parâmetros do método padrão

Método	Tipo	Fluxo de H ₂	Emissão	Filamento	Fonte	Analisador	Tempo	Estabilização
CleanOnly.atune.m	Modo Somente Limpeza	0,7	20	2	230	150	1,3	10
CleanOnly.etune.m	Modo Somente Limpeza	0,7	20	2	230	150	1,3	10
CleanOnly.HES_Atune.m	Modo Somente Limpeza	0,7	10	2	230	150	1,3	10
CleanOnly.El-Clsource.m	Modo Somente Limpeza	0,7	20	1	230	150	1,3	10

Você pode alterar o arquivo de tune especificado no método.

Todos os métodos têm seis monitores de MS. Os monitores são:

- Fonte MS
- Quad do MS
- Operação de limpeza
- Fluxo de H₂ (mL/min)
- Emissão (uA)
- Filamento

Todos os monitores de GC estão desligados porque o GC não participa neste método.

O método do GC está configurado em Parâmetros de Entrada e Injeção como "Outro/Nenhum" para a Entrada da Amostra e "Válvula/Início Imediato" como a Fonte de Injeção. A taxa de fluxo da coluna e outros parâmetros do GC (por exemplo, linha de transferência, temperatura de entrada etc.) podem permanecer inalterados. Para criar um método Somente Limpeza a partir dos métodos GC-MS existentes, certifique-se de que execute as alterações aos Parâmetros de Entrada e Injeção conforme indicado acima, confirme as alterações e, em seguida, salve o método. Se o GC tentar injetar uma amostra durante a execução de um método Somente Limpeza, esses parâmetros de configuração precisarão ser verificados.

Quando um método é carregado, os monitores refletem o estado atual do instrumento. Quando o método é executado, os parâmetros na [Tabela 4](#) prevalecerão. Os tempos de **Limpeza e Estabilização** (tempo pós-corrída) podem ser monitorados pela visualização do **Relógio do Tempo de Retenção**.

Criar e Executar um Método Somente Limpeza do JetClean

Para criar e executar um método JetClean, seu MSD deve estar equipado e configurado para um controlador do fluxo de gás CI ou JetClean e o gás hidrogênio deve ser conectado à porta B.

- 1 Clique em **Método**  e, em seguida, abra  um método que você usaria para uma execução cromatográfica normal.
- 2 Salve a aquisição atual como um arquivo novo  .
- 3 Clique em **JetClean** e, no menu suspenso **Operação**, selecione **Somente Limpeza**. Essa opção não estará disponível se seu MSD não estiver configurado para um controlador a gás JetClean. (Consulte Figura 11.)

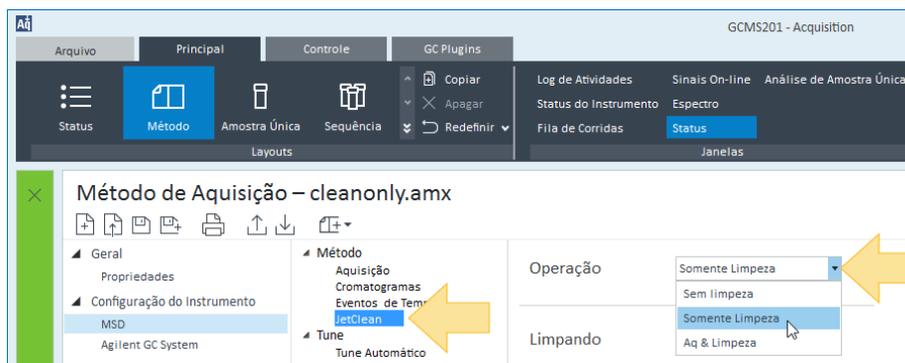


Figura 11 Método Somente Limpeza do JetClean

- 4 Ao desenvolver seu método **Somente Limpeza**, é importante obter o menor fluxo de hidrogênio possível, mas mantendo bons resultados.
 - Pouco hidrogênio não limpará a fonte suficientemente.
 - Muito hidrogênio "sobrecondicionará" a fonte.

Para começar, use esses parâmetros padrão para seu método **Somente Limpeza** do JetClean. (Consulte Figura 12 na página 32.)

2 Modo Somente Limpeza

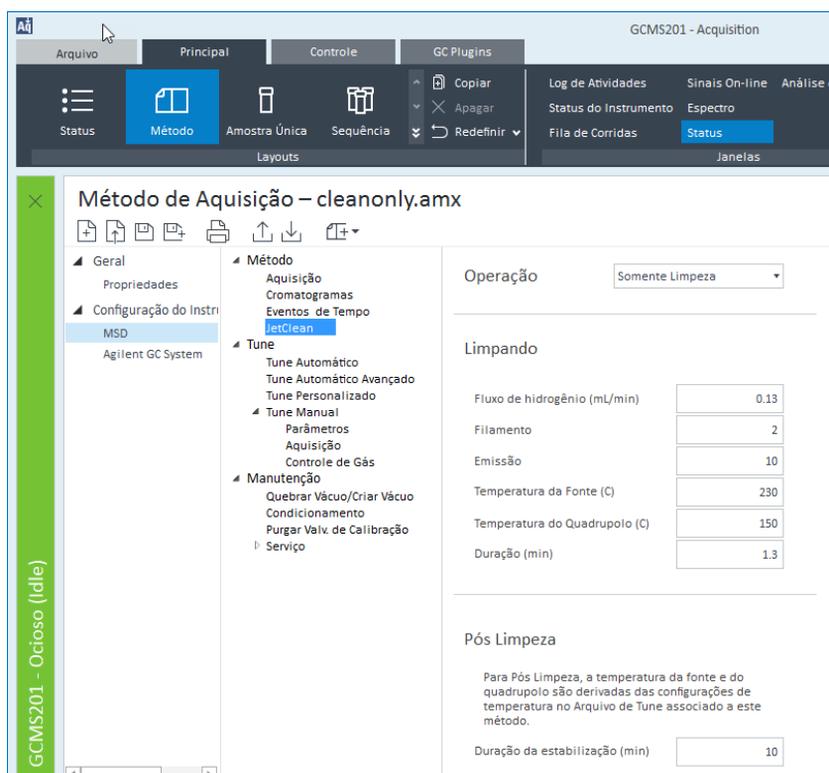


Figura 12 Parâmetros padrão de Somente Limpeza do JetClean

- 5 Selecione **Configuração do Instrumento > GC > Forno** e modifique o **Tempo de Espera** e o **Tempo Pós-Corrída** para que correspondam aos tempos configurados na janela Limpeza do MSD JetClean (1,3 minutos no exemplo mostrado na [Figura 13](#) na página 33).

