

SISTEMA DE CROMATOGRAFIA GASOSA ACOPLADA A ESPECTROMETRIA DE MASSAS – 7000E



ESPECIFICAÇÃO TÉCNICA DO SISTEMA

Sistema de Cromatografia Gasosa acoplado a Espectrômetro de Massas tipo triploquadropolo (GC/MS/MS), para a realização de ensaios de compostos orgânicos em insumos vegetais . Contem um Espectrômetro de Massas tipo triplo quadrupolo (GC/MS/MS); um cromatógrafo gasoso com detector FID; amostrador automático para injeção de líquidos e Headspace ; um microcomputador tipo PC, um software de aquisição e análise de dados.

Cromatógrafo Gasoso - faixa de temperatura do forno do GC de 4°C acima da temperatura ambiente até 450°C e taxa de aquecimento não inferior a 120°C/min (entre 50 a 70°C) , permite a operação numa faixa de temperatura de - 80°C a 450°C e utilizar resfriamento criogênico com Nitrogênio líquido ou CO₂ ; o controle eletrônico de pressão do equipamento possui sensores de temperatura e pressão ambientes e devem ajustar-se automaticamente às mudanças de pressão e temperatura ambiente, inclusive durante os ensaios, proporcionando maior precisão de tempo de retenção. O forno tem capacidade de trabalhar no mínimo com 20 rampas/21 platôs e ainda permitir rampas negativas. Sistema 220-240V.

O GC permite uma configuração com pelo menos 2 injetores e 3 detectores, além do MS. Ajuste eletrônico das pressões com precisão de 0,001psi. Repetibilidade de tempo de retenção: < 0,008% ou < 0,0008min* Repetibilidade de área: < 0,5% RSD*

* injeção de 2ng na coluna de Tetradecano, injeção Splitless com Injetor Automático. Painel de touch screen com funções de todos os parâmetros de análise , métodos , diagnósticos de troubleshooting , manutenção e configurações. Painel com porta USB para colocar chip da coluna com todas as informações da coluna , como , temperaturas máxima e mínima de trabalho ,

identificação , e contagem de uso da coluna. Defletor para rápida troca de aquecimento do ar do forno do Cromatógrafo. O sistema permite funções inteligentes chamadas de Wake e Sleep que são operações para que o equipamento (tanto cromatógrafo e espectrômetro de massas) , seja programado para desligar e religar apenas com a programação do software. Na prática, o sistema abaixa as temperaturas dos compartimentos, desliga o fluxo do gás e volta a religar somente conforme a programação. Isso permite a economia de gás durante o período em que o sistema não está em operação e o operador não estava presente para desligar o equipamento. O cromatógrafo tem a capacidade de quando conectado a rede possibilitar acesso remoto do cromatógrafo com o recurso de visualizar todas as funções do touch screen (métodos , sequência , diagnóstico , troubleshooting) via navegador como Google Chrome , Adds e outros. **INJETOR Frontal e Traseiro** – O GC deverá ser equipado com 1 Injetor Capilar “Split/Splitless” e Inerte com controle eletrônico de pressão, com faixa de fluxo total de 0 a 1250mL/min e faixa de pressão de 0 a 100psi (com resolução de 0,001psi), permitindo trabalhos em altas pressões e altos fluxos de “split” compatíveis com aplicações de “Fast-GC”. Temperatura máxima de operação não inferior a 400 °C. O injetor split/splitless deverá possuir um sistema de fechamento rápido tipo aba giratória (“Turn-top”), que permita a troca rápida dos “liners” sem o uso de nenhuma ferramenta, maximizando a produtividade. O sistema INERTE do injetor deve ser devido ao processo de desativação para todo corpo de injetor permitindo eliminação de perda de componentes ou perda por contaminação /adsorção. O sistema de controle eletrônico de pressão do injetor “Split/Splitless” deverá permitir a operação nos modos de fluxo constante, pressão constante, rampa de pressão e rampa de fluxo, e deverá permitir injeções nos modos “split”, “splitless”, “split” pulsado e “splitless” pulsado. **Detector FID** - Ser equipado com 1 (um) Detector de Ionização de Chama (FID) com controle eletrônico pneumático de TODOS os gases (hidrogênio, ar sintético, e gás make-up), com as seguintes características mínimas: Frequência de aquisição de dados não inferior a 1000Hz, fundamental para aplicações de “Fast-GC” e GC x GC. Temperatura máxima de operação não inferior a 450°C. Deverá permitir a ignição automática da chama tanto a partir do touch screen do cromatógrafo quanto a partir da estação de trabalho. Limite de Detecção: < 1,2 pg carbono/sec (como Tridecano) Faixa Dinâmica Linear: > 10⁷ com “full autorange” permitindo que todos os picos cromatográficos possam ser QUANTIFICADOS dentro de toda a faixa de 10⁷ numa ÚNICA CORRIDA. Admite conexões de adaptadores para colunas de 1/8” ou 1/4” empacotadas .

