

EDIÇÃO DE MÉTODO DE AQUISIÇÃO DE DADOS NO SOFTWARE CHEMSTATION INSTRUMENT CONTROL

Nicole Favrod, Gilvan Takeshi Yogui

Para fins de referência, este documento pode ser citado como:

Favrod, N.; Yogui, G.T.; 2020. Edição de método de aquisição de dados no software ChemStation Instrument Control. Procedimento Operacional Padrão OrganoMAR-2020-01, Revisão nº 1. Laboratório de Compostos Orgânicos em Ecossistemas Costeiros e Marinhos, Departamento de Oceanografia, Universidade Federal de Pernambuco, 21p.

Os protocolos do OrganoMAR estão disponíveis na internet através do site
www.ufpe.br/organomar (clique em Publicações → Protocolos)

1 PROPÓSITO

- 1.1** Este documento descreve procedimentos empregados na edição de método de aquisição de dados no software ChemStation Instrument Control (Agilent Technologies). Este programa é utilizado para ajustar e monitorar os parâmetros do sistema de cromatografia gasosa acoplado a espectrometria de massas (GC-FID-MS). Tais procedimentos são rotineiramente utilizados no âmbito do Laboratório de Compostos Orgânicos em Ecossistemas Costeiros e Marinhos (OrganoMAR) do Departamento de Oceanografia (DOCEAN) da Universidade Federal de Pernambuco (UFPE).

2 SUMÁRIO DO PROCEDIMENTO

- 2.1** A edição do método de aquisição de dados pelo sistema de cromatografia gasosa acoplado a espectrometria de massas (GC-FID-MS) é realizada no software ChemStation Instrument Control. Alguns parâmetros são comuns a todos os métodos empregados no laboratório, enquanto outros são específicos para cada grupo de analitos investigado. Por isso, antes de iniciar a edição do método, deve-se compilar as informações específicas sobre o mesmo. Todos os parâmetros devem ser inseridos nos campos pertinentes durante o passo-a-passo de edição do método. Ao final da edição, o arquivo do método deve ser salvo com um nome específico e padronizado a fim de facilitar sua identificação na rotina de análises do laboratório.

3 DESCRIÇÃO DE HARDWARE E SOFTWARE

- 3.1** Configurações mínimas do computador para instalação do programa

3.1.1 Processador: Intel Xeon 3,2 GHz ou equivalente

3.1.2 Memória RAM: 4 GB

3.1.3 Disco rígido: 80 GB

3.1.4 Sistema operacional: Windows 7, Service Pack 1 (32 bits)

- 3.2** Especificações do software

3.2.1 Desenvolvedor: Agilent Technologies

3.2.2 Nome do programa: ChemStation Instrument Control

3.2.2.1 Versão: E.02.02.1431

3.2.2.2 Este programa é utilizado como interface de controle dos parâmetros do cromatógrafo a gás equipado com detector de ionização em chama (GC-FID) e do cromatógrafo a gás acoplado ao espectrômetro de massas (GC-MS).

4 PROCEDIMENTOS

4.1 Elaboração do método

4.1.1 O atalho para abrir o software ChemStation Instrument Control encontra-se na área de trabalho do computador conectado ao GC-FID-MS.

4.1.1.1 Clique no ícone nomeado “GC-MS Online” (Figura 1A) quando for editar um método no cromatógrafo a gás acoplado ao espectrômetro de massas (GC-MS).

4.1.1.2 Clique no ícone nomeado “GC-FID Online” (Figura 1B) quando for editar um método no cromatógrafo a gás equipado com detector de ionização em chama (GC-FID).



Figura 1. Atalhos existentes na área de trabalho para abrir o software ChemStation Instrument Control vinculado ao cromatógrafo a gás acoplado ao espectrômetro de massas (A) e ao cromatógrafo a gás equipado com detector de ionização em chama (B).

4.1.2 Na tela inicial do programa clique no menu "Method → Edit Entire Method..." (Figura 2).

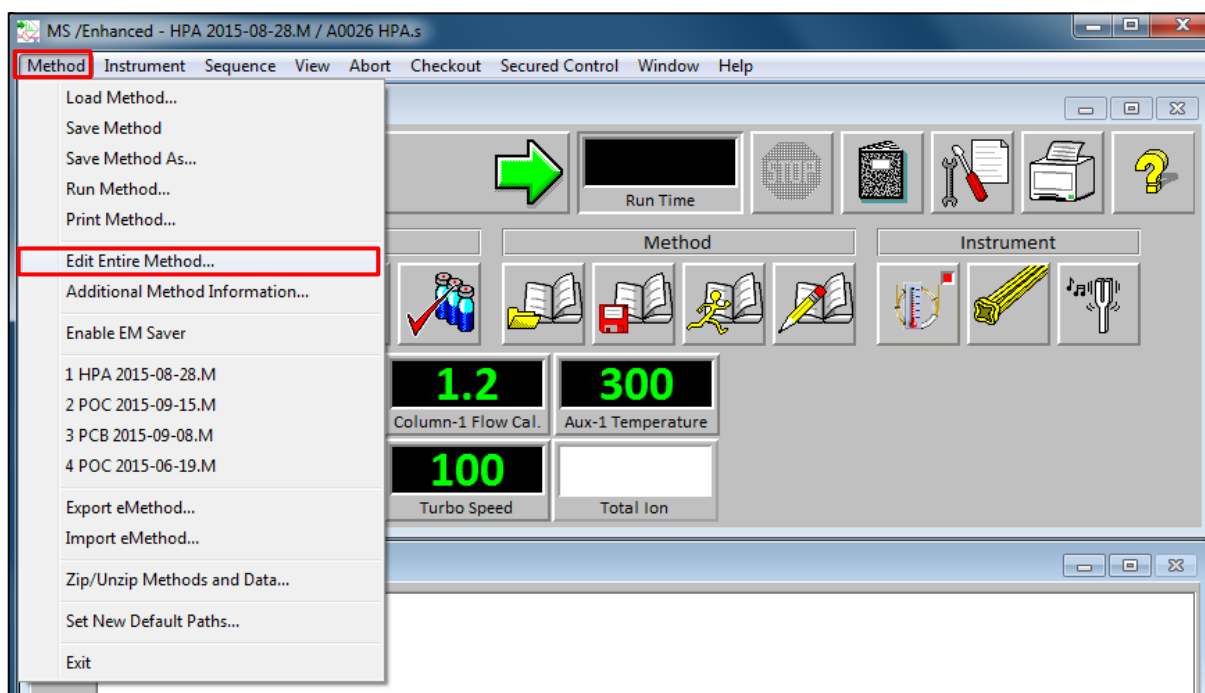


Figura 2. Sequência de passos para abrir a janela do assistente de edição de método. Os retângulos vermelhos destacam os itens que devem ser clicados no menu.

4.1.3 Na tela aparecerá a janela "Edit Method". Marque as opções "Method Information" e "Instrument/Acquisition". Em seguida clique em "OK".

4.1.4 Na tela aparecerá a janela "Method Information" (Figura 3). No campo "Method Comments" insira um comentário que descreva o grupo de compostos analisados no método a ser editado.

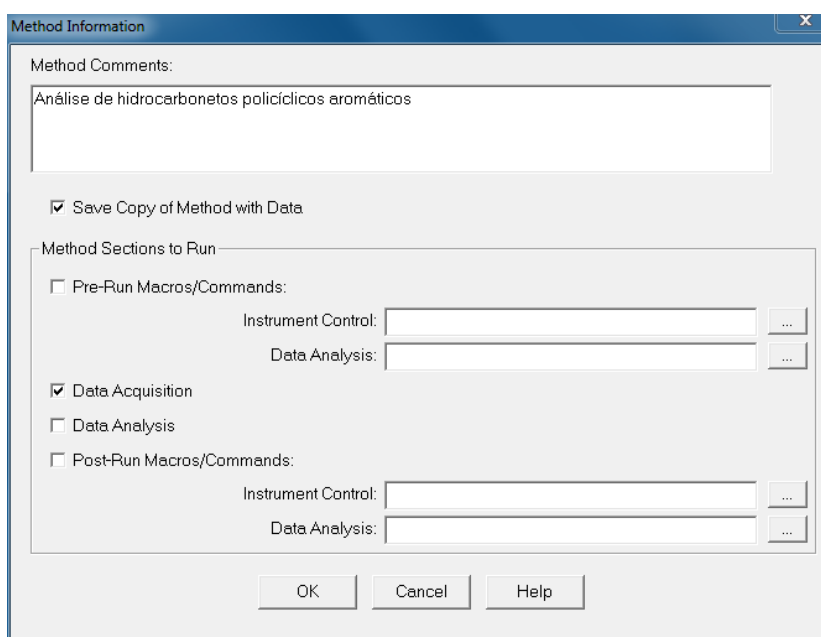


Figura 3. Janela "Method Information" com exemplo de preenchimento de informações.

- 4.1.5** Marque a opção "Save Copy of Method with Data".
- 4.1.6** Na área "Method Sections to Run", marque a opção "Data Acquisition" e deixe as outras caixas desmarcadas. Em seguida clique em "OK".
- 4.1.7** Na tela aparecerá a janela "Inlet and Injection Parameters" (Figura 4). No campo "Sample Inlet" selecione a opção "GC". No campo "Injection Source" selecione a opção "GC ALS".