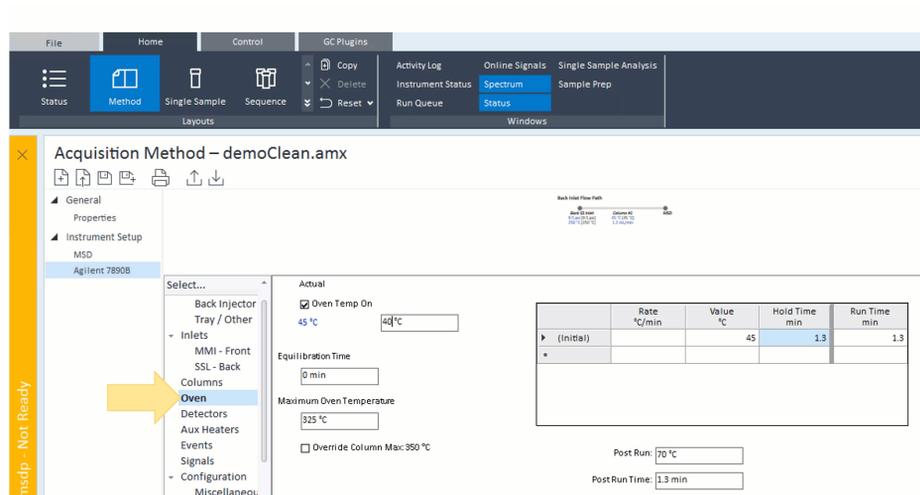


Figura 13 Configurações de Tempo de Espera e Tempo Pós-corrida

- 6 Salve  o método. Os parâmetros de GC e MS, juntamente com a descrição do método, são salvos com o método.
- 7 Acesse a janela **Amostra Única**.
- 8 Para a **Fonte de Injeção**, selecione **Nenhuma Injeção/Branco do Instrumento**. Esse modo indica ao GC e MS para executar o método especificado, apesar de nenhuma amostra ter sido incluída. (Consulte [Figura 14](#) na página 34.)
- 9 Para iniciar o processo de limpeza, clique em **Executar**.

2 Modo Somente Limpeza

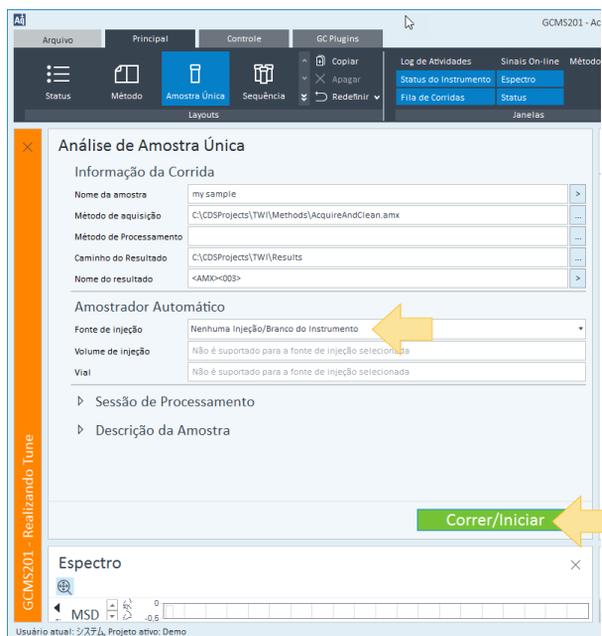


Figura 14 Janela Amostra Única

10 No painel, você pode monitorar o status de seu instrumento a partir do contador regressivo, realçado na Figura 15.

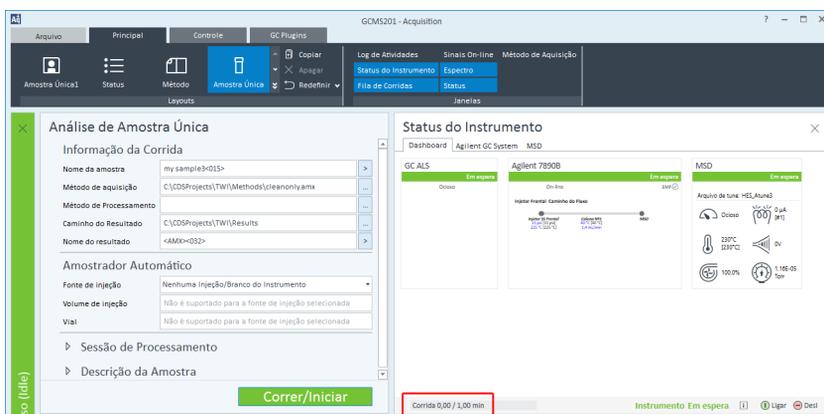


Figura 15 Contador regressivo

Além disso, você pode monitorar o status de seu instrumento na página de detalhes do **MSD**.

The screenshot shows the GCMS201 - Acquisition software interface. The main window is titled 'Análise de Amostra Única' and contains several sections:

- Informação da Corrida:** Fields for 'Nome da amostra' (my sample>015>), 'Método de aquisição' (C:\CDSPjects\TW\Methods\cleanonly.amx), 'Método de Processamento', 'Caminho do Resultado' (C:\CDSPjects\TW\Results), and 'Nome do resultado' (<AMX>032>).
- Amostrador Automático:** Fields for 'Fonte de injeção' (Nenhuma Injeção/Branco do Instrumento), 'Volume de injeção', and 'Vial'.
- Sessão de Processamento:** A section with a 'Descrição da Amostra' field.
- Correr/Iniciar:** A green button at the bottom right.

