

Waters™

# Alliance iS HPLC Systems Guia do usuário

# Índice

---

<b>1</b>	<b>Informações gerais</b>	<b>7</b>
1.1	Aviso de copyright	7
1.2	Sobre a documentação dos Alliance iS Systems	7
1.2.1	Pesquisa de informações	7
1.3	Marcas comerciais	8
1.4	Considerações sobre segurança	8
1.4.1	Aviso de símbolo de risco à segurança	8
1.4.2	Aviso de segurança de energia elétrica	8
1.4.3	Aviso de uso incorreto do equipamento	9
1.4.4	Avisos de segurança	9
1.5	Operação do dispositivo	9
1.5.1	Símbolos aplicáveis	9
1.5.2	Público-alvo e finalidade	11
1.5.3	Finalidade de uso do sistema	11
1.5.4	Informações sobre o Alliance iS Bio HPLC System	11
1.5.5	Calibração	12
1.5.6	Controle de qualidade	12
1.6	Considerações de EMC	12
1.6.1	Aviso de emissões de radiação da FCC	12
1.6.2	Aspectos de comunicações de campo próximo (NFC)/RFID	12
1.6.3	Classificação ISM: Grupo ISM 1 Classe A	12
1.6.4	Aviso de gerenciamento de espectro de emissões do Canadá	13
1.6.5	Outras considerações de CEM específicas por país	13
1.7	Recursos adicionais	14
1.8	Contato com a Waters	15
1.9	Comentários dos clientes	16
<b>2</b>	<b>Avisos de segurança</b>	<b>17</b>
2.1	Símbolos de advertência	17
2.2	Avisos	18
2.3	Símbolo de frasco proibido	18

2.4	Proteção necessária.....	19
2.5	Advertências que se aplicam a todos os equipamentos e dispositivos da Waters.....	19
2.6	Símbolos elétricos.....	23
2.7	Símbolos de manuseio.....	24
<b>3</b>	<b>Visão geral do sistema.....</b>	<b>25</b>
3.1	Recursos do sistema.....	25
3.1.1	Injetor de fluxo através de agulha.....	26
3.2	Componentes do sistema.....	26
3.2.1	Recursos do TUV Detector.....	28
3.2.2	Recursos do PDA Detector.....	35
3.2.3	Recursos do gerenciador de amostras.....	45
3.2.4	Recursos da bomba.....	50
3.2.5	Recursos do aquecedor/resfriador de coluna.....	51
3.2.6	Recursos da tela de toque.....	53
3.2.7	Recursos do Empower.....	58
<b>4</b>	<b>Preparação do sistema.....</b>	<b>60</b>
4.1	Inicialização do sistema.....	60
4.2	Desligamento do sistema.....	61
4.3	Conector de sinal de E/S.....	61
4.4	Instalação da coluna.....	62
4.5	Abertura do console a partir do software Empower.....	63
4.6	Escorva do sistema.....	64
4.6.1	Escorva do sistema de lavagem de vedação.....	65
4.6.2	Escorva da bomba.....	67
4.6.3	Escorva do gerenciador de amostras.....	69
4.7	Escolha de loops de extensão.....	69
4.8	Instalação e substituição de loops de extensão.....	70
4.8.1	Instalação de um loop de extensão em um sistema de uma válvula.....	70
4.9	Modificação dos parâmetros de configuração da agulha e do loop de extensão.....	72
4.10	Escolha do ajuste de posicionamento da agulha.....	73

4.11 Criação de um novo tipo de placa.....	74
4.11.1 Criação de um novo tipo de placa utilizando um tipo de placa existente como modelo.....	74
4.12 Configurações avançadas.....	74
4.12.1 Seleção de uma taxa de aspiração para a seringa de amostras.....	74
4.12.2 Recuperação máxima da amostra das ampolas.....	74
4.13 Separação do descarte de condensado do descarte de LC.....	75
<b>5 Gerenciamento de método.....</b>	<b>81</b>
5.1 Transferência de métodos.....	81
5.2 Medição do volume de espera.....	81
<b>6 Análise da rotina diária.....</b>	<b>82</b>
6.1 Login e logout do Alliance iS HPLC System.....	82
6.2 Inicialização do hardware e do software.....	82
6.3 Configuração de solventes.....	83
6.4 Instalação ou substituição da coluna.....	85
6.5 Equilíbrio do Alliance iS HPLC System.....	85
6.6 Preparação e carregamento de amostras.....	85
6.7 Verificação do status e da integridade do sistema.....	89
6.7.1 Verificações da aquisição de dados.....	89
6.7.2 Monitoramento pela tela de toque.....	90
6.7.3 Monitoramento no painel de controle do Empower.....	90
6.7.4 Monitoramento a partir do console do Alliance iS HPLC System.....	91
6.7.5 Aquisição de dados.....	91
6.8 Revisão dos resultados.....	91
6.9 Impressão do relatório.....	92
6.10 Preparação para desligar o Alliance iS HPLC System.....	92
6.10.1 Desligamento por menos de 24 horas.....	92
6.10.2 Desligamento por mais de 24 horas.....	93
<b>7 Otimização do desempenho.....</b>	<b>94</b>

7.1 Diretrizes gerais.....	94
7.1.1 Excedente.....	95
7.2 Prevenção de vazamentos.....	96
7.2.1 Recomendações de instalação para conexões.....	96
7.3 Configuração de um método.....	104
7.4 Considerações sobre a câmara de amostra.....	105
7.5 Observação das recomendações para placas e ampolas.....	105
7.6 Tempo de ciclo entre injeções.....	106
7.7 Maximização da vida útil da coluna de LC.....	106
<b>8 Manutenção.....</b>	<b>107</b>
8.1 Visualização de informações do Alliance iS HPLC System.....	107
8.2 Segurança e manuseio.....	107
8.3 Configuração de advertências de manutenção.....	107
8.4 Encomenda de peças de reposição.....	108
8.5 Limpeza do exterior do equipamento.....	108
8.6 Substituição dos filtros do frasco de solvente.....	108
8.7 Procedimentos de manutenção da bomba.....	109
8.7.1 Programa de manutenção da bomba.....	110
8.7.2 Manutenção do filtro de ar do compartimento da bomba.....	110
8.7.3 Substituição do sensor de vazamento da bomba.....	111
8.7.4 Substituição do misturador da bomba.....	114
8.7.5 Substituição do cartucho do filtro em linha na válvula de retenção primária.....	116
8.7.6 Substituição da válvula de retenção do acumulador.....	122
8.8 Procedimentos de manutenção do gerenciador de amostras.....	126
8.8.1 Programa de manutenção do gerenciador de amostras.....	126
8.8.2 Substituição do sensor de vazamento do gerenciador de amostras.....	126
8.8.3 Calibração do eixo Z da agulha.....	129
8.8.4 Substituição da vedação da agulha e da tubulação da porta de vedação.....	129
8.8.5 Substituição da agulha de amostra.....	142
8.9 Procedimentos de manutenção do detector.....	154
8.9.1 Substituição do sensor de vazamento do detector.....	154
8.9.2 Substituição da célula de fluxo do TUV Detector.....	157

8.9.3 Substituição da célula de fluxo do PDA Detector.....	160
8.9.4 Substituição da lâmpada do TUV Detector.....	163
8.9.5 Substituição da lâmpada do PDA Detector.....	166
8.10 Procedimentos de manutenção do aquecedor de coluna.....	169
8.10.1 Programa de manutenção do aquecedor de coluna.....	169
8.10.2 Substituição da coluna.....	170
8.10.3 Substituição do sensor de vazamento do aquecedor de coluna.....	173
<b>9 Protocolos de descarte.....</b>	<b>176</b>
9.1 Descrição dos materiais constituintes.....	176
9.2 Descarte de componentes do sistema.....	176
<b>10 Considerações sobre solventes.....</b>	<b>177</b>
10.1 Prevenção contra contaminação.....	177
10.2 Qualidade do solvente.....	177
10.2.1 Solventes limpos.....	178
10.2.2 Solventes tamponados.....	178
10.2.3 Água.....	178
10.3 Preparo do solvente.....	179
10.4 Recomendações de solventes.....	179
10.4.1 Diretrizes gerais de solventes.....	179
10.4.2 Diretrizes para solvente de lavagem.....	186
10.5 Propriedades de solventes comuns.....	187
10.6 Miscibilidade dos solventes.....	189
10.6.1 Utilização de números de miscibilidade.....	190
10.7 Estabilizadores de solventes.....	191
10.8 Viscosidade dos solventes.....	191
10.9 Seleção de comprimento de onda.....	191
10.9.1 Cortes de comprimento de onda para solventes comuns.....	191
10.9.2 Cortes de comprimento de onda para fases móveis mistas.....	192
<b>11 Especificações.....</b>	<b>197</b>

# 1 Informações gerais

## 1.1 Aviso de copyright

---

© 2024 WATERS CORPORATION. ESTE DOCUMENTO OU PARTES DELE NÃO PODEM SER REPRODUZIDOS EM NENHUMA FORMA SEM A PERMISSÃO POR ESCRITO DO EDITOR.

As informações neste documento estão sujeitas a alterações sem aviso prévio e não devem ser interpretadas como um compromisso por parte da Waters Corporation. A Waters Corporation não assume nenhuma responsabilidade por quaisquer erros que possam constar neste documento. O conteúdo apresentado neste documento foi considerado completo e preciso no momento da publicação. Em nenhuma circunstância, a Waters Corporation será responsável por danos incidentais ou resultantes, em conexão ou oriundos de seu uso. Para consultar a revisão mais recente deste documento, consulte o site da Waters ([www.waters.com](http://www.waters.com)).

## 1.2 Sobre a documentação dos Alliance iS Systems

---

Os Alliance iS HPLC Systems têm uma extensa documentação on-line. É possível acessar a documentação procurando no site [www.waters.com](http://www.waters.com) ou clicando no botão Help (Ajuda) na tela de toque do sistema.

Na Waters Help Center (Central de ajuda da Waters, [https://help.waters.com/help/pt\\_br.html](https://help.waters.com/help/pt_br.html)), é possível pesquisar no conteúdo termos ou frases ou clicar em **I need help with a product** (Preciso de ajuda com um produto) para acessar a página Product Support (Suporte ao produto, [https://help.waters.com/help/pt\\_br/product-support.html](https://help.waters.com/help/pt_br/product-support.html)). Nessa página, é possível pesquisar conteúdo ou clicar em **Alliance iS HPLC System** para acessar a página Alliance iS HPLC System Support (Suporte do Alliance iS HPLC System) ([https://help.waters.com/help/pt\\_br/product-support/alliance-is-system-support.html](https://help.waters.com/help/pt_br/product-support/alliance-is-system-support.html)). Nessa página, é possível pesquisar conteúdo ou abrir um documento específico.

**Nota:** O Empower CDS tem documentação on-line que inclui guias de usuário e a Ajuda acessada na interface de usuário.

### 1.2.1 Pesquisa de informações

Uma caixa de pesquisa aparece na parte superior das páginas na Waters Help Center (Central de Ajuda da Waters), incluindo a página Alliance iS System Support (Suporte do Alliance iS System, [https://help.waters.com/help/pt\\_br/product-support/alliance-is-system-support.html](https://help.waters.com/help/pt_br/product-support/alliance-is-system-support.html)). Usando essa caixa, é possível encontrar as informações específicas necessárias realizando pesquisas de complexidade variada.

Existem dois tipos de termos de pesquisa de texto sem formatação: palavras únicas e expressões. As expressões precisam ser colocadas entre aspas, como em "aquisição de dados".

O operador booleano AND está implícito. A função de pesquisa procura por títulos de tópico e palavras-chave específicas.

Se a pesquisa não produzir resultados ou os resultados não fornecerem as informações procuradas, tente pesquisar por termos diferentes ou remover as aspas das expressões.

Se houver resultados demais, tente usar os operadores booleanos OR ou NOT excludentes.

## 1.3 Marcas comerciais

---

Alliance™ é uma marca comercial da Waters Corporation.

eConnect™ é uma marca comercial da Waters Corporation.

Empower™ é uma marca comercial da Waters Corporation.

MaxPeak™ é uma marca comercial da Waters Corporation.

MP35N® é uma marca registrada da SPS Technologies Inc.

TaperSlit™ é uma marca comercial da Waters Corporation.

Waters™ é uma marca comercial da Waters Corporation.

Waters Quality Parts™ é uma marca comercial da Waters Corporation.

Todas as outras marcas comerciais são de propriedade de seus respectivos proprietários.

## 1.4 Considerações sobre segurança

---

Alguns reagentes e amostras utilizados com os equipamentos e dispositivos da Waters podem apresentar riscos químicos, biológicos ou radiológicos (ou qualquer combinação desses riscos). É necessário conhecer os possíveis efeitos de riscos de todas as substâncias com as quais se trabalha. Siga sempre as Boas Práticas de Laboratório e consulte os procedimentos operacionais padrão de sua empresa, bem como os requisitos locais de segurança.

### 1.4.1 Aviso de símbolo de risco à segurança



O símbolo  indica um risco potencial. Consulte a documentação para obter informações importantes sobre o risco e as medidas apropriadas para prevenir e controlar o risco.

### 1.4.2 Aviso de segurança de energia elétrica

Não posicione o dispositivo de modo que dificulte a desconexão do cabo de alimentação.

### 1.4.3 Aviso de uso incorreto do equipamento

Se o equipamento for usado de uma forma não especificada pelo fabricante, a proteção proporcionada pelo equipamento poderá ser prejudicada.

### 1.4.4 Avisos de segurança

Consulte o apêndice "Avisos de segurança" nesta publicação para uma lista abrangente de advertências.

## 1.5 Operação do dispositivo

Ao operar este dispositivo, siga os procedimentos de QC (quality control, controle de qualidade) padrão e as diretrizes apresentadas nesta seção.

### 1.5.1 Símbolos aplicáveis

Os símbolos a seguir podem estar presentes no dispositivo, no sistema ou na embalagem.

Símbolo	Definição
	Fabricante
	Data de fabricação
	Confirma que um produto fabricado está em conformidade com todas as diretivas aplicáveis da Comunidade Europeia.
	A marcação UK Conformity Assessed confirma que um produto fabricado está em conformidade com os requisitos aplicáveis para produtos vendidos na Grã-Bretanha
	Conformidade com os requisitos de EMC da Austrália
	Confirma que um produto fabricado está em conformidade com todos os requisitos de segurança aplicáveis dos Estados Unidos e do Canadá

Símbolo	Definição
	<p>Confirma que um produto fabricado está em conformidade com todos os requisitos de segurança aplicáveis dos Estados Unidos e do Canadá</p>
	<p>Período de uso ecologicamente correto (RoHS da China): indica o número de anos desde a data de fabricação até o possível descarte ou degradação do produto, ou de seus componentes internos, no meio ambiente</p>
	<p>O ACT (Accountability, Consistency, and Transparency, Responsabilidade, consistência e transparência) é um rótulo de fator de impacto ambiental que fornece uma verificação realizada por terceiros dos impactos sustentáveis de um produto de laboratório da área de ciências da vida, suas operações e seu fim de vida útil.</p>
	<p>Consulte as instruções de uso</p>
	<p>Corrente alternada</p>
	<p>Os equipamentos elétricos e eletrônicos com este símbolo podem conter substâncias perigosas e não devem ser descartados como resíduos comuns</p> <p>Para obter informações sobre o descarte correto e as instruções de reciclagem em conformidade com a legislação para Resíduos de equipamentos elétricos e eletrônicos, entre em contato com a Waters Corporation.</p>
	<p>Apenas para uso interno</p>
	<p>Não empurre</p>
	<p>Não conecte a um sistema LC</p>

Símbolo	Definição
	Indica a carga máxima que pode ser colocada naquele item (por exemplo, 10 kg)
	Indica que a peça pode ser limpa em um banho ultrassônico
	Número de série
	Número de peça, número do catálogo

## 1.5.2 Público-alvo e finalidade

Este guia destina-se a ser utilizado apenas por pessoal de laboratório profissionalmente treinado e qualificado que opera e faz a manutenção dos produtos da Waters.

## 1.5.3 Finalidade de uso do sistema

Os Alliance iS HPLC Systems realizam cromatografia líquida para separar, identificar e quantificar componentes de uma mistura de líquidos. Eles comportam tamanhos de partícula de coluna de até 2,7 µm e pressões de até 12000 psi para análises de rotina no laboratório. O Alliance iS HPLC System é fornecido por padrão com detecção de absorvância UV na forma de um TUV ou PDA Detector.

**Nota:** O Alliance iS Column Heater Cooler (CHC) é um dispositivo com alimentação CA que aloja a coluna do sistema de fluidos usada para realizar separações por HPLC (Cromatografia líquida de alta pressão, High Pressure Liquid Chromatography) para os Alliance iS HPLC Systems. A unidade do CHC pode fornecer temperatura à coluna de 4 °C a 90 °C. Se a coluna de LC for equipada com uma etiqueta NFC passiva (13,56 MHz), ela será lida quando a porta frontal do CHC for fechada. Os circuitos da antena normalmente não estão ativos até o evento de serviço de fechamento de porta. Os dados da etiqueta são armazenados no sistema.

## 1.5.4 Informações sobre o Alliance iS Bio HPLC System

O Alliance iS Bio HPLC System é uma solução de HPLC bioinerte projetada para lidar com os desafios específicos enfrentados pelos laboratórios de controle de qualidade que executam aplicações biofarmacêuticas. O caminho do fluxo do sistema foi projetado com materiais de construção biocompatíveis e com a tecnologia de superfícies de alto desempenho (HPS, High Performance Surfaces) Waters MaxPeak.

### 1.5.5 Calibração

Para calibrar sistemas LC, siga métodos de calibração aceitáveis utilizando, no mínimo, cinco padrões para gerar uma curva padrão. O intervalo de concentração para padrões deve incluir todo o intervalo de amostras de CQ, espécimes típicos e espécimes atípicos.

### 1.5.6 Controle de qualidade

Regularmente, execute três amostras de CQ que representem níveis subnormal, normal e acima do normal de um composto. Se as bandejas de amostra forem iguais ou muito semelhantes, varie a localização das amostras de CQ nas bandejas. Certifique-se de que os resultados das amostras de CQ estejam dentro de um intervalo aceitável e avalie a precisão de um dia para o outro, assim como de uma execução para outra. Os dados coletados quando as amostras de CQ estiverem fora do intervalo podem não ser válidos. Não relate esses dados até ter certeza de que o equipamento tem desempenho satisfatório.

## 1.6 Considerações de EMC

---

### 1.6.1 Aviso de emissões de radiação da FCC

As alterações ou modificações que não tenham sido expressamente aprovadas pela parte responsável pela conformidade poderão anular a autoridade dos usuários para operar o equipamento. Este dispositivo está em conformidade com a Parte 15 das Regras FCC. A operação está sujeita a estas duas condições: (1) este dispositivo não pode causar interferência perigosa e (2) este dispositivo deve aceitar qualquer interferência recebida, inclusive interferência que possa ocasionar uma operação indesejada.

### 1.6.2 Aspectos de comunicações de campo próximo (NFC)/RFID

O Alliance iS Column Heater Cooler (CHC) é utilizado com os Alliance iS HPLC Systems. O CHC pode ser equipado com a tecnologia NFC/RFID. As aprovações nacionais associadas a esse recurso de RF estão associadas apenas ao CHC e não a outras seções do sistema ou ao sistema em sua totalidade. O leitor NFC/RFID de 13,56 MHz está localizado na porta do CHC. Ele executa um ciclo de leitura quando a porta é fechada. A duração do ciclo de leitura é inferior a um segundo. Ele fica inativo até o próximo evento de abertura/fechamento da porta. A potência é inferior a 2 W.

### 1.6.3 Classificação ISM: Grupo ISM 1 Classe A

Esta classificação foi atribuída de acordo com os requisitos de equipamentos industriais, científicos e médicos (ISM, Industrial Scientific and Medical) da norma CISPR 11.

Os produtos do Grupo 1 aplicam-se à energia de radiofrequência intencionalmente gerada e/ou utilizada, associada condutivamente, que é necessária para o funcionamento interno do equipamento.

Os produtos de Classe A são adequados para uso em todos os estabelecimentos que não sejam locais residenciais e aqueles conectados diretamente a uma rede de fonte de alimentação de baixa tensão, abastecendo um prédio para fins domésticos.

Pode haver dificuldades para garantir a compatibilidade eletromagnética em outros ambientes, devido a distúrbios de condução e radiação.

Este equipamento está em conformidade com os requisitos de emissão e imunidade descritos nas partes relevantes da IEC/EN 61326: Equipamento elétrico para medição, controle e uso em laboratório — Requisitos EMC.

#### 1.6.4 Aviso de gerenciamento de espectro de emissões do Canadá

Este instrumento digital da classe A está em conformidade com a norma ICES-001 canadense.

Cet appareil numérique de la classe A est conforme à la norme NMB-001.

#### 1.6.5 Outras considerações de CEM específicas por país

As considerações específicas por país a seguir se aplicam ao uso do Alliance iS Column Heater Cooler (CHC).

Brasil	Este equipamento não tem direito à proteção contra interferência prejudicial e não pode causar interferência em sistemas devidamente autorizados. Para obter mais informações, consulte o site da ANATEL – <a href="http://www.anatel.gov.br">www.anatel.gov.br</a>
Coreia	
Taiwan	取得審驗證明之低功率射頻器材，非經核准，公司、商號或使用者均不得擅自變更頻率、加大功率或變更原設計之特性及功能。低功率射頻器材之使用不得影響飛航安全及干擾合法通信；經發現有干擾現象時，應立即停用，並改善至無干擾時方得繼續使用。前述合法通信，指依電信管理法規定作業之無線電通信。低功率射頻器材須忍受合法通信或工業、科學及醫療用電波輻射性電機設備之干擾。

Tailândia	<div style="text-align: center;">  <p>เครื่องวิทยุคมนาคมนี้ ได้รับยกเว้น ไม่ต้องได้ รับใบอนุญาตให้มี ใช้ซึ่งเครื่องวิทยุคมนาคม หรือตั้งสถานีวิทยุคมนาคมตามประกาศ กสทช. เรื่อง เครื่องวิทยุคมนาคม และสถานีวิทยุ คมนาคมที่ได้รับยกเว้นไม่ต้องได้รับใบอนุญาต วิทยุคมนาคมตามพระราชบัญญัติวิทยุคมนาคม พ.ศ. 2498</p>  <div style="display: inline-block; vertical-align: middle;"> <p><b>กสทช.</b>   โทรคมนาคม</p> <p>กำกับดูแลเพื่อประชาชน</p> <p>Call Center 1200 (InSW)</p> </div> </div> <p>เครื่องโทรคมนาคมและอุปกรณ์นี้มีความสอดคล้องตามมาตรฐานหรือข้อกำหนดทางเทคนิคของ กสทช.</p>
-----------	---

## 1.7 Recursos adicionais

A Waters fornece os seguintes recursos adicionais para garantir o êxito contínuo com nossos produtos.

**Base de conhecimento:** Obtenha respostas rápidas para suas perguntas sobre solução de problemas. Acesse artigos de suporte sobre equipamentos, informática e química da Waters.

**Cursos de e-learning:** Aprenda a qualquer hora, em qualquer lugar e em seu próprio ritmo com cursos de e-learning.

**Instrução do cliente:** A equipe de Serviços Educacionais da Waters é a principal organização de treinamento que capacita cientistas a maximizar suas habilidades em UPLC, HPLC, LC-MS e gerenciamento de dados.

**Notas de aplicação:** Veja nossa biblioteca digital on-line de notas de aplicação para tecnologias analíticas avançadas, incluindo cromatografia, espectrometria de massas, colunas e preparação de amostras, além de software de gerenciamento de dados, demonstrando benefícios científicos e operacionais impactantes.

**Biblioteca de vídeos de instruções:** Veja ou faça download dos vídeos com instruções de produtos mais recentes.

**Localizador gráfico de peças:** Identifique e compre peças com um navegador gráfico interativo. Acesse procedimentos de manutenção e documentos de referência.

**Ferramentas e recursos de seleção de produtos:** Um conjunto de assistentes que ajudam a escolher os consumíveis certos para atender a requisitos de separação específicos, incluindo ampolas, placas, filtros, gráficos de seletividade de colunas e muito mais.

## 1.8 Contato com a Waters

---

Entre em contato com a Waters se tiver perguntas técnicas relativas à utilização, ao transporte, à remoção ou ao descarte de qualquer produto da Waters. Entre em contato conosco pela Internet, por telefone, por fax ou por correio convencional.

Método de contato	Informações
<a href="http://www.waters.com">www.waters.com</a>	O site da Waters contém informações de contato das unidades da Waters em todo o mundo.
iRequest	iRequest é um formulário de serviço seguro na Web que permite solicitar suporte e serviço para equipamentos e software da Waters ou agendar uma atividade de serviço planejada. Esses tipos de suporte e serviço podem ser incluídos como parte do seu plano de manutenção ou de suporte. O serviço solicitado poderá ser cobrado se não houver cobertura de plano adequada para o produto. <b>Nota:</b> Em áreas gerenciadas por distribuidores autorizados, o iRequest pode não estar disponível. Entre em contato com seu distribuidor local para obter mais informações.
Informações de contato do escritório local	Para localidades em todo o mundo, informações de telefone, fax e correio convencional estão disponíveis no site <a href="#">Escritórios locais</a> .
Informações de contato da empresa	Waters Corporation 34 Maple Street Milford, MA 01757 USA Dos EUA ou do Canadá, ligue para 800-252-4752.

## 1.9 Comentários dos clientes

---

Analizamos com seriedade cada comentário recebido de nossos clientes. Agradecemos se puder nos ajudar a entender melhor o que é esperado da nossa documentação, permitindo, dessa forma, que melhoremos constantemente sua acurácia e utilidade. Para relatar quaisquer erros encontrados neste documento ou para sugerir ideias para melhorá-lo, entre em contato conosco pelo e-mail [tech\\_comm@waters.com](mailto:tech_comm@waters.com).

## 2 Avisos de segurança

As seções a seguir apresentam os avisos de segurança para o Alliance iS HPLC System.

### 2.1 Símbolos de advertência

---

Os símbolos de advertência alertam sobre risco de morte, ferimento ou reações fisiológicas adversas graves associados ao uso inadequado de um equipamento ou dispositivo. Preste atenção a todas as advertências ao instalar, reparar ou operar qualquer equipamento ou dispositivo da Waters. A Waters não aceita nenhuma responsabilidade em caso de lesão ou danos materiais resultantes da não observância de qualquer medida de segurança ao instalar, reparar ou operar qualquer equipamento ou dispositivo.

Os símbolos a seguir alertam sobre riscos que podem surgir durante a operação ou manutenção de um equipamento ou dispositivo ou de um componente de um equipamento ou dispositivo Waters. Quando um desses símbolos aparece nas seções narrativas ou procedimentos de um manual, um texto descritivo identifica o risco aplicável e explica como evitá-lo.



**Advertência:** (Risco geral de perigo. Quando este símbolo aparecer em um equipamento, consulte a documentação do usuário do equipamento para obter informações de segurança importantes antes de usá-lo.)