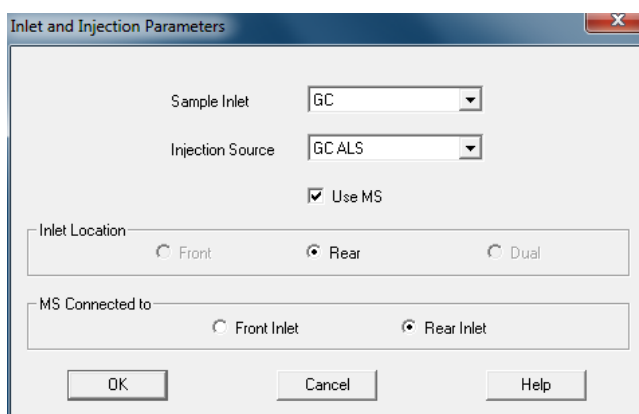


Figura 4. Janela "Inlet and Injection Parameters" com exemplo de preenchimento de informações.

- 4.1.8** Se o método pertence ao GC-MS, marque a opção "Use MS". Se o método pertence ao GC-FID, deixe essa caixa desmarcada.
- 4.1.9** Na área "Inlet Location", marque a opção "Rear" se o método pertence ao GC-MS e a opção "Front" se o método pertence ao GC-FID.
- 4.1.10** Na área "MS Connected to", marque sempre a opção "Rear Inlet". Em seguida clique no botão "OK".
- 4.1.11** Na tela aparecerá a janela "GC Edit Parameters". Clique no ícone "Configuration" (Figura 5).
- 4.1.12** Clique na aba "Miscellaneous" (Figura 5). No campo "Pressure Units" selecione "psi".

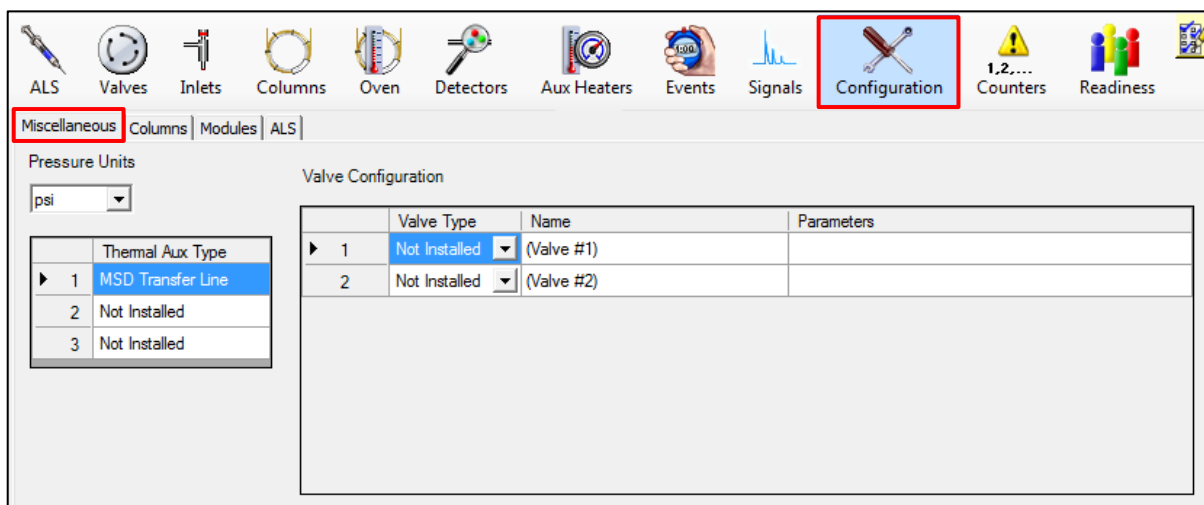


Figura 5. Aba "Miscellaneous" do ícone "Configuration" da janela "GC Edit Parameters", incluindo exemplo de preenchimento de informações. Os retângulos vermelhos destacam o ícone e a aba que devem ser clicados antes do preenchimento das informações.

4.1.13 Clique na aba "Columns" (Figura 6). A primeira linha da tabela refere-se à coluna do canal do GC-MS. Este canal é formado por injetor traseiro, coluna traseira e interface. Nas células "Inlet", "Outlet" e "Heated By" dessa linha selecione os parâmetros "Back Inlet", "Vacuum" e "Oven", respectivamente.

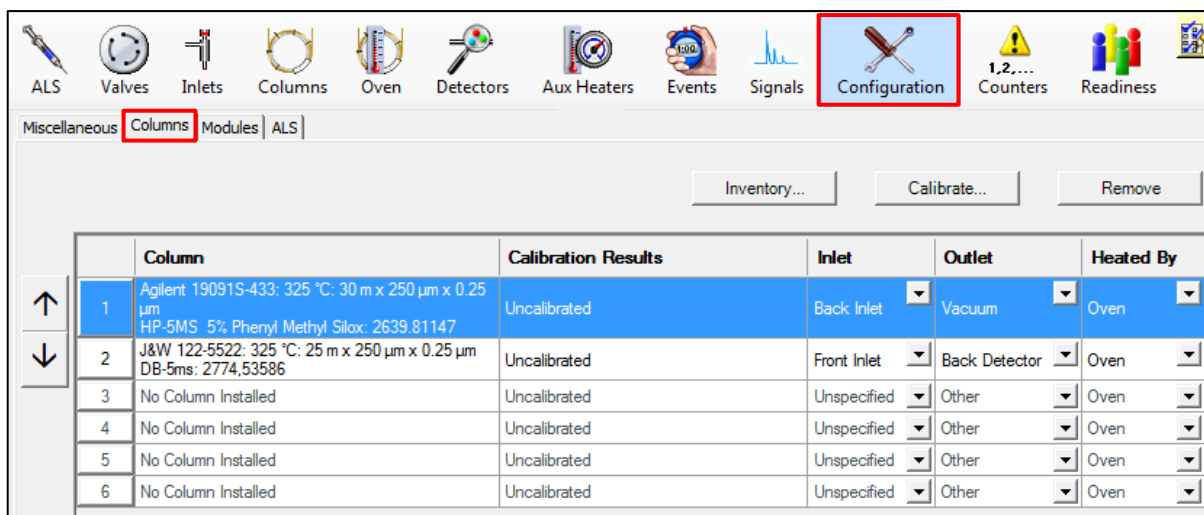


Figura 6. Aba "Columns" do ícone "Configuration" da janela "GC Edit Parameters", incluindo exemplo de preenchimento de informações. Os retângulos vermelhos destacam o ícone e a aba que devem ser clicados antes do preenchimento das informações.

4.1.14 A segunda linha da tabela refere-se à coluna do canal do GC-FID. Este canal é formado por injetor dianteiro, coluna dianteira e detector traseiro. Nas células "Inlet", "Outlet" e "Heated By" dessa linha selecione os parâmetros "Front Inlet", "Back Detector" e "Oven", respectivamente.

4.1.15 Clique na aba "Modules" (Figura 7). Selecione "He" para os dois campos "SSZ Inlet". Selecione "N2" para o campo "Makeup".

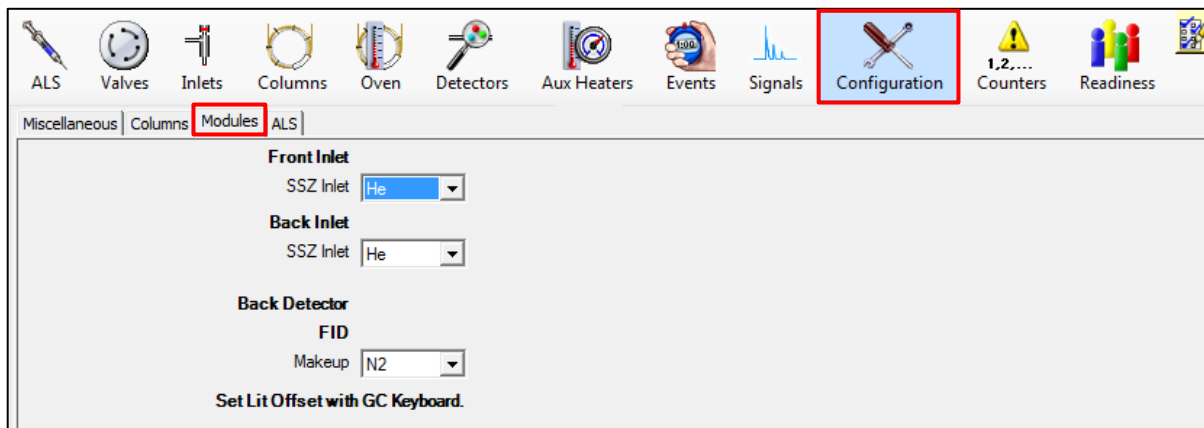


Figura 7. Aba "Modules" do ícone "Configuration" da janela "GC Edit Parameters", incluindo exemplo de preenchimento de informações. Os retângulos vermelhos destacam o ícone e a aba que devem ser clicados antes do preenchimento das informações.