On the right side, there is a 'Status do Instrumento' panel with a table showing parameters and their values:

Parâmetro	Agilent GC System	MSD	Setpoint	Real
Instrumento: Status				Ociososo
Vácuo: Câmara do quad. (Torr)				1,16E-05
Vácuo: Velocidade da turbo (%)				100,0
Fonte de ion: Emissão (µA)				0
Aquisição:				Ociososo
Método: Arquivo de tune				HES_Atune3
Método: Status				Método MS carregado
Fonte de ion:				EI+
Zona: Temperatura da fonte (°C)	230			230
Zona: Temperatura do quad. (°C)	140			140
Válvula: Válvula de calibração EI				Fechado
Válvula: Válvula de calibração CI				Fechado
Fluxo de H2 do JetClean (mL/min)	0,00			Fechado
Operação JetClean				Fechado - Sem limpeza
Estado JetClean				Seis: Ocioso, 0, Tudo Desligado, 0, 0

Figura 16 Página de detalhes do MSD

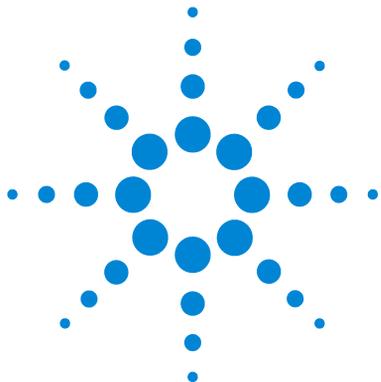
11 Durante o tempo de estabilização, o instrumento regressará aos setpoints normais do método. Quando o processo estiver concluído, revise seus resultados.

Se os **resultados tiverem melhorado satisfatoriamente**, retome o processamento normal das amostras.

Se os **resultados tiverem melhorado, mas não suficientemente**, ajuste os setpoints do método Somente Limpeza do JetClean, muito ligeiramente, e volte a executar o método do JetClean. (Por exemplo, aumente a quantidade de hidrogênio adicionado ou o tempo de exposição.)

Se os **resultados tiverem piorado**, talvez seja altura de executar uma limpeza manual.

2 Modo Somente Limpeza



3 Modo Adquirir e Limpar

Conceito 38

Execução do JetClean no Modo Adquirir e Limpar 39

Criar e Executar um Método Adquirir e Limpar do JetClean 41



Conceito

Sem o JetClean, durante operações normais, sempre que uma amostra é processada, uma determinada quantidade de contaminação será depositada na fonte de íons. Ao longo do tempo, isso é acumulado até o ponto em que o sistema deve ser encerrado e a fonte de íons manualmente limpa.

Quando você usa o JetClean no modo **Adquirir e Limpar**, sempre que uma amostra é analisada, uma pequena quantidade de hidrogênio é introduzida no sistema junto com ela. Quando o hidrogênio atinge a fonte de íons, ocorrerá uma reação química que removerá alguma, mas não toda a contaminação da amostra da fonte. Ao longo tempo, ainda será necessário limpar manualmente a fonte de íons. Porém, ao remover uma pequena quantidade da contaminação da fonte sempre que uma amostra é processada, você aumentará significativamente a quantidade de amostras que pode processar antes de precisar executar uma limpeza manual completa da fonte de íons.

Como esse processo requer um método de processamento de amostras modificado, existem alguns pontos que você deve considerar antes de prosseguir.

- **Se você estiver testando compostos não polares**, ou seja, sem oxigênio, nitrogênio, enxofre ou outros grupos altamente polares, que mostrem pouca ou nenhuma reatividade com hidrogênio, o modo **Adquirir e Limpar** do JetClean poderá ser incorporado em seu fluxo de trabalho.
- **Se você estiver testando compostos polares**, ou seja, com oxigênio, nitrogênio, enxofre ou outros grupos altamente polares, que possam mostrar reatividade com hidrogênio, verifique se a introdução de hidrogênio ainda permite cumprir suas necessidades qualitativas e quantitativas. Caso contrário, poderá ser melhor trabalhar com o modo **Somente Limpeza** do JetClean.
- Como o seu método de processamento de amostras será modificado, poderá ser necessário revalidá-lo. O modo Somente Limpeza, por sua vez, não modifica o seu método de processamento de amostras existente.

AVISO

Caso sejam usados solventes clorados com esse processo, será necessário garantir que a espera pelo solvente é suficiente. Não eliminar o solvente e operar o JetClean ao mesmo tempo pode anular a garantia do sistema GC/MS.

Verifique cuidadosamente se todos os solventes foram eluídos ou eliminados antes de o filamento ser envolvido. Alguns exemplos de solventes mais difíceis de eliminar antes de o filamento estar aceso são:

- Diclorometano (DCIM)
- Clorofórmio
- Tetracloroeto de carbono
- Dissulfeto de carbono

Execução do JetClean no Modo Adquirir e Limpar

De um modo geral, o fluxo de trabalho de processamento online do JetClean será semelhante ao indicado a seguir.

- 1 Crie o seu método analítico **Adquirir e Limpar** do JetClean.
 - a Comece com uma fonte de íons limpa.
 - b Modifique seu método de processamento de amostras para incluir a quantidade de hidrogênio menor.
 - c Execute os padrões como habitualmente e observe os resultados. É possível que o(s) fator(es) de ganho ou até mesmo as razões de íons precisem ser reajustados.
 - Se os resultados do composto forem satisfatórios (ou seja, os sinais de íons do composto não estão degradados nem comprometidos por novas interferências de íons e não há nenhuma cauda de compostos ou outros problemas cromatográficos, por exemplo), considere aumentar o hidrogênio e revise novamente os resultados. O objetivo é usar o fluxo de hidrogênio mais alto que não compromete os resultados, uma vez que ele fornece o condicionamento da fonte mais robusto.
 - Se os resultados tiverem piorado e não cumprirem mais os critérios analíticos e nenhum fluxo de hidrogênio puder ser adicionado durante a análise, considere o modo Somente Limpeza.
 - d Quando o método **Adquirir e Limpar** parecer estar funcionando perfeitamente, inicie a análise das amostras como habitualmente.
- 2 Adquira as amostras usando o método **Adquirir e Limpar** do JetClean. Desde que seus resultados sejam aceitáveis, continue executando amostras como habitualmente.
- 3 Quando você observar uma perda de sinal ou ruído de fundo, execute sua rotina de solução de problemas padrão (manutenção da coluna e entrada do GC, teste de vazamento, atualização do fator de ganho, condicionamento, atualização de GF, tune automático). (Consulte "Solução de Problemas" na página 47.)
- 4 Se a solução de problemas não tiver melhorado os resultados, talvez seja o momento de aplicar o modo Somente Limpeza para a fonte ou de executar uma limpeza manual.