**Advertência:** (Risco de queimadura por contato com superfícies quentes.)



**Advertência:** (Risco de choque elétrico.)



**Advertência:** (Risco de incêndio.)



**Advertência:** (Risco de ferimento por perfuração causado por uma extremidade afiada.)



**Advertência:** (Risco de lesão por esmagamento da mão.)



**Advertência:** (Risco de ferimento causado por maquinário em movimento.)



**Advertência:** (Risco de exposição à radiação ultravioleta.)



**Advertência:** (Risco de contato com substâncias corrosivas.)



**Advertência:** (Risco de exposição a substâncias tóxicas.)



**Advertência:** (Risco de exposição pessoal à radiação laser.)



**Advertência:** (Risco de exposição a agentes biológicos que podem representar uma ameaça grave à saúde.)



**Advertência:** (Risco de tombamento.)



**Advertência:** (Risco de explosão.)



**Advertência:** (Risco de liberação de gás sob alta pressão.)

## 2.2 Avisos

---

As advertências aparecem onde um equipamento, dispositivo ou componente possa ser sujeito a uso ou uso incorreto que possa danificá-lo ou comprometer a integridade de uma amostra. O símbolo de ponto de exclamação e a declaração associada alertam o usuário sobre esse risco.



**Aviso:** Para evitar danos à superfície externa do equipamento ou dispositivo, não limpe com produtos abrasivos ou solventes.

## 2.3 Símbolo de frasco proibido

---

O símbolo de frascos proibidos alerta sobre o risco de danos ao equipamento causados por derramamentos de solventes.



**Proibido:** Para evitar danos causados por solvente derramado, não coloque frascos do reservatório diretamente em cima de um equipamento ou dispositivo ou na beirada da frente. Em vez disso, coloque os frascos na bandeja de frascos, que serve como recipiente secundário em caso de derramamentos.

## 2.4 Proteção necessária

---

Os símbolos Use Proteção para os Olhos e Use Óculos de Proteção alertam para a necessidade de equipamento de proteção pessoal. Selecione o equipamento de proteção adequado de acordo com os procedimentos operacionais padrão da sua organização.



**Requisito:** Use proteção para os olhos ao realizar este procedimento.



**Requisito:** Use luvas limpas, resistentes a produtos químicos e sem talco ao realizar este procedimento.

## 2.5 Advertências que se aplicam a todos os equipamentos e dispositivos da Waters

---

Ao operar este dispositivo, siga os procedimentos padrão de controle de qualidade e as diretrizes do equipamento apresentadas nesta seção.



**Advertência:** As alterações ou as modificações feitas nesta unidade que não tenham sido expressamente aprovadas pela parte responsável pela conformidade podem revogar a autoridade do usuário para operar o equipamento.



**Avertissement :** Toute modification sur cette unité n'ayant pas été expressément approuvée par l'autorité responsable de la conformité à la réglementation peut annuler le droit de l'utilisateur à exploiter l'équipement.



**Warnung:** Jedwede Änderungen oder Modifikationen an dem Gerät ohne die ausdrückliche Genehmigung der für die ordnungsgemäße Funktionstüchtigkeit verantwortlichen Personen kann zum Entzug der Bedienungsbezugnis des Systems führen.



**Avvertenza:** Qualsiasi modifica o alterazione apportata a questa unità e non espressamente autorizzata dai responsabili per la conformità fa decadere il diritto all'utilizzo dell'apparecchiatura da parte dell'utente.



**Advertencia:** Cualquier cambio o modificación efectuado en esta unidad que no haya sido expresamente aprobado por la parte responsable del cumplimiento puede anular la autorización del usuario para utilizar el equipo.



**警告：** 未经有关法规认证部门明确允许对本设备进行的改变或改装，可能会使使用者丧失操作该设备的合法性。



**警告：** 未經有關法規認證部門允許對本設備進行的改變或修改，可能會使使用者喪失操作該設備的權利。



**경고:** 규정 준수를 책임지는 당사자의 명백한 승인 없이 이 장치를 개조 또는 변경할 경우, 이 장치를 운용할 수 있는 사용자 권한의 효력을 상실할 수 있습니다.



**警告:** 規制機関から明確な承認を受けずに本装置の変更や改造を行うと、本装置のユーザーとしての承認が無効になる可能性があります。



**Advertência:** Tenha cuidado ao trabalhar com tubulação de polímeros sob pressão:

- Use sempre óculos de proteção quando estiver próximo à tubulação de polímeros pressurizada.
- Apague todas as chamas nas proximidades.
- Não use tubulação que tenha sido muito pressionada ou esteja deformada.
- Não utilize tubulação não metálica com tetrahidrofurano (THF) ou ácidos nítrico/sulfúrico concentrados.
- Esteja ciente de que o cloreto de metileno e o dimetilsulfóxido fazem com que a tubulação não metálica se dilate reduzindo significativamente a sua pressão de ruptura.



**Avertissement :** Manipulez les tubes en polymère sous pression avec précaution:

- Portez systématiquement des lunettes de protection à proximité de tubes en polymère sous pression.
- Éteignez toute flamme se trouvant à proximité de l'instrument.
- Évitez d'utiliser des tubes sévèrement déformés ou endommagés.
- N'exposez pas les tuyaux non métalliques au tétrahydrofurane, ou THF, ou à de l'acide nitrique ou sulfurique concentré.
- Sachez que le chlorure de méthylène et le diméthylesulfoxyde entraînent le gonflement des tuyaux non métalliques, ce qui réduit considérablement leur pression de rupture.



**Warnung:** Bei der Arbeit mit Polymerschläuchen unter Druck ist besondere Vorsicht angebracht:

- In der Nähe von unter Druck stehenden Polymerschläuchen stets eine Schutzbrille tragen.
- Alle offenen Flammen in der Nähe löschen.
- Keine Schläuche verwenden, die stark geknickt oder überbeansprucht sind.
- Nichtmetallische Schläuche nicht für Tetrahydrofuran (THF) oder konzentrierte Salpeter- oder Schwefelsäure verwenden.
- Durch Methylenchlorid und Dimethylsulfoxid können nichtmetallische Schläuche quellen; dadurch wird der Berstdruck des Schlauches erheblich reduziert.



**Avvertenza:** Fare attenzione quando si utilizzano tubi in materiale polimerico sotto pressione:

- Indossare sempre occhiali da lavoro protettivi nei pressi di tubi di polimero pressurizzati.
- Spegnerne tutte le fiamme vive nell'ambiente circostante.
- Non utilizzare tubi eccessivamente logorati o piegati.
- Non utilizzare tubi non metallici con tetraidrofurano (THF) o acido solforico o nitrico concentrati.
- Tenere presente che il cloruro di metilene e il dimetilsolfossido provocano rigonfiamento nei tubi non metallici, riducendo notevolmente la resistenza alla rottura dei tubi stessi.



**Advertencia:** Se recomienda precaución cuando se trabaje con tubos de polímero sometidos a presión:

- El usuario deberá protegerse siempre los ojos cuando trabaje cerca de tubos de polímero sometidos a presión.
- Apagar cualquier llama que pueda estar encendida en las proximidades.
- No se debe trabajar con tubos que se hayan doblado o sometido a altas presiones.
- Es necesario utilizar tubos de metal cuando se trabaje con tetrahidrofurano (THF) o ácidos nítrico o sulfúrico concentrados.
- Hay que tener en cuenta que el diclorometano y el dimetilsulfóxido dilatan los tubos no metálicos, lo que reduce la presión de ruptura de los tubos.



**警告：** 当有压力的情况下使用聚合物管线时，小心注意以下几点：

- 当接近有压力的聚合物管线时一定要戴防护眼镜。
- 熄灭附近所有的火焰。
- 不要使用已经被压瘪或严重弯曲的管线。
- 不要在非金属管线中使用四氢呋喃或浓硝酸或浓硫酸。
- 要了解使用二氯甲烷及二甲基亚砷会导致非金属管线膨胀，大大降低管线的耐压能力。



**警告：** 當在有壓力的情況下使用聚合物管線時，小心注意以下幾點。

- 當接近有壓力的聚合物管線時一定要戴防護眼鏡。
- 熄滅附近所有的火焰。
- 不要使用已經被壓癟或嚴重彎曲管線。
- 不要在非金屬管線中使用四氫呋喃或濃硝酸或濃硫酸。
- 要了解使用二氯甲烷及二甲基亞砷會導致非金屬管線膨脹，大大降低管線的耐壓能力。



**경고:** 가압 폴리머 튜브로 작업할 경우에는 주의하십시오.

- 가압 폴리머 튜브 근처에서는 항상 보호 안경을 착용하십시오.
- 근처의 화기를 모두 끄십시오.
- 심하게 변형되거나 꼬인 튜브는 사용하지 마십시오.
- 비금속(Nonmetallic) 튜브를 테트라히드로푸란(Tetrahydrofuran: THF) 또는 농축 질산 또는 황산과 함께 사용하지 마십시오.
- 염화 메틸렌(Methylene chloride) 및 디메틸설폭사이드(Dimethyl sulfoxide)는 비금속 튜브를 부풀려 튜브의 파열 압력을 크게 감소시킬 수 있으므로 유의하십시오.



**警告:** 圧力のかかったポリマーチューブを扱うときは、注意してください。

- 加圧されたポリマーチューブの付近では、必ず保護メガネを着用してください。
- 近くにある火を消してください。
- 著しく変形した、または折れ曲がったチューブは使用しないでください。
- 非金属チューブには、テトラヒドロフラン (THF) や高濃度の硝酸または硫酸などを流さないでください。
- 塩化メチレンやジメチルスルホキシドは、非金属チューブの膨張を引き起こす場合があります、その場合、チューブは極めて低い圧力で破裂します。

Esta advertência se aplica aos equipamentos da Waters que possuem tubulação não metálica ou são operados com solventes inflamáveis.



**Advertência:** O usuário deve estar ciente de que o uso do equipamento de forma diferente da especificada pelo fabricante pode torná-lo ineficaz em sua proteção.



**Avertissement :** L'utilisateur doit être informé que si le matériel est utilisé d'une façon non spécifiée par le fabricant, la protection assurée par le matériel risque d'être défectueuse.



**Warnung:** Der Benutzer wird darauf aufmerksam gemacht, dass bei unsachgemäßer Verwendung des Gerätes die eingebauten Sicherheitseinrichtungen unter Umständen nicht ordnungsgemäß funktionieren.



**Avvertenza:** Si rende noto all'utente che l'eventuale utilizzo dell'apparecchiatura secondo modalità non previste dal produttore può compromettere la protezione offerta dall'apparecchiatura.



**Advertencia:** El usuario debe saber que, si el equipo se utiliza de forma distinta a la especificada por el fabricante, las medidas de protección del equipo podrían ser insuficientes.



**警告 :** 使用者必須非常清楚如果设备不是按照制造厂商指定的方式使用, 那么该设备所提供的保护将被削弱。



**警告：** 使用者必須非常清楚如果設備不是按照製造廠商指定的方式使用，那麼該設備所提供的保護將被消弱。



**경고:** 제조업체가 명시하지 않은 방식으로 장비를 사용할 경우 장비가 제공하는 보호 수단이 제대로 작동하지 않을 수 있다는 점을 사용자에게 반드시 인식시켜야 합니다.



**警告:** ユーザーは、製造元により指定されていない方法で機器を使用すると、機器が提供している保証が無効になる可能性があることに注意して下さい。

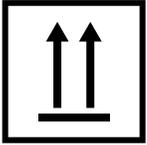
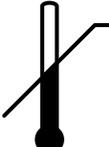
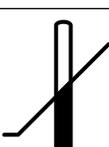
## 2.6 Símbolos elétricos

Os símbolos elétricos a seguir e os avisos associados a eles podem aparecer em manuais do equipamento e nos painéis frontal ou traseiro de um equipamento.

Símbolo	Descrição
	Energia elétrica ligada
	Energia elétrica desligada
	Em espera
	Corrente contínua
	Corrente alternada
	Corrente alternada (trifásica)
	Aterramento de segurança
	Conexão de terminal de quadro ou chassi
	Fusível
	Aterramento funcional
	Entrada
	Saída
	Indica que o dispositivo ou a unidade estão sujeitos a sofrer danos por descarga eletrostática (ESD, Electrostatic Discharge)

## 2.7 Símbolos de manuseio

Os símbolos de manuseio a seguir e os avisos associados a eles podem aparecer em etiquetas colocadas em embalagens nas quais os equipamentos, os dispositivos e as peças de componentes são fornecidos.

Símbolo	Descrição
	Não incline!
	Mantenha seco!
	Frágil!
	Não use ganchos!
	Limite superior de temperatura
	Limite inferior de temperatura
	Limite de temperatura

## 3 Visão geral do sistema

O Alliance iS HPLC System é o primeiro sistema HPLC desenvolvido especificamente para o sistema de dados cromatográficos (CDS, Chromatography Data System) Waters Empower, com o objetivo de melhorar os resultados para laboratórios de CQ.

Com recursos projetados especificamente, esse sistema ajuda a reduzir ineficiências e complexidades, melhorar as taxas de sucesso de transferência e migração de métodos e garantir resultados pontuais por meio de:

- Prevenção intuitiva de muitos erros comuns
- Fornecimento de orientação rápida e simples no ponto de necessidade
- Aumento da produtividade e da capacidade por meio de uma utilização eficaz de recursos e uma operação confiável
- Promoção de eficiências de fluxo de trabalho e melhorias de qualidade
- Melhoria da integridade dos dados

O Alliance iS Bio HPLC System foi projetado especificamente para laboratórios de CQ biofarmacêuticos. O caminho do fluxo foi projetado utilizando materiais biocompatíveis, como MP35N e titânio (Ti), juntamente com a tecnologia bioinerte HPS MaxPeak, garantindo um desempenho resiliente e durável até mesmo para as aplicações biofarmacêuticas mais desafiadoras. Combinado com a tecnologia HPS MaxPeak, o Alliance iS Bio HPLC System oferece:

- Redução da adsorção não específica
- Materiais resistentes à corrosão
- Redução de erros como padrão
- Orientação intuitivamente simples no ponto de necessidade
- Resultados mais rápidos e mais reprodutíveis
- Melhoria na integridade dos dados

### 3.1 Recursos do sistema

---

*Entre os principais recursos do sistema, estão uma tela de toque intuitiva e recursos de coluna inteligente.*

O Alliance iS System oferece uma variedade de recursos novos e exclusivos:

- Um sistema feito para o pacote de software Waters Empower (Empower) (consulte [Recursos do Empower na página 58](#))
- Uma tela de toque avançada e fácil de usar integrada ao software Empower (consulte [Recursos da tela de toque na página 53](#))
- Iluminação do status do sistema por meio da tela de toque
- Grampos da tubulação de solvente codificados por cores para manter a organização e a rastreabilidade
- O aplicativo Intelligent Method Translator (iMTA) (consulte [Intelligent Method Translator na página 59](#))
- Colunas de HPLC eConnect (consulte [Tecnologia eConnect na página 52](#))
- waters\_connect System Monitoring pela plataforma em nuvem do waters\_connect
- Tecnologia integrada inteligente vinculada à nova Central de ajuda da Waters
- Resistente à corrosão e bioinerte (somente para Alliance iS Bio HPLC System)

### 3.1.1 Injetor de fluxo através de agulha

*O mecanismo FTN facilita a transferência de métodos de LC e melhora a acurácia da injeção.*

O mecanismo de FTN (Fluxo através de agulha, Flow-through-needle) do gerenciador de amostras aspira uma amostra e a mantém na agulha de amostra, preparada para injetar a amostra na coluna. A agulha serve como parte do caminho do fluxo de injeção quando a amostra é inserida na coluna.

O mecanismo FTN diminui o tempo de ciclo para injeções de volume pequeno e não exige o aprendizado de novos modos de injeção. Gradientes de fase móvel passam através da agulha durante a injeção, garantindo a recuperação completa da amostra.

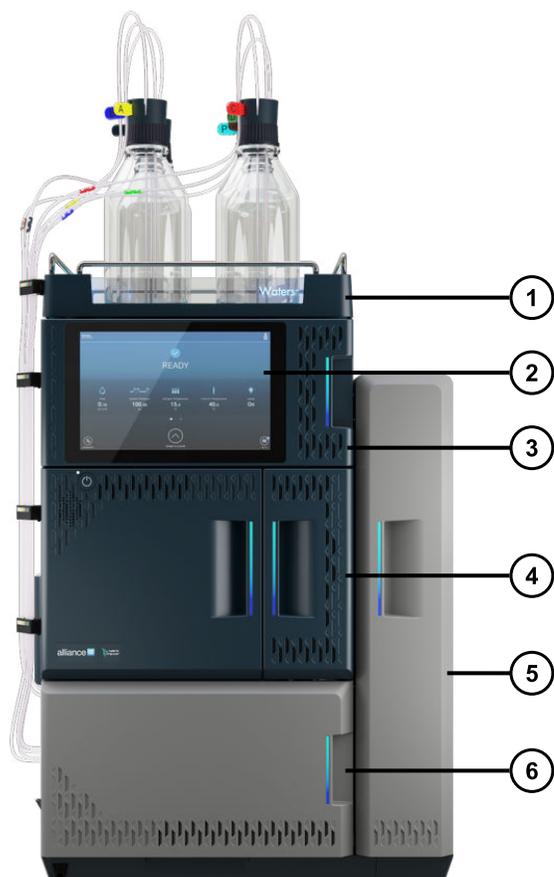
## 3.2 Componentes do sistema

---

*Os módulos principais do sistema são um gerenciador de amostras, uma bomba e um compartimento de coluna.*

A figura a seguir mostra o sistema, incluindo os módulos principais e um detector.

Figura 3–1: Componentes do Alliance iS System



- ① Bandeja de frascos
- ② Tela de toque
- ③ Detector
- ④ Gerenciador de amostras
- ⑤ Compartimento de coluna
- ⑥ Bomba

O sistema inclui especificamente estes módulos principais:

**Nota:** A área dentro do chassi do sistema que abriga o gerenciador de amostras e a bomba é chamada de unidade do módulo do sistema de fluidos integrado (IFM, Integrated Fluidics Module).

- Gerenciador de amostras: fluxo através de agulha (SM-FTN) (Consulte [Recursos do gerenciador de amostras na página 45.](#))
- Bomba: gerenciador de solvente quaternário (QSM, Quarternary Solvent Manager) (Consulte [Recursos da bomba na página 50.](#))
- Compartimento de coluna: aquecedor/resfriador de coluna (CHC, Column Heater Cooler) (Consulte [Recursos do aquecedor/resfriador de coluna na página 51.](#))

Além dos módulos principais, o sistema inclui um Tunable Ultraviolet (TUV) ou um Photodiode Array (PDA) Detector. Consulte [Recursos do TUV Detector na página 28](#) ou [Recursos do PDA Detector na página 35.](#)

### 3.2.1 Recursos do TUV Detector

*O detector opera como parte integral de um sistema de cromatografia da Waters.*

O Alliance iS Tunable Ultraviolet (TUV) Optical Detector é um detector de absorvância de ultravioleta/visível (UV/Vis) de dois canais. O detector é controlado pelo Empower e oferece uma célula de fluxo analítica com um volume de 16,3 µL e um comprimento de caminho de 10 mm.

O desenho da célula de fluxo reflete a tecnologia TaperSlit da Waters.

O detector tem:

- Melhor equilíbrio e tempo de aquecimento
- Sensibilidade aumentada por meio da célula de fluxo TaperSlit exclusiva, que canaliza a luz através da célula, melhorando a produção de energia
- Otimização da lâmpada para o melhor desempenho ao longo da vida útil de uma lâmpada de deutério
- Baixo desempenho de ruído da linha de base (< 5 µAU)
- Funcionalidades aprimoradas e novas para mitigar os efeitos das alterações na temperatura ambiente (consulte a tabela de recursos a seguir)
- Taxas de amostragem flexíveis, de 1 a 160 Hz, para separações LC normais e rápidas
- Otimização independente de taxas de amostragem e constantes do tempo de filtragem fornecem a capacidade de ajustar o detector de acordo com seus objetivos de separação

**Tabela 3–1: Recursos do TUV Detector**

<b>(Recurso de várias sondas)</b>	<b>Descrição</b>
Dois modos de operação	Comprimento de onda único ou duplo (Consulte <a href="#">Modo de comprimento de onda único na página 33</a> ou <a href="#">Modo de comprimento de onda duplo na página 34.</a> )

**Tabela 3–1: Recursos do TUV Detector (continuação)**

<b>(Recurso de várias sondas)</b>	<b>Descrição</b>
Filtro de segunda ordem automático	É compatível com absorbância padrão, funções UV/Vis e recurso de varredura de espectro
Recurso de diagnóstico completo	Suporta ferramentas de diagnóstico embutidas para otimizar a funcionalidade e o desempenho
Gerenciamento de desvio térmico (aprimorado) e controle térmico ativo (novo)	Reduz os problemas de desempenho devido a mudanças na temperatura ambiente (Consulte <a href="#">Gerenciamento de desvio térmico e controle térmico ativo do TUV Detector na página 35.</a> )
<p><b>Para a célula de cuvete opcional:</b></p> <p><b>Restrição:</b> É necessário remover a célula de fluxo do detector antes de inserir uma célula de cuvete.</p>	
Qualificação da cuvete	Facilita a qualificação do detector por meio da inserção de um padrão em uma cuvete. Esse recurso é compatível com os kits de qualificação da Waters disponíveis para compra (cuvete opcional vendida separadamente).
Análise de amostra da cuvete	Permite a gravação do espectro de qualquer amostra colocada na cuvete

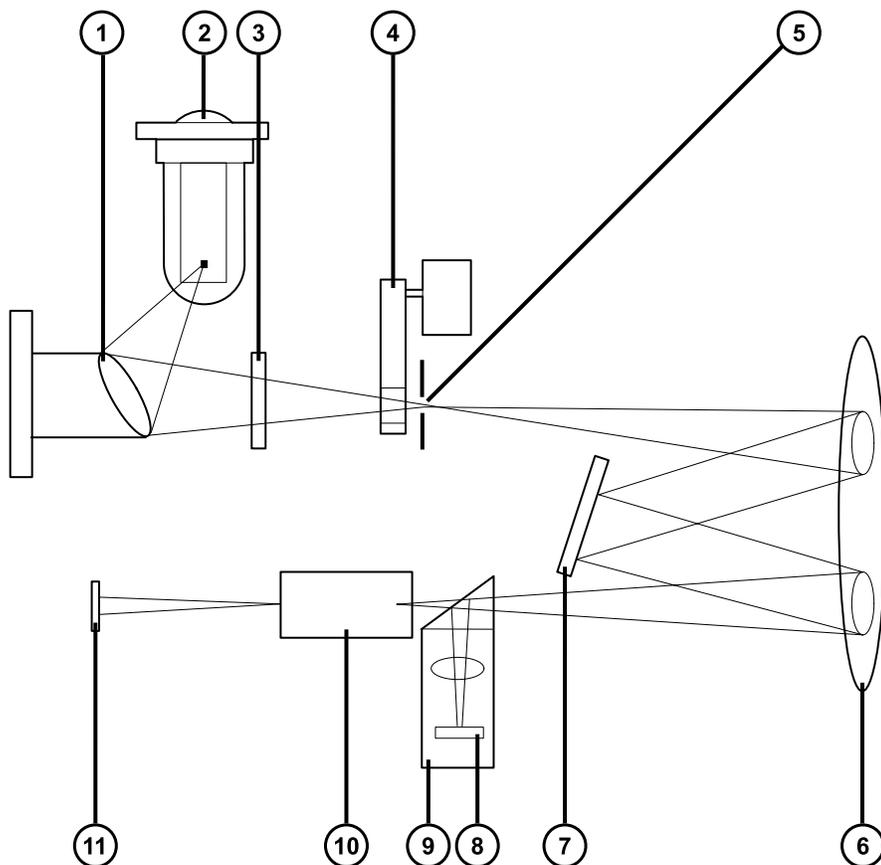
### 3.2.1.1 Óptica do TUV Detector

*A óptica do detector é baseada em um monocromador Fastie-Ebert.*

A figura a seguir mostra os componentes que compõem a unidade da óptica do detector.

**Nota:** Além do que é mostrado na figura, a óptica do detector também inclui um obturador, filtro de calibração de comprimento de onda e filtro de segunda ordem.

Figura 3–2: Unidade da óptica do detector



- ① Espelho
- ② Lâmpada de deutério de alto brilho (D2)
- ③ Janela
- ④ Roda do filtro
- ⑤ Fenda
- ⑥ Espelho
- ⑦ Rede de difração
- ⑧ Fotodiodo de referência
- ⑨ Divisor de feixe
- ⑩ Célula de fluxo TaperSlit

## 11 Fotodiodo de amostra

### 3.2.1.1.1 Caminho da luz da unidade óptica do TUV

*O TUV Detector fornece um projeto extremamente eficiente para rendimento de luz extremamente alto.*

O TUV Detector opera da seguinte forma:

1. O espelho coleta a luz da lâmpada e foca-a através da roda de filtro e para dentro da fenda de entrada. Outro espelho direciona a luz para a rede de difração, enquanto uma porção diferente desse espelho foca a luz dispersa de uma banda de comprimento de onda específica, determinada pelo ângulo da rede de difração, na entrada da célula de fluxo. A luz sai da célula de fluxo para o fotodiodo de amostra.
2. O separador de feixe, localizado à frente da célula de fluxo, desvia uma porção da luz para um fotodiodo de referência.
3. Quando um novo comprimento de onda é especificado na tela de toque do sistema (ou no software Empower), o detector gira a rede de difração para a posição adequada.
4. As correntes dos fotodiodos são integradas e digitalizadas para processamento pelos componentes eletrônicos de processamento de sinal e emitidas para um computador ou integrador.

### 3.2.1.1.2 Filtragem de ruído

*Para minimizar o ruído, o detector fornece um filtro Hamming.*

O filtro Hamming do detector é um filtro digital de resposta de impulso finito que cria uma degradação de altura do pico e melhora a filtragem de ruídos de alta frequência.

O comportamento do filtro depende da constante do tempo de filtragem selecionada. As opções de programação de filtro no Method Editor (Editor de método) são No Filter (Sem filtro), Slow (Lento), Normal, Fast (Rápido) e Custom (Personalizado). Ao selecionar Slow (Lento), Normal ou Fast (Rápido), não é necessário especificar um valor. A constante de filtro é determinada pela taxa de amostragem. Ao selecionar Custom (Personalizado), pode-se especificar um valor, mas ele será arredondado para cima ou para baixo, para um valor baseado na taxa de amostragem. Selecionar No Filter (Sem filtro) ou Custom (Personalizado) e especificar um valor de 0,0 desativa toda a filtragem.

A constante de tempo de filtro ajusta a janela de tempo durante a qual os dados são filtrados, controlando assim o grau da suavização da linha de base e o impacto da degradação da altura de pico. A otimização desse parâmetro no método garante que a relação sinal-ruído mais alta seja obtida para uma aplicação em particular.