4.1.16 Clique na aba "ALS" (Figura 8). No campo "Syringe Size" insira o valor "10 µL".

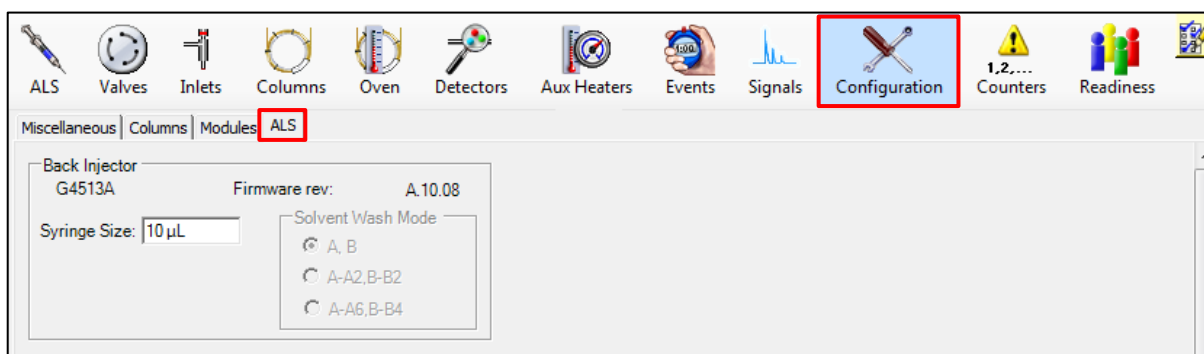


Figura 8. Aba "ALS" do ícone "Configuration" da janela "GC Edit Parameters", incluindo exemplo de preenchimento de informações. Os retângulos vermelhos destacam o ícone e a aba que devem ser clicados antes do preenchimento das informações.

4.1.17 Clique no ícone "ALS" (Figura 9).

4.1.18 Sob a área "Injection", insira o valor "1 µL" no campo "Injection Volume".

4.1.19 Sob a área "Washes and Pumps", há uma tabela que deve ser preenchida com informações sobre a lavagem da seringa (Figura 9). A primeira linha da tabela (Solvent A Washes) refere-se às lavagens da seringa com o solvente A. Nas colunas "PreInj" e "PostInj" insira os valores "0" e "5", respectivamente. Na coluna "Volume (µL)" selecione a opção "Max". A segunda linha da tabela (Solvent B Washes) refere-se às lavagens da seringa com o solvente B. Nesta linha, insira os mesmos parâmetros usados para o solvente A. A terceira linha da tabela (Sample Washes) refere-se à lavagem da seringa com a amostra antes da injeção. Na coluna "PreInj" insira o valor "1" e na coluna "Volume (µL)" selecione a opção "1". A quarta linha da tabela (Sample Pumps) refere-se à homogeneização da amostra no vial antes da injeção. Na coluna "PreInj" insira o valor "2".

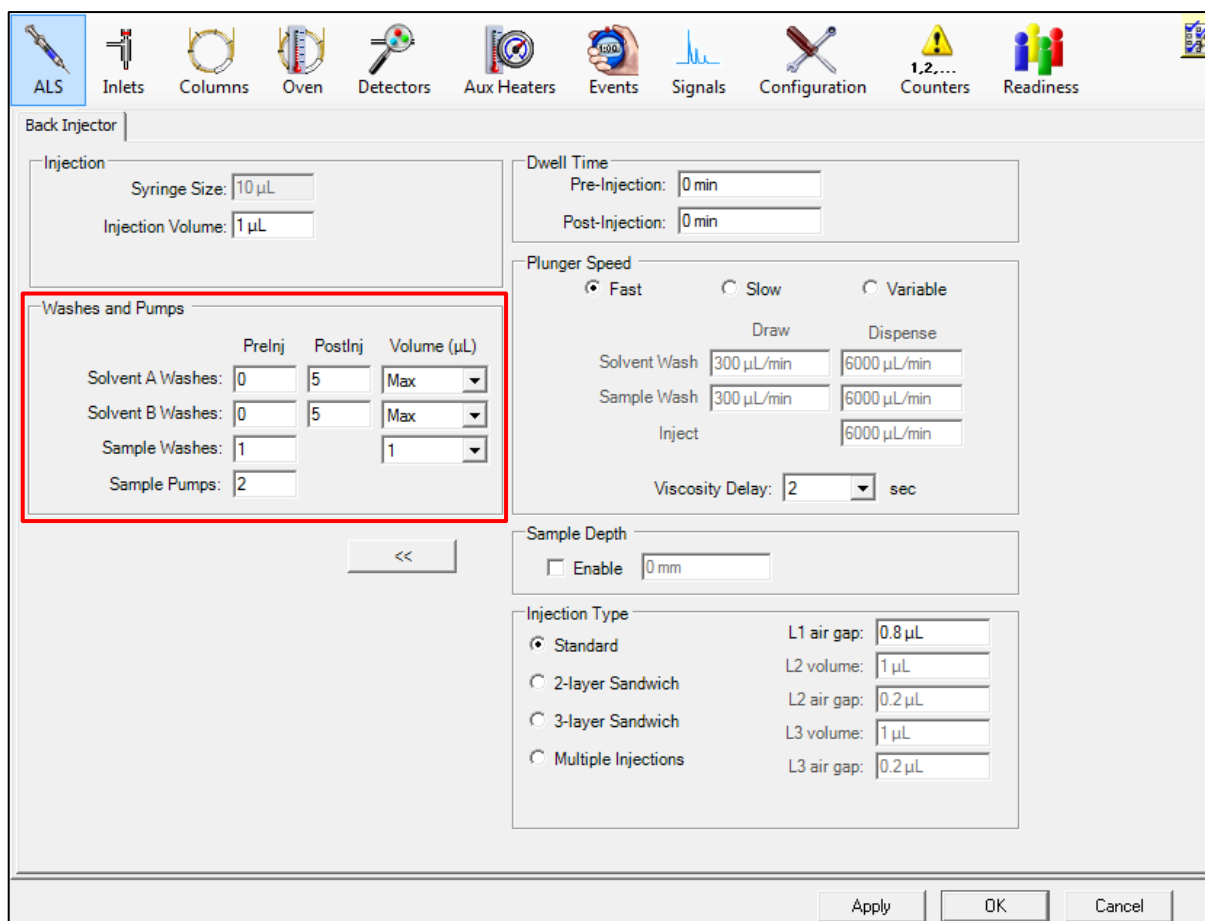


Figura 9. Ícone "ALS" da janela "GC Edit Parameters", incluindo exemplo de preenchimento de informações. O retângulo vermelho destaca as informações sobre os parâmetros de lavagem da seringa (área "Washes and Pumps").

4.1.20 Sob a área "Dwell Time" insira o valor "0 min" nos campos "Pre-Injection" e "Post-Injection".

4.1.21 Sob a área "Plunger Speed" marque a opção "Fast". No campo "Viscosity Delay" selecione a opção "2".

- 4.1.22** Na área "Sample Depth", deixe desmarcada a caixa ao lado de "Enable".
- 4.1.23** Sob a área "Injection Type" marque a opção "Standard". No campo "L1 air gap" insira o valor "0.8 µL".
- 4.1.24** Clique no ícone "Inlets" da janela "GC Edit Parameters" (Figura 10).
- 4.1.25** Clique na aba "SSL - Front". Sob a área "Split-Splitless Inlet", marque as caixas de opção "Heater" e "Pressure". Nos campos da coluna "Setpoint" deve-se inserir os valores de temperatura e pressão do injetor dianteiro. Se o método pertence ao GC-MS, insira os valores "100 °C" e "10 psi" nos campos correspondentes a "Heater" e "Pressure", respectivamente. Se o método pertence ao GC-FID, insira os valores pertinentes de temperatura e pressão do injetor.
- 4.1.26** Sob a área "Gas Saver" marque a caixa "On" e preencha o valor "15 mL/min" no campo abaixo da mesma. No campo "After" insira o valor "5 min".
- 4.1.27** No campo "Mode", selecione o modo de injeção da amostra.
- 4.1.27.1** Se o modo selecionado for "Split", aparecerá a área "Split Ratio" ao lado do campo "Mode" (ver Figura 10). Nesta área, preencha a razão split no campo à esquerda. Não preencha o campo da direita, pois o fluxo será calculado automaticamente a partir da razão split.