3 Modo Adquirir e Limpar

O fluxo de hidrogênio pode ser incrementado até efeitos adversos, como espectros degradados, cauda em picos, limites de detecção comprometidos etc., afetarem a análise. Até mesmo uma configuração de fluxo baixo, próxima dos valores mais baixos permitidos (0,15, 0,21, 0,28 mL/min) deve ser considerada eficaz ao aumentar o tempo entre a limpeza manual sem degradação analítica substancial.

Criar e Executar um Método Adquirir e Limpar do JetClean

Para criar e executar um método Adquirir e Limpar do JetClean do GC/MS, seu MSD deve estar equipado com e configurado para um JetClean ou controlador do fluxo de gás de CI e o gás hidrogênio deve estar conectado à porta B.

1 Configure os parâmetros de aquisição do método MS.

- a Clique em **Método**  e, em seguida, abra  e navegue até o método de aquisição de dados que você usará.
- b Salve o método de aquisição como um novo arquivo  (AcquireAndClean, neste exemplo).
- c Clique em **JetClean** e, em seguida, no menu suspenso **Operação**, selecione **Aq & Limpeza**. Essa opção não estará disponível se seu MSD não estiver configurado com um controlador de fluxo de gás. (Consulte [Figura 17](#).)
- d Observe que o fluxo de hidrogênio exibido é o fluxo padrão de 0,13. O fluxo de hidrogênio exibido aqui deve corresponder ao fluxo de hidrogênio que você inseriu nos parâmetros de tune (descritos abaixo na [etapa 2](#)).

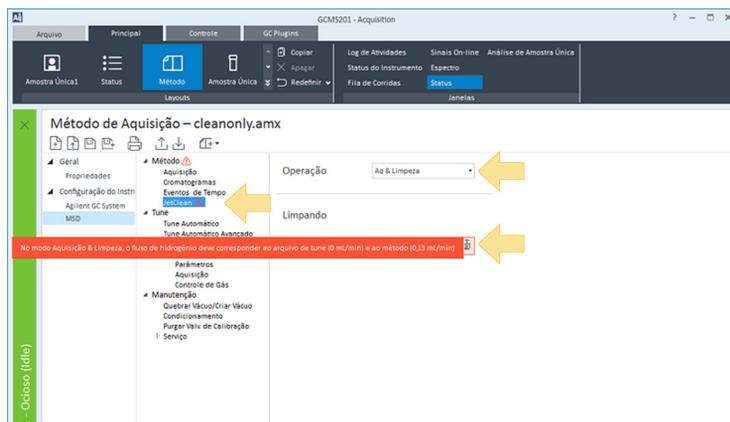


Figura 17 Parâmetros de aquisição do método

e Salve o método de aquisição.

- 2 Configure os parâmetros de tune e faça o tune do instrumento.
 - a Selecione **Tune > Tune Automático** e, em seguida, clique em **Solicitar controle do tune** . O Arquivo de Tune associado ao Método atualmente carregado está carregado e o nome e o tipo estão exibidos. (Consulte [Figura 18.](#))

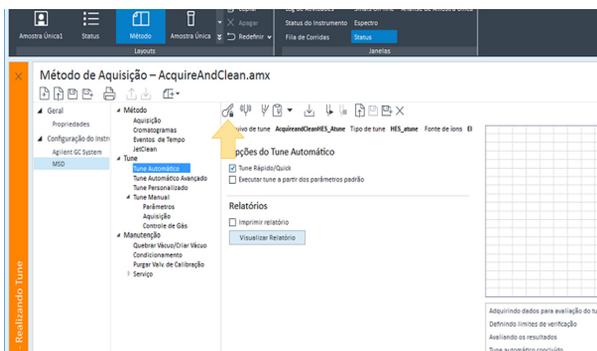


Figura 18 Seleção de Tune Automático

- a Selecione **Tune > Tune Manual > Parâmetros** e defina o parâmetro **Fluxo de gás hidrogênio** como **0,13**. Ao desenvolver seu método **Adquirir e Limpar**, é importante obter o menor fluxo de hidrogênio possível, mas mantendo bons resultados. (Consulte [Figura 19](#) na página 43.)
 - Pouco hidrogênio não limpará a fonte suficientemente.
 - Muito hidrogênio "sobrecondicionará" a fonte.

O parâmetro padrão é um fluxo de hidrogênio de 0,13. Para começar, use esse parâmetro padrão para seu método do JetClean. Lembre-se de que a configuração do fluxo de hidrogênio deve corresponder ao fluxo em seus parâmetros do método de MS, descritos acima na *etapa 1* da *página 41* (0,13 é o padrão).

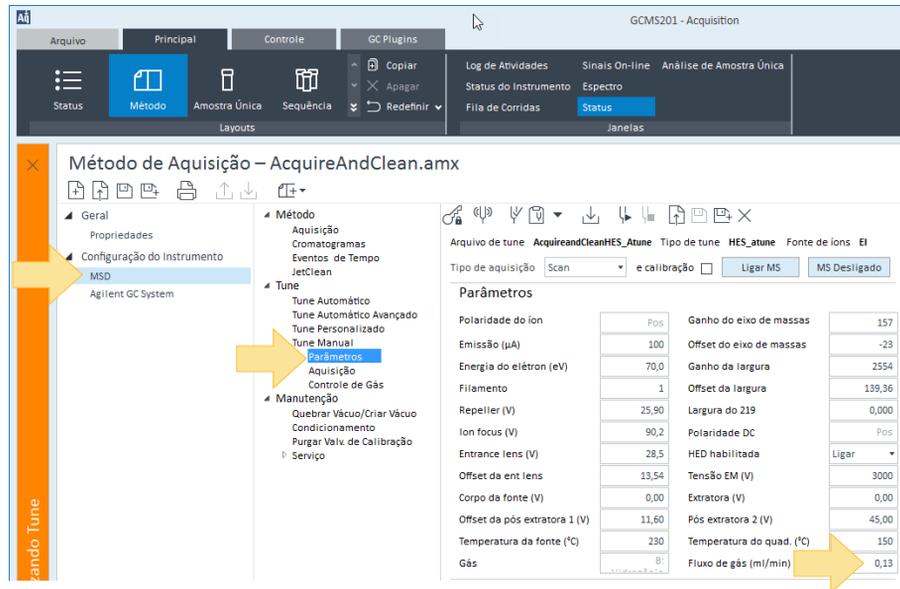


Figura 19 Parâmetros de Tune Manual

- b** Salve o arquivo de tune com um nome que seja reconhecível como seu arquivo de tune Adquirir e Limpar (por exemplo, AcquireandCleanHES_Atune).
- c** Clique em **Iniciar tune automático do instrumento** .
- d** Após o procedimento de tune automático ser executado, **libere o controle do tune** .