Definições mais rápidas da constante de tempo produzem os seguintes efeitos:

- Picos estreitos com distorção de pico e atraso de tempo mínimos
- Picos muito pequenos tornam-se mais difíceis de discriminar do ruído da linha de base
- É removido menos ruído da linha de base

Definições mais lentas da constante de tempo produzem os seguintes efeitos:

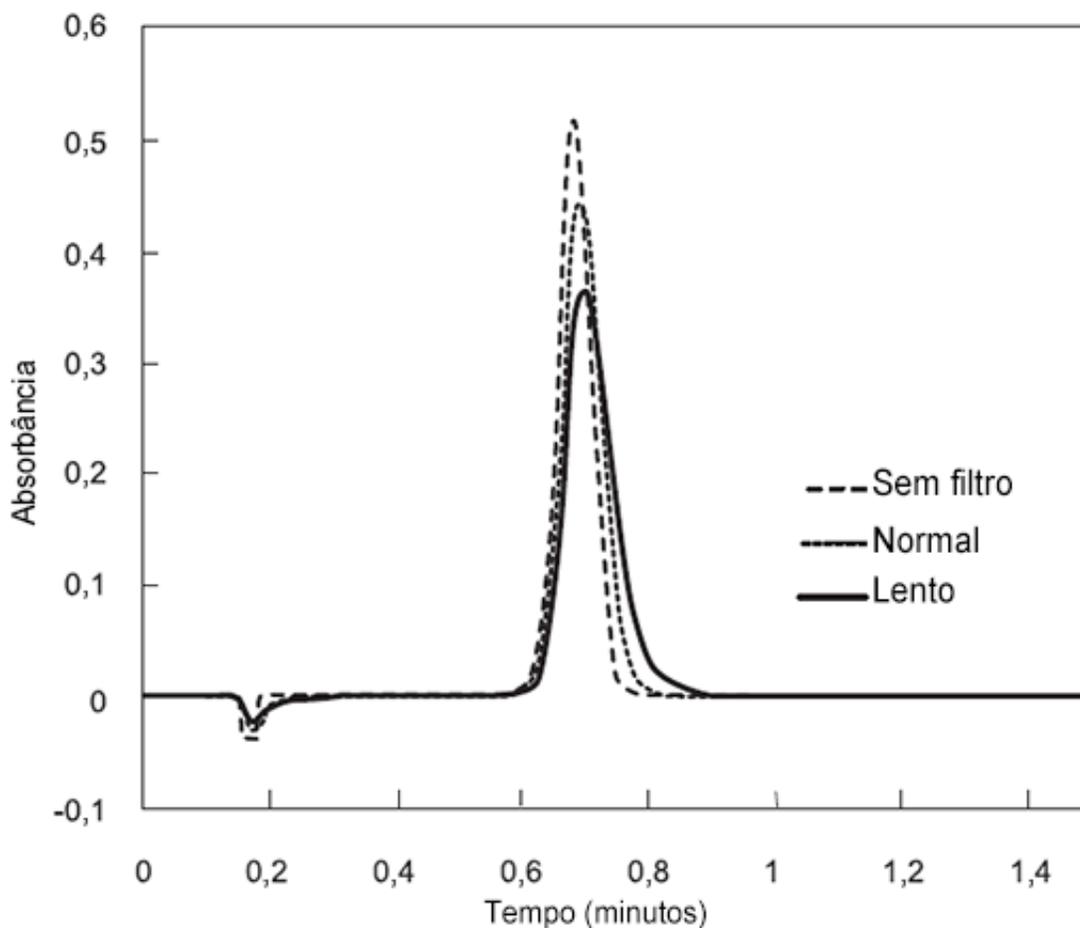
- Diminuição considerável do ruído da linha de base.
- Picos mais curtos e ampliados.

**Dica:** Embora o formato do pico mostre alguma distorção e a saída do sinal seja atrasada com constantes de tempo diferentes, a área do pico permanece igual.

Em cada taxa de amostragem, o software inclui constantes de filtragem rápida ou normal adequadas para aplicações de alta velocidade ou de alta sensibilidade, respectivamente.

A seguinte figura mostra a relação entre o aumento da constante de tempo de filtro e a absorbância.

**Figura 3–3: Comparação da constante de tempo de filtro**



### 3.2.1.2 Verificação e teste de comprimento de onda do TUV Detector

*Se o detector for operado continuamente, a Waters recomenda que a verificação de comprimento de onda seja realizada semanalmente.*

A lâmpada de arco de deutério do detector e o filtro de érbio integral exibem picos no espectro de transmissão em comprimentos de onda conhecidos. Após a inicialização, o detector verifica

a calibração, comparando as localizações destes picos com comprimentos de onda esperados, com base nos dados de calibração armazenados na memória do detector. Se os resultados dessa verificação forem mais de 1,0 nm diferentes da calibração armazenada, o detector exibirá uma mensagem de *Wavelength Verification Failure* (Falha na verificação de comprimento de onda). Quando solicitado, o detector verifica, em vez de recalibrar, na inicialização para evitar erros que surjam de materiais residuais deixados na célula de fluxo.

Uma calibração manual de comprimento de onda pode ser iniciada a qualquer momento. Uma calibração manual substitui os dados de calibração anteriores por novos dados.

Os algoritmos de calibração e verificação são virtualmente idênticos. Entretanto, o algoritmo de verificação pode emitir uma mensagem de erro, indicando que os dados reais não coincidem com os dados armazenados, enquanto o algoritmo de calibração substitui os dados armazenados pelos novos.

Os procedimentos de verificação de comprimento de onda do detector estabelecem uma posição inicial aproximada, utilizando um sensor de posição inicial de rede de difração. Quando a posição inicial é estabelecida, o detector localiza e utiliza como referência o pico de 656,1 nm no espectro de emissão da lâmpada de deutério.

O filtro de érbio integral move-se para o caminho de luz comum à frente da fenda de entrada da célula de fluxo, permitindo que o detector localize três funções espectrais adicionais nestes comprimentos de onda:

- 256,7 nm (UV)
- 379,0 nm
- 521,5 nm

Os testes de verificação para o detector necessitam de cinco minutos de tempo de aquecimento da lâmpada.

### **3.2.1.3 Modos operacionais**

*Os recursos do detector incluem dois modos de operação.*

O detector opera em modo de comprimento de onda único ou duplo e permite a varredura de espectro utilizando uma célula de fluxo ou uma cuvete opcional.

*(Consulte o [Empower online Information System](#) (Sistema de informações on-line do Empower) para obter informações de controle neste ambiente de software.)*

#### **3.2.1.3.1 Modo de comprimento de onda único**

*O modo de comprimento de onda único é o modo de operação padrão do detector.*

O detector é compatível com o monitoramento de um comprimento de onda único, de 190 nm a 700 nm, ajustável em incrementos de 1 nm no canal A.

Nesse modo, o detector conecta automaticamente o filtro óptico de segunda ordem para comprimentos de onda de 370 nm e acima e o remove para comprimentos de onda abaixo de 370 nm. Esse filtro impede que luz UV indesejada atinja a rede de difração e interfira na detecção de absorbância acima de 370 nm.

Ao usar o detector nesse modo, é possível configurar os parâmetros adicionais listados na tabela a seguir e definir uma tabela Events (Eventos) para o detector.

**Tabela 3–2: Parâmetros configuráveis do modo de comprimento de onda único**

Parâmetro	Descrição
Lamp (Lâmpada)	Definir a lâmpada do detector para On (Ligada) ou Off (Desligada)
Data rate (Hz) (Taxa de dados [Hz])	Especificar uma frequência de amostragem de até 160 Hz (canal único, 2 Hz para canal duplo)
Wavelength A (nm) (Comprimento de onda A [nm])	Especificar um comprimento de onda para o canal A, de 190 nm a 700 nm, configurável em incrementos de 1 nm.  <b>Nota:</b> Se o detector estiver no modo Dual-Wavelength (Comprimento de onda duplo), o valor do Wavelength B (Comprimento de onda B) também aparecerá.
Filter time constant (s) (Constante do tempo de filtragem [s])	Programar um tempo de filtragem. As opções são No Filter (Sem filtro), Slow (Lento), Normal, Fast (Rápido) e Custom (Personalizado) (consulte <a href="#">Filtragem de ruído na página 31</a> para obter informações detalhadas sobre este parâmetro, estas opções de configuração e os diferentes efeitos produzidos).
Autozero (Zero automático) (duas opções): <ul style="list-style-type: none"> <li>Autozero on Inject Start (Zero automático no início da injeção)</li> <li>Autozero on Wavelength Change (Zero automático na mudança de comprimento de onda)</li> </ul>	Definir quando realizar zero automático (redefine os deslocamentos do detector)

### 3.2.1.3.2 Modo de comprimento de onda duplo

*No modo Dual-Wavelength (Comprimento de onda duplo), o detector pode monitorar dois comprimentos de onda, um no canal A e outro no canal B.*

Como a frequência de amostragem é reduzida para 1 ou 2 Hz, o uso do modo Dual-Wavelength (Comprimento de onda duplo) é limitado à cromatografia mais padrão, em que as larguras do pico abrangem pelo menos 20 segundos para permitir a caracterização completa de um pico.

Neste modo, aplicam-se as seguintes condições:

- Se ambos os comprimentos de onda selecionados forem superiores a 370 nm, o detector aplicará o filtro de segunda ordem para bloquear luz UV indesejada.
- Se ambos os comprimentos de onda selecionados forem inferiores ou iguais a 370 nm, o detector removerá o filtro de segunda ordem.
- Se os comprimentos de onda selecionados estiverem em lados diferentes do limiar de 370 nm, o detector não aplicará o filtro de segunda ordem e emitirá uma mensagem de alarme informando que qualquer dado coletado para o comprimento de onda acima de 370 nm pode conter imprecisões, devido à possível interferência de luz UV (efeitos de UV).

### 3.2.1.4 Operações com a cuvete

*A opção de cuvete do detector é utilizada para medir o espectro de absorbância de uma amostra em uma cuvete.*

**Nota:** Esta seção refere-se apenas à utilização da cuvete opcional.

#### Para gerar e armazenar um espectro:

1. Obtenha uma varredura de branco, que mede a absorbância dos conteúdos da cuvete ao longo do intervalo de comprimento de onda desejado.
2. Adquira uma varredura da amostra (absorbância), que mede a absorbância do analito dissolvido em solução.

**Resultado:** O detector subtrai a varredura do branco da varredura da amostra para criar um espectro das amostras.

### 3.2.1.5 Gerenciamento de desvio térmico e controle térmico ativo do TUV Detector

*Estes recursos integrados do detector reduzem riscos ao desempenho devido a mudanças na temperatura ambiente.*

Gerenciamento de desvio térmico (aprimorado) – Para dissociar o desempenho de linha de base das mudanças na temperatura ambiente, o detector usa isolamento, ventiladores, aquecedor, defletor e controle térmico ativo.

Controle térmico ativo (novo) – Para garantir a estabilidade da linha de base na presença de mudanças na temperatura ambiente, o detector controla ativamente a temperatura da bancada óptica.

## 3.2.2 Recursos do PDA Detector

*O detector opera como parte integral de um sistema de cromatografia da Waters.*

O Alliance iS Photodiode Array (PDA) é um detector óptico capaz de operar simultaneamente em 2D e 3D. O detector é controlado pelo Empower e oferece uma célula de fluxo analítica com um volume de 8,4 µL e um comprimento de caminho de 10 mm.

O desenho da célula de fluxo reflete a tecnologia TaperSlit da Waters.

O detector tem:

- Melhor equilíbrio e tempo de aquecimento
- Sensibilidade aumentada por meio da célula de fluxo TaperSlit exclusiva, que canaliza a luz através da célula, melhorando a produção de energia
- Fenda variável controlada por atuador
- Lâmpada, célula de fluxo e ID do filtro óptico
- Opções de cuvete
- Alinhamento preciso da rede de difração
- Isolamento e controle térmico
- Confirmação da posição inicial
- Otimização da lâmpada para o melhor desempenho ao longo da vida útil de uma lâmpada de deutério
- Baixo desempenho de ruído da linha de base (< 10  $\mu$ AU)
- Funções aprimoradas e novas para mitigar os efeitos das alterações na temperatura ambiente (consulte a tabela de recursos a seguir)
- Taxas de amostragem flexíveis, de 1 a 160 Hz, para separações LC normais e rápidas
- Otimização independente de taxas de amostragem e constantes do tempo de filtragem fornecem a capacidade de ajustar o detector de acordo com seus objetivos de separação

**Tabela 3–3: Recursos do PDA Detector**

<b>(Recurso de várias sondas)</b>	<b>Descrição</b>
Filtro de segunda ordem automático	É compatível com absorbância padrão, funções UV/Vis e o recurso de varredura de espectro
Recurso de diagnóstico completo	Suporta ferramentas de diagnóstico embutidas para otimizar a funcionalidade e o desempenho
Gerenciamento de desvio térmico (aprimorado) e controle térmico ativo (novo)	Reduz os problemas de desempenho devido a mudanças na temperatura ambiente (Consulte <a href="#">Gerenciamento de desvio térmico e controle térmico ativo do PDA Detector na página 41.</a> )
Qualificação da cuvete	Facilita a qualificação do detector por meio da inserção de um padrão em uma cuvete. Esse recurso é compatível com os kits de qualificação da Waters disponíveis para compra (cuvete opcional vendida separadamente).

**Tabela 3–3: Recursos do PDA Detector (continuação)**

(Recurso de várias sondas)	Descrição
Análise de amostra da cuvete	Permite a gravação do espectro de qualquer amostra colocada na cuvete

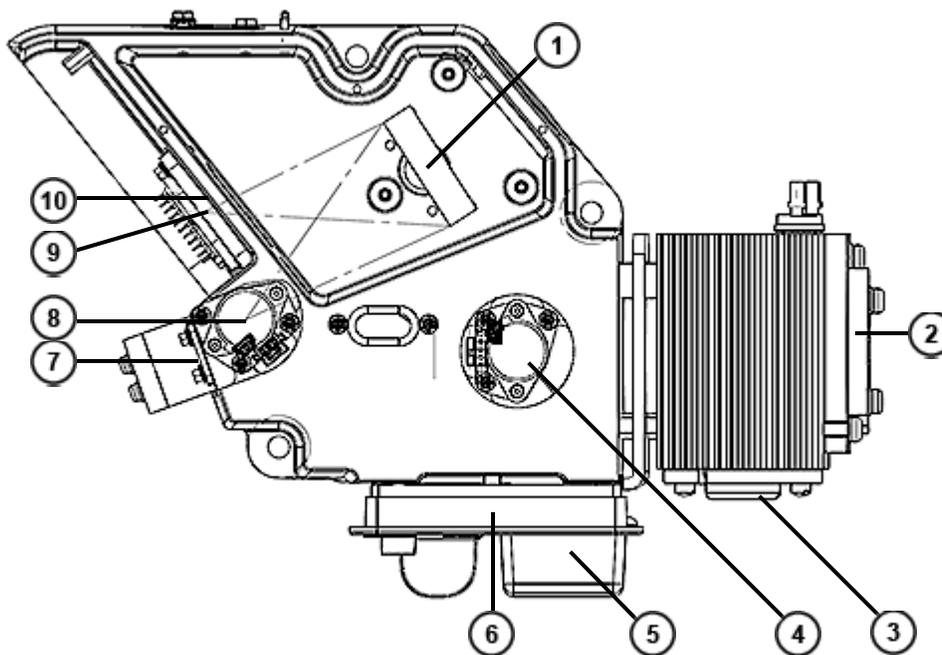
### 3.2.2.1 Óptica do PDA Detector

A bancada óptica do PDA Detector passa a luz por meio da solução em estudo e depois a separa para análise.

O detector é um espectrômetro de luz ultravioleta/visível (UV/Vis). Com um arranjo de 518 fotodiodos, o detector opera em um intervalo de 190 a 800 nm.

A figura abaixo ilustra o caminho da luz através da unidade óptica do detector.

**Figura 3–4: Caminho da luz da unidade óptica**



- ① Rede de difração – Dispersa a luz em faixas de comprimentos de onda e os foca na superfície plana do arranjo de fotodiodos.
- ② Espelho M1 – Focaliza a luz da lâmpada de deutério da fonte.
- ③ Lâmpada – Lâmpada de deutério da fonte.

- ④ Sinalizador do filtro/obturador – Indica as posições para medição da energia de feixes abertos (amostra) e bloqueados (escuros) e um terceiro para a verificação do comprimento de onda.
- ⑤ Suporte da cuvete – Mantém a cuvete estável e corretamente alinhada no detector e permite que a luz passe através da amostra para fornecer uma análise precisa.
- ⑥ Célula de fluxo – Abriga o segmento do caminho do fluxo (contendo o eluente e a amostra) através do qual o feixe de luz policromática passa.
- ⑦ Espelho e máscara do espectrógrafo – O espelho focaliza a luz transmitida através da célula de fluxo para a fenda na entrada da porção espectrográfica do sistema óptico. A máscara de espelho define o tamanho do feixe na rede de difração.
- ⑧ Fenda variável – Determina a resolução e a quantidade de luz que incide no sensor do PDA. Larguras de fenda menores resultam em imagens menores e mais nítidas que produzem uma resolução melhor, mas com menor rendimento de luz. Larguras de fendas maiores apresentam maior rendimento de luz, o que pode melhorar a sensibilidade e o ruído em detrimento de uma resolução mais baixa. A largura da fenda é variável, mas o valor padrão é de 50  $\mu\text{m}$ .
- ⑨ Sensor de arranjo de fotodiodos (PDA) – Um arranjo linear de 518 fotodiodos, 50  $\mu\text{m}$  de largura, que mede a intensidade da luz dispersa como uma função da posição no sensor. A calibração permite que os dados de posição sejam convertidos em comprimento de onda para produzir dados espectrais.
- ⑩ Filtro de ordem – Reduz a contribuição da difração de segunda ordem da luz UV (inferior a 370 nm) para a intensidade da luz observada em comprimentos de onda visíveis (superiores a 345 nm).

#### 3.2.2.1.1 Caminho da luz da unidade óptica do PDA

*O detector fornece um projeto extremamente eficiente para rendimento de luz excepcionalmente alto.*

O detector opera da seguinte forma:

1. A luz emitida pela lâmpada de deutério é reorientada por um espelho elíptico para a célula de fluxo.
2. Em seguida, o feixe de luz se expande para preencher a rede de difração, que separa o feixe em seus comprimentos de onda componentes e, em seguida, refocaliza-os no sensor PDA.

#### 3.2.2.1.2 Filtragem de ruído

*Para minimizar o ruído, o detector fornece um filtro Hamming.*

O filtro Hamming do detector é um filtro digital de resposta de impulso finito que cria uma degradação de altura do pico e melhora a filtragem de ruídos de alta frequência.

O comportamento do filtro depende da constante do tempo de filtragem selecionada. As opções de programação de filtro no Method Editor (Editor de método) são No Filter (Sem filtro), Slow (Lento), Normal, Fast (Rápido) e Custom (Personalizado). Ao selecionar Slow (Lento), Normal ou Fast (Rápido), não é necessário especificar um valor. A constante de filtro é determinada pela taxa de amostragem. Ao selecionar Custom (Personalizado), pode-se especificar um valor, mas ele será arredondado para cima ou para baixo, para um valor baseado na taxa de amostragem. Selecionar No Filter (Sem filtro) ou Custom (Personalizado) e especificar um valor de 0,0 desativa toda a filtragem.

A constante de tempo de filtro ajusta a janela de tempo durante a qual os dados são filtrados, controlando assim o grau da suavização da linha de base e o impacto da degradação da altura de pico. A otimização desse parâmetro no método garante que a relação sinal-ruído mais alta seja obtida para uma aplicação em particular.

Definições mais rápidas da constante de tempo produzem os seguintes efeitos:

- Picos estreitos com distorção de pico e atraso de tempo mínimos
- Picos muito pequenos tornam-se mais difíceis de discriminar do ruído da linha de base
- É removido menos ruído da linha de base

Definições mais lentas da constante de tempo produzem os seguintes efeitos:

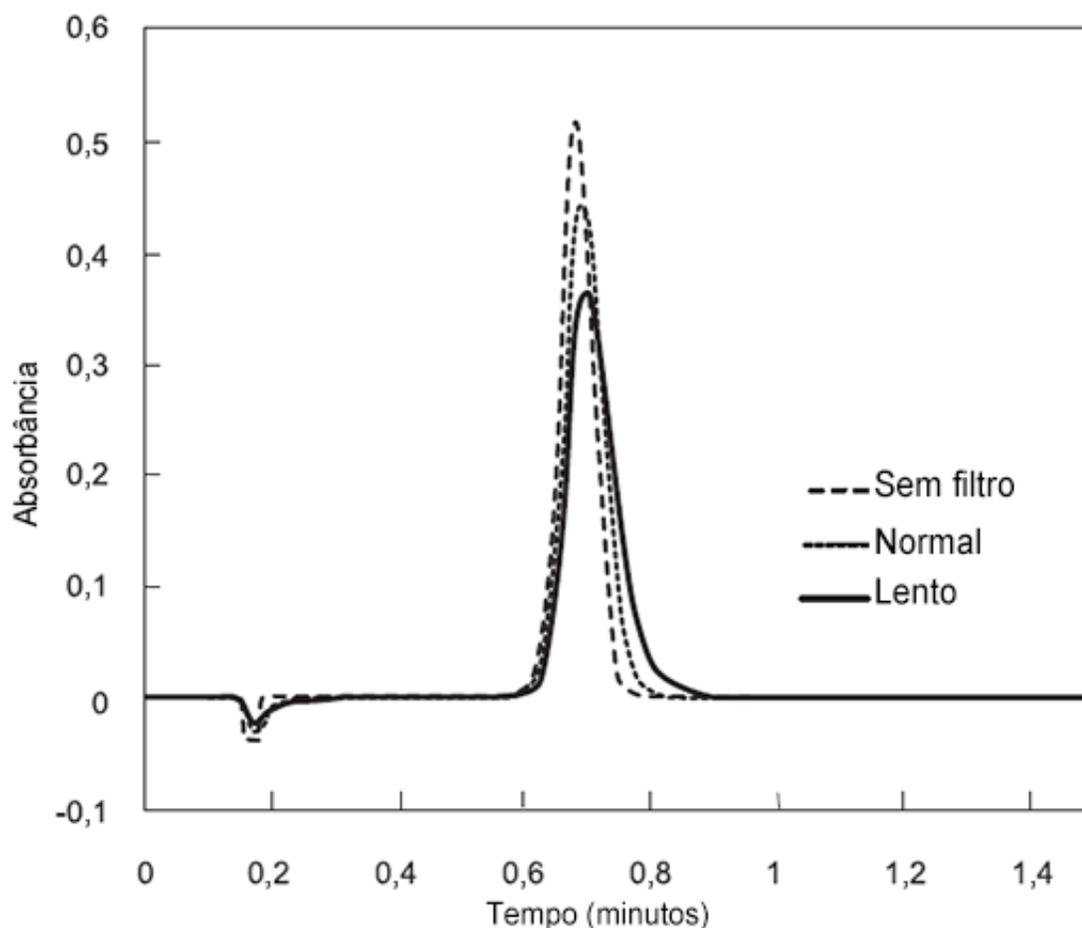
- Diminuição considerável do ruído da linha de base.
- Picos mais curtos e ampliados.

**Dica:** Embora o formato do pico mostre alguma distorção e a saída do sinal seja atrasada com constantes de tempo diferentes, a área do pico permanece igual.

Em cada taxa de amostragem, o software inclui constantes de filtragem rápida ou normal adequadas para aplicações de alta velocidade ou de alta sensibilidade, respectivamente.

A seguinte figura mostra a relação entre o aumento da constante de tempo de filtro e a absorvância.

Figura 3–5: Comparação da constante de tempo de filtro



### 3.2.2.2 Verificação e teste de comprimento de onda do PDA Detector

*Se o detector for operado continuamente, a Waters recomenda que a verificação de comprimento de onda seja realizada semanalmente.*

A calibração do PDA Detector é verificada utilizando dois picos espectrais da lâmpada de deutério e três picos de absorbância de seu filtro de érbio integrado. Após a inicialização, o detector verifica a calibração comparando as localizações desses picos com comprimentos de onda esperados, com base nos dados de calibração armazenados na memória do detector. Se os resultados dessa verificação forem mais de 1,0 nm diferentes da calibração armazenada, o detector exibirá uma mensagem de *Wavelength Verification Failure* (Falha na verificação de comprimento de onda).

A verificação de comprimento de onda normalmente requer um caminho óptico limpo através da célula de fluxo para garantir que o sinal seja transmitido ao sensor. Uma célula de fluxo que esteja inativa por algum tempo pode ter bolhas ou contaminantes presentes que podem obstruir o caminho da luz e interferir na verificação do comprimento de onda. Para fins de segurança, o fluxo não é iniciado na inicialização do equipamento; se a verificação do comprimento de onda

falhar na inicialização, é recomendado executar novamente o fluxo de trabalho de verificação com a célula de fluxo lavada e com o fluxo equilibrado.

Caso haja falha na verificação subsequente, o PDA pode ser recalibrado. Observe que a recalibração pode invalidar a correspondência de biblioteca espectral e as análises de pureza de pico realizadas com uma calibração anterior.

### 3.2.2.3 Operações com a cuvete

*A opção de cuvete do detector é utilizada para medir o espectro de absorbância de uma amostra em uma cuvete.*

**Nota:** Esta seção refere-se apenas à utilização da cuvete opcional.

#### Para gerar e armazenar um espectro:

1. Obtenha uma varredura de branco, que mede a absorbância dos conteúdos da cuvete ao longo do intervalo de comprimento de onda desejado.
2. Adquira uma varredura da amostra (absorbância), que mede a absorbância do analito dissolvido em solução.

**Resultado:** O detector subtrai a varredura do branco da varredura da amostra para criar um espectro das amostras.

### 3.2.2.4 Gerenciamento de desvio térmico e controle térmico ativo do PDA Detector

*Estes recursos integrados do detector reduzem riscos ao desempenho devido a mudanças na temperatura ambiente.*

Gerenciamento de desvio térmico (aprimorado) – Para dissociar o desempenho de linha de base das mudanças na temperatura ambiente, o detector usa isolamento, ventiladores, aquecedor, defletor, zonas térmicas isoladas e controle térmico ativo.

Controle térmico ativo (novo) – Para garantir a estabilidade da linha de base na presença de mudanças na temperatura ambiente, o detector controla ativamente a temperatura da bancada óptica e da lâmpada.

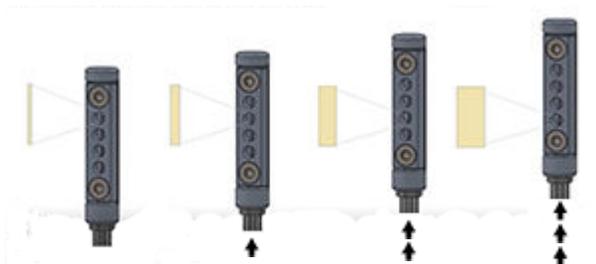
### 3.2.2.5 Largura da fenda variável

*A largura da fenda variável permite que o usuário equilibre a resolução e o rendimento para melhor se adequar à sua análise.*

Este Alliance iS PDA Detector possui uma fenda variável controlada por atuador. Os tamanhos da largura da fenda são:

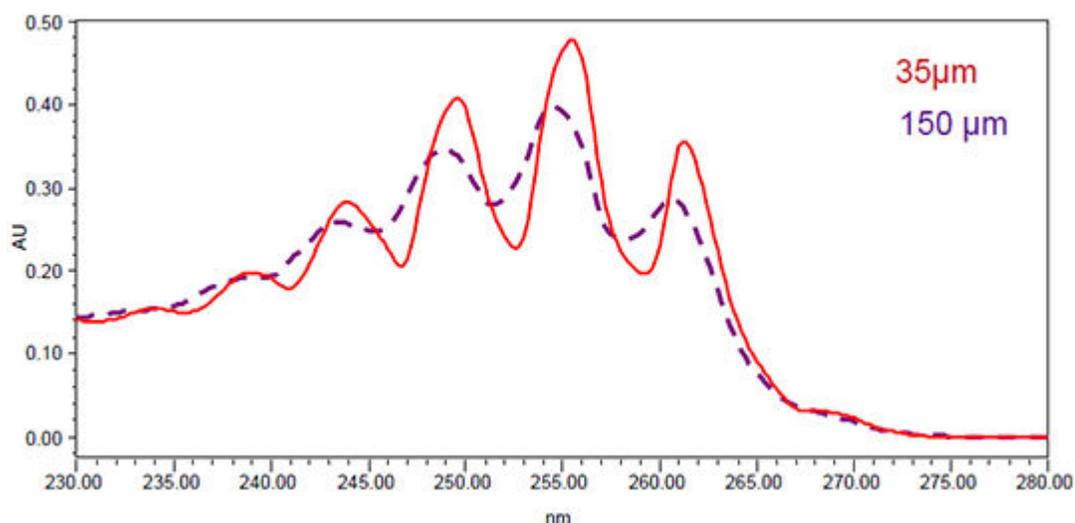
- 35 µm
- 50 µm (padrão)
- 100 µm
- 150 µm

**Figura 3–6: Fendas variáveis do Alliance iS PDA**



Uma fenda pequena fornece a resolução de pico espectral mais nítida, enquanto uma fenda grande fornece o melhor sinal em relação ao ruído para melhorar a sensibilidade.