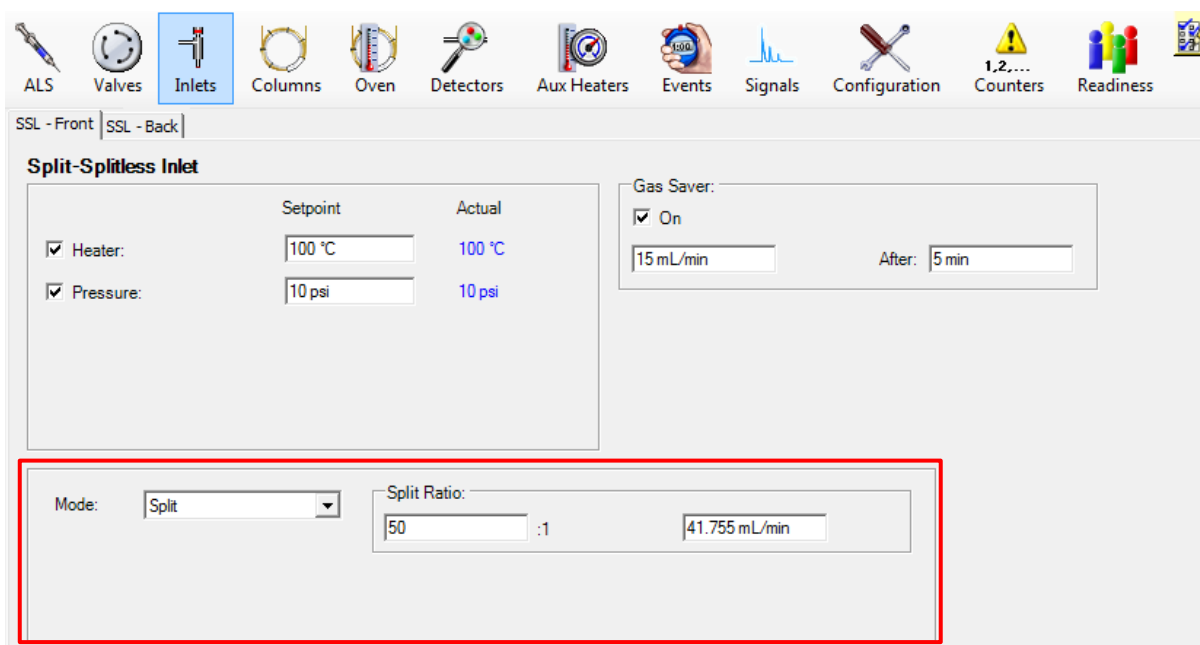


Figura 10. Ícone "Inlets" da janela "GC Edit Parameters", incluindo exemplo de preenchimento de informações. O retângulo vermelho destaca as informações sobre os parâmetros do modo de injeção "Split".

4.1.27.2 Se o modo selecionado for "Splitless", aparecerá a área "Purge Flow to Split Vent" ao lado do campo "Mode" (ver Figura 11). Nesta área, no campo à esquerda preencha o fluxo que será direcionado para a purga do divisor após a abertura da mesma. No campo à direita preencha o tempo de abertura da purga após a injeção da amostra. Este tempo deve ser menor do que aquele inserido na área "Gas Saver".

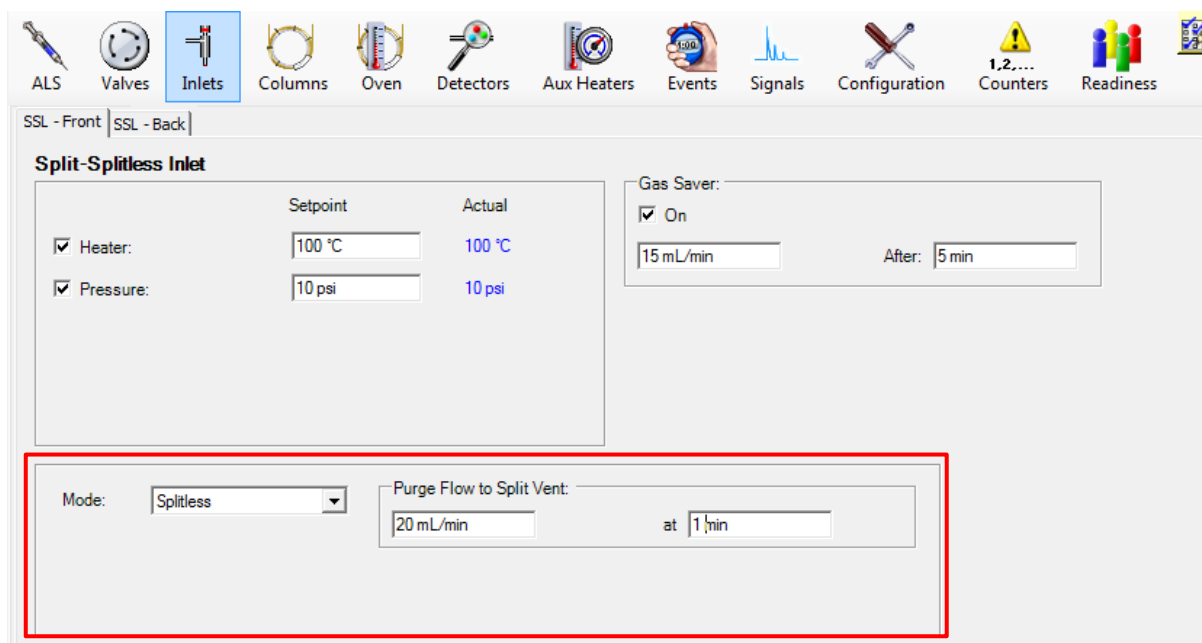


Figura 11. Ícone "Inlets" da janela "GC Edit Parameters", incluindo exemplo de preenchimento de informações. O retângulo vermelho destaca as informações sobre os parâmetros do modo de injeção "Splitless".

4.1.27.3 Se o modo selecionado for "Pulsed Split", aparecerá as áreas "Injection Pulse Pressure" e "Split Ratio" ao lado do campo "Mode" (ver Figura 12). Na área "Injection Pulse Pressure", no campo à esquerda preencha a pressão do injetor no momento da injeção da amostra. Esta pressão deve ser maior do que aquela inserida na área "Split-Splitless Inlet". No campo à direita preencha o tempo que o injetor permanecerá sob pressão elevada. Este tempo deve ser menor do que aquele inserido na área "Gas Saver". Na área "Split Ratio" preencha os campos conforme descrito no item 4.1.27.1 deste protocolo.

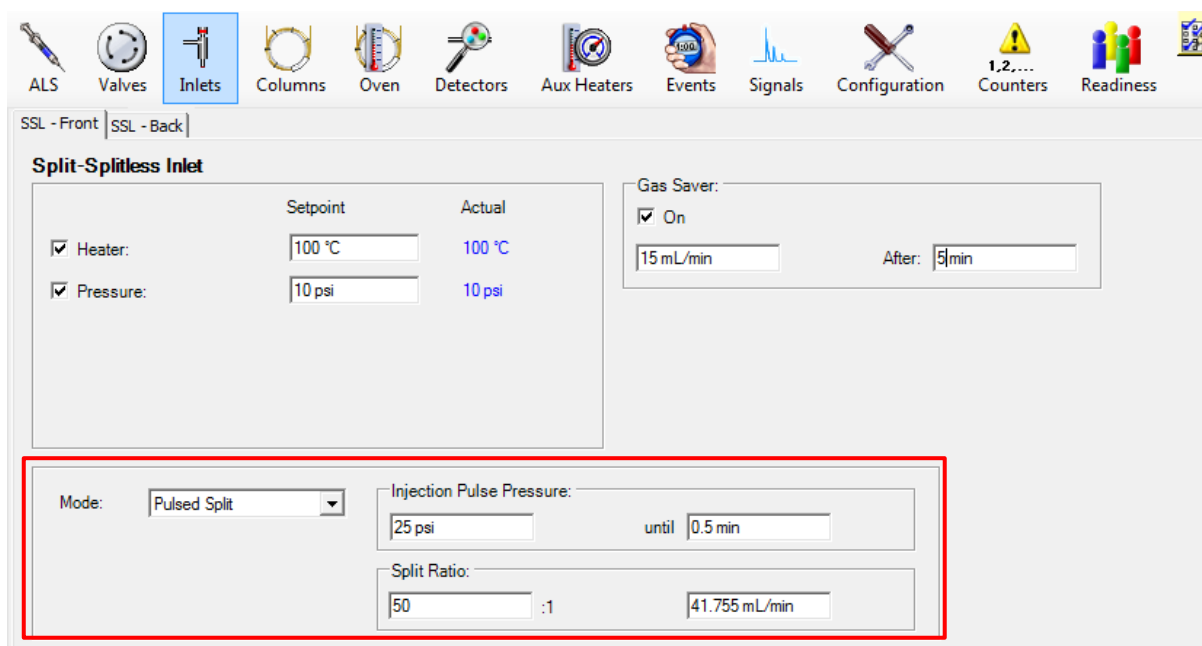


Figura 12. Ícone "Inlets" da janela "GC Edit Parameters", incluindo exemplo de preenchimento de informações. O retângulo vermelho destaca as informações sobre os parâmetros do modo de injeção "Pulsed Split".

4.1.27.4 Se o modo selecionado for "Pulsed Splitless", aparecerá as áreas "Injection Pulse Pressure" e "Purge Flow to Split Vent" ao lado do campo "Mode" (ver Figura 13). Na área "Injection Pulse Pressure", no campo à esquerda preencha a pressão do injetor no momento da injeção da amostra. Esta pressão deve ser maior do que aquela inserida na área "Split-Splitless Inlet". No campo à direita preencha o tempo que o injetor permanecerá sob pressão elevada. Este tempo deve ser menor do que aquele inserido na área "Gas Saver". Na área "Purge Flow to Split Vent" preencha os campos conforme descrito no item 4.1.27.2 deste protocolo.