- 3 Carregue o arquivo de tune criado recentemente para os parâmetros de Aquisição do MSD.
 - a Selecione **MSD > Método > Aquisição**, clique em **Carregar um Arquivo de Tune**  e selecione o arquivo de tune que você criou para esse processo. (**AcquireandCleanHES_Atune** para esse exemplo.) (Consulte [Figura 20](#) e a [Figura 21](#).)

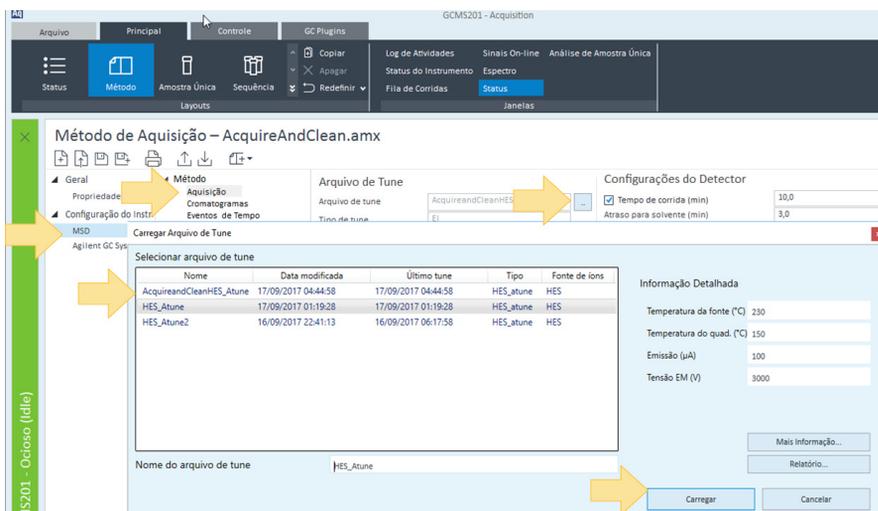


Figura 20 Selecionar um Arquivo de Tune para Carregar

- b Salve  o método. Os parâmetros de GC e MS, juntamente com a descrição do método, são salvos com o método.

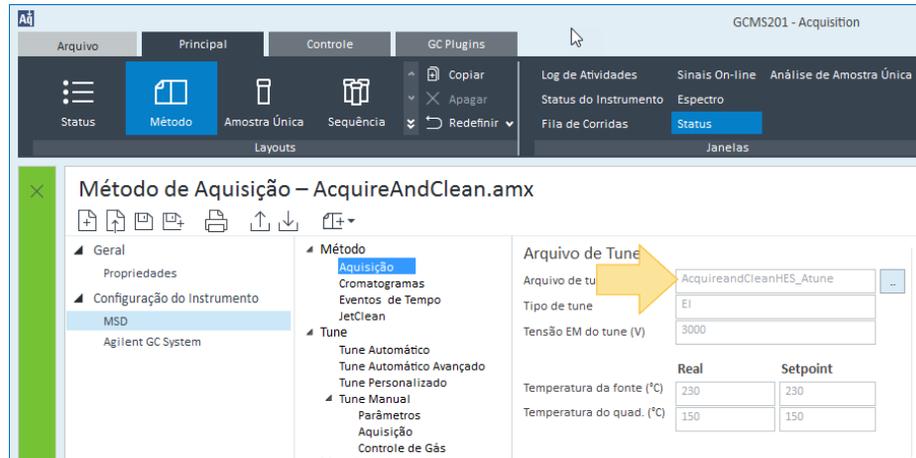
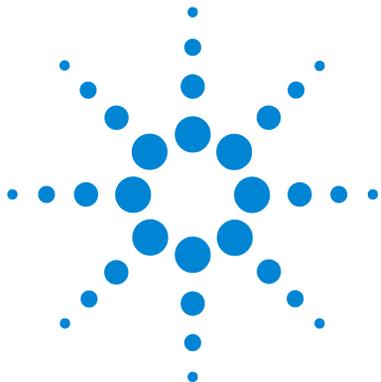


Figura 21 Arquivo de Tune carregado

Agora que o arquivo de tune novo e o método estão salvos, você pode processar suas amostras como habitualmente usando o método **Adquirir e Limpar**.

3 Modo Adquirir e Limpar



4 Solução de Problemas

Solução de Problemas Geral 48

Solução de Problemas do JetClean 49



Solução de Problemas Geral

Se, ao monitorar o ruído de fundo do sistema e a intensidade ou consistência do sinal, for indicada uma necessidade de solução de problemas, você deverá executar essas rotinas de solução de problemas pela ordem aqui indicada. Após cada etapa, corra uma amostra para verificar se o problema foi corrigido.

- 1 Execute uma manutenção da coluna e entrada do GC.
- 2 Execute um teste de vazamento e corrija todos os vazamentos. Sempre execute um teste de vazamento de ar e água antes de fazer passar hidrogênio pelo seu sistema. Na presença de um vazamento, o hidrogênio pode causar danos extremos.
- 3 Atualize o fator de ganho.
- 4 Realize o condicionamento do sistema e, em seguida, verifique o fator de ganho novamente.
- 5 Realize um novo tune e recalibre o instrumento.

Se nenhuma das etapas acima conseguir resolver os problemas, limpe manualmente a fonte de íons. Consulte o Manual de Operação de seu sistema para obter detalhes sobre como limpar manualmente a fonte de íons.

Se os resultados de seu sistema forem satisfatórios e você estiver executando no modo **Somente Limpeza** do JetClean, execute o método **Somente Limpeza** do JetClean e, em seguida, retome o processamento de amostras normal.