**Figura 3–7: Impacto da largura da fenda na resolução de benzeno**



As fendas são projetadas para oferecer níveis de energia proporcionais às suas áreas.

### 3.2.2.6 Verificação da calibração do PDA Detector

*Verifique a calibração do detector após a remoção e substituição de uma célula de fluxo ou se a verificação falhar na inicialização do sistema.*

Para verificar a calibração do PDA Detector, escorve o sistema e execute o fluxo por dez minutos para lavar a célula de fluxo com solvente e certifique-se de que ela fique totalmente úmida. Recomenda-se uma mistura de água/acetoneitrila na proporção de 90:10 a 0,5 mL/min. Aqueça a lâmpada de deutério por no mínimo cinco minutos e certifique-se de que ela esteja no estado "ON" (Ligada) antes da verificação.

Se tampões tiverem sido utilizados recentemente na célula de fluxo, a Waters recomenda lavar primeiro com 10 mL de água de grau HPLC, seguido por 10 mL de um solvente de baixa tensão superficial, como o metanol (desde que seja miscível com a fase móvel anterior).

#### **Para verificar a calibração do detector:**

1. Na tela de toque, toque em **Maintain > Verify Calibration** (Manutenção > Verificar calibração). Siga as instruções na tela para concluir o processo de verificação. Quando

a verificação for concluída, a tela exibirá *Verify Calibration Passed* (Verificação de calibração aprovada).

2. Toque em **RE-VERIFY** (Verificar novamente) para executar o processo de verificação novamente e clique em **DONE** (Concluído).

### 3.2.2.7 Calibração do PDA Detector

*Calibre o detector se a verificação do comprimento de onda falhar com uma célula de fluxo devidamente lavada.*

Para executar a calibração do detector, escorve o sistema e execute o fluxo por 10 minutos para lavar a célula de fluxo com solvente e certifique-se de que ela fique totalmente úmida. Recomenda-se uma mistura de água/acetonitrila na proporção de 90:10 a 0,5 mL/min. A lâmpada deve ser aquecida por no mínimo 5 minutos e estar no estado "ON" (Ligada) antes da calibração.

Se tampões tiverem sido utilizados recentemente na célula de fluxo, é recomendado lavar primeiro com 10 mL de água de grau HPLC, seguido por 10 mL de um solvente de baixa tensão superficial, como metanol (desde que seja miscível com a fase móvel anterior).

#### 3.2.2.7.1 Calibração de érbio

*A calibração de érbio usa o filtro de érbio na unidade para recalibrar o equipamento. A calibração de érbio é normalmente executada após a substituição de um componente óptico.*

É possível executar uma calibração de érbio para o PDA Detector a partir da tela de toque do sistema.

#### **Importante:**

- Uma calibração de mercúrio anterior é um requisito para realizar a calibração de érbio.
- Impurezas na célula de fluxo podem afetar a calibração do comprimento de onda. Certifique-se de que a célula de fluxo esteja limpa antes de executar a calibração.
- Este procedimento pode afetar adversamente a correspondência de biblioteca espectral e as análises de pureza dos picos.
  1. Na tela de toque, toque em **HEALTH > Troubleshoot** (Integridade > Solução de problemas).
  2. Toque no ícone do detector.
  3. Toque em **Erbium Calibration** (Calibração de érbio), siga as instruções na tela, e, em seguida, toque em **START** (Iniciar) para iniciar o processo de calibração. A tela exibe os valores de calibração.
  4. Toque em **DONE** (Concluído).

#### 3.2.2.7.2 Calibração de mercúrio

*A calibração de mercúrio usa uma lâmpada de calibração espectral de mercúrio-argônio para calibrar ou recalibrar o equipamento. A calibração de mercúrio geralmente é realizada na fábrica, mas, se for necessário, poderá ser realizada por engenheiros de serviço de campo qualificados*

da Waters. Observe que a recalibração de mercúrio deve ser realizada apenas se a calibração de érbio falhar ou se os parâmetros de calibração de mercúrio anteriores forem limpos ou corrompidos.

Um engenheiro de serviço de campo da Waters pode realizar uma calibração de mercúrio para o PDA Detector a partir da tela de toque do sistema.

#### **Importante:**

- A calibração de mercúrio deve ser realizada somente por um engenheiro de serviço de campo da Waters.
- Impurezas na célula de fluxo podem afetar a calibração do comprimento de onda. Certifique-se de que a célula de fluxo esteja limpa antes de executar a calibração.
- Este procedimento pode afetar adversamente a correspondência de biblioteca espectral e os cálculos de pureza dos picos.

### **3.2.2.8 Teste do PDA Detector quanto a ruído e deslocamento**

*Uma célula de fluxo suja ou com bolhas pode causar ruído e deslocamento excessivos.*

É possível executar um teste de ruído e deslocamento no PDA Detector a partir da tela de toque do sistema.

1. Na tela de toque, toque em **HEALTH > Troubleshoot** (Integridade > Solução de problemas).
2. Toque no ícone do detector.
3. Toque em **Noise and Drift Test** (Teste de ruído e deslocamento), siga as instruções na tela e, depois, toque em **START** (Iniciar) para começar o teste.

A tela exibe **Noise and Drift Test Completed** (Teste de ruído e deslocamento concluído) e exibe os resultados do teste.

4. Toque em **DONE** (Concluído).

### **3.2.2.9 Aquisição 2D e 3D**

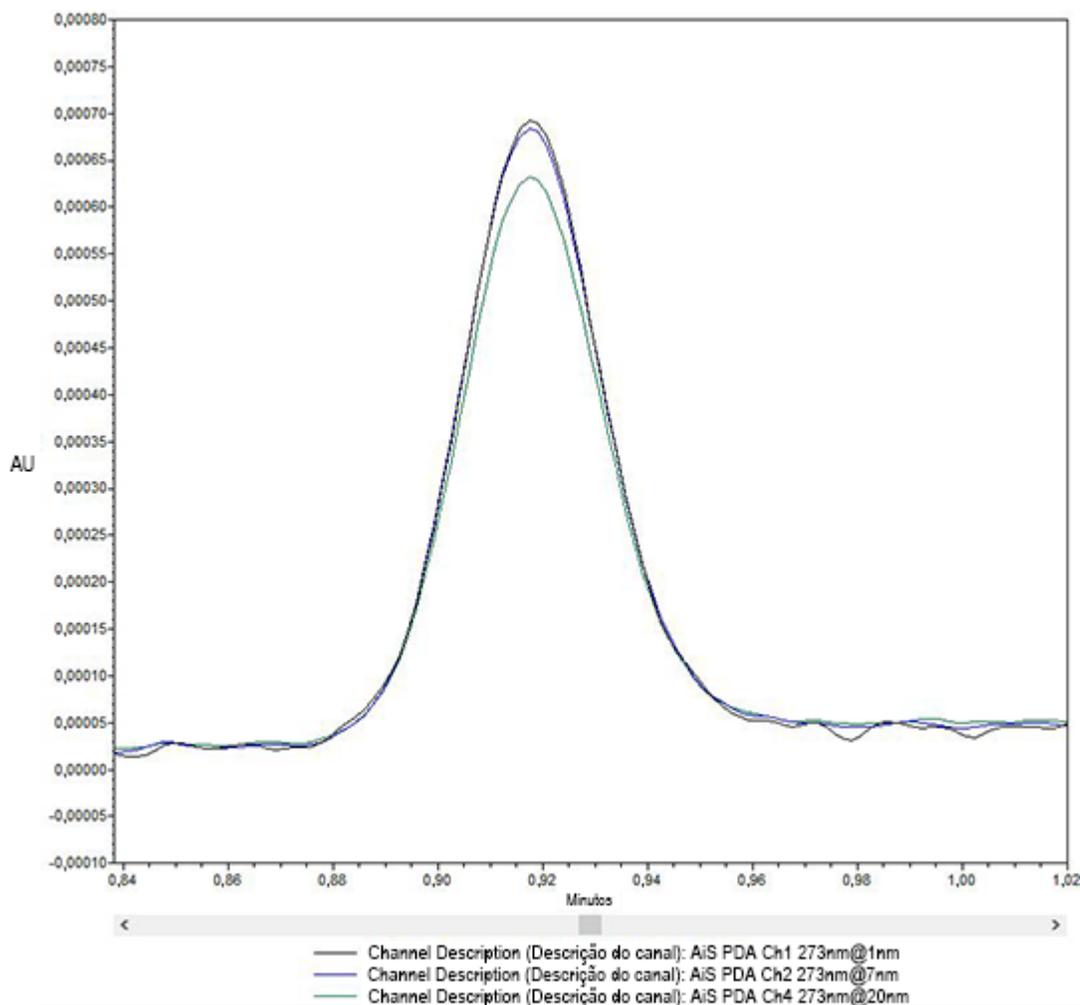
*O Alliance iS System PDA Detector é capaz de fazer aquisições 2D e 3D.*

O PDA Detector pode coletar simultaneamente dois tipos de canais de dados: espectros (3D) e cromatogramas (2D). Para obter os melhores resultados em correspondência de biblioteca e análise de pureza do pico, defina a resolução 3D como 1 nm.

Para cromatogramas (dados 2D), selecione uma resolução que otimize a amplitude do sinal, o ruído da linha de base e a faixa dinâmica linear. Quando o comprimento de onda para monitoramento de um analito corresponder ao valor máximo de  $\lambda$  do pico, aumentar a largura de banda tende a diminuir a altura do pico, ao mesmo tempo em que reduz o ruído da linha de base e a faixa dinâmica linear.

**Sugestão:** A resolução de 4 nm é eficaz para muitos analitos.

Figura 3–8: Comparação de resolução para cafeína



### 3.2.3 Recursos do gerenciador de amostras

*O gerenciador de amostras utiliza um mecanismo de injeção direta para injetar amostras aspiradas de placas e ampolas em uma coluna cromatográfica.*

O Alliance iS Sample Manager mantém a temperatura das amostras, aspira amostras precisas e, em seguida, injeta-as na fase móvel usando um desenho de fluxo através de agulha (FTN, Flow-Through-Needle). A agulha se torna parte do caminho do sistema de fluidos quando a amostra é injetada na coluna. A fase móvel limpa a agulha durante a execução, garantindo a recuperação completa das amostras e minimizando o excedente. Adicionalmente, o mecanismo de posicionamento de amostras controla a localização das placas de amostras em relação à agulha de amostra, reduzindo o volume extra do sistema.

A configuração padrão aceita volumes de injeção de amostra de 0,1 a 100  $\mu$ L. Os loops de extensão opcionais podem estender o volume de injeção em até 2000  $\mu$ L. A temperatura da amostra é regulada dentro de um intervalo de 4 °C (39,2 °F) a 40 °C (104 °F).

**Nota:** Um loop de extensão de 100  $\mu$ L está incluso na configuração padrão.

O gerenciador de amostras tem:

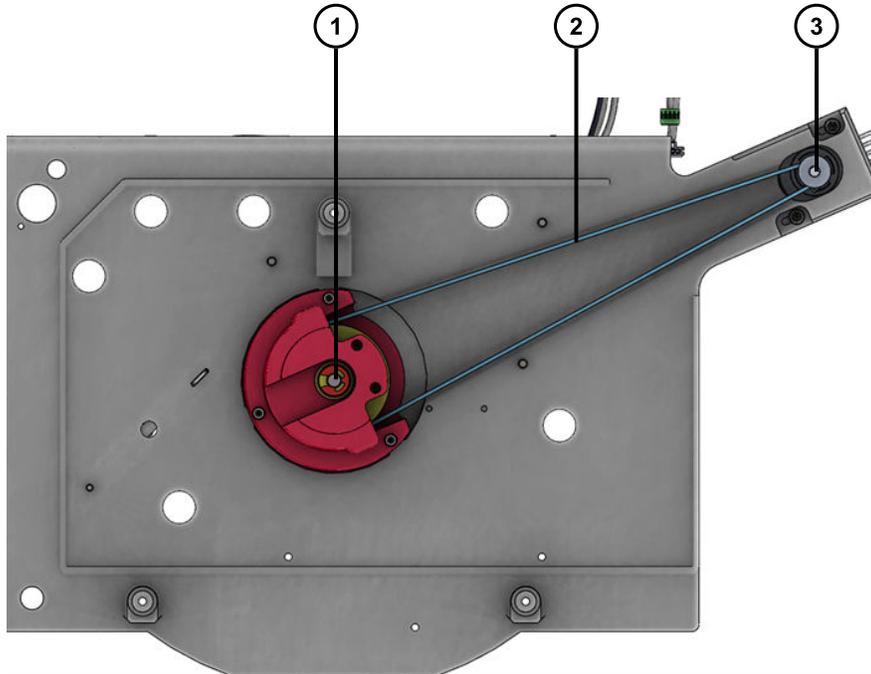
- Capacidade de amostras para três placas
- Medição precisa de amostras
- Controle preciso de temperatura de amostras
- Desempenho de excedente excepcional (0,002% no máximo)
- Consumo consistente de solventes
- Robustez da punção

### 3.2.3.1 Mecanismo de posicionamento da agulha

*Um mecanismo de posicionamento da agulha de eixo duplo aspira as amostras das ampolas nas placas de amostras que o gerenciador de amostras injetará em uma coluna cromatográfica.*

Para alinhar a agulha com as ampolas nos poços das placas de amostras dentro do compartimento de amostras, os dois eixos giratórios do mecanismo de posicionamento da agulha controlam a orientação das placas e a posição relativa do carro da agulha de amostras. Ambos os eixos giratórios giram um eixo usando uma correia e um motor. O carro da agulha gira aproximadamente 90° para fora da porta de injeção enquanto as placas de amostras estão em um eixo giratório contínuo de 360°.

**Figura 3–9: Dois eixos giratórios do mecanismo de posicionamento da agulha, localizados abaixo do compartimento de amostras**

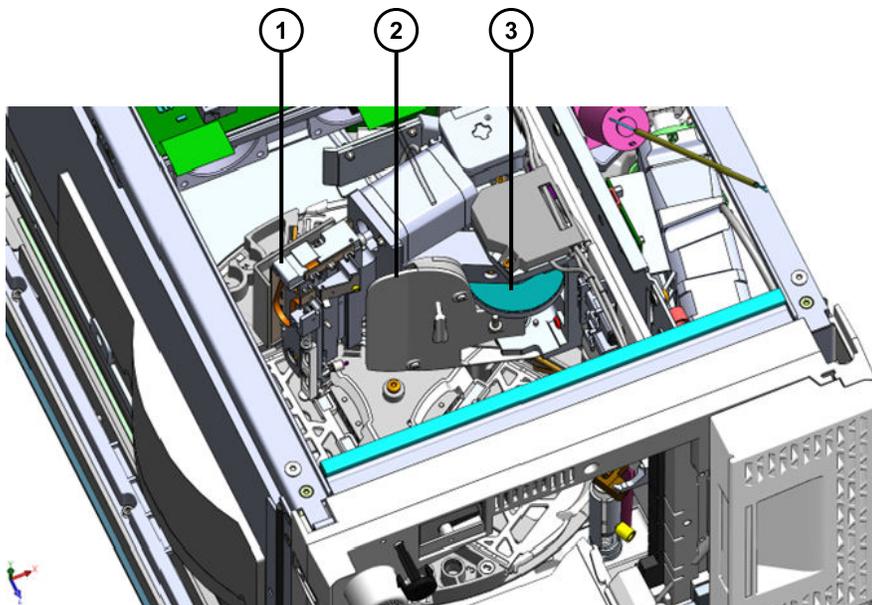


① Eixo giratório do disco

② Correia

- ③ Eixo do motor

**Figura 3–10: Eixo giratório do carro da agulha, localizado dentro do compartimento de amostras**



- ① Carro da agulha  
② Cartucho da agulha  
③ Eixo giratório do carro da agulha

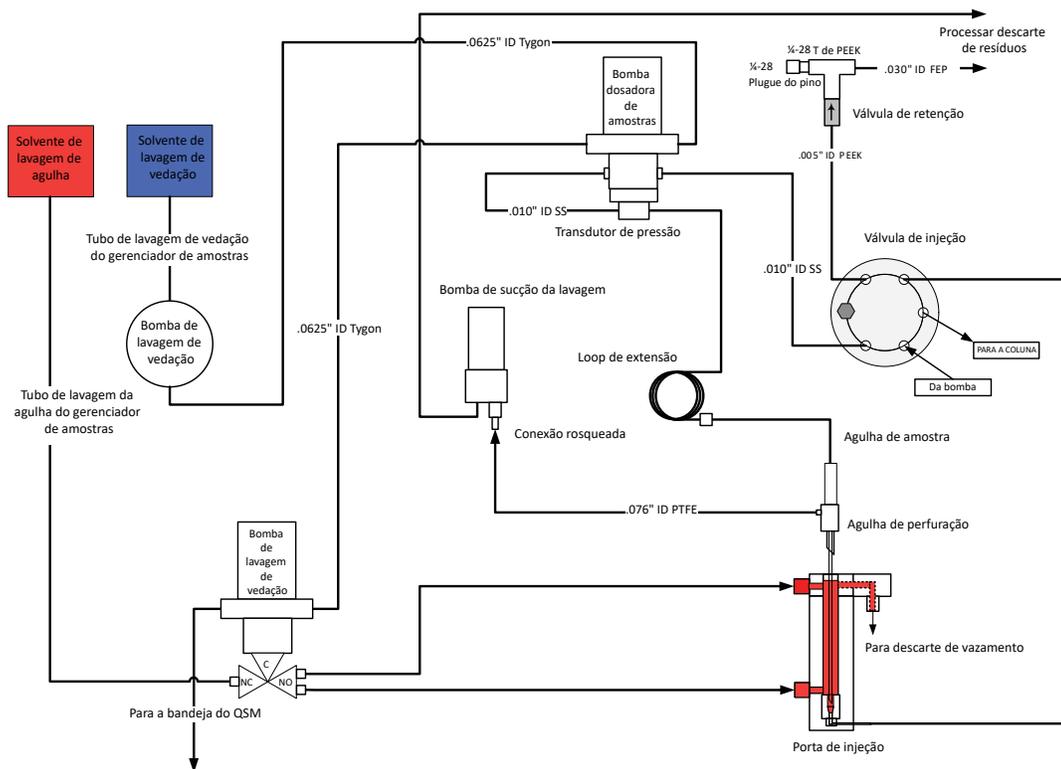
### 3.2.3.2 Sistema de injeção

*O caminho do fluxo de injeção inclui as unidades necessárias para aspirar uma amostra e levá-la à coluna.*

O processo de injeção envolve a agulha, o loop de extensão opcional, a bomba dosadora de amostras, a válvula de injeção e a porta de injeção/lavagem.

**Nota:** Para uma configuração do sistema de aspiração múltipla, uma válvula multiextração opcional está disponível.

**Figura 3–11: Caminho do fluxo do gerenciador de amostra para aspiração e injeção de extração única**



### 3.2.3.3 Mecânica da injeção

*A agulha de amostras passa por uma sequência específica para cada injeção.*

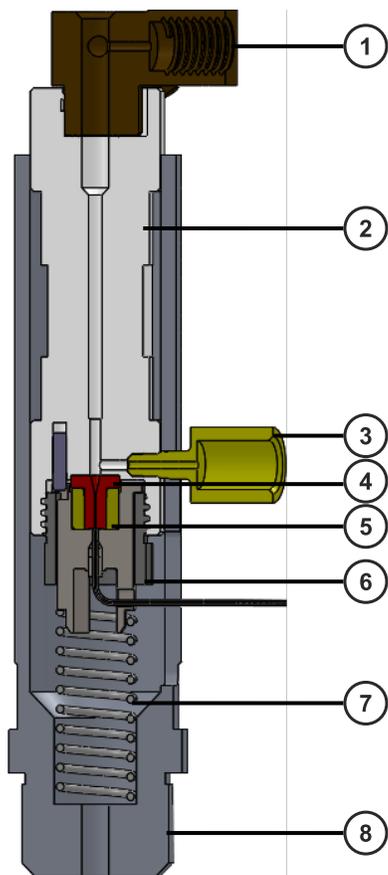
Durante uma injeção, esta sequência ocorre:

1. A agulha move-se para a ampola de amostra e aspira a amostra.
2. O carro da agulha insere a agulha na porta de injeção/lavagem.

**Nota:** A unidade da porta de injeção inteira tem por base uma mola e é guiada para dentro de um alojamento de metal.

3. Conforme a agulha é inserida na porta de injeção/lavagem, ela é pressionada contra o assento e forma uma vedação de alta pressão.
4. A válvula de injeção é ligada para iniciar a injeção.
5. A bomba de lavagem lava a parte exterior da agulha durante a injeção.

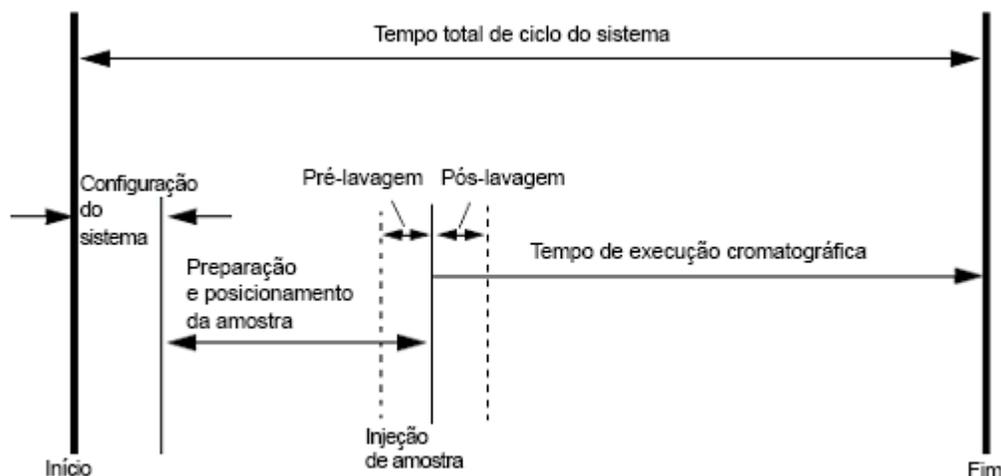
Figura 3-12: Unidade de sede da agulha, corte transversal



- ① Coletor de lavagem angulado
- ② Luva de suporte da agulha de amostras
- ③ Conexão
- ④ Sede
- ⑤ Unidade da porta de sede
- ⑥ Porca de travamento do copo de vedação
- ⑦ Mola de compressão
- ⑧ Alojamento de lavagem de agulha

A figura a seguir mostra o tempo de ciclo do modo de injeção padrão.

**Figura 3–13: Definição do tempo de ciclo do modo de injeção padrão**



### 3.2.3.3.1 Sistema de lavagem

*A sequência de lavagem não permite que o solvente de lavagem entre no fluxo de amostra.*

O sistema de lavagem limpa a parte externa da agulha de amostra enquanto esta se encontra dentro da porta de injeção/lavagem.

### 3.2.3.3.2 Modos de escorva

*O gerenciador de amostras tem três modos de escorva disponíveis.*

- Solvente de lavagem da agulha: em que o solvente de lavagem flui através da bomba de lavagem da agulha
- Bomba dosadora de amostras: usa o gerenciador de solvente para escorvar a bomba dosadora de amostras (que está a jusante das bombas do gerenciador de solvente)
- Solvente de lavagem de vedação: a escorva ocorre na área do gerenciador de amostras do IFM em vez da área da bomba

### 3.2.3.3.3 Sistema térmico

*O sistema térmico mantém a temperatura especificada para o compartimento de amostras (intervalo de temperatura ajustável entre 4 e 40 °C em incrementos de 0,1 °C).*

#### **Dicas:**

- Os ventiladores do gerenciador de amostras interrompem a circulação de ar sempre que a porta do compartimento de amostras é aberta.
- Quando o dispositivo está controlando a temperatura, a bandeja de amostras gira vagarosamente de modo a ajudar a manter uma temperatura uniforme em todas as placas.

## 3.2.4 Recursos da bomba

*O sistema usa uma bomba de mistura de baixa pressão.*

O Alliance iS Quaternary Solvent Manager (QSM) pode misturar até quatro solventes desgaseificados (A, B, C e D). Uma válvula de dosagem de gradiente (GPV, Gradient Proportioning Valve) é usada para misturar solventes dinamicamente em qualquer combinação especificada, produzindo segmentos de gradiente reprodutíveis e repetíveis, independentemente da compressibilidade do solvente e da contrapressão do sistema. As câmaras de desgaseificação integradas (uma por linha de solvente) removem automaticamente gases dissolvidos de até quatro solventes de eluição.

A bomba tem:

- Compensação automatizada e contínua da compressibilidade para fornecimento preciso e exato em pressões de até 12000 psi
- Sensores de vazamento para gerenciar e identificar vazamentos de solvente durante a operação não assistida
- Taxas de fluxo programáveis que variam de 0,001 a 10000 mL/min, em incrementos de 0,001 mL

#### 3.2.4.1 Invólucro de fluxo de pressão

*O módulo de bomba compreende uma única bomba e uma válvula de dosagem.*

A bomba fornece um fluxo de solvente em taxas de fluxo analíticas de até 5 mL/min a 12000 psi e mudança linear para 4000 psi a 10 mL/min.

#### 3.2.5 Recursos do aquecedor/resfriador de coluna

*Este módulo gerencia e mantém a temperatura da coluna para seu sistema.*

O Alliance iS Column Heater/Cooler (CHC) é um compartimento no sistema que controla o ambiente térmico da coluna usando uma combinação de aquecedor e resfriador condutivos. Quando a temperatura do compartimento está configurada, diretamente no console ou em um método, um comando é enviado para o CHC que liga ou desliga o mecanismo de aquecimento/resfriamento do compartimento. O CHC continua a aquecer ou resfriar até o compartimento atingir o ponto de ajuste de temperatura especificado.

O CHC tem:

- Preaquecimento passivo integrado
- Intervalo de configuração de temperatura entre 4 °C (39,2 °F) e 90 °C (194 °F)
- Tecnologia eConnect de coluna
- Grampos de coluna para facilitar a remoção e substituição da coluna
- Conexões sem ferramentas (TFFs)

Especificações compatíveis da coluna:

- Comprimento: 300 mm (no máximo)
- DI: 8,0 mm (no máximo)
- Filtro de pré-coluna ou em linha: 30 mm (no máximo)

### 3.2.5.1 Operação do aquecedor/resfriador de coluna

*Este módulo é uma combinação de aquecedor e resfriador condutivos.*

Quando a temperatura do compartimento de coluna é configurada, diretamente no console ou em um método, um comando é enviado ao CHC para ligar ou desligar o mecanismo de aquecimento/resfriamento do compartimento. Com base no feedback do termistor do compartimento, o dispositivo termoeletrico continua a aquecer, ou a resfriar, até o compartimento atingir o ponto de ajuste de temperatura especificado.

