

Índice

Título	Página
PeakSimple Windows	3 a 14

Atenção

Antes de operar seu equipamento, leia atentamente o conteúdo deste manual. A prática correta dos procedimentos de Instalação, operação e segurança são de responsabilidade do usuário.

1) **OBJETIVO**:

Este procedimento tem como objetivo orientar os usuários do software de aquisição de dados PKSimple, versão Windows.

2) DOCUMENTOS COMPLEMENTARES :

• Manual do Software

3) **PROCEDIMENTO:**

1. Ao abrir o programa, você irá visualizar a seguinte tela:



 primeiro passo é ajustar todos os parâmetros de configuração do software, de forma que se obtenha o melhor desempenho de análise, para isso clique em "Ëdit" e "Channels". Você visualizará a seguinte tela:

Manual de Operação - G-8000 - PeakSimple Windows

Channels	×
Channel 1: CHANNEL 1 Active ✓ Display ✓ Integrate ✓ Integrate ✓	Channel <u>4</u> : CHANNEL 4 Active Details Display Integration Integrate Postrun
Channel 2: CHANNEL 2	Channel 5: CHANNEL 5
Active Details Pressure Events Display Integration Components Postrun	Active Details Temperature Events Display Integration Components Postrun
Channel <u>3</u> : CHANNEL 3	Channel <u>6</u> : CHANNEL 6
Active Details Temperature Events	Active Details Temperature Events
Integrate Integration Components Postrun	Integrate Integration Components Postrun
<u></u> ОК	Cancel

- 3. Se o seu software possuir apenas um canal ative as opções "Active", "Display" e "Integrate", referente ao canal 1. Caso possua mais de um canal ative as opções referentes aos outros canais e clique em "OK".
- 4. Ainda na tela "Channels" clique sobre o botão "Details" e visualizará a tela abaixo:

Channel 1 detai	ls X	1
Description: CH	ANNEL 1 <u>E</u> nd time: 8,100 min	
<u>S</u> ample rate ● 1 Hz ○ 2 Hz ○ 5 Hz ○ 10 Hz ○ 20 Hz ○ 50 Hz	Default display limits Imebase Control by Max: 256,000 mV Imebase Temperature Min: -51,200 mV 3 Gradient Subtract baseline in channel: 1 Datalogger mode	
Relati <u>v</u> e ret Multi	□ Overlay data in channel: 1 □ Intertained solute time: 0,000 □ Absorbance mode (-1 for autoranging) □ OK Cancel	

- 5. No momento da instalação do software, um técnico estabelecerá os melhores valores para que seu equipamento adquira a melhor performance possível. Registre estas configurações e guarde em local de fácil acesso para futuras consultas.
- 6. Retornando a tela "Channels" clique no botão "Integration" e visualizará a tela abaixo:

Channel 1 integration		×
Peak detection sensitivity Peak: 5,00 % Base line: 60,00 %	 Spike channel None 1 2 3 4 5 6 	<u>Merge results</u> from channels: 1 2 3 4 5 6
Standard <u>w</u> eight: 1,000	Sa <u>m</u> ple weigl	ht: 1,000
ОК	Cancel	

7. Os valores de **"Peak"** e **"Base Line"** serão estabelecidos na instalação, bem como os outros parâmetros. No item **"Area Reject"** será estabelecido um valor inicial, mas você poderá altera-lo conforme a necessidade de sua análise

A Injeção do Padrão e a Elaboração de uma Tabela de Calibração

- 1. Após a injeção de um padrão ou amostra, você deve dar início a corrida acionando a tecla **"Espaço".** Caso queira encerrar a corrida tecle **"End".**
- 2. Caso seu software comporte mais de um canal verifique as teclas correspondentes para cada canal, acionando o comando "Acquisition" e "Timebase 2,3,4,5 ou 6".

inter F	Peak!	Sim	ple -	COM	11														
<u>F</u> ile	<u>E</u> dit	Ξ	iew [Acq	uisition	Help)												
	2	R	JN1	<u>F</u> S	<u>}</u> un } <u>t</u> op }top+P	ostrun	SpaceBa End Ctrl+End	r	2	3	4	5	6	風	81	82	83	84	
		256	,000		[imeba	se 2		►	E	<u> R</u> un			+						
]] F	[imeba [imeba Re-initia	se 3 se 4 alize		* *	9	ò <u>t</u> op Stop+	Post	run	/						
			A O O		·												1		

3. Após a injeção do padrão, você obterá um cromatograma conforme exemplo abaixo:



4. Com o cursor, Clique com o botão direito do mouse bem em cima do circulo apresentado na ponta dos picos. Em seguida selecione a opção "Add Component".



5. Logo em seguida, acima do pico, você poderá visualizar o tempo de retenção. Repita a mesma operação em todos os picos. Repare que surgirão traços acima ou sobre os picos. Estes traços limitam o tempo inicial e o tempo final do pico.