DETECTOR DE MASSAS - Espectrômetro de Massas Triplo Quadrupolo (GC-MS-MS), com Ionização por Impacto de Elétrons (EI) .Especificação de Sensibilidade para Ionização por Impacto de Elétrons (EI) no modo MS/MS: O limite de detecção do Instrumento é igual ou menor que 4 fg de OFN para injeção de 8 replicatas sequenciais em splitless , injeção de 1 ul , 10 fg/ul OFN para transição MS/MS de m/z 272 para 222 , com 100 msec de dwell time. Garantida e comprovada na ocasião da instalação. Ou também para MRM (“Multiple Reaction Mode”) -1ul de 100 fg/ul de OFN (Octafluoronaftaleno) deve resultar numa relação Sinal/Ruído superior a 15.000:1, para a transição m/z 272 para m/z 222, empregando-se os parâmetros de “autotune” do instrumento. Sistema de vácuo composto de bomba mecânica isenta de óleo (“Rotary Vane Pump”)

e Bomba Turbomolecular refrigerada a ar de múltiplo estágio, podendo suportar fluxos na coluna de até 8ml/min. Estação de Trabalho que deverá permitir o controle e aquisição de dados do GC-MS-MS e de até 3 sinais de detectores “convencionais” (ex: FID, ECD, NPD, etc.), eventualmente instalados no mesmo GC. Controlador/Medidor de Alto Vácuo tipo "Ion Gauge" ou similar, com exibição do alto vácuo na tela do software de controle, para procedimentos de “troubleshooting”. Aquecimento da fonte de íons, INDEPENDENTE da linha de transferência e dos quadrupolos, na faixa de 150 a 350°C, permitindo a limpeza da fonte por “baking” além de otimização das condições de ionização. Fonte de íons construída de material metálico inerte maciço (não apenas revestida superficialmente de material inerte, que se desgasta após sucessivas limpezas da fonte com material abrasivo). Linha de transferência de interface do GC com o Espectrômetro com ajuste de temperatura de 100 a 350°C. Faixa de massas mínima de 10 a 1050 amu. Resolução de massas ajustável entre 0,7 e 2,5 Daltons em tune padrão e de 0,4 – 4,0 Daltons em tune customizado. Fonte de íons para EI com 2 filamentos, permitindo a continuidade de uso mesmo se um dos filamentos vier a queimar. Faixa dinâmica linear de no mínimo 6 ordens de magnitude para curvas de calibração. Velocidade máxima de "scan" até 20.000 amu/s. Velocidade das transições MRM (transições/segundo) > 800. Mínimo “Dwell Time” de MRM: 0,5 milisegundo. Estabilidade do eixo de massas: $\pm 0,1$ uma em 24 horas (temperatura entre 10 e 40°C). Fonte de ionização variável de 10 a 300 eV. Quadrupolos monolíticos, hiperbólicos, de quartzo e revestido em ouro, capazes de aquecimento de 106 a 200°C. Sistema com célula de colisão do tipo hexapolo, linear, com energia variável até 60 eV, e fluxo de nitrogênio/hélio de 1 a 2 ml/min.. Sistema com detector com eixo triplo, com eletromultiplicadora do tipo HED-EM que apresenta vida útil estendida, além da iris com rampa dinâmica. O sistema possui capacidade para trabalhar com os modos de MRM e SCAN simultaneamente. E o sistema tem que possibilitar o uso de dMRM (MRM dinâmico) que permite que os compostos sejam analisados pelo reconhecimento do tempo de retenção e vários compostos podem ser analisados simultaneamente, sem ter a necessidade de montar os parâmetros de reconhecimento por segmento de tempo, fazendo com que este sistema inteligente permite melhor tempo monitorando o composto específico, proporcionando maior sensibilidade.

