1. OBJETIVO

Especificar os elementos necessários para a manutenção e a verificação de desempenho de cromatógrafo em fase gasosa acoplado a espectrômetro de massas (CG/EM), visando manter o correto funcionamento do equipamento.

2. REAGENTES, PADRÕES, MATERIAIS E INSUMOS

- Seringa de 10 µL para amostrador automático
- Coluna capilar HP-5 MS, HP-1 MS, RXI-5 MS, RXI-1 MS, DB-WAX, DB-5 MS ou DB-1 MS (ou outra coluna similar)
- *Vials* com tampa dotada de septo
- Solventes orgânicos de grau analítico: acetato de etila, acetonitrila, álcool isopropílico, etanol, éter de petróleo, éter etílico, clorofórmio, diclorometano, hexano ou metanol
- Kit para realização de limpeza: preferencialmente conjunto de suabes de algodão com haste de madeira e pano de algodão
- Septo de longa durabilidade ou septo otimizado para altas temperaturas/baixo sangramento, para uso em amostrador automático de injeção (ALS)
- *Liner* de vidro, contendo no mínimo 4 milímetros de lã de vidro dessilanizada, para injeções no modo *split* ou *splitless*
- *O-ring* de fluorocarbono (polímero Viton), para uso em injetores do tipo *split-splitless*
- *Gold-seal* inerte, para uso em injetores *split/splitless*
- Anilhas de grafite/vespel para uso em injetores *split/splitless*
- Anilhas de grafite/vespel para uso em interface CG/EM

- Rosca de latão ou outra com desempenho compatível para uso em injetores *split/splitless*
- Cortador cerâmico de coluna capilar, ou cortador de equivalente desempenho
- Solução de perfluorotributilamina (PFTBA, solução para realização de *tune*)
- Frascos de lavagem e descarte para ALS
- Filamento para ionização eletrônica (EI) para uso em espectrômetro de massas
- Gás hélio grau 5,0
- Padrão de cafeína
- Padrão de cocaína
- Padrão de 2,2,2-trifenil-acetofenona
- Padrão de efedrina
- Padrão de Isocaproato de Testosterona
- Balões volumétricos
- Pipetas volumétricas

3. EQUIPAMENTOS

- Cromatógrafo Gasoso (CG) Agilent 6890N, 7890A e 8890
- Espectrômetro de Massas (EM) Agilent 5973 Inert, 5975 C, 5975 *triple axis* e 5977B
- Amostrador líquido automático (ALS) Agilent série 7693A e amostrador automático combinado CTC PAL G6500-CTC
- Estação de trabalho com *softwares* ChemStation e Data Analysis instalados, ou suíte de *softwares* Mass Hunter.

4. PRECAUÇÕES ANALÍTICAS

4.1 Seguir as orientações do POP-I-SEPLAB-02 Ambiente e Segurança.

4.2 Sempre que for necessário algum procedimento no injetor *split/splitless*, recomenda-se que o equipamento seja resfriado a uma temperatura não superior a cinquenta graus Celsius.

5. MANUTENÇÃO

5.1 Generalidades

5.1.1 Os procedimentos descritos neste método se encontram divididos em: procedimentos de execução periódica, que tratam de manutenção de rotina; e procedimentos de execução sob demanda, que tratam de manutenções não rotineiras.

5.1.2 Os procedimentos de manutenção realizados devem ser registrados na pasta de controle de manutenções e verificações de desempenho do equipamento, na rede interna do SEPLAB.

5.2 Manutenção de execução periódica

5.2.1 A cada 500 injeções aproximadamente, devem ser realizados os seguintes procedimentos:

- Verificação da microsseringa e, no caso de problemas aparentes, realização da troca da microsseringa.
- Troca dos frascos de lavagem do sistema ALS (mistura de solventes clorofórmio:etanol 1:1, acetato de etila:hexano 1:1) e troca dos frascos de descarte.
- Troca de *liner* e septo.
- Execução de sequência com cinco injeções de metanol (ou etanol) em método “RAPIDO” para condicionamento do liner trocado.

5.2.2 A cada 30 dias deve ser efetuado *tune* do CG/EM no modo *stune*, sendo o valor da voltagem da eletromultiplicadora obtido registrado na aba “Carta Controle” da planilha PLN-I-SEPLAB-05 Manutenção e Verificação de Desempenho CG/EM. Caso a voltagem da eletromultiplicadora ultrapasse o limite superior de 2.800 V, devem ser adotadas medidas de manutenção sob demanda (item 5.3).