**Recomendação:** Quando a temperatura da coluna e da amostra forem importantes para a aplicação, além de especificar pontos de ajuste de temperatura explícitos no método, especifique limites apropriados de temperatura. Juntas, essas configurações garantem que a operação do sistema ocorra apenas dentro dos limites definidos e que qualquer ocorrência de um desvio inaceitável dos pontos de ajuste seja sinalizada por uma mensagem de erro indicando a variação.

### 3.2.5.2 Configuração da coluna

*As colunas não estão incluídas como parte do sistema, mas estão disponíveis para compra no site da Waters.*

O compartimento de coluna do CHC acomoda uma única coluna de LC, com dimensões máximas de 8,0 mm de diâmetro interno e 300 mm de comprimento, e um único consumível pré-coluna, com dimensões máximas de 8,0 mm de diâmetro interno e 30 mm de comprimento.

### 3.2.5.3 Tecnologia eConnect

*Os recursos de coluna inteligente do eConnect garantem a rastreabilidade total da coluna e facilitam a solução de problemas pós-execução.*

A nova tecnologia eConnect da Waters é um recurso padrão do CHC que pode ser utilizada na compra de versões ativadas para eConnect das colunas cromatográficas da Waters (colunas de HPLC eConnect). Prontas para serem utilizadas, as colunas eConnect são montadas de maneira segura com uma etiqueta de dispositivo eConnect ativada para comunicação de campo próximo (NFC, Near-Field Communication) durante a fabricação, garantindo que sejam sempre identificadas, verificadas e rastreadas automaticamente pelo sistema.

Depois de instalar uma coluna com etiqueta eConnect no CHC e fechar a porta do componente, a etiqueta é detectada automaticamente. Em seguida, a tecnologia eConnect da etiqueta interage com uma versão compatível do software de sistema Empower para ler os identificadores exclusivos de dispositivo da coluna, exibir essas informações na tela de toque do sistema e registrar esses dados para cada injeção.

### 3.2.6 Recursos da tela de toque

A tela de toque do Alliance iS HPLC System permite que o usuário realize muitas tarefas e economiza tempo ao minimizar o deslocamento entre o sistema e a estação de trabalho do Empower. O painel de navegação no lado esquerdo da tela de toque inclui botões para acessar as exibições para a realização de tarefas específicas. A tabela a seguir lista as exibições.

**Tabela 3–4: Exibições/botões da tela de toque**

Exibição	Descrição
Home (Início) na página 54	Exibe informações de status em tempo real.
Setup (Configuração) na página 54	Prepara o sistema para iniciar ou desligar. Gerencia os solventes.
Plots (Gráficos) na página 55	Exibe os gráficos disponíveis.
Maintain (Manutenção) na página 56	Fornece procedimentos de substituição e calibração de componentes.
Health (Integridade) na página 56	Fornece procedimentos para solução de problemas, resolução e relatório de problemas.
System (Sistema) na página 57	Fornece ações para configurar o sistema, criar ou revisar logs, realizar tarefas do administrador, exibir contadores de desempenho, configurar sensores de vazamento e exibir a tela About (Sobre).
Commands (Comandos) na página 56	Fornece ações com efeitos imediatos, como ligar/desligar a lâmpada e reiniciar o sistema.

A tabela a seguir descreve os controles na parte superior da janela da tela de toque.

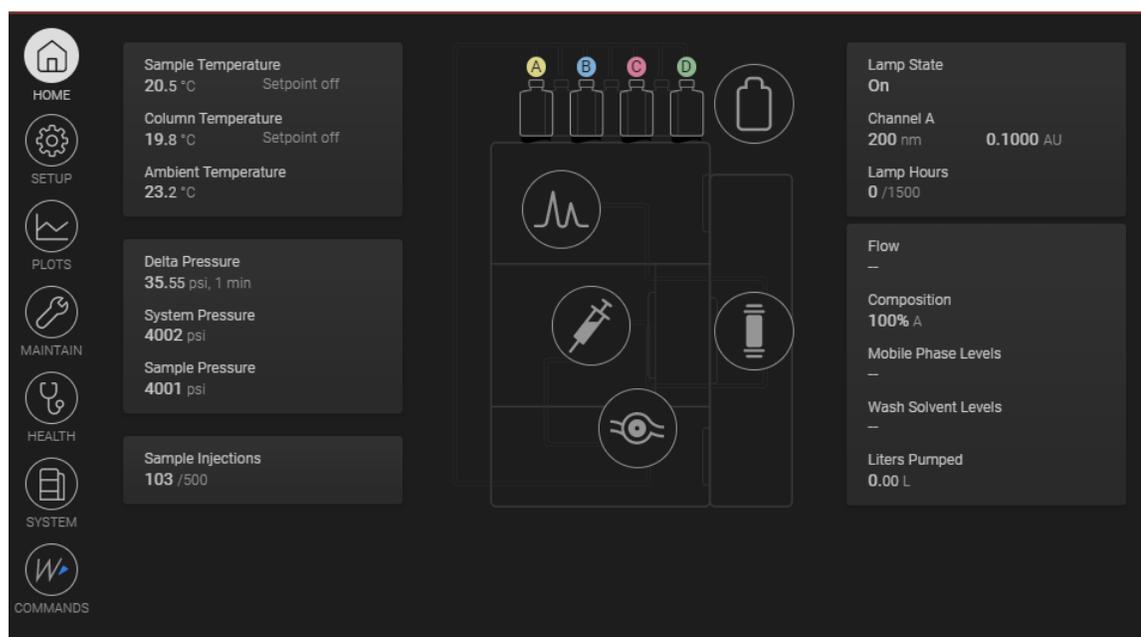
**Tabela 3–5: Controles adicionais da tela de toque**

Controle	Descrição
System status (Status do sistema)	IDLE (Ocioso), RUNNING (Em execução) ou ERROR (Erro)
Preferences (Preferências)	Fornecer acesso às seguintes configurações: Display and Themes (Exibição e temas), Instrument Name (Nome do equipamento), Lock Screen (Tela de bloqueio) e User Note (Observação do usuário).

### 3.2.6.1 Exibição Início da tela de toque

A exibição Home (Início) mostra o status em tempo real do sistema. A figura a seguir mostra a exibição Home (Início).

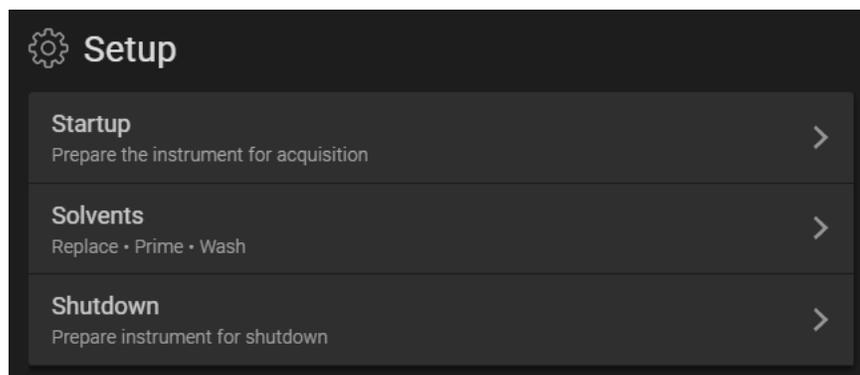
**Figura 3–14: Exibição Home (Início)**



### 3.2.6.2 Exibição Configuração da tela de toque

A exibição Setup (Configuração) fornece as ações usadas para preparar o sistema para a aquisição de dados. A figura a seguir mostra a exibição Setup (Configuração).

**Figura 3–15: Exibição Setup (Configuração) (principal)**



Consulte:

- [Escorva do gerenciador de solvente seco por meio da tela de toque na página 67](#)
- [Equilíbrio do Alliance iS HPLC System na página 85](#)
- [Preparação para desligar o Alliance iS HPLC System na página 92](#)

### 3.2.6.3 Exibição Gráficos da tela de toque

O Alliance iS HPLC System produz gráficos de dados continuamente para exibição na tela de toque. É possível configurar até quatro gráficos de diagnóstico por até 96 horas. A tabela a seguir descreve os gráficos disponíveis.

**Tabela 3–6: Gráficos de dados produzidos pelo sistema**

Gráfico	Descrição
Sample manager diagnostics (Diagnóstico do gerenciador de amostras)	Fornece as temperaturas ambiente e da amostra em °C, e a pressão da amostra em psi ou em uma unidade selecionada pelo usuário.
Column module diagnostics (Diagnósticos do módulo da coluna)	Exibe canais, como Column Temperature (Temperatura da coluna).
Detector diagnostics (Diagnósticos do detector)	Exibe canais como absorbância e comprimento de onda (somente TUV).
Pump diagnostics	Exibe canais, como System Pressure (Pressão do sistema) e Flow and Composition (Fluxo e composição).

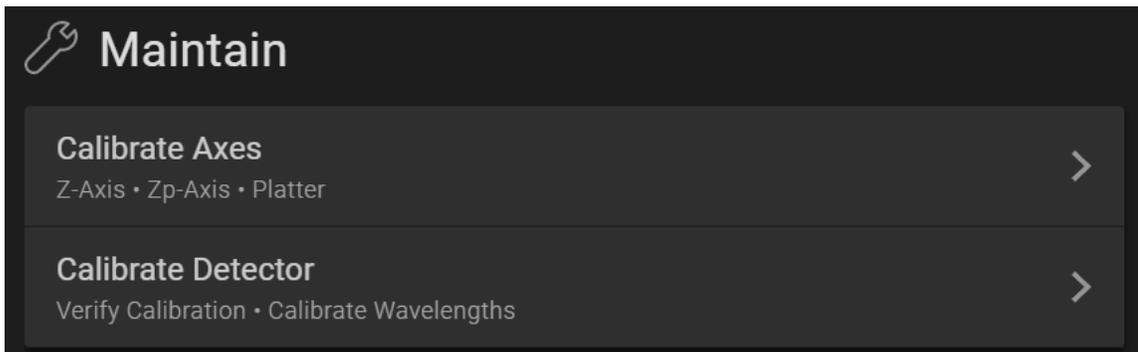
**Tabela 3–6: Gráficos de dados produzidos pelo sistema (continuação)**

Gráfico	Descrição
(Diagnósticos da bomba)	

### 3.2.6.4 Exibição Manutenção da tela de toque

A exibição Maintain (Manutenção) fornece fluxos de trabalho usados para substituir componentes e calibrar o sistema. A figura a seguir mostra a exibição Maintain (Manutenção).

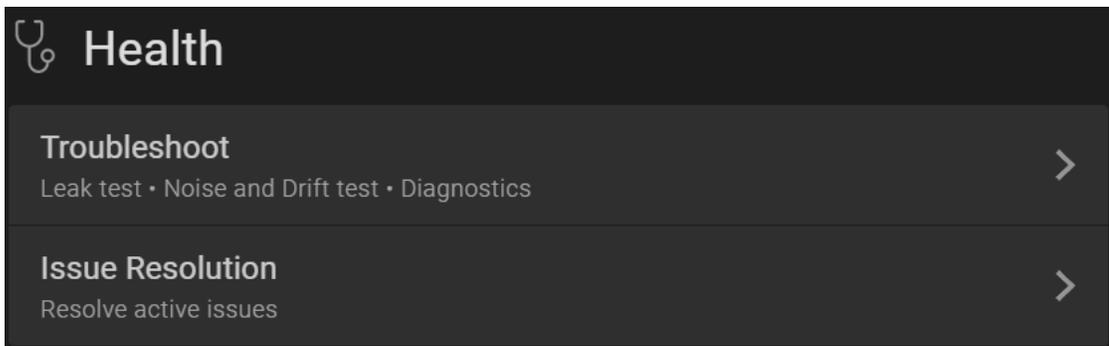
**Figura 3–16: Exibição Maintain (Manutenção) (principal)**



### 3.2.6.5 Exibição da integridade da tela de toque

A exibição Health (Integridade) apresenta os fluxos de trabalho usados para solucionar problemas que podem estar presentes no sistema. A figura a seguir mostra a exibição Health (Integridade).

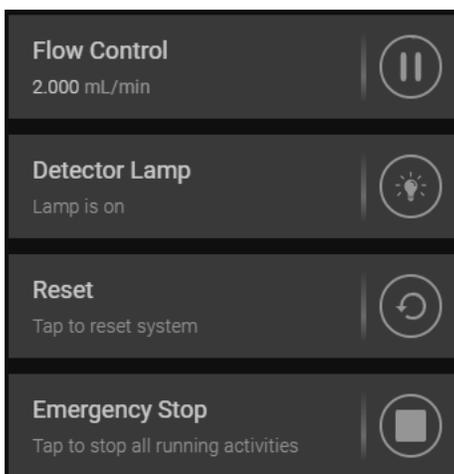
**Figura 3–17: Exibição Health (Integridade) (principal)**



### 3.2.6.6 Exibição Comandos da tela de toque

A exibição Commands (Comandos) fornece ações que têm efeitos imediatos. A figura a seguir mostra a exibição Commands (Comandos).

**Figura 3–18: Exibição Commands (Comandos)**



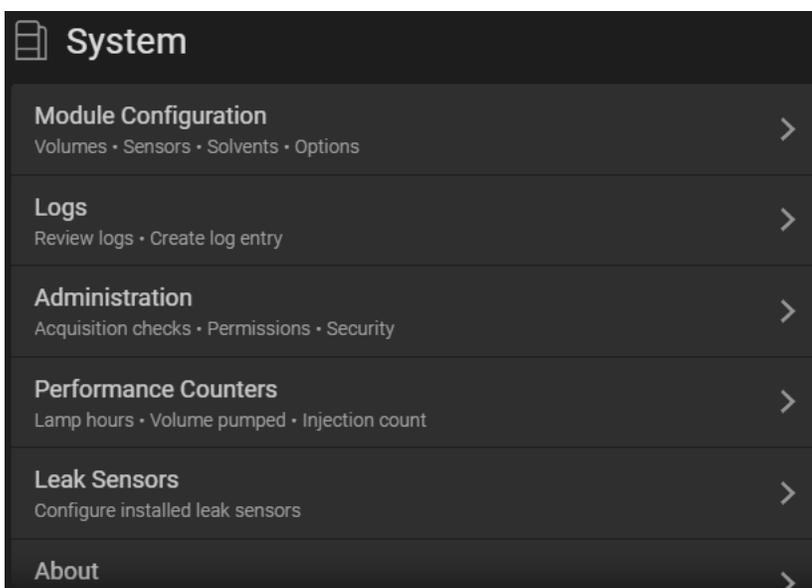
Consulte:

- [Equilíbrio do Alliance iS HPLC System na página 85](#)

### 3.2.6.7 Exibição Sistema da tela de toque

A exibição System (Sistema) apresenta diversas ações usadas para configurar o sistema e fornecer informações no nível do sistema. A figura a seguir mostra a exibição System (Sistema).

**Figura 3–19: Tela System (Sistema) (principal)**

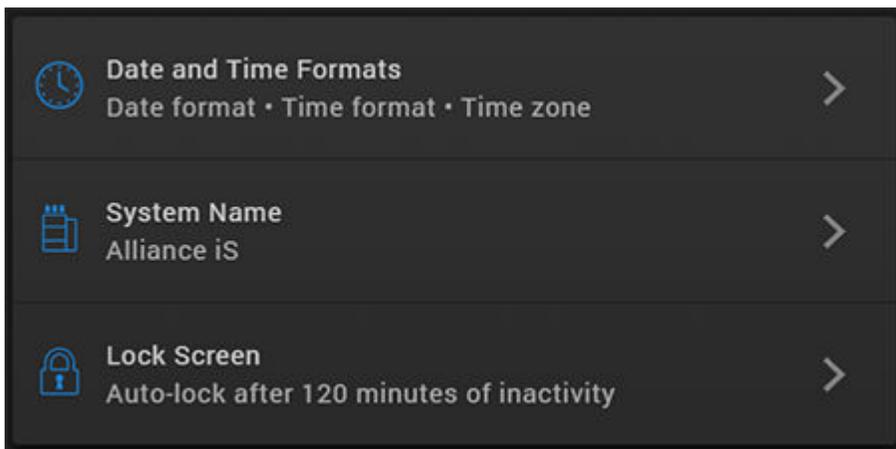


### 3.2.6.8 Exibição Preferências da tela de toque



Na tela inicial, toque no ícone de preferências para acessar a exibição Preferences (Preferências). A exibição Preferences (Preferências) fornece configurações que afetam a interface de usuário da tela de toque, mas não a operação do sistema. A figura a seguir mostra a exibição Preferences (Preferências). Os botões **LOCK** (Bloquear) e **DONE** (Concluído) estão abaixo das preferências.

**Figura 3–20: Exibição Preferências**



### 3.2.6.9 Seleção de idioma da tela de toque

É possível selecionar o idioma de exibição do sistema na tela de toque.

**Nota:** Esse processo afeta apenas o idioma de exibição na tela de toque e é independente da seleção de idioma no Empower.

1. Toque no botão **LANGUAGE** (Idioma) no canto inferior esquerdo da tela de bloqueio do sistema.
2. Toque para selecionar o idioma apropriado. De cima para baixo, as opções são inglês, chinês simplificado, japonês e coreano.

## 3.2.7 Recursos do Empower

O Empower CDS fornece recursos específicos ao Alliance iS HPLC System. Para obter mais informações, consulte os tópicos a seguir, [Finalidade de uso do sistema na página 11](#) e o *Empower online Information System (Sistema de informações on-line do Empower)*.

### 3.2.7.1 Recursos do Empower para o Alliance iS HPLC System

O Empower oferece os seguintes recursos para o sistema:

- A System Audit Trail (Trilha de auditoria do sistema) inclui as ações realizadas no sistema.
- O sistema envia as informações de utilização da coluna para o Empower, que as armazena nas tabelas de histórico de colunas.
- O Empower envia ao sistema informações sobre o status da amostra atual e de adequabilidade do sistema para exibição na tela de toque.
- Os usuários podem solicitar verificações de validação de amostra pelo sistema antes do envio e da execução. Os problemas resultantes aparecem no Message Center (Centro de mensagens).

### 3.2.7.2 Console do Alliance iS HPLC System

O console do Alliance iS HPLC System pode ser acessado pelo painel de controle do Empower. Por conveniência, o console fornece algumas das informações que aparecem na exibição [Home na página 54](#) (Início) da tela de toque na estação de trabalho do Empower.

### 3.2.7.3 Intelligent Method Translator

O aplicativo Intelligent Method Translator (iMTA) converte métodos que não são do Alliance iS HPLC System em métodos do Alliance iS HPLC System. O processo de conversão de métodos mapeia os parâmetros armazenados nos métodos de equipamento do Empower para as configurações de equipamento do sistema. Os métodos de equipamento convertidos podem ser visualizados no Instrument Method Editor (Editor de método de equipamento) do Empower.

Para obter mais informações sobre o aplicativo Intelligent Method Translator, consulte *Intelligent Method Translator App User's Guide (Guia do usuário do aplicativo Intelligent Method Translator)* (715008502PB).

# 4 Preparação do sistema

Esta seção ajuda a preparar o sistema da Waters para uso. A configuração adequada é fundamental para o sucesso da operação do sistema.

## 4.1 Inicialização do sistema

---

*O botão liga/desliga está localizado na porta frontal do gerenciador de amostras.*

Depois que o sistema for conectado, o LED do botão liga/desliga piscará.

### Para ligar o sistema:

1. Pressione o botão liga/desliga na porta frontal do gerenciador de amostras. O LED do botão liga/desliga acenderá de forma constante, e o sistema será ligado. Quando o processo de inicialização for concluído, a tela Idle (Ocioso) é exibida.

**Figura 4–1: Alliance iS Botão liga/desliga do Alliance iS**



2. Faça login no Alliance iS HPLC System. Consulte [Login e logout do Alliance iS HPLC System na página 82](#).

## 4.2 Desligamento do sistema

---

*O botão liga/desliga está localizado na porta frontal do gerenciador de amostras.*

### Para desligar o sistema:

Pressione o botão liga/desliga na porta frontal do gerenciador de amostras.

O sistema será desligado.

**Figura 4–2: Alliance iS Botão liga/desliga do Alliance iS**



## 4.3 Conector de sinal de E/S

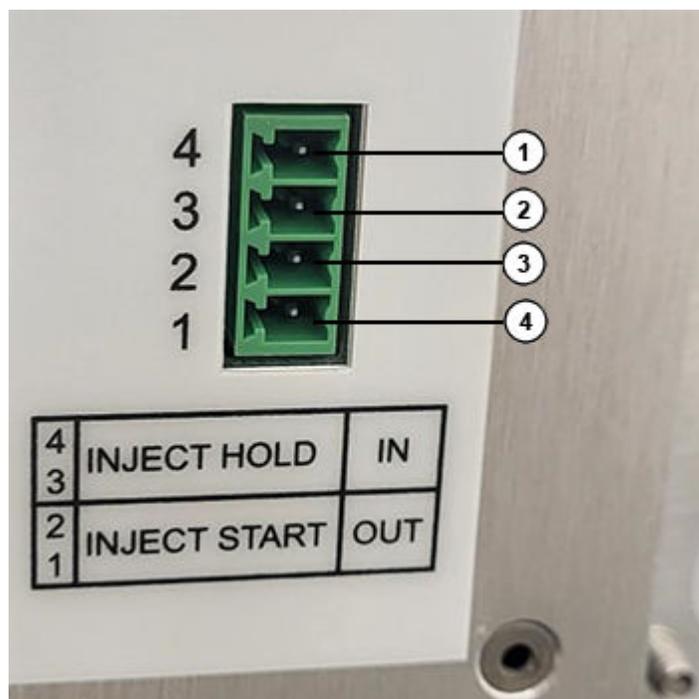
---

*O conector de sinal de E/S fornece um meio para o sistema se comunicar com componentes externos do LC.*

**Nota:** O conector de sinal de E/S foi implementado com a versão 1.1 do Alliance iS HPLC System. Essas informações se aplicam a sistemas a partir da versão 1.1.

O painel traseiro do IFM inclui um conector removível que prende os terminais de parafuso para os sinais de E/S. Esse conector tem um formato específico para que o cabo de sinal possa ser inserido apenas de uma maneira.

Figura 4–3: Conector de sinal de E/S do Alliance iS



- ① Espera de injeção
- ② Espera de injeção
- ③ Início da injeção
- ④ Início da injeção

Tabela 4–1: Conexões analógicas/de evento do Alliance iS

Conexões de sinal	Descrição
Espera de injeção	Reservado para uso futuro.
Início da injeção	Uma saída que aciona outros componentes do LC para iniciar no tempo de injeção do Alliance iS HPLC System.

## 4.4 Instalação da coluna

*Instale a coluna no CHC antes de executar amostras.*

Conexões e grampos de coluna foram desenvolvidos para serem intuitivos ao instalar uma coluna no Alliance iS Column Heater Cooler (CHC).

**Nota:** Ligue o sistema antes de instalar a coluna para garantir a identificação adequada da coluna de RF quando a porta do CHC estiver fechada. Consulte [Inicialização do sistema na página 60](#).

1. Abra a porta do compartimento de coluna.
2. Mova o grampo da coluna inferior conforme necessário para corresponder ao tamanho da coluna.
3. Remova os bujões das extremidades de entrada e saída da coluna.
4. Oriente a coluna de forma que a saída esteja voltada para cima (veja a seta na coluna), e a entrada esteja voltada para baixo.
5. Parafuse as conexões na tubulação do compartimento de coluna apertando com os dedos na entrada e saída da coluna.
6. Insira a coluna nos grampos superior e inferior de forma que o grampo encaixe nas roscas expostas na conexão.

**Figura 4–4: Coluna encaixada no grampo da coluna**



7. Feche a porta do compartimento de coluna.

## 4.5 Abertura do console a partir do software Empower

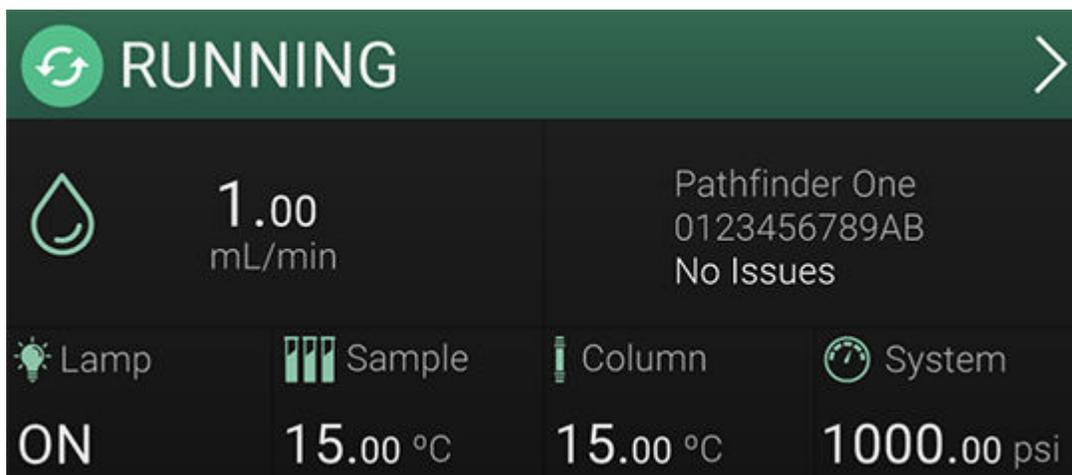
---

*Depois de ligar o sistema, abra o console do Empower.*

É possível acessar o console a partir do painel de status do sistema Empower.

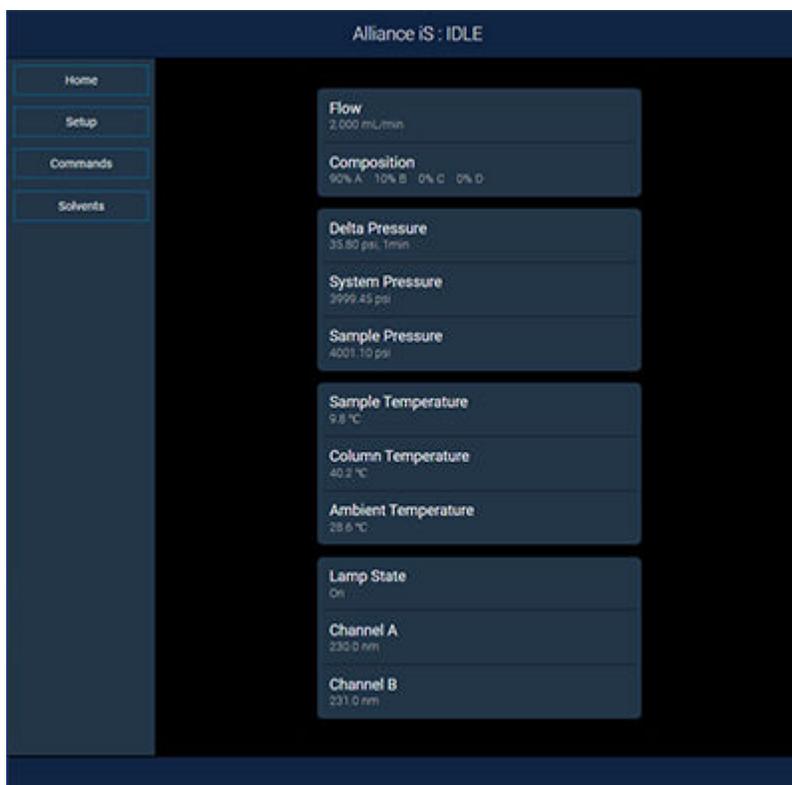
1. No menu Run Samples (Executar amostras) do Empower, clique na seta no canto superior direito do painel de controle do sistema.