Auto-Amostrador - Amostrador com capacidade para 16 amostras ou mais. Outras características do Auto-Amostrador: profundidade de amostragem da agulha é de -2 a 30 mm do padrão, ser capaz de lavar a seringa antes e depois da tomada da amostra. Isto pode ser feito com 2 separados solventes, A & B, e de 0 a 15 vezes cada solvente. Possui programação em função da viscosidade, Possui uma faixa de injeção de volumes de 10 nanolitros até 250 microlitros, dependendo do tamanho da seringa (10 nl com seringa de 1 ul, e 250 ul para seringa de 500 ul). Deve ser capaz de usar seringas de 1, 2, 5, 10, 25, 50 e 100 ul. Possui injeção programável de 2,5 a 1000 ul/seg. Poder usar injeção tipo “sandwich”, com até 3 camadas de um líquido adicional ou camadas de ar. Deve ser posicionado fora do Cromatógrafo para minimizar exposição ao calor do cromatógrafo.

Sistema de Introdução de amostras via “Headspace” - atendendo às seguintes especificações: Sistema com capacidade de 12 amostras ou mais. O Sistema deve permitir o uso vials lacrados ou com rosca de 22, 20 ou 10 ml. Nenhum adaptador deve ser requerido para usar vials de 10 ml. O

sistema deve permitir ajuste de agitação do vial nos modos alto , baixo ou sem agitação. Outras características :O headspace Possui a capacidade de “tempo de aquecimento constante” para cada amostra.Zonas de temperatura como seguem : Forno de incubação de 35°C até 210°C com 1°C de incremento ; Tempo de aquecimento de 1 -999 minutos em incrementos de 1 minuto ; Válvula/Loop de 35°C até 210°C e Linha de Transferência de 35 até 250°C. Tempo de injeção programável de 0 – 999 min com 0,001 de incrementos. O sistema deve permitir que durante uma corrida , outro vial possa ser aquecido e cumprir a função de Overlapping. O tempo de equilíbrio do vial deve ser de 0-999 min . O sistema Possui caminho desativado inerte que sai da agulha de amostragem até a linha de transferência.

Linha de transferência – Linha de transferência de 100 cm . Loop de amostra de 1 ml (padrão) e 3 ml (opcional). Loops em material de aço inox com silconert como superfície desativada. O sistema Possui um Controle On-board no painel do equipamento e funções de monitoramento total das funções de operação de parâmetros , estocagem de até 32 métodos e 9 sequências. O sistema deve apresentar purga automática dos caminhos de amostra e vent para cada análise. Checagem automática de vazamento em cada vial, a cada análise , antes da corrida.Ter sistema de modo de economia de gás , permitir trabalho de forma stand alone com outros cromatógrafos do mercado.Possibilidade de uso de colunas de 0,25 ; 0,32 ou 0,53 mm para linha de transferência de 1 m.Controle de pressão com incrementos de 0,001 psi ou controle de fluxo de 0,01 ml. Repetibilidade comprovada pela especificação de menor que 1,5% RSD. Permitir trabalhar em modo MHE ou MHC (respectivamente Extração múltipla de headspace ou Concentração múltipla de headspace). O sistema Possui a funcionalidade de fornecer o método do headspace completo , com pressões , tempos e todas as etapas definidas a partir do carregamento de dois parâmetros : solvente da matrix e componente menos volátil (Ponto de Ebulição). Voltagem 100 – 240 V , Potência 850VA.