Solução de Problemas do JetClean

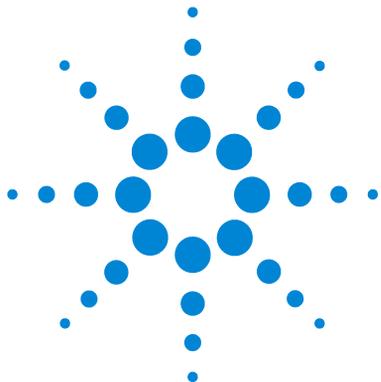
Ao configurar o JetClean, certifique-se de que todas as linhas estejam devidamente purgadas.

Ao invocar o JetClean em qualquer um dos modos (**Somente Limpeza** ou **Adquirir e Limpar**), observe a configuração do medidor de íons quando o fluxo estiver ativado.

Também poderá adquirir uma aquisição de scan em um fator de ganho baixo para se certificar de que o hidrogênio esteja entrando na fonte de íons.

Os íons únicos indicarão a presença de hidrogênio além do próprio H_2^+ : m/z 3 (H_3^+), 5 (HeH^+), 19 (H_3O^+) 29 (N_2H^+) etc. A presença intensa do íon m/z 29 é um bom indicador da presença de hidrogênio na fonte.

4 Solução de Problemas



5 Hardware

Uso Pretendido	52
Sistemas Suportados	52
Operação e Manutenção do Sistema	53
Precauções do Equipamento	55
Precauções Operacionais	56
Tubulação de Hidrogênio	57
Alteração do Filtro de Fornecimento de Hidrogênio	60
Limpeza Manual da Fonte de Íons	61
Precauções Laboratoriais Gerais	61



Uso Pretendido

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

Sistemas Suportados

O acessório do sistema JetClean pode ser instalado por um engenheiro de campo ou representante de serviços Agilent. Os GCs 7890 e 9000 da Agilent são compatíveis com as configurações do MS a seguir:

- Um MSD série 5975 ou 5977 da Agilent com uma bomba turbo de alto desempenho.

Atualmente, somente o GC 7890 e GC 9000 são compatíveis com o JetClean e a operação de CI no modo EI.

Operação e Manutenção do Sistema

Avisos gerais

AVISO

Antes de executar uma operação que requer a abertura da válvula de retenção do fornecimento de hidrogênio para o sistema JetClean, todas as tubulações, conexões, tubulação de descarga da bomba de vácuo e controles devem ser testados exaustivamente quanto a vazamentos com um testador eletrônico de vazamento de hidrogênio.

AVISO

Sempre verifique se há vazamentos com um testador eletrônico de vazamento de hidrogênio, após trocar um tanque ou fazer manutenções nas linhas de gás. Nunca use sabonete para testar vazamentos em um sistema que use hidrogênio.

AVISO

Todos os cilindros de gás comprimido devem ser bem presos a uma estrutura imóvel ou uma parede permanente. Os gases comprimidos devem ser armazenados e manuseados de acordo com os códigos de segurança relevantes. Os cilindros de gás não devem estar localizados no caminho da exaustão do forno aquecido.

AVISO

Para evitar possíveis lesões oculares, use proteção ocular quando manusear gás comprimido.

Tubulação de fornecimento de hidrogênio

Figura 22 ilustra a tubulação do filtro de hidrogênio usado com o JetClean.

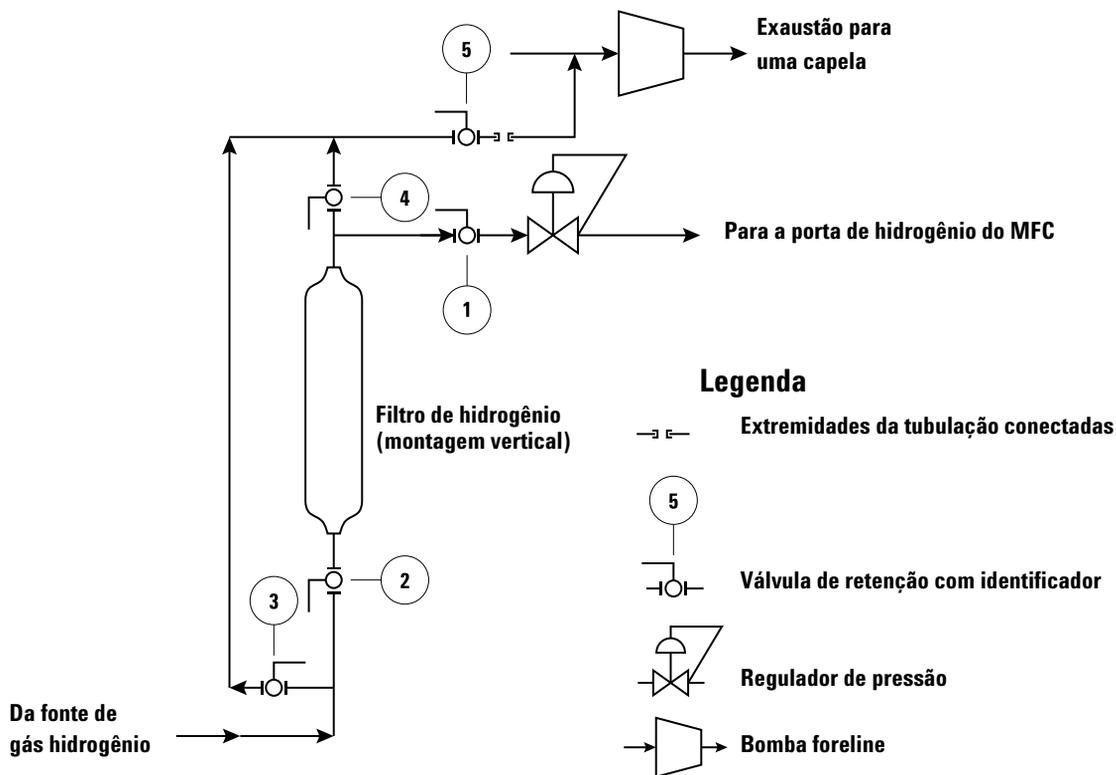


Figura 22 Fornecimento de hidrogênio filtrado para o MS

- 1 Conecte o gás H_2 à porta de hidrogênio do MFC de CI/JetClean.
- 2 Configure os gases de MS.
- 3 Realize o tune do arquivo de tune apropriado.
- 4 Defina a **Fonte de Injeção** como `válvula\início imediato`. A entrada não deve ser definida como **GC**.