7. Agora você precisa identificar cada pico e dar os nomes dos componentes a quem eles se referem. Para isso, clique novamente com o botão direito do mouse em cima do circulo localizado na pinta do pico e clique em **"Edit Component".**

Component details	×
Peak <u>n</u> umber: 1	
Peak n <u>a</u> me: Acetona	
<u>S</u> tart: 2,68 <u>E</u> nd: 3,1	8 Expected: 0,00
Internal standard: 20 Un	its: ppm
Internal standard <u>p</u> eak: 0	<u>R</u> ef peak: 0
In case of <u>m</u> ultiple peaks Show each peak separately Show first peak only Show last peak only Show largest peak only Show total of all peaks	Measure peak Area Height
Multiplication <u>factor</u> : 0,000	Calculate area as time-slice
ОК	Cancel

- 8. Em "Peak number" determine o número de identificação do pico.(Ex: 1,2,3,4....)
- 9. Em "Peak name", digite o nome do componente. (Ex: Acetona, n-propanol....)
- 10. Em **"Start"**e **"End"** estarão pré estabelecidos os limites de tempo inicial e final, conforme citado anteriormente . Caso os picos do cromatograma sejam muito juntos pode haver a necessidade de pequenas alterações nesses tempos.

Ex: Se o pico 1 tem tempo inicial de 1,00 e final de 1,50 o tempo inicial do pico 2 deve ser no mínimo 1,51, pois pode haver sobreposição dos picos.

- 11.Em "Internal standard" digite a concentração do componente.
- 12. Em "Units", digite a unidade de concentração em que foi preparado o padrão. (Ex: ppm, mg/100mL,)
- 13. Após concluído todos os picos, você deverá ter um cromatograma como o exemplo abaixo:



Agora que todos os picos estão identificados e nomeados, temos que montar uma tabela de calibração para que os valores de área sejam relacionados com as quantidades injetadas.

14. Clique em **"View"** e **"Results**, onde você poderá visualizar todos os componentes, suas áreas e suas concentrações(External) com valor ZERO.

🙀 Results						×
Component	Retention	Area	Height	External	Units	
Component Acetona Metanol Etanol n-propanol iso-popanol iso-butanol Metanona Acetal Hexano Acetato de Etila Acetato de Etila Acetato de Butila Crotonaldeído Benzeno Tolueno Xileno Etileno Glicol Ciclo-propano Clorobenzeno	Retention 2,900 5,350 6,666 7,516 7,850 8,133 8,466 9,100 11,450 13,100 14,233 14,650 15,500 15,833 16,450 18,333 19,083	Area 2277,2000 22067,5970 4062,2400 4323,3140 15311,5705 10280,8010 8346,0500 3121,5770 17069,7525 164,4000 50,2000 5072,3240 1583,1135 1405,3200 2040,0125 218,8000 40979,8300 139856 9020	Height 247,930 1490,769 332,039 288,028 1149,466 1150,265 873,094 334,294 1487,512 8,733 2,873 309,348 93,360 85,859 110,906 10,049 1487,300 51,700	External 0,0000	Units ppm ppm ppm ppm ppm ppm ppm ppm ppm pp	
Channel: 1 Eecognized peaks only Undetected component also Con	Update / its Close	<u>Save</u>	a In	itegration		Eormat Copy

- 14. Selecione as opções "Recognized peaks only" e "Undetected components also".
- 15. Clique no botão "Calibrate all..." e em seguida "OK" para "Recalibration level" estipulado em 1.

🔀 Results					×
Component	Retention	Area	Height	External Units	
Acetona	2,900	2277,2000	247,930	0,0000 ppm	
Metanol	5,350	22067,5970	1490,769	0.0000 ppm	
Etanol	6,066	4062,2400	332,039	Recalibration level	×
n-propanol	6,666	4323,3140	288,028	Posk: p/s	
isopropanol	7,516	15311,5705	1149,466	Time: n/a	
iso-butanol	7,850	10280,8010	1150,265	Areas n/a	
Metanona	8,133	8346,0500	873,094	Alea, riza	
Acetal	8,466	3121,5770	334,294	• []	
Hexano	9,100	17069,7525	1487,512	0.2	
Acetato de Etila	11,450	164,4000	8,733	~ ∠	
Acetato de Butila	13,100	50,2000	2,873	03	
Crotonaldeído	14,233	5072,3240	309,348		
Benzeno	14,650	1583,1135	93,360	O 4	
Tolueno	15,500	1405,3200	85,859	0.5	
Xileno	15,833	2040,0125	110,906	00	
Etileno Glicol	16,450	218,8000	10,049	0.6	
Liclo-propano	18,333	40979,8300	1487,300	- ·	
Llorobenzeno	19,083	1282,8000	51,700	0.7	
		139656,9020			
Channel: 1	Undate	Save	- 1 1	ntegration Eorm	at
			<u>-</u>		
🔽 <u>R</u> ecognized peaks only	y	1			1
☑ Undetected componer	its		ate	Jalibrate <u>a</u> ll	<u>2</u>
also	1		1		
Cot	by results log	Clear results lo	sho <u>w</u> n	esults log Add to resul	ts log