Figura 4–5: Inicialização do console do sistema



2. No console, é possível acessar a configuração e os status detalhados de todas as partes do sistema.

Figura 4–6: Console do sistema



## 4.6 Escorva do sistema

*Depois de ligar o sistema, é necessário escorrá-lo antes que o sistema esteja pronto para uso.*

**Requisito:** É necessário realizar a escorva do sistema depois de inicializá-lo, bem como depois de mudar a fase móvel, mudar a agulha de amostra e depois que o sistema ficar ocioso por quatro horas ou mais.

**Requisito:** É necessário instalar uma coluna antes da escorva do sistema. Consulte [Instalação da coluna na página 62](#).

**Recomendação:** Em caso de introdução de novos solventes, escorve-os a 4 mL/min por 7 minutos. Como alternativa, escorve os solventes a 4 mL/min por 3 minutos. Certifique-se de que haja quantidade de solvente suficiente para a escorva.

Existem várias maneiras de escorvar o sistema a partir da tela de toque:

- Toque em **SETUP** > **Startup** (Configuração > Inicialização) para escorvar todos os solventes, escorvar a lavagem de agulha e a lavagem da vedação, e especificar a composição do solvente, a taxa de fluxo, as temperaturas da coluna e amostra, e a caracterização da agulha para a próxima inicialização do sistema.
- Toque em **SETUP** > **Solvents** > **Prime Mobile Phase Solvents** (Configuração > Solventes > Escorvar solventes de fase móvel).
- Toque em **HOME** (Início), toque no ícone de frasco de solvente, toque em um cartão de condição de fase móvel e, em seguida, toque em **Prime Solvent** (Escorvar solvente) para escorvar uma fase móvel individual.
- Toque em **SETUP** > **Solvents** > **Prime Sample Metering Pump** (Configuração > Solventes > Escorvar bomba dosadora de amostras).

**Sugestão:** Na tela de toque, é possível selecionar o recurso **Setup** > **Startup** (Configuração > Inicialização) para escorvar todos os solventes, escorvar a lavagem de agulha e a lavagem da vedação, e especificar a composição do solvente, a taxa de fluxo, as temperaturas da coluna e amostra, e a caracterização da agulha para a próxima inicialização do sistema. Para obter detalhes, consulte a tela de toque.

## 4.6.1 Escorva do sistema de lavagem de vedação

*A escorva do sistema de lavagem de vedação faz parte do fluxo de trabalho de inicialização do sistema na tela de toque.*

Escorve a lavagem de vedação no Alliance iS QSM para encher os caminhos da tubulação com solvente.

**Sugestão:** Depois de escorvado, o sistema de lavagem de vedação é usado para lubrificar os êmbolos e enxaguar o solvente e quaisquer sais precipitados que tenham sido arrastados além das vedações do êmbolo no lado de alta pressão das câmaras do pistão.

Escorve o sistema de lavagem de vedação em todas as seguintes situações:

- Depois de usar a fase móvel tamponada
- Quando a bomba ficar inativa por algumas horas ou mais
- Quando a bomba estiver seca



**Advertência:** Siga sempre as Boas Práticas de Laboratório (BPL), especialmente ao trabalhar com materiais perigosos. Consulte as Fichas de dados de segurança relativas aos solventes utilizados. Além disso, consulte o inspetor de segurança da sua empresa sobre os protocolos para manuseio de tais materiais.



**Advertência:** Para evitar a contaminação pessoal com compostos de risco biológico ou tóxicos, use sempre luvas limpas, resistentes a produtos químicos e sem pó ao realizar esse procedimento.



**Advertência:** Para evitar danos nos olhos, use óculos de proteção ao realizar este procedimento.



**Aviso:** Para evitar danificar as sedes e vedações das válvulas solenoides no percurso do solvente, não use um tampão não volátil como solvente de lavagem de vedação.



**Aviso:** Para evitar a obstrução da tubulação do sistema, certifique-se de que o solvente de lavagem de vedação seja compatível com as condições de fase móvel.



**Aviso:** Para evitar a contaminação dos componentes do sistema, não reutilize a lavagem de vedação.

**Sugestão:** O sistema de lavagem de vedação tem autoescorva. Não é possível escorvá-lo com uma seringa em condições normais de conexão.

### Recomendações:

- Use a lavagem de vedação que é totalmente solúvel com todos os solventes cromatográficos e que contenha pelo menos 10% de solvente orgânico. Esta concentração previne o crescimento microbiano e garante que a lavagem de vedação solubilize a fase móvel.
- Antes de escorvar o sistema de lavagem de vedação, certifique-se de que o volume da lavagem de vedação seja adequado para a escorva.
- O titânio está sujeito à corrosão em metanol anidro, o que pode ser evitado adicionando uma pequena quantidade de água (aproximadamente 3%). É possível uma leve corrosão com amônia > 10%. Caso esteja usando um Alliance iS Bio HPLC System, como alternativa, é possível remover os ralos de filtro de titânio (o sistema perde a primeira linha de proteção contra partículas) ou substituí-los por ralos de aço inoxidável se a análise não for afetada por considerações de biocompatibilidade.

### Ferramentas e materiais necessários

- Luvas sem pó, resistentes a produtos químicos
- Óculos de proteção
- Solução de lavagem de vedação
- Adaptador de tubulação (kit de inicialização)

### Para escorvar o sistema de lavagem de vedação:

1. Confirme se a tubulação de entrada da lavagem de vedação está submersa no solvente de lavagem.
2. Na tela de toque, toque em **HOME** (Início), toque no ícone de frasco de solvente, toque no cartão de condição de lavagem de vedação e, depois, toque em **Prime Solvent** (Escorvar solvente) para escorvar a lavagem de vedação.

**Nota:** Também é possível escorvar a lavagem de vedação como parte do processo de inicialização do sistema.

3. Na tela de toque, toque em **Setup > Startup** (Configuração > Inicialização).
4. Siga o restante das instruções na tela para concluir o processo de inicialização do sistema.

## 4.6.2 Escorva da bomba

*A escorva da bomba faz parte do fluxo de trabalho de inicialização do sistema na tela de toque.*

A escorva prepara um novo sistema para o uso ou para a troca em reservatórios ou solventes. Ela também prepara um sistema para reiniciar após um tempo ocioso maior que quatro horas. Durante a escorva, a válvula de respiro move-se para a posição de respiro, permitindo que o fluxo seja direcionado para o descarte. A taxa de fluxo durante a escorva é de 10 mL/min.

**Recomendação:** Certifique-se de que todos os solventes nos reservatórios de solvente A, B, C e D estejam cheios e miscíveis.



**Aviso:** Para evitar a precipitação de sais no sistema, introduza um solvente intermediário, como água, quando mudar de tampões para solventes com alto teor de conteúdo orgânico. Consulte as tabelas de miscibilidade do solvente na seção de considerações sobre solventes do guia do sistema.

Verifique se os reservatórios de solvente contêm solvente suficiente para a escorva adequada e para a operação subsequente do sistema, e se o recipiente de descarte pode acomodar todo o solvente usado. Por exemplo, em 10 mL/min, a escorva de dois minutos usa cerca de 20 mL de cada solvente.



**Advertência:** Para evitar derramamentos, esvazie o recipiente de descarte de resíduos em intervalos regulares.

**Requisito:** Escorva todas as linhas de solvente com solvente para garantir que o degaseificador e a válvula de dosagem de gradiente funcionem adequadamente.

### 4.6.2.1 Escorva de uma bomba seca por meio da tela de toque

*A escorva da bomba faz parte do fluxo de trabalho de inicialização do sistema na tela de toque.*

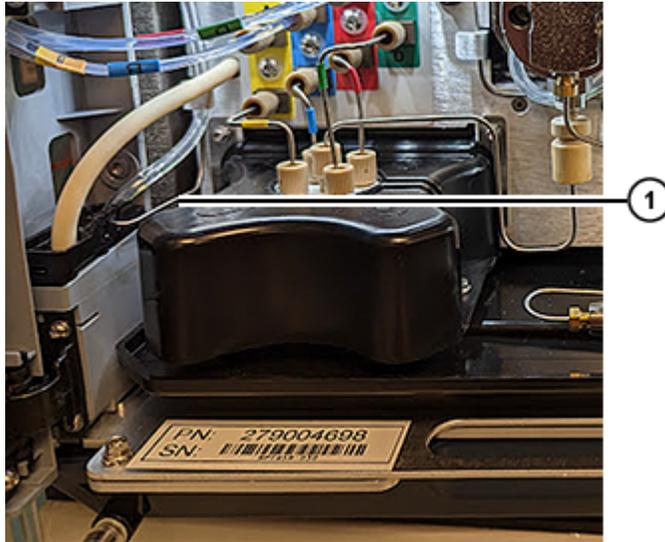
Para escorvar uma bomba seca por meio da tela de toque:

1. Abra a porta frontal da bomba.

**Nota:** A porta da bomba é a porta inferior do sistema.

2. Localize a linha de descarte de solvente de 1,57 mm (0,062 pol) da válvula de respiro localizada no lado esquerdo do compartimento da bomba, aninhada no bisel esquerdo. Deixe a linha de descarte de solvente de 1,57 mm (0,062 pol) da válvula de respiro submersa nos resíduos do processo por enquanto.

**Figura 4–7: Localização da tubulação de respiro do solvente**



① Tubulação de respiro do solvente

3. Na tela de toque, toque em **Setup > Solvents > Prime Mobile Phase Solvents** (Configuração > Solventes > Escorvar solventes de fase móvel) e siga as instruções na tela.
4. Na tela Prime Solvent by Solvent Line (Escorvar solvente por linha de solvente), toque em **Prime Solvent A** (Escorvar solvente A), **Prime Solvent B** (Escorvar solvente B), **Prime Solvent C** (Escorvar solvente C) e/ou **Prime Solvent D** (Escorvar solvente D).
5. Siga o restante das instruções na tela para concluir o processo de escorva.
6. Enquanto a escorva estiver em andamento, levante o tubo de descarte de 1,57 mm (0,062 pol) da válvula de respiro do coletor de resíduos do processo, expondo a extremidade. Deverá haver um fluxo constante de solvente após cinco minutos. Direcione qualquer fluxo para a parte superior da tampa de descarte do processo (coletor) para evitar derramamentos. Se não houver fluxo, monitore as linhas de entrada de solvente A, B, C e D para verificar se estão preenchidas com solvente.

**Sugestão:** Quando o solvente escoar da tubulação de respiro continuamente, o caminho estará escorvado.

**Requisito:** Certifique-se de que haja solvente suficiente nos reservatórios para alimentar os métodos subsequentes.

### 4.6.3 Escorva do gerenciador de amostras

A escorva do gerenciador de amostras faz parte do fluxo de trabalho de inicialização do sistema na tela de toque.

A escorva enche o sistema de lavagem com solvente de lavagem ou o caminho da injeção com fase móvel. A escorva do sistema é feita para executar as seguintes tarefas:

- Preparação de um novo gerenciador de amostras para operação
- Preparação de um gerenciador de amostras para operação após ter ficado inativo durante um período maior que 24 horas
- Troca do solvente de lavagem
- Remoção de bolhas das linhas

Certifique-se de que o solvente de lavagem tenha a composição correta e seja de grau LC-MS, além de ser miscível com outros solventes utilizados no sistema. Utilize filtros em todos os reservatórios de solvente e certifique-se de que os volumes de solvente sejam suficientes para a escorva.

**Nota:** É possível escorvar a lavagem de vedação ou a lavagem de agulha tocando no respectivo cartão de condição no painel de status do sistema. Também é possível escorvar a lavagem de vedação, a lavagem de agulha e a bomba dosadora de amostras como parte do fluxo de trabalho de inicialização do sistema. Toque em **Setup > Startup** (Configuração > Inicialização) e siga o restante das instruções na tela para concluir o processo de inicialização do sistema.

Para escorvar a bomba dosadora de amostras e o solvente de lavagem:

1. Na tela de toque, toque em **Setup > Solvents > Prime Sample Metering Pump** (Configuração > Solventes > Escorvar bomba dosadora de amostras) e siga as instruções na tela.
2. Siga o restante das instruções na tela para concluir o processo de inicialização do sistema.

## 4.7 Escolha de loops de extensão

---

*Um loop de extensão afeta o volume de injeção e a pressão do sistema. Certifique-se de selecionar o loop correto para a aplicação.*

Os loops de extensão, os quais aumentam o volume de amostra que pode ser aspirado e conservado para a injeção, são uma parte opcional do sistema de injeção. Eles são instalados entre a agulha e o transdutor de pressão.

**Tabela 4–2: Os seguintes loops de extensão estão disponíveis para serem usados no gerenciador de amostras**

Tamanho do loop <sup>a</sup>
50 µL
100 µL - Padrão

a. Os tamanhos de loop mostrados são o tamanho máximo de injeção que o loop suporta. Por exemplo, o loop de 100 µL é compatível com tamanhos de injeção de até 100 µL.

## 4.8 Instalação e substituição de loops de extensão

*Adicione um loop de extensão ao gerenciador de amostras para adicionar mais volume de injeção para amostras maiores. Substitua um loop de extensão conforme necessário para compensar um volume de injeção total diferente.*



**Advertência:** Para evitar a contaminação pessoal com compostos de risco biológico ou tóxicos, use sempre luvas limpas, resistentes a produtos químicos e sem pó ao realizar esse procedimento.



**Advertência:** Para evitar danos nos olhos, use óculos de proteção ao realizar este procedimento.

### Ferramentas e materiais necessários

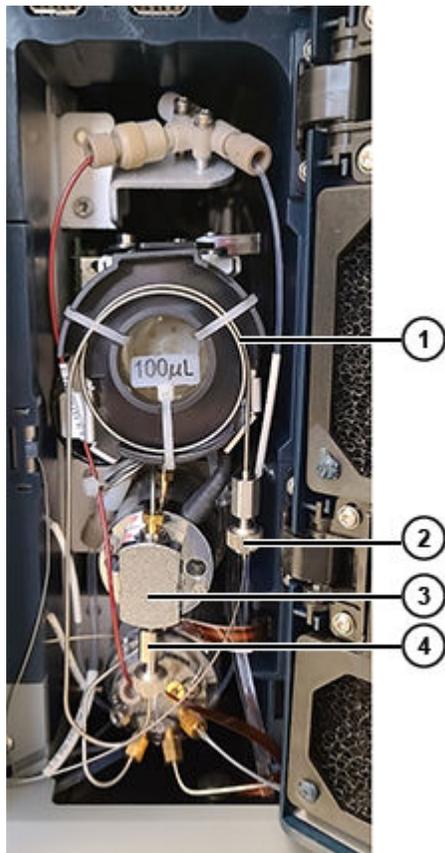
- Kit do loop de extensão
- Luvas sem pó, resistentes a produtos químicos
- Óculos de proteção

### 4.8.1 Instalação de um loop de extensão em um sistema de uma válvula

*Em um sistema de uma válvula, o loop de extensão é instalado entre o transdutor de pressão e a agulha de amostra.*

1. Se o fluxo do sistema estiver em execução, interrompa-o. Na tela de toque, pressione **COMMANDS** (Comandos) e, depois, toque no botão de pausa ao lado de **Flow is On** (O fluxo está ativado).
2. Abra a porta do sistema de fluidos do gerenciador de amostras.

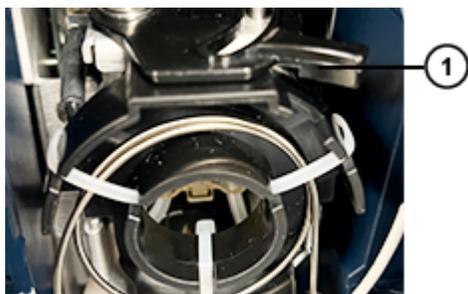
Figura 4–8: Sistema de uma válvula



- ① Loop de extensão com suporte
- ② Conexão sem ferramentas da agulha de amostra
- ③ Transdutor de pressão
- ④ Conexão do adaptador de TFF

3. Desacople a conexão sem ferramentas (TFF, Tool-Free Fitting) ② que está conectada ao loop de extensão e à agulha de amostra. Não há necessidade de remover a conexão do adaptador de TFF ④ do transdutor de pressão.

**Figura 4–9: Trava do loop de extensão**



① Trava do loop de extensão

- Empurre a trava do loop de extensão ① para trás para liberar o suporte do loop de extensão e o remova do gerenciador de amostras.
- Instale um loop de extensão de tamanho diferente entre a conexão do adaptador de TFF ④ e a agulha de amostra. Não há necessidade de remover a conexão do adaptador de TFF ④ do transdutor de pressão.
- Empurre a trava do loop de extensão para frente para fixar o suporte do loop de extensão no gerenciador de amostras.
- Na tela de toque, toque em **System > Module configuration** (Sistema > Configuração do módulo) e siga as instruções na tela para especificar a configuração do volume do loop de extensão.
- Na tela de toque, toque em **Setup > Startup** (Configuração > Inicialização) e siga as instruções na tela para escorvar e preparar o sistema para uso.

## 4.9 Modificação dos parâmetros de configuração da agulha e do loop de extensão

---

*A agulha e o loop de extensão devem ser configurados corretamente na tela de toque para evitar erros ou problemas de desempenho do sistema.*

### Para modificar a configuração de volume do loop de extensão ou da agulha:

- Na tela de toque, pressione **System > Module Configuration** (Sistema > Configuração de módulo) e, em seguida, toque no botão do gerenciador de amostras  .
- Siga as instruções restantes na tela para selecionar a configuração correta de tamanho de loop de extensão.

## 4.10 Escolha do ajuste de posicionamento da agulha

Se a agulha for colocada muito alta, ela poderá não aspirar amostra suficiente. Se a agulha for colocada muito baixo, o risco de introdução de detritos ou precipitado aumenta no sistema de fluidos.

O posicionamento da agulha é a distância vertical da ponta da agulha de amostra até o fundo da ampola de amostra. O ajuste padrão de posicionamento da agulha evita que a agulha chegue ao fundo da ampola.

**!** **Aviso:** Para evitar danificar a agulha, siga as diretrizes nesta seção, certifique-se de que a agulha está calibrada e utilize o ajuste de colocação da agulha apropriado para as placas e ampolas de amostra.

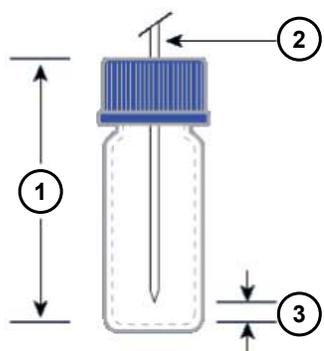
A configuração padrão do posicionamento da agulha no software pode ser alterada em dois lugares: na aba **Dilution** (Diluição) do editor de método do equipamento do gerenciador de amostras e na caixa de diálogo Advanced Settings (Configurações avançadas).

**Tabela 4-3: Ajustes padrão de posicionamento da agulha**

Tipo de placa	Padrão
48 ampolas	4,0 mm (automático)
Todas as outras placas	2,0 mm

**Nota:** Os valores de posicionamento de agulha padrão listados na tabela acima representam a dimensão especificada por ③ na figura abaixo.

**Figura 4-10: Agulha de amostra na ampola**



- ① Profundidade da ampola
- ② Agulha de amostra
- ③ Distância da ponta da agulha de amostra até o fundo da ampola de amostra

## 4.11 Criação de um novo tipo de placa

---

*Crie placas de amostras padrão ou personalizadas para usar em métodos de conjunto de amostras. Defina os tipos de placa corretamente no Empower para evitar entortar as agulhas.*

Consulte o *Empower online Information System (Sistema de informações on-line do Empower)* para obter instruções sobre como criar um novo tipo de placa.

### 4.11.1 Criação de um novo tipo de placa utilizando um tipo de placa existente como modelo

*Começar com um tipo de placa existente como modelo pode economizar tempo em comparação com a criação de um tipo de placa totalmente novo.*

Consulte o *Empower online Information System (Sistema de informações on-line do Empower)* para obter instruções sobre como criar um novo tipo de placa utilizando um tipo existente como modelo.

## 4.12 Configurações avançadas

---

*O sistema tem uma série de configurações que podem ser definidas pelo usuário e que são adequadas para o usuário avançado.*

Esta seção aborda uma série de configurações avançadas disponíveis no Alliance iS HPLC System.

### 4.12.1 Seleção de uma taxa de aspiração para a seringa de amostras

*Se a taxa de aspiração escolhida for muito alta, a mensagem "Drawing sample rate excessive" (Taxa de amostragem de aspiração excessiva) poderá ser exibida.*

As configurações de taxa de aspiração podem ser alteradas no Instrument Method Editor (Editor de método de equipamento).

### 4.12.2 Recuperação máxima da amostra das ampolas

*As configurações incorretas do sistema podem afetar negativamente a quantidade de amostra que é extraída da ampola.*

O sistema possui um recurso opcional de detecção do fundo da ampola. Quando é ativado, o sistema sonda o fundo da ampola e depois recua levemente, de modo que a agulha fique muito perto do fundo.

A definição padrão da placa ANSI (de 48 ampolas) para Maximum Recovery Vials (Ampolas de recuperação máxima) de 2 mL pode deixar um pouco de amostra na ampola. Se for necessário

recuperar a quantidade máxima possível de amostra, ative a função de detecção do fundo da ampola.

**Consulte também:** Para obter informações sobre como ativar o recurso de detecção do fundo da ampola, consulte [Configuração de um método na página 104](#).

**Consulte também:** O folheto Waters Sample Vials and Accessories (Ampolas de amostra e acessórios Waters) em [www.waters.com](http://www.waters.com).

## 4.13 Separação do descarte de condensado do descarte de LC

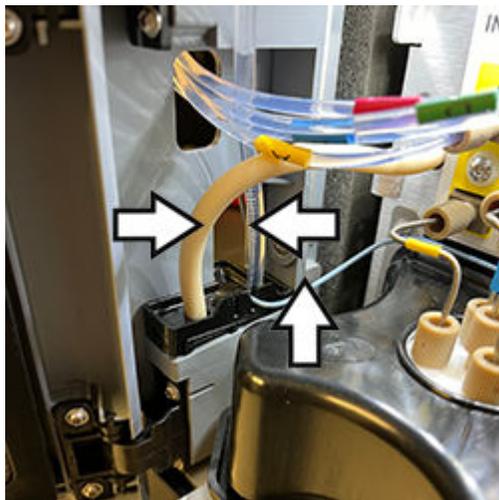
---

*A separação do descarte de condensado do descarte de LC permite ao usuário descartar os resíduos químicos separadamente.*

Os Alliance iS Systems são fornecidos com o descarte de condensado e de LC direcionados para uma única porta de descarte na parte frontal do sistema.

1. Abra a porta do compartimento da bomba.
2. Remova a tubulação da linha de descarte (veja as setas) do recipiente de drenagem.

**Figura 4–11: Tubulação no recipiente de drenagem do compartimento da bomba**



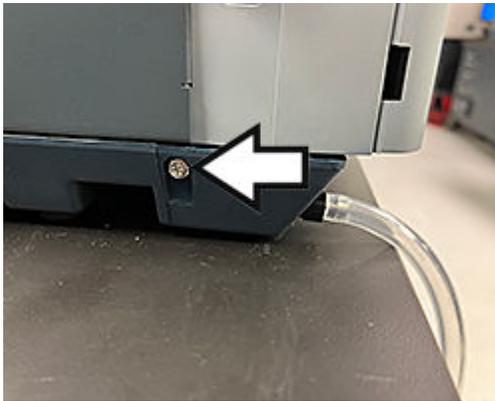
3. Levante o recipiente de drenagem para cima.

**Figura 4–12: Levantamento do recipiente de drenagem para cima**



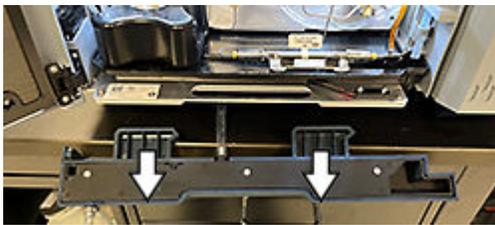
4. Remova o parafuso (veja a seta) no lado esquerdo que prende a bandeja de drenagem.

**Figura 4–13: Parafuso da bandeja de drenagem**



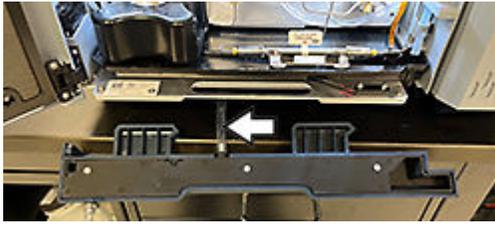
5. Puxe a bandeja de drenagem para a frente.

**Figura 4–14: Puxamento da bandeja de drenagem para a frente**



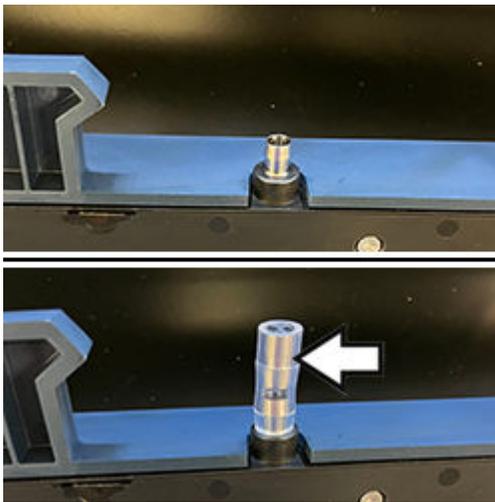
6. Remova a tubulação da bandeja de drenagem.

**Figura 4–15: Remoção da tubulação da bandeja de drenagem**



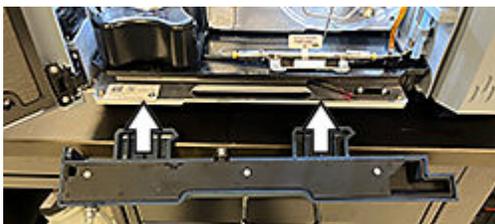
7. Instale o bujão (veja a seta) na conexão rosqueada da bandeja de drenagem.

**Figura 4–16: Instalação do bujão da bandeja de drenagem**



8. Puxe a tubulação da bandeja de drenagem para fora da parte traseira do sistema e redirecione-a ao redor da parte externa do sistema até a frente.
9. Empurre a bandeja de drenagem de volta para dentro.

**Figura 4–17: Empurrão da bandeja de drenagem para dentro**



10. Reinstale o recipiente de drenagem.

**Figura 4–18: Instalação do recipiente de drenagem**



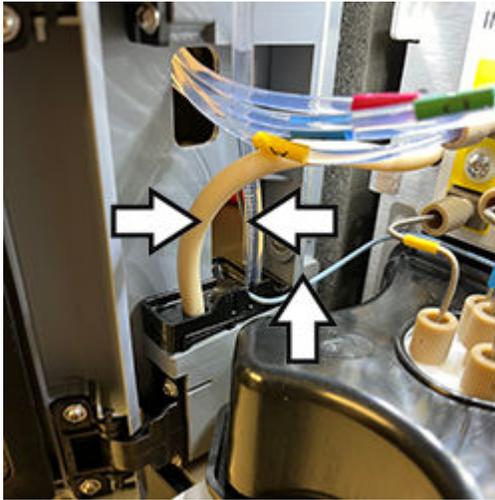
11. Instale o parafuso (veja a seta) no lado esquerdo que prende a bandeja de drenagem.