Precauções do Equipamento

Tome as seguintes precauções ao operar um sistema GC/MS com a opção JetClean que fornece hidrogênio para o MS a partir de um controlador de fluxo localizado no analisador.

AVISO

Você DEVE certificar-se de que o parafuso superior na(s) placa(s) lateral(ais) do analisador seja apertado manualmente. Não aperte demais os parafusos; isso pode causar vazamentos de ar.

REMOVA a tampa de plástico sobre a janela de vidro na frente do analisador. Na improvável ocorrência de uma explosão, essa cobertura poderá ser deslocada.

O não cumprimento das etapas de aviso listadas acima aumenta enormemente a chance de ferimentos pessoais em caso de uma explosão.

Precauções Operacionais

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 se certifique de que as linhas de ventilação da bomba foreline ou linhas de purga estejam ventilando para uma capela.

- Desligue o hidrogênio na sua fonte sempre que você desligar o GC ou MS.
- Não use hidrogênio como gás de células de colisão.
- Desligue o hidrogênio na sua fonte sempre que você ventilar o MS.
- Desligue o hidrogênio na sua fonte sempre que as válvulas de retenção no MS estiverem fechadas.
- 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/MS, mesmo se o sistema tiver reiniciado sozinho:
 - a** Desligue imediatamente o hidrogênio na sua fonte.
 - b** Desligue o GC.
 - c** Desligue o MS e deixe-o resfriar por uma hora.
 - d** Elimine todas as potenciais fontes de ignição na sala.
 - e** Abra o distribuidor de vácuo do MS para a atmosfera.
 - f** Espere, pelo menos, 10 minutos, para permitir que o hidrogênio se dissipe.
 - g** Inicie o GC e o MS, normalmente.

Para além das informações fornecidas nesse documento, você deverá ler e entender os avisos no Manual de Segurança com Hidrogênio fornecido com o seu sistema e a seção Segurança com Hidrogênio de seu manual de operação.

Tubulação de Hidrogênio

AVISO

Todos os cilindros de gás comprimido devem ser bem presos a uma estrutura imóvel ou uma parede permanente. Os gases comprimidos devem ser armazenados e manuseados de acordo com os códigos de segurança relevantes.

Os cilindros de gás não devem estar localizados no caminho da exaustão do forno aquecido.

Para evitar possíveis lesões oculares, use proteção ocular quando manusear gás comprimido.

Recomendações gerais

- Você deve fornecer uma tubulação de aço inoxidável (SS) pré-limpa de 1/8 de polegada e uma variedade de conexões Swagelok de SS de 1/8 de polegada para conectar o sistema JetClean à fonte de fornecimento de gás hidrogênio.
- Reguladores de duas fases para eliminar picos de pressão são altamente recomendados pela Agilent. São especialmente recomendados reguladores de tipo diafragma em aço inoxidável, de baixo fluxo e alta qualidade.
- As válvulas para ligar/desligar montadas na conexão de saída do regulador de duas fases não são essenciais, mas são muito úteis. Certifique-se de que as válvulas tenham diafragmas sem empanque em aço inoxidável.
- É altamente recomendada pela Agilent a instalação de válvulas de retenção em cada conexão de fornecimento de entrada do MS para permitir que o MS fique isolado para manutenção e solução de problemas.
- Os dispositivos de controle de pressão e fluxo requerem, pelo menos, 10 psi (138 kPa) de pressão diferencial entre eles para operarem adequadamente.
- Configure o regulador de pressão de gás para fornecer 20 a 25 psig ao conector do MFC.
- Instale os reguladores de pressão auxiliares junto das conexões de entrada do MS. Isso garante que a pressão de fornecimento seja medida no instrumento (e não na fonte); a pressão na fonte pode ser diferente se as linhas de fornecimento de gás forem compridas ou estreitas.
- Nunca use vedante de roscas líquido para encaixar conexões.
- Nunca use solventes clorados para limpar tubulações ou conexões.

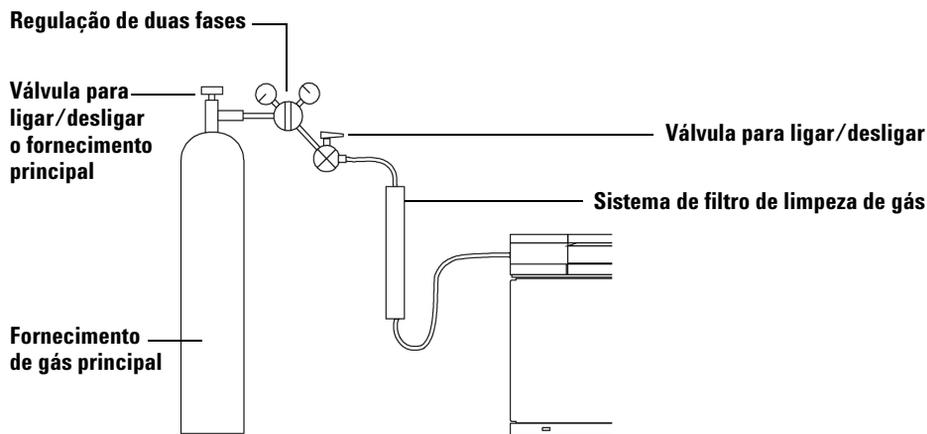
Consulte os Kits de Instalação para obter mais informações.

Tubulação de fornecimento para gás hidrogênio

- A Agilent recomenda usar tubulações e conexões cromatográficas novas em aço inoxidável de qualidade quando usar hidrogênio.
- Não volte a usar tubulações antigas quando instalar ou alternar para gás hidrogênio. O gás hidrogênio tende a remover contaminantes deixados em tubulações antigas por gases anteriores (por hélio, por exemplo). Esses contaminantes podem aparecer na saída como ruído de fundo alto ou contaminação por hidrocarbonetos durante várias semanas.
- Em particular, não use tubulações em cobre antigas, que podem tornar-se frágeis.