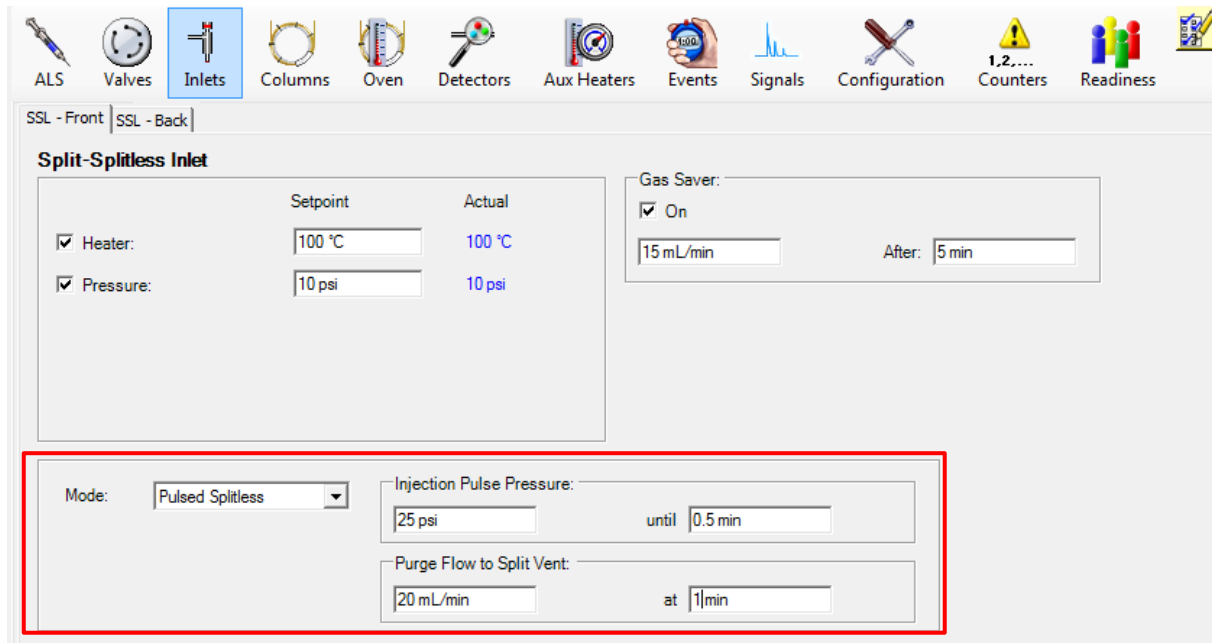


Figura 13. Ícone "Inlets" da janela "GC Edit Parameters", incluindo exemplo de preenchimento de informações. O retângulo vermelho destaca as informações sobre os parâmetros do modo de injeção "Pulsed Splitless".

- 4.1.28** Clique na aba "SSL - Back". Sob a área "Split-Splitless Inlet", marque as caixas de opção "Heater" e "Pressure". Nos campos da coluna "Setpoint" deve-se inserir os valores de temperatura e pressão do injetor traseiro. Se o método pertence ao GC-FID, insira os valores "100 °C" e "10 psi" nos campos correspondentes a "Heater" e "Pressure", respectivamente. Se o método pertence ao GC-MS, insira os valores pertinentes de temperatura e pressão do injetor.
- 4.1.29** Preencha os demais campos da aba "SSL - Back" conforme descrito nos itens 4.1.26 e 4.1.27 deste protocolo.
- 4.1.30** Clique no ícone "Columns" da janela "GC Edit Parameters" (Figura 14).

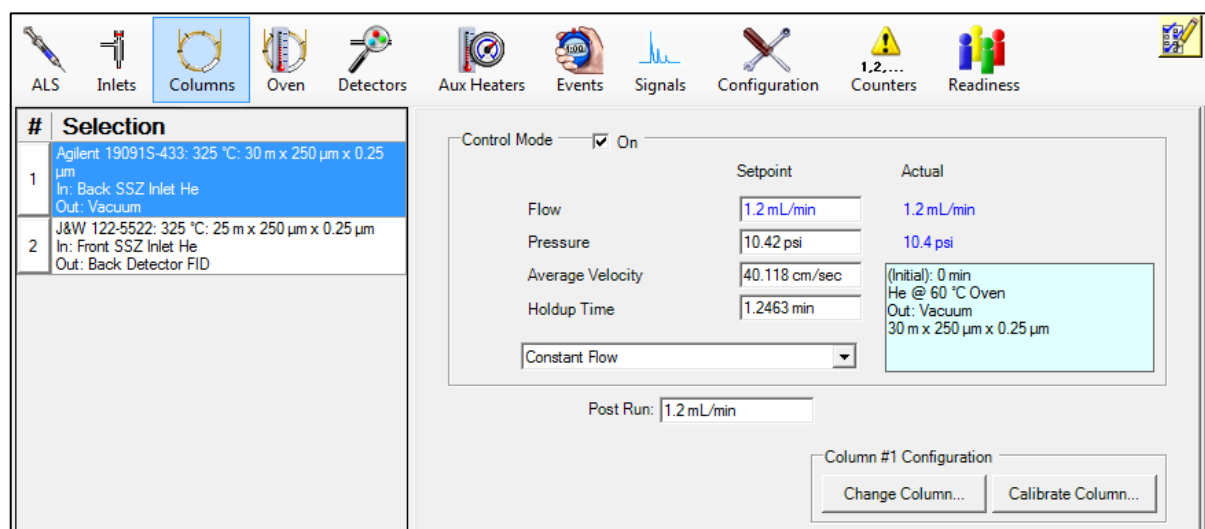


Figura 14. Ícone "Columns" da janela "GC Edit Parameters", incluindo exemplo de preenchimento de informações.

4.1.31 Sob a área "Selection" selecione a célula referente à coluna #1. Esta é a coluna do canal do GC-MS. Na área "Control Mode" marque a caixa "On". Clique no menu suspenso (representado pelo símbolo ▼) da área "Control Mode" e selecione a opção apropriada.

4.1.31.1 Se o método pertence ao GC-MS, selecione a opção "Constant Flow". No campo "Flow" preencha o fluxo do gás de arraste na coluna "Setpoint". Não preencha os campos "Pressure", "Average Velocity" e "Holdup Time", pois eles serão calculados automaticamente a partir do fluxo de gás de arraste na coluna.

4.1.31.2 Se o método pertence ao GC-FID, selecione a opção "Constant Pressure". No campo "Pressure" preencha o valor "10 psi". Não preencha os campos "Flow", "Average Velocity" e "Holdup Time", pois eles serão calculados automaticamente a partir da pressão de gás de arraste no injetor.

4.1.32 Preencha o campo "Post Run" com o valor apropriado. Se o método pertence ao GC-MS, insira o mesmo valor preenchido no campo "Flow" (ver item 4.1.31.1 deste protocolo). Se o método pertence ao GC-FID, insira o valor "10 psi".

4.1.33 Sob a área "Selection", selecione a célula referente à coluna #2. Esta é a coluna do canal do GC-FID. Na área "Control Mode" marque a caixa "On". Clique no menu suspenso (representado pelo símbolo ▼) da área "Control Mode".

4.1.33.1 Se o método pertence ao GC-MS, selecione a opção "Constant Pressure". No campo "Pressure" preencha o valor "10 psi". Não preencha os campos "Flow", "Average Velocity" e "Holdup Time", pois eles serão calculados automaticamente a partir da pressão de gás de arraste no injetor.

- 4.1.33.2** Se o método pertence ao GC-FID, selecione a opção "Constant Flow". No campo "Flow" preencha o fluxo do gás de arraste na coluna. Não preencha os campos "Pressure", "Average Velocity" e "Holdup Time", pois eles serão calculados automaticamente a partir do fluxo de gás de arraste na coluna.
- 4.1.34** Preencha o campo "Post Run" com o valor apropriado. Se o método pertence ao GC-MS, insira o valor "10 psi". Se o método pertence ao GC-FID, insira o mesmo valor preenchido no campo "Flow" (ver item 4.1.33.2 deste protocolo).
- 4.1.35** Clique no ícone "Oven" da janela "GC Edit Parameters" (Figura 15).