5.2.3 Conforme a necessidade de uso também pode ser feito *tune* do CG/EM no modo *atune*, recomendado para análises de substâncias em quantidades de traço.

5.2.4 Recomenda-se que diariamente sejam realizadas as seguintes tarefas nos equipamentos, para auxiliar na manutenção da rotina de trabalho: verificar a sequência em andamento, retirar vials que já tenham sido analisados, limpar a seringa, trocar ou completar os solventes de lavagem.

5.3 Manutenção de execução sob demanda

5.3.1 Englobam os procedimentos recomendados pelo fabricante do equipamento que devem ser realizados quando os critérios estabelecidos na verificação de desempenho não forem atendidos. Incluem os procedimentos descritos abaixo sem, entretanto, limitar-se a eles:

- Execução de novo *tune* no modo *stune*
- Corte de seção da coluna capilar (recomenda-se 15 cm), na extremidade conectada ao injetor
- Troca de *gold seal*
- Limpeza da câmara de ionização do EM
- Troca de filamentos de EI
- Troca da coluna capilar

6. VERIFICAÇÃO DE DESEMPENHO

6.1 Periodicidade de Verificação de Desempenho

6.1.1 A verificação de desempenho descrita nesse MET deve ser realizada a cada 30 dias ou na ocorrência de desligamento completo do sistema CG/EM.

6.1.2 Outros detectores podem ser utilizados de maneira intercalada nos cromatógrafos, como por exemplo o detector de ionização em chama (FID). Quando o detector de massas não estiver sendo utilizado, deve ser feito o devido registro na aba "Manutenção" da planilha PLN-I-SEPLAB-05 Manutenção e Verificação de Desempenho CG/EM. Nesse caso, a verificação de desempenho do CG/EM será realizada somente quando o referido detector for recolocado em uso, e caso tenha se passado 30 dias da verificação de desempenho anterior.

6.2 Solução de verificação

6.2.1 Uma solução deve ser preparada com as seguintes substâncias, em etanol: efedrina (1000 ppm), cafeína (500 ppm), cocaína (500 ppm), 2,2,2-trifenil-acetofenona (1000 ppm) e isocaproato de testosterona (1000 ppm).

6.2.2 A solução de verificação deve ser identificada pelas inscrições "Solução de Verificação CG-EM ddmmaa", conforme a data em que foi preparada, e pelas concentrações dos componentes, devendo ser armazenada em congelador. Uma nova solução deve ser preparada quando ela não atingir os critérios de aceitação estabelecidos no item 7 - Avaliação dos resultados, bem como quando os resultados da verificação apresentarem qualquer inconsistência relevante, como picos inesperados, a não ser que a solução esteja comprovadamente adequada.

6.2.3 Para realização da verificação de desempenho, preparar um *vial* com a solução de verificação e outro com etanol, para ser utilizado como "branco".

6.3 Parâmetros dos Equipamentos

6.3.1 Para a verificação de desempenho do equipamento deve ser utilizado o método "ESTENDIDO".

6.4 Montagem das sequências

6.4.1 As sequências devem ser identificadas com a data corrente. As sequências não necessitam ser arquivadas.

6.4.2 Montar a sequência de injeções conforme a seguinte ordem cronológica de análise:

- 1º - *vial* de branco – duas injeções
- 2º- *vial* da solução de verificação – três injeções
- 3º- *vial* de branco - uma injeção

6.5 Arquivos de dados

6.5.1 Os arquivos de dados para cada injeção devem seguir o seguinte formato, conforme data de injeção:

- 1º - *vial* de branco – "VD-identificador do CG-aammdd-B01" e "VD-identificador do CG-aammdd-B02". Exemplo: VD-CG01-190130-B01.
- 2º- *vial* da solução de verificação – "VD-identificador do CG-aammdd-MIXnivel. Exemplo: VD-CG01-190130-MIX1.
- 3º- *vial* de branco - "VD- identificador do CG-aammdd-B03".

6.5.2 Os arquivos devem ser salvos em pasta nomeada: VD- identificador do CGEM-Data no formato AAAAMMDD-iniciais do analista que realizou a verificação. Exemplo: VD-CGEM01-20190130-MLV.

6.5.3 Salvar a pasta criada no ambiente de controle de manutenções e verificações de desempenho do CG/EM, na rede interna do SEPLAB.