Estação para Comando e operação do Equipamento - Computador com a seguinte configuração: monitor plano LCD 22”; Workstation para aquisição em ambiente Windows 11; inclui computador processador i5, Hard disk de no mínimo 1TB, Memória HP 16GB, placa de rede e de vídeo. Software de controle total de todo o sistema (inclusive amostrador) através de protocolos de rede local LAN; o software de controle, aquisição e processamento de dados deve ser totalmente compatível com ambiente Windows, que já deve ser fornecido como parte da Estação de Trabalho; o software de controle deve possuir rotinas automáticas incorporadas ao equipamento para detecção de vazamentos; rotinas automáticas para verificação de falhas em todos os circuitos eletrônicos, sensores e válvulas; Biblioteca de pesquisa NIST 2023 em software ambiente Windows ou na sua versão mais atualizada, bem como permitir o desenvolvimento e criação de bibliotecas pelo próprio usuário. As bibliotecas devem proporcionar em conjunto a identificação de espectros já Deconvoluídos, gerando relatórios Qualitativos e Quantitativos de forma automática. O software do sistema Possui mecanismos para qualificação e quantificação de compostos orgânicos, bem como confirmação através de sequências de MRM. O software Possui a capacidade de realizar travamentos de tempo de retenção , que faz parte do próprio menu de tarefas do software de aquisição dos dados. Este travamento permite que qualquer mudança de tempo de retenção ocasionada por corte de coluna ou outros , permita que o software faça a correção do tempo de retenção , voltando os tempos de retenção ao tempo original do método. Com isso não há necessidade de revalidação do método e nem de mudança dos tempos de retenção da tabela de calibração.

Software integrado ao software do GC-MS capaz de controlar toda operação do sistema do amostrador líquido.

Acessórios Complementares e Consumíveis - O sistema acompanha biblioteca com métodos customizados com tempo de retenção e uma biblioteca com base de dados para mais de 1160 componentes, contendo PCBs e Pesticidas. Sistema deve vir acompanhado de método, contendo em média 10 transições MRM para cada composto. As transições deverão ter a energia da célula de colisão, intensidades relativas entre as transições e a migração dos dados da biblioteca deverá ser facilmente transferida ao método de análise. O método deve vir inclusive com tempos de retenção programados para esses compostos e poder usar o sistema de travamento de tempo de retenção o qual possibilita fixação do tempo de retenção dos compostos mesmo que haja corte da coluna ou outras mudanças. Pode também conter conjunto de instalação contendo pelo menos os seguintes itens: líquido para detecção de vazamento, porcas e anilhas de vespel/grafite (pacote com 20 unidades), conectores (02 unidades), tubos de cobre (no mínimo 5m), ferramentas para corte de tubos de cobre, chaves para porcas e chaves Torx; coluna capilar: 5% difenil – 95% dimetilpolisiloxano, 30m x 0,25mm x 0,25 um, com baixo sangramento, específica para o detector de massa, tipo HP-5Q; coluna capilar: tipo wax UI, 30m x 0,25mm x 0,25 um, com baixo sangramento, específica para o detector de massa; coluna capilar: tipo FastFAME, 20m x 0,18 mm x 0,2 um, com baixo sangramento, específica para o detector de massa; 01 filamentos de alta temperatura para EI do MS; 10 anilhas em 85% Vespel / 15% grafite para colunas de 0,1 a 0,25 mm; liners UI tipo split, com lã de vidro; - 01 liners, splitless, desativado, o-ring para liners, septos de alta temperatura, frascos/vial de rosca claro e septo 2 ml, porca para injector, porca para detector, sensor de Hidrogênio, padrões de pesticidas

Aplicação – análises de produtos e Matérias-Primas para Desenvolvimento e Controle de Qualidade