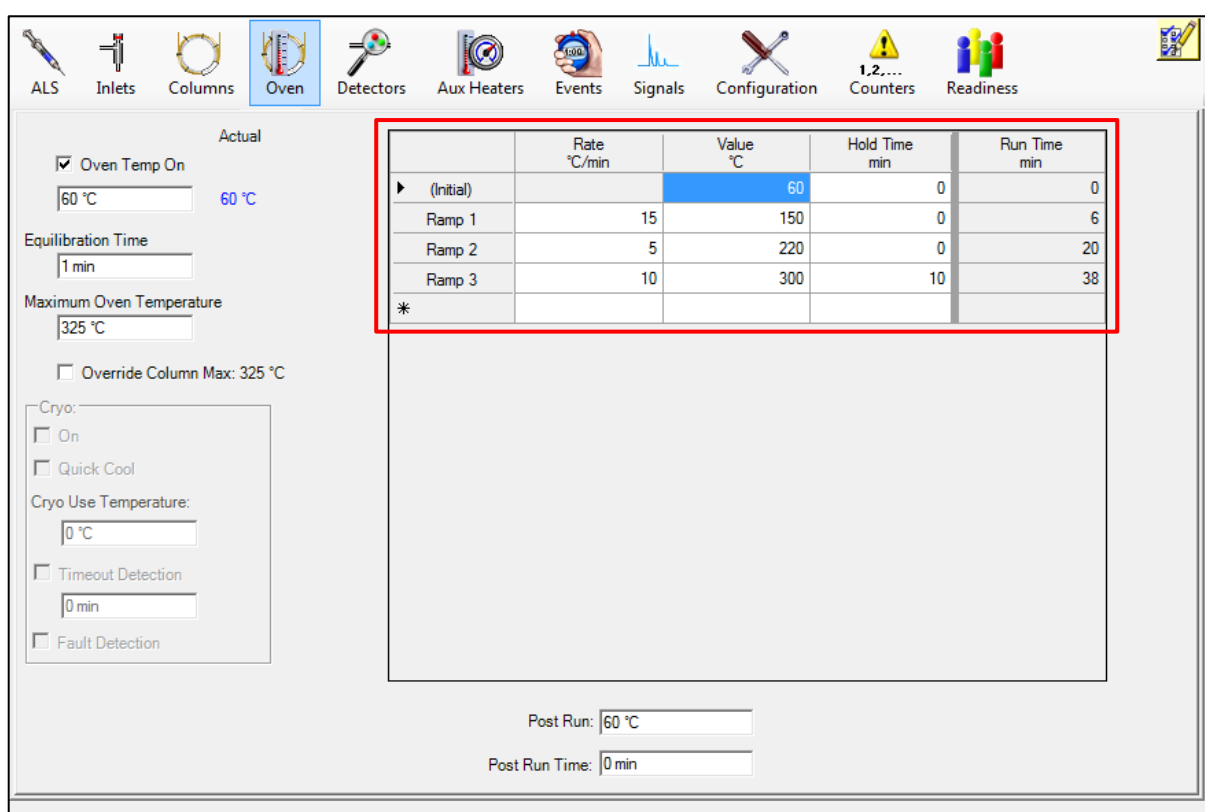


Figura 15. Ícone "Oven" da janela "GC Edit Parameters", incluindo exemplo de preenchimento de informações. O retângulo vermelho destaca a tabela de programação da temperatura do forno.

- 4.1.36** Marque a caixa "Oven Temp On". No campo abaixo dela, insira a temperatura inicial do forno.
- 4.1.37** No campo "Equilibration Time" insira o valor "1 min".
- 4.1.38** No campo "Maximum Oven Temperature" insira a temperatura máxima suportada pela coluna cromatográfica em programa isotérmico. Geralmente, esse limite de temperatura é especificado na caixa da coluna cromatográfica.

- 4.1.39** Deixe desmarcada a caixa de opção "Override Column Max: XXX °C", onde "XXX" é a temperatura inserida no campo "Maximum Oven Temperature".
- 4.1.40** A tabela em destaque na Figura 15 corresponde ao programa de temperatura do forno. Nesta tabela, a primeira linha (Initial) refere-se aos parâmetros do forno no início da corrida cromatográfica. As demais linhas (Ramp 1, Ramp 2, etc) referem-se às rampas de temperatura do forno. A primeira coluna (Rate) refere-se à taxa de elevação da temperatura (isto é, rampa) do forno. A segunda coluna (Value) refere-se à temperatura alvo que a rampa do forno deve atingir. Nesta coluna, o valor da primeira linha deve ser igual à temperatura do campo "Oven Temp On". A terceira coluna (Hold Time) refere-se ao tempo que o forno permanecerá isotérmico após atingir a temperatura alvo da rampa. Preencha a tabela com as informações pertinentes do método de separação de analitos.
- 4.1.41** No campo "Post Run" insira o mesmo valor de temperatura do campo "Oven Temp On".
- 4.1.42** No campo "Post Run Time" insira o valor "0 min".
- 4.1.43** Clique no ícone "Detectors" da janela "GC Edit Parameters" (Figura 16).

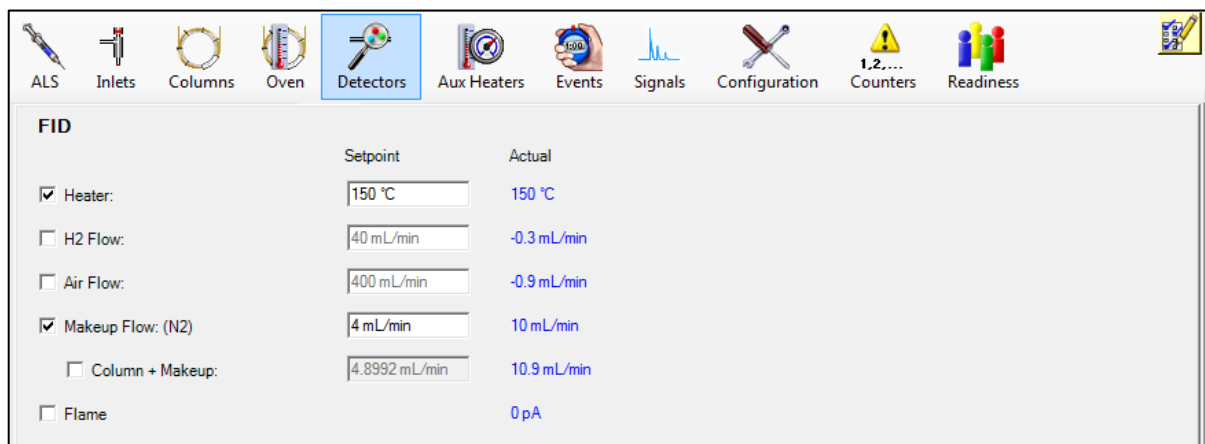


Figura 16. Ícone "Detectors" da janela "GC Edit Parameters", incluindo exemplo de preenchimento de informações.

- 4.1.44** Marque a caixa de opção "Heater". No campo "Setpoint" ao lado dessa caixa deve-se inserir a temperatura do detector FID. Se o método pertence ao GC-MS, insira o valor "150 °C". Se o método pertence ao GC-FID, insira o valor pertinente de temperatura do detector.
- 4.1.45** A caixa de opção "H2 Flow" deve ser marcada somente se o método pertence ao GC-FID. Neste caso, no campo "Setpoint" ao lado da caixa insira o fluxo pertinente de hidrogênio (gás combustível da chama do FID).

- 4.1.46 A caixa de opção "Air Flow" também deve ser marcada somente se o método pertence ao GC-FID. Neste caso, no campo "Setpoint" ao lado da caixa insira o fluxo pertinente de ar sintético (gás comburente da chama do FID).
- 4.1.47 Marque a caixa de opção "Makeup Flow: (N2)". No campo "Setpoint" ao lado da caixa deve-se inserir o fluxo de nitrogênio (gás auxiliar) no detector FID. Se o método pertence ao GC-MS, insira o valor "4 mL/min". Se o método pertence ao GC-FID, insira o valor pertinente do fluxo de nitrogênio no detector.
- 4.1.48 Deixe desmarcada a caixa "Column + Makeup".
- 4.1.49 Marque a caixa "Flame" somente se o método pertence ao GC-FID.
- 4.1.50 Clique no ícone "Aux Heaters" da janela "GC Edit Parameters" (Figura 17).

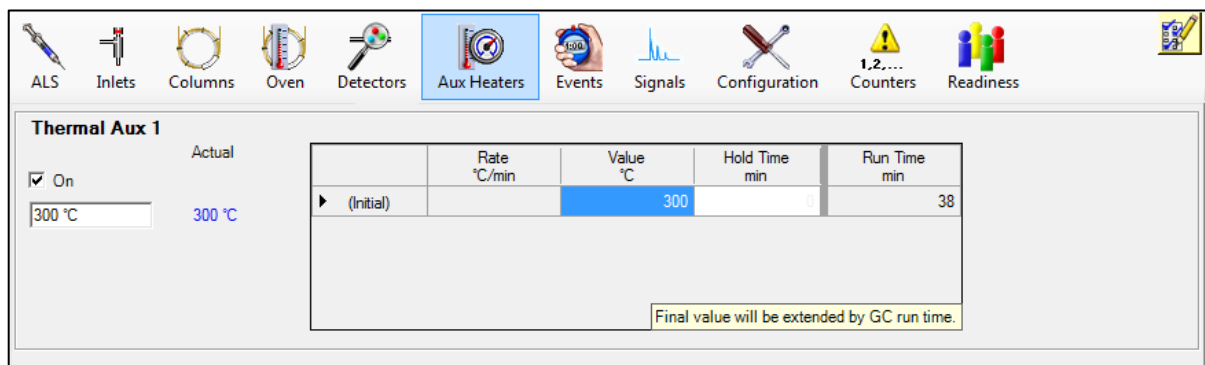


Figura 17. Ícone "Aux Heaters" da janela "GC Edit Parameters", incluindo exemplo de preenchimento de informações.

- 4.1.51 Na área "Thermal Aux 1", marque a caixa "On". No campo abaixo dela deve-se inserir a temperatura da interface. Ela não pode ser maior que o limite de temperatura da coluna cromatográfica em programa isotérmico (ver item 4.1.38 deste protocolo). Se o método pertence ao GC-MS, insira o valor pertinente de temperatura da interface. Se o método pertence ao GC-FID, insira o valor "300 °C".
- 4.1.52 Clique no ícone "Signals" da janela "GC Edit Parameters" (Figura 18).