6.5.4 Na ocasião de troca de *liner* ou septo, em função das lavagens requeridas com etanol, os arquivos e pastas devem ser nomeados com as iniciais "LV" e arquivados localmente em cada equipamento:

- Os arquivos devem seguir o formato LV-identificador do CG-aammdd-L01" a "LV-identificador do CG-aammdd-L05". Exemplo: LV-CG01-190130-L01
- Os arquivos devem ser salvos em pasta nomeada: LV- identificador do CGEM-Data no formato AAAAMMDD-iniciais do analista que realizou a verificação. Exemplo: LV-CGEM01-20190129-MLV.

6.5.5 Os dados de eventos de manutenção, o registro das voltagens obtidas em cada *stune* realizado, os tempos de retenção das substâncias da solução de verificação (com avaliação de repetibilidade entre as três injeções, segundo os critérios previstos no item 6.1.4 do MET-I-SEPLAB-09 Análise Qualitativa de Substâncias Ilícitas ou Controladas por CG-EM) e a avaliação dos espectros de massas deverão ser registradas na planilha PLN-I-SEPLAB-05 Manutenção e Verificação de Desempenho CG/EM.

7. AVALIAÇÃO DOS RESULTADOS

7.1.1 Os resultados das análises dos brancos devem ser avaliados e, caso apresentem qualquer inconsistência relevante como picos não esperados, a sequência de verificação de desempenho deve ser repetida.

7.1.2 Os resultados obtidos para a injeção da solução de verificação devem ser avaliados utilizando os parâmetros de auto integração do Data Analysis ou Mass Hunter *Qualitative Analysis*, e devem atender aos seguintes critérios de aceitação:

- No cromatograma, todos os cinco picos devem estar presentes;
- O formato dos picos deve apresentar simetria aceitável;
- Os tempos de retenção devem ser registrados, e devem ser avaliados nos critérios previstos no item 6.1.4 do MET-I-SEPLAB-09 Análise Qualitativa de Substâncias Ilícitas ou Controladas por CG-EM;;

- Os espectros de massas das substâncias cocaína e isocaproato de testosterona devem ser avaliados nos critérios previstos no item 6.2.4 do MET-I-SEPLAB-09 Análise Qualitativa de Substâncias Ilícitas ou Controladas por CG-EM.

7.1.3 Havendo alguma inconsistência, tais como picos não esperados ou valores não conformes, devem ser adotadas medidas e manutenção corretivas adequadas, e em seguida deve ser realizada uma nova avaliação de desempenho.

8. INSTALAÇÃO E VERIFICAÇÃO DESEMPENHO DE NOVA INSTRUMENTAÇÃO

8.1.1 A instalação de novos equipamentos de Cromatografia Gasosa acoplada à Espectrometria de Massas deve ser realizada por representante autorizado e seguindo as exigências do fabricante.

8.1.2 Antes da liberação do equipamento para uso, deve ser realizada verificação de desempenho conforme descrito no item 6 e avaliada como no item 7 deste documento.

9. REFERÊNCIAS

- Agilent 6890, 7890 e 8890 GC Instrument Manuals
- Agilent 5973, 5975 e 5977B Instrument Manuals

10. HISTÓRICO DE REVISÕES

Versão	Data	Descrição
00	13/05/2014	Emissão Inicial.
01	30/07/2014	Alteração do critério de aceitação das médias das áreas dos picos da solução de verificação de 20% para 35% no item 7.3.
02	30/10/2014	Inclusão do item 6.1.2 que trata do intervalo para realização de verificação de desempenho do equipamento em caso de uso intercalado do detector EM com outros detectores.
03	04/02/2015	Substituição do ácido benzoico por efedrina nos itens 2 e 7.3; alteração da composição da solução de verificação no item 6.2.
04	06/10/2015	Alteração da redação do item 7.2 e inclusão do item 7.3.
05	22/01/2016	Alteração da validade da solução de verificação no item 6.2.
06	04/05/2016	Alteração de parâmetro de integração no item 7.2.
07	02/12/2016	Alteração da redação do item 5.2.1; alteração do número de injeções da solução de verificação no item 6.4.2 e adequação do item 6.5.1; alteração do item 7 contemplando novos parâmetros para a avaliação da verificação de desempenho.
08	24/04/2019	Inclusão de novos equipamentos. Alteração na solução de verificação de desempenho (6.2) e em vários critérios da verificação de desempenho (6.3; 6.4; 6.5) e no item 7 de Avaliação de resultados.
09	08/07/2020	Inclusão do item 5.2.4, com a rotina diária de cuidado dos equipamentos. Alteração dos itens 6.5.5 e 7.1.2 explicitando os critérios de avaliação de tempo de retenção na verificação de desempenho.