**Figura 4–19: Parafuso da bandeja de drenagem**



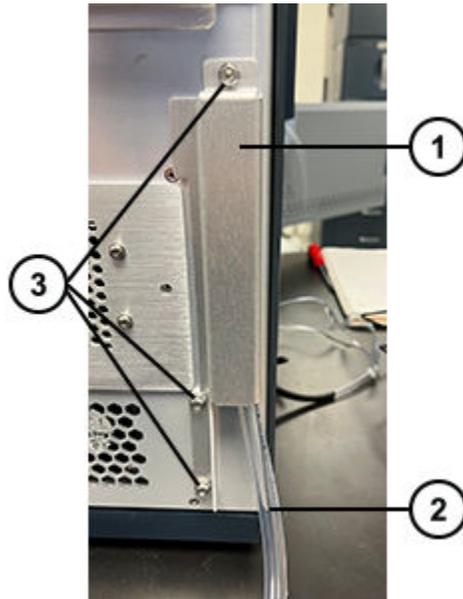
12. Coloque a tubulação da linha de descarte (veja as setas) novamente no recipiente de drenagem.

**Figura 4–20: Tubulação no recipiente de drenagem do compartimento da bomba**



13. Se a linha de descarte de condensado não for longa o suficiente para chegar ao recipiente de descarte:
  - a. Remova os três parafusos e a tampa na parte traseira do sistema que cobre a linha de descarte de condensado.

**Figura 4–21:**



- ① Tampa da linha de descarte de condensado
- ② Linha de descarte de condensado

③ Parafusos

- b. Remova a linha de descarte de condensado (veja a seta) do recipiente de drenagem do aquecedor/resfriador de amostras (SHC, Sample Heater Cooler).

**Figura 4–22: Desconexão da linha de descarte de condensado**



- c. Faça e instale uma nova linha longa o suficiente para se conectar ao descarte e conecte-a à parte de trás do sistema.
- d. Reinstale os três parafusos e a tampa na parte traseira do sistema que cobre a linha de descarte de condensado.
- e. Conecte a nova linha a um recipiente de descarte de condensado dedicado. Para evitar prender ar na linha, certifique-se de que o tubo esteja reto.

# 5 Gerenciamento de método

O Alliance iS HPLC System pode executar métodos de equipamento em projetos do Empower que são convertidos pelo aplicativo Intelligent Method Translator (iMTA). Consulte [Intelligent Method Translator \(iMTA\) na página 59](#), que especifica os sistemas cujos métodos de equipamento podem ser convertidos.

## 5.1 Transferência de métodos

---

O Alliance iS HPLC System pode produzir resultados comparáveis aos alcançados em muitos outros sistemas HPLC. No entanto, ao mover um método regulamentado de um sistema para outro, normalmente nenhuma modificação pode ser feita no método do equipamento. Por exemplo, o tipo de coluna (diâmetro) especificado para um método transferido não pode ser alterado. Mesmo com o mesmo tipo de coluna, os resultados podem não ser idênticos. Se houver uma diferença significativa no tempo de retenção, o volume de espera poderá ser compensado ajustando o início do gradiente em relação à injeção. Os efeitos de coluna extra também podem ser modificados.

Consulte o documento *Dwell Volume and Extra-Column Volume: What Are They and How Do They Impact Method Transfer* (Volume de espera e volume de coluna extra: o que são e como afetam a transferência de métodos) (720005723EN) em [www.waters.com](http://www.waters.com).

## 5.2 Medição do volume de espera

---

Ao transferir um método de LC de gradiente, é possível produzir tempos de retenção comparáveis medindo o volume de espera em ambos os sistemas. O volume de espera é o volume do sistema entre o ponto onde o gradiente é formado e a entrada da coluna.

É possível medir o volume de espera usando o ponto médio de um gradiente de 0–100%. Para isso, deve-se executar um gradiente entre dois solventes idênticos, A e B, introduzindo um marcador no solvente B. Realize a medição depois de configurar o sistema sem a coluna para o método de equipamento sendo transferido, [substituindo a coluna na página 170](#) com um restritor de baixo volume, para garantir a função adequada da bomba.

Consulte também: “Measuring system volume for methods transfer” (Medição de volume do sistema para transferência de métodos) no *Empower online Information System (Sistema de informações on-line do Empower)*.

# 6 Análise da rotina diária

O Alliance iS HPLC System ajuda a realizar análises da rotina diária com eficiência ao fornecer recursos avançados de hardware, uma tela de toque intuitiva e conectividade com o Empower CDS. Esta seção mostra as instruções.

## 6.1 Login e logout do Alliance iS HPLC System

---

É possível desbloquear o sistema no quiosque ou bloqueá-lo sem desligar, fazendo login ou logout.

### Para fazer login no sistema, bloqueá-lo e fazer logout:

1. Observe a tela Idle (Ocioso), que mostra que o sistema está bloqueado.
2. Deslize para cima na tela de toque. A exibição [Home na página 54](#) (Início) é mostrada.
3. Trabalhe até estar pronto para fazer logout.
4. Pressione o botão **Preferences** (Preferências) no canto superior direito da tela de toque.
5. Toque no botão **Lock** (Bloquear) na parte inferior da tela Preferences (Preferências).
6. Toque no botão **SIGN OUT** (Fazer logout).  
A notificação "SIGN OUT displays the lock page. You will be signed out in *n* seconds" (Logout exibe a página de bloqueio. Sua sessão será desconectada em *n* segundos) é exibida. Após a conclusão, o sistema é bloqueado e muda para o estado IDLE (Ocioso).

## 6.2 Inicialização do hardware e do software

---

Quando o hardware do Alliance iS HPLC System estiver em execução, inicie o software Empower.

### Para iniciar o hardware e o software:

1. Desbloqueie ou ligue o Alliance iS HPLC System. (Se o sistema estiver desligado, consulte [Inicialização do sistema na página 60](#).)
2. Na tela de toque, pressione o botão **Commands** (Comandos) no painel esquerdo. A exibição [Commands na página 56](#) (Comandos) é mostrada.
3. Certifique-se de que o status de **Detector Lamp** (Lâmpada do detector) seja *Lamp is on* (A lâmpada está acesa) ou *Lamp is warming* (A lâmpada está esquentando). Se o status for *Lamp is off* (A lâmpada está apagada), toque no botão de lâmpada e mantenha-o pressionado enquanto o temporizador faz a contagem regressiva. Depois,

espere até que o status mude de `Lamp is warming` (A lâmpada está esquentando) para `Lamp is on` (A lâmpada está acesa).

**Nota:** Aguarde de 30 a 60 minutos para que a lâmpada do detector aqueça. Por esse motivo, é preferível usar o comando **Detector Lamp** (Lâmpada do detector) para acender a lâmpada a fazer isso durante o processo de configuração.

4. Inicie o Empower na estação de trabalho.
5. Abra Run Samples (Executar amostras).  
O painel de controle do Empower é iniciado automaticamente no painel de status.
6. No painel de controle, inicie o console do Alliance iS HPLC System clicando na seta para a direita no canto superior direito.  
No console, é possível acessar a configuração, o diagnóstico e os status detalhados de todas as partes do sistema.
7. Se for preciso, abra o projeto do Empower necessário para a análise.

## 6.3 Configuração de solventes

---

Os solventes de fase móvel e os solventes de lavagem de vedação, lavagem de agulha e purga são configurados antes da execução do equilíbrio.



**Advertência:** Para evitar a contaminação pessoal com compostos de risco biológico ou tóxicos, use sempre luvas limpas, resistentes a produtos químicos e sem pó ao realizar esse procedimento.



**Advertência:** Para evitar danos nos olhos, use óculos de proteção ao realizar este procedimento.

### Ferramentas e materiais necessários

- Luvas sem pó, resistentes a produtos químicos
- Óculos de proteção
- Frascos de solvente limpos

### Para configurar os solventes:

1. Prepare os solventes nos frascos limpos conforme necessário para o método.

**Nota:** Pode haver até quatro linhas de solvente de fase móvel, identificadas pelo sistema como A, B, C e D. Preste atenção especial em como os solventes estão marcados no projeto porque os identificadores determinam qual linha de solvente é conectada a cada frasco. Os solventes de lavagem de vedação, lavagem de agulha e purga têm linhas

dedicadas, mas é possível que um método especifique o enchimento de um frasco com a mesma preparação de um frasco de fase móvel.

Se necessário, obtenha as especificações de solvente para o método no SOP ou no projeto do Empower.

2. Gire cada um dos frascos de solvente:
  - a. Remova a tampa e o tubo de linha de solvente do frasco que está sendo substituído.
  - b. Remova o frasco da bandeja.
  - c. Passe o tubo cuja etiqueta de identificação corresponde ao solvente através da abertura da tampa de substituição e coloque a tampa no frasco.
  - d. Coloque o frasco na bandeja, como mostrado na figura a seguir.

**Figura 6–1: Frascos de solvente conectados**



3. Na tela de toque, configure a escorva inicial das linhas de solvente conforme descrito em [Equilíbrio do Alliance iS HPLC System na página 85](#).

**Nota:** Se for necessário escorvar as linhas de solvente fora do fluxo de equilíbrio, retorne à tela Home (Início) e selecione o fluxo de trabalho apropriado na tela Setup > Solvents (Configuração > Solventes).

Consulte:

- [Escorva do sistema de lavagem de vedação na página 65](#)
- [Escorva da bomba na página 67](#)
- [Escorva do gerenciador de amostras na página 69](#)
- [Considerações sobre solventes na página 177](#)
- [Substituição dos filtros do frasco de solvente na página 108](#)

## 6.4 Instalação ou substituição da coluna

---

Instale ou substitua a coluna exigida para o método depois de colocar os frascos de solventes preenchidos na bandeja, de modo que a fase móvel antiga não passe pela nova coluna.

Para instalar a coluna, siga as instruções em [Instalação da coluna na página 62](#).

Para substituir a coluna, siga as instruções em [Substituição da coluna na página 170](#).

## 6.5 Equilíbrio do Alliance iS HPLC System

---

O equilíbrio prepara o sistema para uma aquisição de dados acurada. Execute o fluxo de trabalho de equilíbrio quando o sistema estiver inativo por quatro horas ou mais ou depois de trocar a fase móvel ou a agulha de amostra.

Para equilibrar o sistema:

1. Na tela de toque, clique em **Commands** (Comandos) para ver a [exibição Commands na página 56](#).
2. Certifique-se de que o status da **Detector Lamp** (Lâmpada do detector) seja `Lamp is on` (A lâmpada está acesa). Aguarde o tempo necessário.

**Nota:** Aguarde de 30 a 60 minutos para que a lâmpada do detector aqueça. Por esse motivo, é preferível usar o comando **Detector Lamp** (Lâmpada do detector) para acender a lâmpada a fazer isso durante o processo de configuração a seguir.

3. Quando o status da lâmpada mudar para `Lamp is on` (A lâmpada está acesa), retorne à [exibição Home na página 54](#) (Início) e toque em **Setup** (Configuração) para ver a [exibição Setup na página 54](#).
4. Toque em **Startup** (Inicializar) e siga as instruções na tela. As ações incluem:
  - a. Escorva da fase móvel
  - b. Escorva de solventes de lavagem
  - c. Definição das temperaturas e pontos de verificação das amostras
  - d. Ligação da lâmpada do detector
  - e. Definição da taxa de fluxo, composição e duração
5. Revise as configurações na tela Summary (Resumo) e toque em **Start** (Iniciar) para continuar com o equilíbrio.

A mensagem `System Startup In progress` (Inicialização do sistema em andamento) aparece na tela Status enquanto o equilíbrio está em execução. Quando o equilíbrio terminar, o sistema estará pronto para o trabalho de rotina.

## 6.6 Preparação e carregamento de amostras

---

O gerenciador de amostras comporta três bandejas ou placas padrão ANSI/SBS que são carregadas através da porta do compartimento de amostras. Placas de poços, bandejas de ampolas, ampolas e tapetes de selagem ou tampas de vedação padrão ANSI específicas são aprovadas e necessárias para o uso no sistema. O carregamento incorreto das placas ou bandejas pode resultar em erro.



**Advertência:** Para evitar a contaminação pessoal com compostos de risco biológico ou tóxicos, use sempre luvas limpas, resistentes a produtos químicos e sem pó ao realizar esse procedimento.



**Advertência:** Para evitar danos nos olhos, use óculos de proteção ao realizar este procedimento.

### Ferramentas e materiais necessários

- Luvas sem pó, resistentes a produtos químicos
- Óculos de proteção

### Para preparar e carregar amostras:

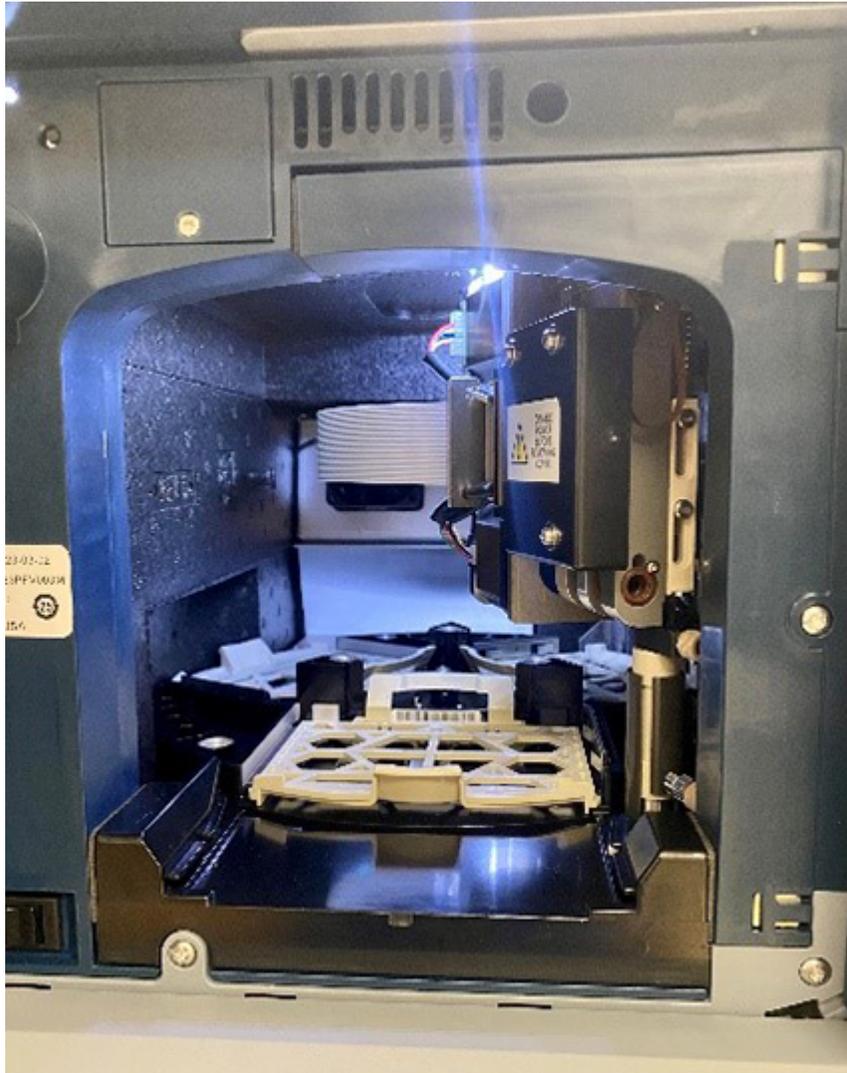
1. Prepare as amostras conforme especificado para o método.
2. Preencha as placas ou bandejas de amostras conforme especificado para o método. As ampolas da Waters têm preferência.

Consulte [Observação das recomendações para ampolas e placas na página 105](#).

**Sugestão:** As posições V1 a V12 das ampolas, localizadas dos lados direito e esquerdo da bandeja de amostras, acomodam ampolas de 4 mL. Entre em contato com a Waters para obter insertos que permitam o uso de ampolas de 2 mL nessas posições.

3. Abra a porta do compartimento do gerenciador de amostras para acessar o disco, como mostrado na figura.

Figura 6–2: Disco do gerenciador de amostras



4. Pressione a chave seletora de placa/bandeja no canto inferior esquerdo do gerenciador de amostras conforme necessário para selecionar a posição 1, 2 ou 3.

**Exceção:** Se a chave seletora for pressionada enquanto uma função de diagnóstico estiver em execução, o gerenciador de amostras estiver escorvando ou a agulha de amostra estiver acessando a bandeja de amostras, fazendo uma injeção ou recebendo limpeza, a luz do compartimento do gerenciador de amostras piscará continuamente, e a posição da placa não será alterada. A chave opera novamente depois que o gerenciador de amostras concluir a tarefa em andamento.

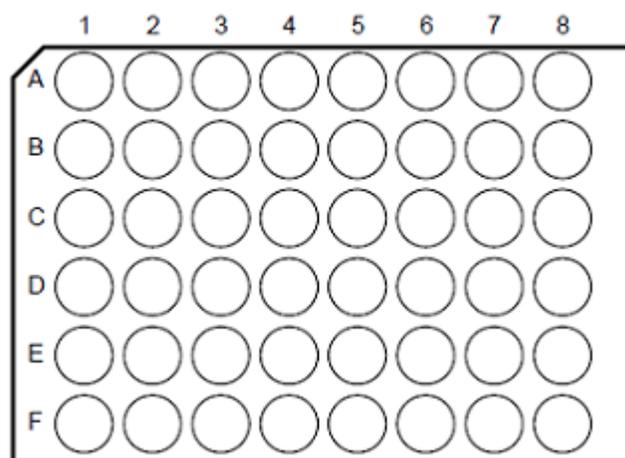
5. Puxe o quadro para a posição selecionada, segurando sua alça.
6. Carregue a placa ou bandeja no quadro estendido. A bandeja deve ficar reta.

**Sugestão:** Para bandejas, “A” representa a linha, e “1” representa a posição da ampola.

Figura 6–3: Bandejas carregadas no disco de amostras



Figura 6–4: Posições das ampolas na placa de amostras



7. Deslize a placa ou bandeja para trás até que se encaixe na posição correta.

**!** **Aviso:** Para evitar danificar a agulha de amostra, as placas de amostras devem estar posicionadas corretamente e a bandeja de amostras deve estar completamente conectada.

8. Repita as etapas anteriores para cada placa ou bandeja.

9. Feche a porta do compartimento de amostras.

## 6.7 Verificação do status e da integridade do sistema

---

Verifique o status e a integridade do sistema antes de começar a adquirir dados, periodicamente durante o dia e sempre que surgirem problemas.

### 6.7.1 Verificações da aquisição de dados

Os gerentes de laboratório podem configurar verificações de aquisição de dados pré-execução e de tempo de execução para minimizar erros comuns. A tela de toque oferece uma interface para a configuração das verificações. Na tela Home (Início), o caminho para os fluxos de trabalho é **System > Administration > Acquisition Checks** (Sistema > Administração > Verificações de aquisição). A tela Acquisition Checks (Verificações de aquisição) oferece as opções **Pre-Run Checks** (Verificações pré-execução) e **Run-Time Checks** (Verificações de tempo de execução).

**Nota:** Esse recurso funciona com o Empower 3.8.0 e versões posteriores.

A aquisição de dados poderá continuar quando todas as verificações pré-execução ativas forem aprovadas. As verificações podem incluir:

- **Column must be installed** (A coluna deve ser instalada): verifica se uma coluna está instalada no aquecedor de coluna, mas apenas se uma coluna da Waters for usada com uma etiqueta legível.
- **Column must match method** (A coluna deve corresponder ao método): verifica se a coluna instalada é apropriada para o método selecionado, mas apenas se uma coluna da Waters for usada com uma etiqueta legível.
- **No pending preventative maintenance** (Nenhuma manutenção preventiva pendente): verifica a data definida em **Preventative Maintenance > Set Preventative Maintenance** (Manutenção preventiva > Definir manutenção preventiva).
- **System is qualified** (O sistema está qualificado): verifica a data definida em **Administration > System Qualification > Set the System Qualification** (Administração > Qualificação do sistema > Definir a qualificação do sistema). Essa data precisa ser corroborada por documentação e resultados de teste válidos, e normalmente é atualizada quando um engenheiro da Waters requalifica o sistema. A aquisição de dados não poderá continuar se a qualificação estiver vencida.
- **Mobile Phase is not expired (A fase móvel não expirou)**: verifica a data para cada um dos solventes de fase móvel (A, B, C, D) usados pelo método.

- **Sample plates must be installed (As placas de amostras devem estar instaladas)**
- **Sample plates must match method (As placas de amostra devem corresponder ao método)**
- **All vials present (Todas as ampolas presentes)**

A aquisição de dados é interrompida quando as verificações de tempo de execução detectam determinados problemas enquanto os conjuntos de amostras estão em execução. As verificações podem incluir:

- **Mobile phase is low** (A fase móvel está baixa): quando qualquer frasco de solvente de fase móvel estiver menos de 10% cheio.
- **Wash solvent is low** (O solvente de lavagem está baixo): quando qualquer frasco de solvente de lavagem estiver menos de 10% cheio.
- **Leak is detected** (Um vazamento foi detectado): sempre ativada. A verificação dos sensores de vazamento da bomba, da coluna, do detector ou do gerenciador de amostras é controlada por **System > Leak Sensors** (Sistema > Sensores de vazamento).
- **Vial is missing** (Uma ampola está faltando): Sempre ativada. A verificação de ampolas nos locais especificados para o conjunto de amostras é automática.

## 6.7.2 Monitoramento pela tela de toque

A tela de toque fornece informações sobre o estado e as condições do sistema. Por exemplo, a barra de status na parte superior da janela mostra se o Alliance iS HPLC System está executando amostras no momento. Quando o sistema está ligado e não está em execução, o painel mostra o status Idle (Ocioso), e a tela fica azul. Quando o sistema está em execução, o painel mostra o status Running (Em execução), e a tela fica verde. Vermelho significa status de erro.

A exibição [Home na página 54](#) (Início) da tela de toque mostra as condições atuais do sistema, como temperaturas, pressões e contagens de injeções.

A exibição [Health na página 56](#) (Integridade) da tela de toque fornece algumas ferramentas de solução de problemas.

## 6.7.3 Monitoramento no painel de controle do Empower

É possível monitorar o Alliance iS HPLC System no painel de controle do Empower CDS, que aparece na parte inferior da janela Run Samples (Executar amostras) e pode também ser aberto pelo menu QuickStart (Início rápido). O painel de controle exibe as principais condições do sistema, como estado, temperatura e pressão.

**Nota:** Os valores no painel de controle do Empower são somente leitura.

## 6.7.4 Monitoramento a partir do console do Alliance iS HPLC System

O console do Alliance iS HPLC System é acessado pelo painel de controle do Empower. O console exibe os valores atuais (ou mais recentes) dos parâmetros, incluindo temperaturas e pressões, da seguinte maneira:

**Nota:** Não é possível alterar as configurações pelo console. As configurações são alteradas na tela de toque ou ao carregar um método.

**Figura 6–5: Console do sistema**



Flow	2.000 mL/min
Composition	100% A   0% B   0% C   0% D
Delta Pressure	39.62 psi, 1min
System Pressure	4002.66 psi
Sample Pressure	3998.70 psi
Sample Temperature	20.3 °C
Column Temperature	19.9 °C
Ambient Temperature	21.4 °C
Lamp State	On
Channel A	200.0 nm
Channel B	230.0 nm

## 6.7.5 Aquisição de dados

Para adquirir dados cromatográficos do Alliance iS System, prepare e execute o conjunto de amostras no Empower. Consulte a seção Data Acquisition, Acquiring Data (Aquisição de dados) no *Empower online Information System (Sistema de informações on-line do Empower)*.

## 6.8 Revisão dos resultados

---

Analise os resultados do conjunto de amostras no Empower. Consulte a seção Data Analysis (Análise de dados) no *Empower online Information System (Sistema de informações on-line do Empower)*.

## 6.9 Impressão do relatório

---

Gere e imprima o relatório dos dados do conjunto de amostras no Empower. Consulte a seção Report Generation (Geração de relatório) no *Empower online Information System (Sistema de informações on-line do Empower)*.

## 6.10 Preparação para desligar o Alliance iS HPLC System

---

**Nota:** Consulte [Desligamento do sistema na página 61](#) para obter mais informações relacionadas ao desligamento.

1. Na tela de toque, toque em **SETUP** (Configuração) para ver a [exibição Setup na página 54](#).
2. Toque em **Shutdown** (Desligar) e siga as instruções na tela para concluir as próximas etapas. As ações incluem:
  - a. Alteração do ponto de ajuste e da temperatura da amostra
  - b. Definição da temperatura e do ponto de ajuste da coluna
  - c. Definição da taxa de fluxo e da composição
  - d. Definição do estado da lâmpada
3. Revise as configurações na tela Summary (Resumo) e toque em **Start** (Iniciar) para continuar.
4. Toque em **Done** (Concluído).

O desligamento continuará sendo executado em segundo plano, a menos que ocorra um erro.

### 6.10.1 Desligamento por menos de 24 horas

*Para períodos de ociosidade de curto prazo (menos de 24 horas), mantenha o fluxo de solvente para preservar a limpeza da célula de fluxo.*

Caso algumas horas passem antes da próxima injeção, reduza a taxa de fluxo no intervalo para alguns décimos de mL/min a fim de conservar o solvente. Mantenha o detector em funcionamento e o aquecedor de coluna na temperatura de operação durante esse período.

#### Para desligar o sistema por menos de 24 horas:

1. Continue a bombear a mistura inicial da fase móvel através da coluna. Isso evita o acúmulo de contaminantes na célula de fluxo e mantém o equilíbrio da coluna necessário para a boa reprodutibilidade do tempo de retenção.
2. Para prolongar a vida útil da lâmpada, apague a lâmpada do detector tocando em **COMMANDS > UV Detector Lamp** (Comandos > Lâmpada do detector UV).

A mensagem `Power off Lamp` (Desligar a lâmpada) é exibida na tela.

## 6.10.2 Desligamento por mais de 24 horas

*A não lavagem do sistema/detector antes do desligamento pode resultar na obstrução da célula de fluxo.*

### Para desligar o detector por mais de 24 horas:

1. Apague a lâmpada do detector tocando em **COMMANDS > UV Detector Lamp** (Comandos > Lâmpada do detector UV).

A mensagem `Power off Lamp` (Desligar a lâmpada) é exibida na tela.

2. Remova aditivos e sais do tampão através de lavagem com água.
3. Lave a célula de fluxo e a coluna com solvente orgânico totalmente puro.