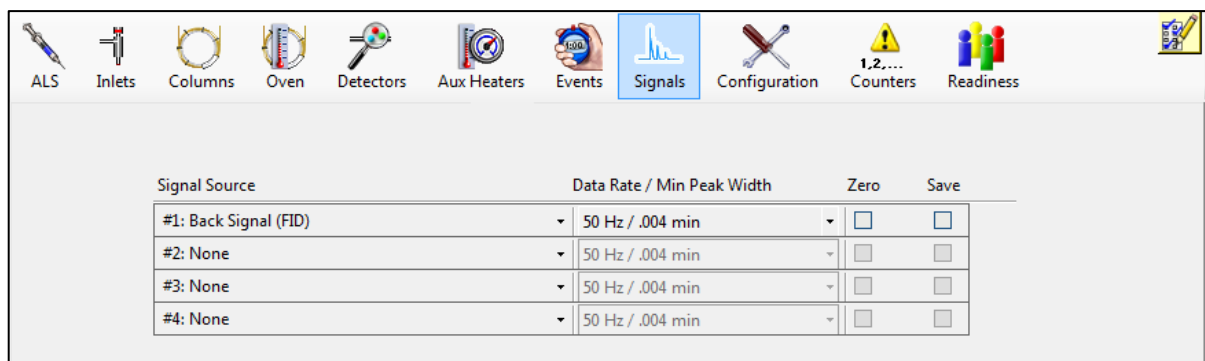


Figura 18. Ícone "Signals" da janela "GC Edit Parameters", incluindo exemplo de preenchimento de informações.

- 4.1.53** As informações do ícone "Signals" estarão habilitadas para edição somente se o método pertencer ao GC-FID. Ne ste caso, na primeira linha da coluna "Signal Source", clique no menu suspenso e selecione "Back Signal (FID)".
- 4.1.54** Na primeira linha da coluna "Data Rate / Min Peak Width", clique no menu suspenso e selecione "50 Hz / .004 min".
- 4.1.55** Ainda na primeira linha da tabela, marque as caixas "Zero" e "Save" se o método pertence ao GC-FID. Deixe as duas caixas desmarcadas se o método pertence ao GC-MS.
- 4.1.56** Clique no ícone "Counters" (Figura 19). Se o método pertence ao GC-MS, marque somente a caixa "Back Inlet Septum". Se o método pertence ao GC-FID, marque somente a caixa "Front Inlet Septum".

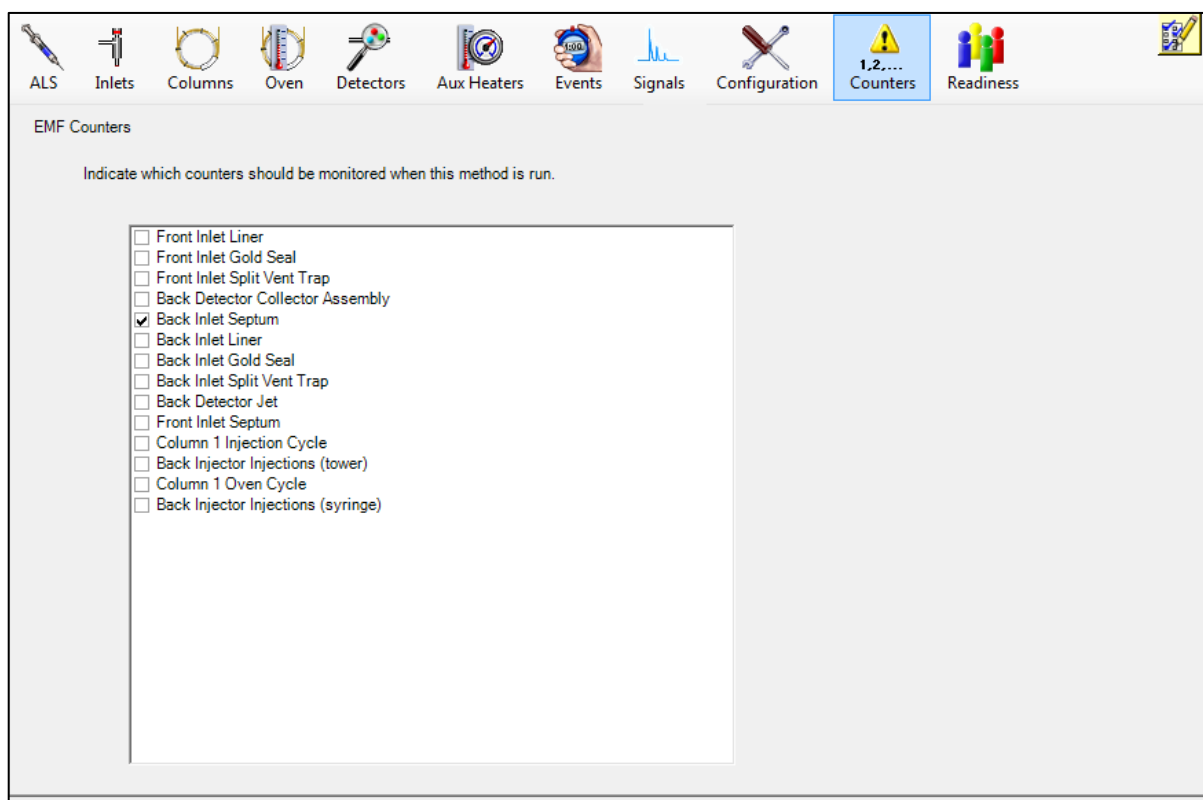


Figura 19. Ícone "Counters" da janela "GC Edit Parameters", incluindo exemplo de preenchimento de informações.

4.1.57 Clique no ícone "Readiness" (Figura 20). Se o método pertence ao GC-MS, marque somente as caixas "Oven", "Back Inlet (SSZ Inlet)" e "Thermal Aux 1 (MSD Transfer Line)". Se o método pertence ao GC-FID, marque somente as caixas "Oven", "Front Inlet (SSZ Inlet)" e "Back Detector (FID)".

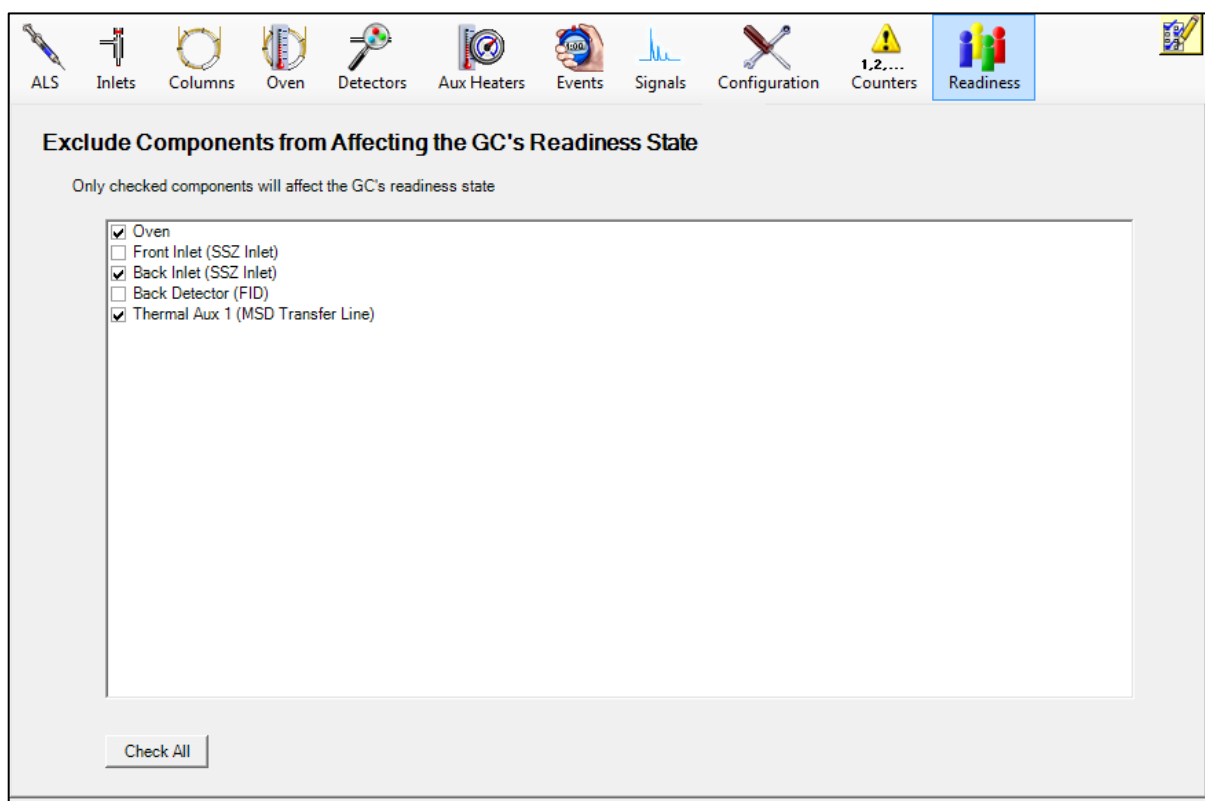


Figura 20. Ícone "Readiness" da janela "GC Edit Parameters", incluindo exemplo de preenchimento de informações.

4.1.58 Clique no botão "OK" da janela "GC Edit Parameters".

4.1.59 Se o método pertence ao GC-MS, na tela aparecerá a janela "GC Detector Data" (Figura 21). Se o método pertence ao GC-FID, marque a caixa "Display" sob a área "Signal 1". Em seguida, insira os valores "5", "10" e "60.0" nos campos "Attrn", "Offset" e "Time", respectivamente. Se o método pertence ao GC-MS, deixe todas as caixas de opção desmarcadas. Clique no botão "OK". Se o método pertence ao GC-FID, vá para o item 4.1.72 deste protocolo.