Sistemas de fornecimento de hidrogênio

Para eliminar picos de pressão, use um regulador de pressão de duas fases com cada cilindro de gás hidrogênio. São recomendados reguladores tipo diafragma em aço inoxidável. O fluxo de pressão para a parte traseira do módulo de fluxo CI ou JetClean é de aproximadamente 25 psi. (Consulte [Figura 23](#).)



A configuração do filtro de limpeza de gás poderá variar, dependendo da aplicação.

Figura 23 Tubulação de fornecimento do cilindro de gás hidrogênio

O tipo de regulador que você usa depende do fornecedor e tipo de gás. O catálogo da Agilent para consumíveis e materiais contém informações para ajudar você a identificar o regulador correto, conforme determinado pela Associação de Gás Comprimido (CGA). A Agilent Technologies oferece kits do regulador de pressão que contêm todos os materiais necessários para instalar os reguladores corretamente.

Conexões da tubulação de fornecimento de gás do regulador de pressão

Use fita em PTFE para vedar a conexão da rosca de tubo entre a saída do regulador de pressão e a conexão à qual você conecta a tubulação de gás.

A fita em PTFE (número de peça 0460-1266) de grau do instrumento, da qual foram removidos compostos voláteis, é recomendada para todas as conexões. Não use pasta de vedação de roscas, pois contém materiais voláteis que contaminarão as tubulações.

Alteração do Filtro de Fornecimento de Hidrogênio

Altere periodicamente o filtro de fornecimento de hidrogênio para o sistema JetClean. Se o sistema estiver pressurizado com hidrogênio, você deverá evacuar hidrogênio do filtro antes de remover o filtro.

- 1 Feche a válvula de retenção manual de fornecimento de hidrogênio ① designada hidrogênio para o controlador de fluxo de massa (MFC). (Consulte [Figura 22](#) na página 54.)
- 2 Feche a válvula de retenção manual ② na entrada do filtro de fornecimento de hidrogênio.
- 3 Em seu programa de software de aquisição, em **Método > MSD > Tune > Controle de Gás**, abra totalmente a válvula de hidrogênio.
- 4 Ventile o MS.
- 5 Verifique se a válvula de retenção de saída da linha de bypass do filtro ⑤ está fechada e remova o bujão roscado dessa válvula.
- 6 Remova o bujão da linha de tubulação para a entrada da bomba foreline para que possa ser acoplada à linha de bypass do filtro na próxima etapa.
- 7 Acople a válvula de saída da linha de bypass do filtro ⑤ à linha de tubulação acoplada à entrada da bomba foreline.
- 8 Se o MS estiver desligado, ligue-o e aguarde até a bomba turbo iniciar. O sistema JetClean está agora em vácuo.
- 9 Em seu programa de software de aquisição, em **Método > MSD > Tune > Controle de Gás**, abra totalmente a válvula de hidrogênio para que o regulador de pressão e o MFC abram totalmente.
- 10 Abra a válvula de retenção ⑤ na linha de saída do filtro que vai para a entrada da bomba foreline. Isso evacua o hidrogênio do filtro através da bomba foreline para uma exaustão de capela de laboratório.
- 11 Após 10 minutos, feche a válvula de retenção ⑤ na linha de saída do filtro que vai para a entrada da bomba foreline.
- 12 Remova o filtro antigo e substitua-o por um novo.
- 13 Com a válvula da linha de ventilação ⑤ fechada, remova a tubulação dessa válvula que vai para a bomba foreline e conecte a extremidade dessa tubulação, bem como a válvula. Isso evita que alguém abra essa válvula por engano, permitindo que o hidrogênio flua diretamente para dentro do laboratório.

- 14 Certifique-se de que as válvulas de retenção de ventilação na entrada do filtro ③ e na saída do filtro ④ estejam fechadas.
- 15 Em seu programa de software de aquisição, em **Método > MSD > Tune > Controle de Gás**, feche a válvula de hidrogênio.
- 16 Com a bomba de vácuo ainda em execução, abra as válvulas de retenção de hidrogênio na entrada do filtro ② e na saída do filtro ① e use um testador eletrônico de vazamento de hidrogênio para verificar se há vazamentos no sistema.

Limpeza Manual da Fonte de Íons

Consulte o Manual de Operação de seu sistema para obter detalhes sobre como limpar manualmente a fonte de íons.

Precauções Laboratoriais Gerais

O uso de hidrogênio como gás portador do GC ou como um gás reagente para o sistema JetClean é potencialmente perigoso. O hidrogênio apresenta vários perigos. Alguns são gerais, outros são exclusivos da operação de GC ou GC/MS.

Certifique-se de que leia as informações a seguir e a seção sobre Segurança com Hidrogênio no Manual de Operação de seus instrumentos antes de operar o sistema JetClean.

- 1 Identifique claramente as execuções da tubulação de hidrogênio do sistema JetClean com etiquetas de hidrogênio com o código local.
- 2 Use equipamento de verificação de vazamentos para monitorar periodicamente os vazamentos no sistema JetClean. Ele inclui o sistema da fonte de fornecimento de hidrogênio (tanque ou gerador), as linhas de fornecimento de hidrogênio para a entrada de gás do JetClean no MS, a tubulação do sistema do controlador de fluxo de massa (MFC), a tubulação do sistema reagente, incluindo a válvula/vial de calibração de CI, e a linha de transferência para a câmara do analisador. É altamente recomendado pela Agilent que o detector de vazamentos G3388B verifique com segurança se há vazamentos de hidrogênio.

- 3 Elimine do laboratório todas as fontes de ignição possíveis (por exemplo, chamas abertas, dispositivos que podem soltar faíscas, fontes de eletricidade estática etc.).
- 4 Não permita que o hidrogênio de um cilindro de alta pressão ventile diretamente para a atmosfera devido a perigo de autoignição.
- 5 Se você tiver um furo em sua linha, é possível que tenha uma chama e as chamas de hidrogênio são invisíveis. Além disso, o limite explosivo mais baixo para hidrogênio é 4%.
- 6 Inclua sensores de hidrogênio em seu laboratório, nos locais recomendados pelo fabricante do sensor.



© Agilent Technologies, Inc.

Impresso nos EUA, Setembro de 2017



G7077-98118