16. Selecione o primeiro componente, clique em "Calibrate" e "OK" para "Recalibration level" estipulado em 1.

🙀 Results					×
Component Acetona Metanol Etanol n-propanol iso-butanol Metanona Acetal Hexano Acetato de Etila Acetato de Butila Crotonaldeído Benzeno Tolueno Xileno Etileno Glicol Ciclo-propano Clorobenzeno	Retention 2,900 5,350 6,066 7,516 7,850 8,133 8,466 9,100 11,450 13,100 14,233 14,650 15,500 15,833 16,450 18,333 19,083	Area 2277,2000 22067,5970 4062,2400 4323,3140 15311,5705 10280,8010 8346,0500 3121,5770 17069,7525 164,4000 50,2000 5072,3240 1583,1135 1405,3200 2040,0125 218,8000 40979,8300 1282,8000 139656,9020	Height 247,930 1490,769 332,039 289,028 1149,466 1150,265 873,094 334,294 1487,512 8,733 2,873 309,348 93,360 85,859 110,906 10,049 1487,300 51,700	External Units 0,0000 ppm 0,0000 opm Peak: Acetona Time: 2,900 Area: 2277,200 Image: 0.0000 0.000 Image: 0.2000 10,0000 Image: 0.200	
Channel: 1 <u>Recognized peaks only</u> <u>Undetected component</u> also <u>Cop</u>	Update Close ts close	<u>S</u> ave	s <u> </u> ite <u>C</u> g <u>Show</u> r	Integration Format Calibrate all Copy esults log Agd to results log	

Em seguida aparecerá a tela:



16. No campo **"Inject"** digite a concentração do padrão utilizado e no campo **"W"** digite 1 e poderá perceber a formação de uma curva de calibração deste componente.

17.Clique em **"Salvar"** e dê um nome ao arquivo desta curva, como no exemplo abaixo:

Save calibration	file	? ×
<u>S</u> alvariem:	🔁 PEAK2000 💽 🗧 🖆 📰 -	
Histórico Desktop Meus docume Meu computa	Image: Contract in the image: Contrac	
	Nome do arquivo: Acetona	Salvar
Meus locais d	Salvar como tipo: Calibration files(*.CAL)	Cancelar

18.Repita este passo para todos os componentes da tabela.

19. Após salvar todos os componentes, feche as janelas de "Calibration" e "Results" Clique em "Edit" "Chanels" e "Components".

Ch	annel	1 components					×
			CON				
	Peak	Name	SI	tart	End	Calibration	
	[1×	Acetona		2,680	3,180	Acetona.cal	-
	2×	Metanol		5,220	5,720	Metanol.cal	
	3×	Etanol		5,900	6,400	Etanol.cal	
	4*	n-propanol		6,400	6,900	Npropanol.cal	
	51	isopropanol		7,270	7,720	ISUpropanol.ca	
	5" 7×	Iso-butanoi 2-butanona		0.040	8,030 0,410	2. Putanoi, cal	
	l é×	2-butariona Acetal		8,040	8,680	2-butarioria.cai Acetal cal	
	l 9×	Hexano		8,920	9,420	Hexano cal	
	10×	Acetato de Eti		11.330	11.830	AcetEtila.cal	
	11×	Acetato de But		12,880	13,380	AcetButila.cal	
	12×	Crotonaldeído		14,100	14,600	Croto.cal	
	13×	Benzeno		14,610	14,950	Benzeno.cal	
	14×	Tolueno		15,300	15,800	Tolueno.cal	
	15*	Xileno		15,810	16,120	Xileno.cal	
	16*	Etileno Glicol		16,220	16,720	EtilGlicol.cal	_1
	17*	Liclo-propano		18,100	18,620	Liclopropano.c	<u> </u>
		6dd	Change		Bemove	Calibrate	
			<u>o</u> nange				
				_			
		Load	<u>S</u> ave		Cl <u>e</u> ar	<u>P</u> rint	
				04	-		
				UK			

20. Note que a coluna "Calibration" possui os nomes dos arquivos salvos, de cada componentes.

Clique em salvar e determine um nome específico para esta curva. Ex: Álcool, Contaminantes, Padrão 1, etc....

Save componen	t file				? ×
<u>S</u> alvar em:	C PEAK2000		•	+ 🗈 💣 🎟-	
Histórico Desktop Meus docume Meu computa	100 601 100 602 100 Alcool 100 GPCSTDS 100 QUEUE				
	<u>N</u> ome do arquivo:	CONTAMINANTES		•	Saļvar
Meus locais d	Salvar como <u>t</u> ipo:	Component files(*.CPT)		•	Cancelar

ANEXO

Abaixo, você encontrará as telas principais de configuração, em branco, para que possa preencher de acordo com as configurações iniciais de seu software.

Channel 1 integration		2	×
Peak detection sensitivity Peak: 8 Base line: 8 Area reject:	Spike channel None C 1 C 2 C 3 C 4 C 5	Merge results from channels: 2 3 4 5	
C 6 C 6 Standard weight: Sample weight: OK Cancel			