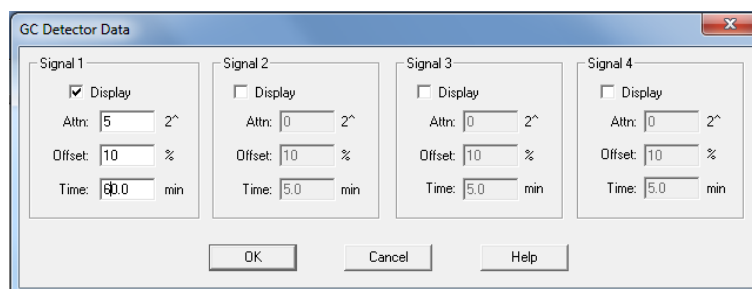


Figura 21. Janela "GC Detector Data" com exemplo de preenchimento de informações.

- 4.1.60** Na tela aparecerá a janela "MS Tune File". No campo "Files" selecione a opção "atune.u" e clique em "OK".
- 4.1.61** Na tela aparecerá a janela "MS SIM/Scan Parameters" (Figura 22). Sob a área "MS Instrument", insira no campo "Solvent Delay" o tempo no qual o filamento da fonte de íons deve ser ligado após a injeção da amostra. No campo "EMV Mode" selecione "Gain Factor". No campo "Gain Factor" insira o valor "15.00". No campo "Acq. Mode" selecione a opção "SIM". Deixe desmarcada a caixa "Acquire both Scan and SIM data".

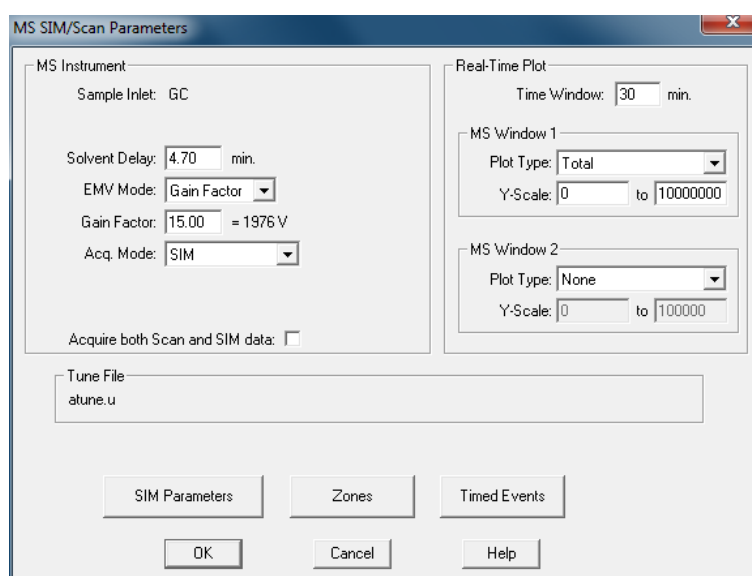


Figura 22. Janela "MS SIM/Scan Parameters" com exemplo de preenchimento de informações.

- 4.1.62** No campo "Time Window" da área "Real-Time Plot" insira o tempo total da corrida.
- 4.1.63** Sob a área "MS Window 1", selecione a opção "Total" no campo "Plot Type". Nos campos ao lado de "Y-Scale" insira os valores "0" e "5000000".
- 4.1.64** Sob a área "MS Window 2", selecione a opção "None" no campo "Plot Type".
- 4.1.65** Clique no botão "SIM Parameters" da janela "MS SIM/Scan Parameters". Na tela aparecerá a janela "Edit SIM Parameters" (Figura 23).

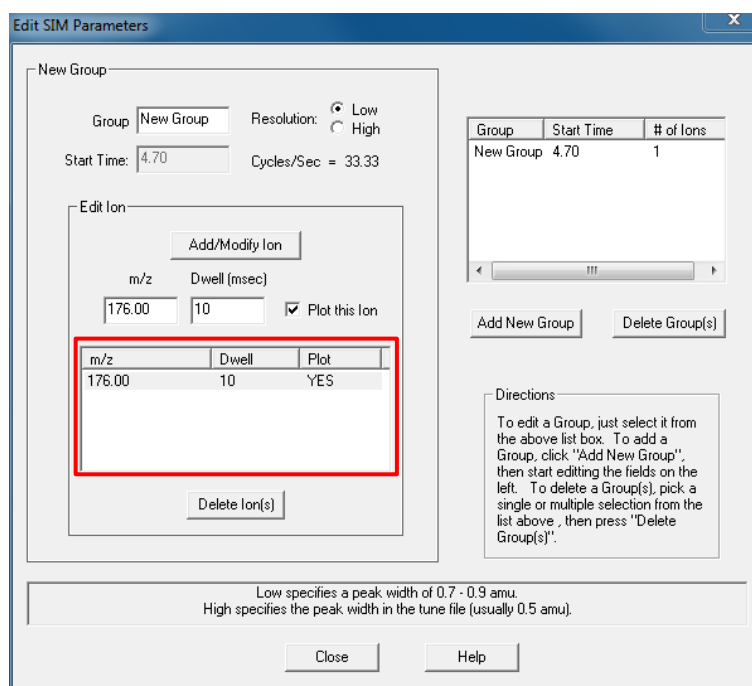


Figura 23. Janela "Edit SIM Parameters" com exemplo de preenchimento de informações. O retângulo vermelho destaca a tabela que contém as informações sobre os íons m/z monitorados durante a aquisição de dados no GC-MS.

- 4.1.66** Clique no botão "Add New Group". Sob a área "New Group" que aparecerá à esquerda, insira no campo "Group" uma identificação para o grupo de íons m/z (ex.: 1, 2, etc) que será monitorado nesta função. No campo "Resolution" selecione a opção "Low".
- 4.1.66.1** Na primeira função, o campo "Start Time" é preenchido automaticamente com o valor definido no campo "Solvent Delay" da janela "MS SIM/Scan Parameters".
- 4.1.67** Sob a área "Edit Ion", insira no campo "m/z" um íon m/z que será monitorado nesta função (ex.: 176.00). No campo "Dwell (msec)" insira o valor "10". Marque a caixa "Plot this Ion". Em seguida, clique no botão "Add/Modify Ion". As informações digitadas serão gravadas na tabela sob a área "Edit Ion" (ver Figura 23).
- 4.1.68** Para inserir outros íons m/z nesta função, insira-os no campo "m/z" e desmarque a caixa "Plot this Ion". Em seguida, clique no botão "Add/Modify Ion". Repita este procedimento para inserir todos os íons m/z que serão monitorados nesta função. Um total de 60 íons m/z podem ser monitorados em cada função.
- 4.1.69** Para inserir novas funções, clique no botão "Add New Group". Preencha os campos "Group" e "Resolution" conforme descrito no item 4.1.66 deste protocolo. No campo "Start Time" insira o tempo no qual os íons m/z desta função começarão a ser monitorados. Adicione os íons m/z que serão monitorados na função conforme descrito nos itens 4.1.67 e 4.1.68 deste protocolo.

- 4.1.69.1** O tempo de corrida pode ser dividido em até 100 grupos de íons (isto é, funções) diferentes.
- 4.1.70** Após inserir todas as funções e íons m/z que serão monitorados durante a corrida, clique no botão "Close" da janela "Edit SIM Parameters".
- 4.1.71** Clique no botão "OK" da janela "MS SIM/Scan Parameters".
- 4.1.72** Na tela aparecerá a janela "Save Method As" (Figura 24). No campo "Method File" digite o nome do arquivo do método a ser salvo. O arquivo deve ser nomeado conforme a seguinte estrutura: "XXX aaaa-mm-dd.M", onde "XXX" é o código de três letras maiúsculas que identifica o grupo de analitos (ex.: ALI, HPA, PCB, POC) e "aaaa-mm-dd" é a data (em ordem reversa) na qual o método está sendo salvo (ex.: 2015-08-28). Por fim, clique no botão "OK" para salvar o método.

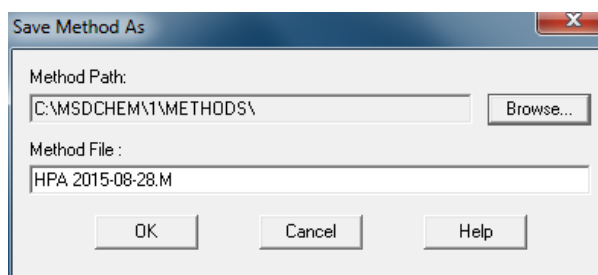


Figura 24. Janela "Save Method As" com exemplo de preenchimento de informações para salvar o arquivo do método.

5 LITERATURA RELEVANTE

- 5.1** Agilent G1701EA MSD Productivity ChemStation: familiarization guide. 2011. Agilent Technologies, First edition, March 2011, Manual part number G1701-90070, 152p.
- 5.2** Agilent G1701EA GC/MSD ChemStation: getting started. 2011. Agilent Technologies, First edition, March 2011, Manual part number G1701-90069, 104p.
- 5.3** Agilent G1701EA ChemStation Instrument Control. 2011. Revision E.02.02.1431. Online help files (Menu Help → Help Topics).

6 LISTA DE REVISÕES

Revisão	Data	Descrição
1	13/07/2020	Publicação inicial do protocolo