# 7 Otimização do desempenho

Revise estes assuntos relacionados à otimização do desempenho do Alliance iS HPLC System:

- [Diretrizes gerais na página 94](#)
- [Prevenção de vazamentos na página 96](#)
- [Configuração de um método na página 104](#)
- [Considerações sobre a câmara de amostra na página 105](#)
- [Observação das recomendações para placas e ampolas na página 105](#)
- [Tempo de ciclo entre injeções na página 106](#)
- [Maximização da vida útil da coluna na página 106](#)

## 7.1 Diretrizes gerais

---

*Ao realizar uma análise HPLC, siga estas recomendações gerais.*

- Use solventes, tampões e aditivos de alta qualidade (grau HPLC ou MS).
- Use água de alta qualidade (grau HPLC ou MS).
- Sempre use filtros de solvente na tubulação nos frascos de solvente.
- Filtre os tampões com uma membrana de filtro de 0,45 µm.
- Mantenha as soluções estoque concentradas para utilizá-las na preparação de soluções de trabalho e, para maximizar a vida útil, refrigere quando não as utilizar.
- Não adicione tampão novo em um velho (prática conhecida como "completamento"). Isso pode facilitar o crescimento microbiano.
- Mantenha todas as linhas de solvente escorvadas.
- Lave os tampões do sistema quando não estiverem em uso, tomando cuidado para evitar usar solventes que possam precipitar ou reagir.
- Caso espere que o sistema fique ocioso por mais de 24 horas, use solvente orgânico a 10 a 20% em água como um solvente de armazenamento.
- Mantenha a linha da lavagem de vedação escorvada.
- Monitore o nível no recipiente de descarte para garantir que ele possa acomodar todos os resíduos esperados.

Para obter informações sobre como evitar e eliminar a contaminação, consulte *Controlling Contamination in LC/MS Systems* (Controle de contaminação em sistemas LC/MS) (715001307PB) no site da Waters ([www.waters.com](http://www.waters.com)).

## 7.1.1 Excedente

*Quando um analito previamente injetado aparece como pico no cromatograma das amostras subsequentes, é possível observar excedentes em sistemas cromatográficos.*

Os excedentes tendem a ocorrer quando uma pequena quantidade de analito permanece no sistema após a amostra ser injetada. É possível medir o excedente observando os picos dos analitos que aparecem ao executar uma amostra em branco imediatamente após uma amostra analítica.

A Waters especifica que o excedente de amostra do Alliance iS System seja de, no máximo, 0,002%.

Uma causa comum de excedentes é a lavagem inadequada do sistema, especificamente da agulha de amostra. A escolha de um solvente de lavagem adequado pode minimizar os excedentes para uma análise específica (consulte [Diretrizes para solventes de purga e lavagem na página 186](#)). O solvente de lavagem deve ser forte o suficiente para dissolver qualquer amostra remanescente na agulha, e a duração da lavagem deve ser longa o suficiente para remover os resíduos do sistema.

As condições do método também afetam o excedente. Um tempo de espera muito breve nas condições finais de um gradiente, especialmente se o gradiente for acentuado, pode não remover todos os analitos do sistema ou da coluna. É importante lavar completamente o sistema e reequilibrar a coluna antes de prosseguir com uma análise subsequente.

Ao tentar minimizar o excedente, a hidrofobicidade e solubilidade das amostras, bem como a limpeza durante a preparação das amostras são fatores adicionais a serem considerados, assim como a contaminação por ferramentas de preparação de amostra.

### **Dica:**

- Teste a amostra no solvente de lavagem para garantir que ele não faça com que o analito ou a matriz precipitem.

### 7.1.1.1 Redução do excedente

*O não cumprimento das diretrizes especificadas pode levar a excedente indesejado entre as injeções.*

Em um sistema cromatográfico, qualquer substância que crie picos não desejados ou ruído excessivo de fundo significa contaminação. O excedente, que é um tipo específico de contaminação, ocorre quando o material da amostra que permanece no sistema após uma injeção aparece como picos em injeções subsequentes, o que compromete a quantificação. Para otimizar o desempenho do sistema, o excedente deve ser minimizado e mantido em um nível aceitável (geralmente, abaixo dos limites de detecção).

**Nota:** O excedente pode ocorrer a partir de interações de colunas ou no sistema. É possível identificar o excedente da coluna realizando um gradiente duplo na coluna. Se for observado excedente no segundo gradiente, a Waters recomenda lavar a coluna em um solvente forte.

O excedente pode resultar da instalação incorreta da tubulação, conexões ou outros equipamentos, ou ainda de solventes de lavagem ineficazes. Tome estas medidas para reduzir o excedente:

- Restrinja o uso de loops de extensão para um sistema.
- Verifique se todas as conexões da tubulação estão adequadamente colocadas. Antes de apertar os parafusos de compressão da conexão, a tubulação deve estar encaixada corretamente (sem folgas internas) dentro de todas as portas de conexão. Conexões colocadas de forma inadequada criam reservatórios de espaço desnecessário que retêm amostras, aumentando o excedente. (Consulte [Prevenção de vazamentos na página 96.](#))
- Inspecione a guia da agulha para verificar se encontra dejetos ou resíduos de amostras, o que pode causar o excedente. Se necessário, limpe ou substitua a guia.
- Evite sistemas de vedação de placas ou ampolas que utilizem substâncias adesivas, o que pode causar excedente.
- Se houver suspeita de interação com o material da agulha, aumente a força do solvente de lavagem ou o tempo de lavagem.
- Ao selecionar os solventes de lavagem, siga estas [Diretrizes para solventes de purga e lavagem na página 186.](#)

**Consulte também:** Para obter mais informações sobre o controle de contaminação em sistemas cromatográficos, consulte *Controlling Contamination in LC/MS Systems* (Controle de contaminação em sistemas LC/MS) (715001307PB) no site da Waters ([www.waters.com](http://www.waters.com)).

## 7.2 Prevenção de vazamentos

---

*A prevenção de vazamentos durante uma análise garante a pressão de fluxo adequada no sistema e a integridade da amostra.*

Vazamentos podem ocorrer em qualquer conexão de tubulação, gaxeta ou vedação da tubulação, mas eles são mais comuns em conexões de tubulação. Os vazamentos de baixa pressão (no lado de entrada da bomba do gerenciador de solvente) causam perda de solvente e entrada de ar durante o ciclo de admissão. Os vazamentos em conexões de alta pressão (a jusante das válvulas de retenção) podem liberar solvente, mas não introduzem ar.

Para evitar vazamentos, siga as recomendações da Waters sobre como apertar adequadamente as conexões do sistema. Observe que técnicas diferentes se aplicam ao reapertar as conexões e ao instalá-las pela primeira vez.

### 7.2.1 Recomendações de instalação para conexões

*Reduza o risco de vazamentos nas conexões da tubulação seguindo as recomendações da Waters. Certifique-se também de que conexões adequadas e apertadas corretamente sejam usadas conforme descrito.*

No sistema, são usados três tipos de unidades de conexão:

- Poliéter-éter-cetona (PEEK), à base de polímero
- Aço inoxidável (SST), banhado a ouro
- Conexões sem ferramentas (TFF, Tool-Free Fittings)



**Advertência:** Siga sempre as Boas Práticas de Laboratório (BPL), especialmente ao trabalhar com materiais perigosos. Consulte as Fichas de dados de segurança relativas aos solventes utilizados. Além disso, consulte o inspetor de segurança da sua empresa sobre os protocolos para manuseio de tais materiais.



**Advertência:** Para evitar contaminação pessoal por materiais biologicamente perigosos, use luvas limpas, resistentes a produtos químicos e sem pó ao realizar esse procedimento.

### Ferramentas e materiais necessários

- Luvas sem pó, resistentes a produtos químicos
- Óculos de proteção
- Chave de boca de 1/4 de polegada, para apertar ou afrouxar conexões de SST (banhadas a ouro) com casquilhos de duas peças
- Marcador permanente

Ao conectar a tubulação, preste atenção nas recomendações a seguir para a instalação e o aperto das conexões:

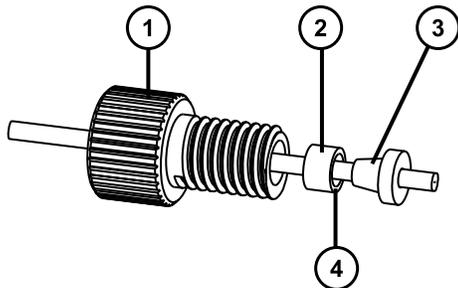
- Antes de apertar os parafusos de compressão, certifique-se de que a tubulação esteja completamente assentada em sua porta de conexão.
- Para facilitar a acessibilidade, use parafusos de compressão longos para prender tubos ao injetor e à válvula de respiro.
- Ao afrouxar conexões durante a manutenção, examine-as para ver se não há rachaduras, roscas espanadas e deformações.
- Sempre que afrouxar ou substituir conexões durante a manutenção, faça o teste de estanqueidade do gerenciador de solvente (consulte a Ajuda on-line do sistema).
- Exceto aquelas que não precisam de ferramentas, não reutilize conexões de SST mais de seis vezes.

#### 7.2.1.1 Conexão curta ou longa de 1/4-28 com casquilho sem flange e anel de trava em aço inoxidável

*Aperte a conexão com os dedos.*

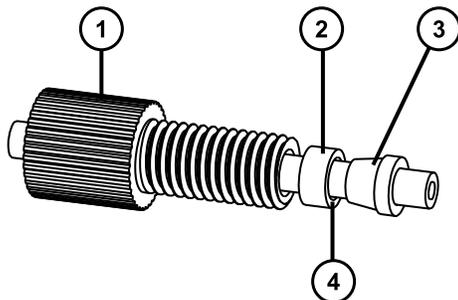
**Importante:** Conexões curtas são projetadas para uso com tubulação de 1/16 de polegada de diâmetro externo. Conexões longas são projetadas para uso com tubulação de 1/8 de polegada de diâmetro externo.

**Figura 7–1: Conexão curta de 1/4-28 com casquilho sem flange e anel de trava em aço inoxidável, primeiro uso ou reinstalação**



- ① Parafuso de compressão
- ② Anel de trava
- ③ Casquilho
- ④ Extremidade do anel de trava com diâmetro interno (ID) maior

**Figura 7–2: Conexão longa de 1/4-28 com casquilho sem flange e anel de trava em aço inoxidável, primeiro uso ou reinstalação**



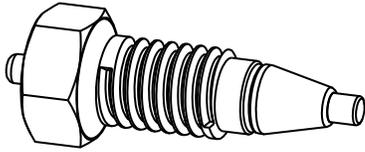
- ① Parafuso de compressão
- ② Anel de trava
- ③ Casquilho
- ④ Extremidade do anel de trava com diâmetro interno (ID) maior

### 7.2.1.2 Plugue de pino de alta pressão

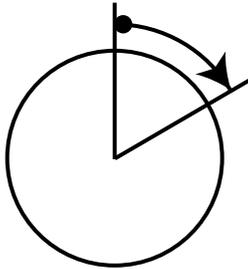
*Este tipo de conexão é usado para conectar uma porta não utilizada ou, em alguns casos, para verificar a pressão do sistema.*

Aperte a conexão com os dedos, e aplique aproximadamente 1/6 de volta adicional usando uma chave.

**Figura 7–3: Plugue de pino de alta pressão, primeiro uso ou reinstalação**



**Figura 7–4: Aperto do plugue de pino de alta pressão, primeiro uso ou reinstalação**



### **7.2.1.3 Conexão metálica com superfícies planas alongadas ou curtas e casquilho metálico de duas peças (V-detail)**

*O procedimento para apertar conexões metálicas difere para conexões novas e reutilizadas.*

Para evitar vazamentos, consulte as seguintes recomendações neste guia:

- Consulte [Prevenção de vazamentos na página 96](#) e [Recomendações de instalação para conexões na página 96](#).
- Para ver instruções detalhadas sobre a montagem de novas conexões, consulte [Montagem de novas conexões metálicas na página 101](#).

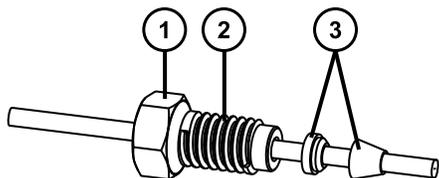
**!** **Aviso:** Antes de apertar os parafusos de compressão, certifique-se de que a tubulação esteja completamente assentada em sua porta de conexão.

**!** **Aviso:** Técnicas diferentes são usadas para instalar novas conexões e reapertar conexões usadas anteriormente.

#### **Primeiro uso**

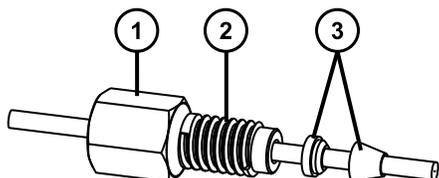
**!** **Aviso:** Aperte a conexão com os dedos, com mais 3/4 de volta usando uma chave de boca de 1/4 de polegada.

**Figura 7-5: Conexão metálica com superfícies planas curtas e casquilho metálico de duas peças, primeiro uso**



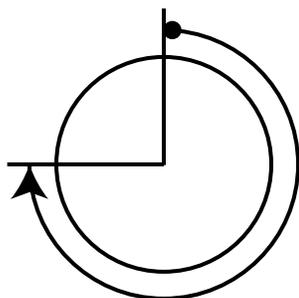
- ① Superfícies planas curtas
- ② Parafuso de compressão
- ③ Casquilho metálico de duas peças

**Figura 7-6: Conexão metálica com superfícies planas alongadas e casquilho metálico de duas peças, primeiro uso**



- ① Superfícies planas alongadas
- ② Parafuso de compressão
- ③ Casquilho de duas peças

**Figura 7-7: Conexão metálica com superfícies planas longas ou curtas e casquilho metálico de duas peças, aperto de primeiro uso**

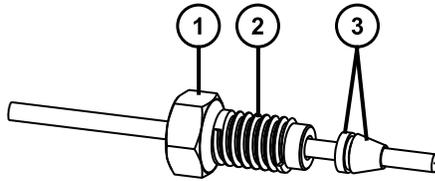


### Reinstalação

**!** **Aviso:** Para o melhor desempenho, reinstale esta conexão somente na mesma porta de onde ela foi removida.

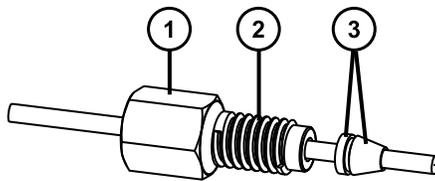
Aperte a conexão com os dedos e com mais 1/6 de volta usando uma chave de boca de 1/4 de polegada.

**Figura 7–8: Conexão metálica com superfícies planas curtas e casquilho metálico de duas peças, reinstalação**



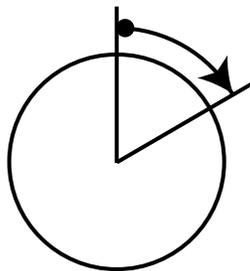
- ① Superfícies planas curtas
- ② Parafuso de compressão
- ③ Casquilho metálico de duas peças

**Figura 7–9: Conexão metálica com superfícies planas alongadas e casquilho metálico de duas peças, reinstalação**



- ① Superfícies planas alongadas
- ② Parafuso de compressão
- ③ Casquilho de duas peças

**Figura 7–10: Conexão metálica com superfícies planas alongadas ou curtas e casquilho metálico de duas peças, aperto de reinstalação**



#### 7.2.1.3.1 Montagem de novas conexões metálicas

*Para garantir a montagem adequada, é necessário marcar as novas conexões metálicas antes de apertá-las.*



**Advertência:** Para evitar danos nos olhos, use óculos de proteção ao realizar este procedimento.



**Aviso:** Para evitar contaminar componentes do sistema, use luvas limpas, resistentes a produtos químicos e sem talco ao realizar esse procedimento.

### Ferramentas e materiais necessários

- Luvas sem pó, resistentes a produtos químicos
- Óculos de proteção
- Chave de boca de 1/4 de polegada, para conexões metálicas com casquilhos de duas peças
- Marcador permanente

### Para montar uma nova conexão metálica:

1. Introduza a extremidade de um tubo na extremidade hexagonal do parafuso de compressão.
2. Insira o tubo na extremidade maior do casquilho.
3. Insira o tubo na porta de conexão.
4. Gire o parafuso de compressão no sentido horário para dentro da porta de conexão até que o parafuso esteja apertado com os dedos.



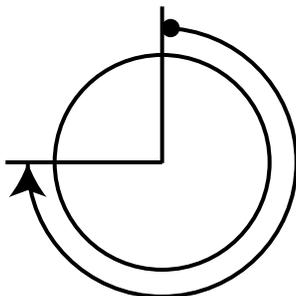
**Aviso:** Antes de apertar os parafusos de compressão, certifique-se de que a tubulação esteja completamente assentada em sua porta de conexão.

5. Usando o marcador permanente, marque o parafuso de compressão na posição de 12 horas.
6. Usando o marcador permanente, marque a porta de conexão na posição de 9 horas.
7. Certifique-se de que a tubulação esteja em contato com a parte inferior da porta de conexão e use então a chave de boca de 1/4 de polegada para girar o parafuso de compressão no sentido horário 3/4 de volta até que as duas marcas se alinhem.



**Aviso:** Antes de apertar os parafusos de compressão, certifique-se de que a tubulação esteja completamente assentada em sua porta de conexão.

**Figura 7–11: Nova conexão, aperto de primeiro uso**



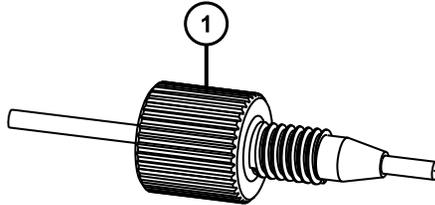
#### 7.2.1.4 Conexão de peça única de PEEK

Aperte a conexão com os dedos.

**Sugestão:** A utilização do extensor de porca sem flange de alumínio (incluído no kit de inicialização do sistema) ajudará a obter o aperto adequado desta conexão.

**!** **Aviso:** Antes de apertar os parafusos de compressão, certifique-se de que a tubulação esteja completamente assentada em sua porta de conexão.

**Figura 7–12: Conexão de peça única de PEEK, primeiro uso ou reinstalação**



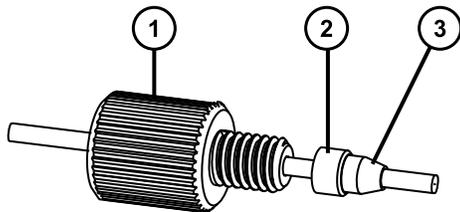
① Parafuso de compressão

#### 7.2.1.5 Conexão de PEEK com casquilho de PEEK e anel de trava em aço inoxidável

Aperte a conexão com os dedos.

**!** **Aviso:** Antes de apertar os parafusos de compressão, certifique-se de que a tubulação esteja completamente assentada em sua porta de conexão.

**Figura 7–13: Conexão de PEEK com casquilho de PEEK e anel de trava de aço inoxidável, primeiro uso ou reinstalação**



① Parafuso de compressão

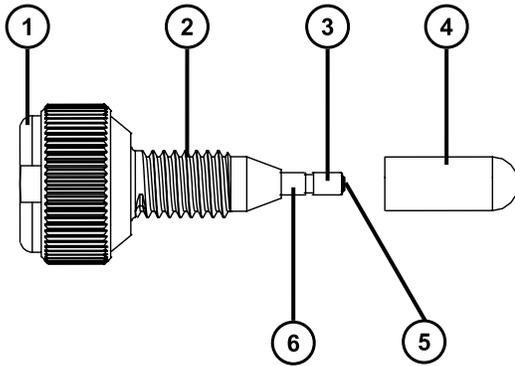
② Anel de trava

③ Casquilho

#### 7.2.1.6 Conexão sem ferramentas

Aperte a conexão com os dedos.

Figura 7-14: TFF, primeiro uso ou reinstalação



- ① Tampa do retentor
- ② Parafuso de compressão
- ③ Colar de conexão
- ④ Tampa de proteção
- ⑤ Gaxeta da vedação de face
- ⑥ Unidade de tubulação soldada

## 7.3 Configuração de um método

---

*Um novo método é criado usando o software Empower do sistema.*

(Consulte [Gerenciamento de método na página 81](#) para informações sobre a medição do volume de espera e a transferência de métodos.)

Na janela de inicialização do Empower:

1. Clique em **Browse Projects** (Procurar projetos).
2. No menu principal, clique em **File > New Method** (Arquivo > Novo método). Em seguida, clique em **Instrument Method** (Método de equipamento), **Processing Method** (Método de processamento) ou **Method Set** (Conjunto de métodos).
3. Especifique as configurações de método.

## 7.4 Considerações sobre a câmara de amostra

---

*Quando a porta do gerenciador de amostras está aberta, existe a possibilidade de ocorrer ferimentos. Tenha cuidado.*



**Advertência:** Para evitar ferimentos por punção, mantenha as mãos e vestimentas largas longe do mecanismo da unidade da agulha enquanto ele estiver em movimento. Observe que a luz interna do gerenciador de amostras pisca sempre que a porta do compartimento de amostras estiver aberta e o mecanismo da unidade da agulha estiver prestes a se mover.

## 7.5 Observação das recomendações para placas e ampolas

---

*A seleção incorreta de ampolas e placas de amostra pode levar a problemas com a função e o desempenho do sistema.*

A Waters recomenda que sejam observadas as seguintes diretrizes de uso de ampolas e placas para amostras no gerenciador de amostras:

- Ampolas
  - Use apenas ampolas certificadas pela Waters.
  - Certifique-se de que os suportes de ampolas estejam em conformidade com os padrões ANSI/SBS.
- Placas
  - Use apenas tapetes de selagem e placas aprovadas pela Waters.
  - Ao selecionar um novo fornecedor de placas, especialmente para as placas de 384 poços, meça o tamanho da placa para garantir a compatibilidade com as especificações da Waters para o gerenciador de amostras.
  - Para evitar a deformação das placas, não as centrifugue.
  - Esteja ciente de que as placas contendo amostras com altas concentrações de solvente orgânico podem gerar resultados inconsistentes em ou acima da temperatura ambiente devido à evaporação do solvente.
- Capas
  - Use tapetes de selagem nas placas de amostras sempre que possível.
  - Use tampas de ampolas e vedações/tapetes de selagem pré-fenda. O uso de tapetes de selagem e tampas de ampola que não sejam pré-fenda pode causar o entupimento das linhas de drenagem de lavagem.
  - Para evitar derramamento da amostra ou dano à agulha, use somente tampas aprovadas pela Waters nas ampolas de amostras.

**Consulte também:** *Waters Sample Vials and Accessories Brochure* (Catálogos de ampolas de amostra e acessórios Waters) (720001818EN) ou acesse [https://www.waters.com/nextgen/br/pt/products/vials--plates--and-certified-containers.html?icid=hm-fea\\_00512](https://www.waters.com/nextgen/br/pt/products/vials--plates--and-certified-containers.html?icid=hm-fea_00512) para obter informações sobre placas e ampolas.

## 7.6 Tempo de ciclo entre injeções

---

*A taxa de aspiração de amostra afeta o tempo de ciclo.*

O tempo de ciclo pode ser reduzido configurando uma taxa de aspiração de amostra adequada que permita máximo rendimento e desempenho.

## 7.7 Maximização da vida útil da coluna de LC

---

*Para obter uma vida útil máxima da coluna, siga sempre as recomendações do fabricante.*

**Importante:** Para melhorar muito a vida útil e o desempenho da coluna, a Waters recomenda obter e seguir as diretrizes e intervalos operacionais do fabricante para temperatura da coluna, pH da fase móvel e aditivos de tampão.

**!** **Aviso:** Ao operar o Alliance iS Bio HPLC System acima do pH 10, certifique-se de utilizar o kit opcional de pH alto. Para obter mais assistência, entre em contato com a Waters.

# 8 Manutenção

Este capítulo fornece procedimentos de manutenção para o Alliance iS HPLC System que podem ser realizados pelos usuários ou pela equipe de serviço de campo da Waters.

## 8.1 Visualização de informações do Alliance iS HPLC System

---

Na tela de toque, toque em **System > About** (Sistema > Sobre). Na tela About (Sobre), é possível selecionar informações de **HARDWARE** ou **SOFTWARE**.

## 8.2 Segurança e manuseio

---



**Advertência:** Siga sempre as Boas Práticas de Laboratório (BPL), especialmente ao trabalhar com materiais perigosos. Consulte as Fichas de dados de segurança relativas aos solventes utilizados. Além disso, consulte o inspetor de segurança da sua empresa sobre os protocolos para manuseio de tais materiais.



**Advertência:** Para evitar choque elétrico, não remova os painéis protetores do dispositivo. A manutenção dos componentes internos não pode ser feita pelo usuário.



**Aviso:** Para evitar dano aos componentes e circuitos elétricos, não desconecte uma unidade elétrica enquanto um módulo estiver ligado. Para interromper a energia completamente, coloque a chave de força na posição "**Off**" (Desligado) e, em seguida, desconecte o cabo de alimentação da fonte de CA. Aguarde 10 segundos antes de desconectar uma unidade.

## 8.3 Configuração de advertências de manutenção

---

*As advertências para manutenção preventiva e as datas de qualificação do sistema são configuráveis.*

O Alliance iS HPLC System pode ser configurado para avisar os usuários que o prazo final para a manutenção preventiva ou qualificação do sistema se aproxima.

O gerente do laboratório pode definir o prazo e um lembrete para a manutenção preventiva usando a interface da tela de toque. Toque em **System > Administration > Preventative Maintenance > Set Preventative Maintenance** (Sistema > Administração > Manutenção preventiva > Definir manutenção preventiva).

Da mesma forma, o gerente do laboratório pode definir o prazo anual e um lembrete para a qualificação do sistema. Toque em **System > Administration > System Qualifications > Set the System Qualification** (Sistema > Administração > Qualificações do sistema > Definir a qualificação do sistema).

## 8.4 Encomenda de peças de reposição

---

Para garantir que o sistema funcione conforme esperado, utilize somente Waters Quality Parts. Acesse <https://www.waters.com/nextgen/nl/en/c/promo/spare-parts.html> para obter informações sobre as Waters Quality Parts e como encomendá-las.

## 8.5 Limpeza do exterior do equipamento

---



**Advertência:** Para evitar choque elétrico:

- Certifique-se de que a energia elétrica do dispositivo tenha sido interrompida.
- Ao limpar a superfície do equipamento, molhe um pano e limpe o equipamento ou dispositivo. Não pulverize ou molhe diretamente qualquer superfície do equipamento.



**Advertência:** Para evitar ferimentos, utilize proteção para os olhos e mãos durante o processo de limpeza.

### Ferramentas e materiais necessários

- Luvas sem pó, resistentes a produtos químicos
- Óculos de proteção

### Para limpar a parte externa do equipamento:

- Limpe as superfícies do equipamento usando apenas uma toalha de papel limpo, macio e sem fiapos ou um pano limpo umedecido com água.

## 8.6 Substituição dos filtros do frasco de solvente

---

*Substitua os filtros do frasco de solvente quando forem observados resultados inesperados causados por contaminação.*

Os filtros de solvente são peças essenciais para limpeza que protegem o sistema contra contaminação. Um filtro de frasco de solvente entupido pode causar perda fraca ou intermitente

de escorva, um perfil de gradiente incorreto, mudanças no tempo de retenção e picos amplos. Um filtro de frasco de solvente contaminado pode causar um pico de contaminação.

### Ferramentas e materiais necessários

- Luvas sem pó, resistentes a produtos químicos
- Óculos de proteção
- Filtros de frasco de solvente, pacote com seis (700013884)

### Para substituir os filtros de frascos de solvente:

1. Remova a extremidade filtrada da tubulação de solvente do frasco de solvente.
2. Remova o filtro antigo do pedaço curto da tubulação de fluoropolímero.

**Nota:** Não remova a tubulação de solvente da tampa do frasco de solvente.

3. Insira o novo filtro na tubulação de PTFE, empurrando até que ele entre em contato com a tubulação de solvente.

### Observações:

- Os filtros de solvente de titânio são identificados por "Ti" na superfície superior do filtro.
  - O titânio está sujeito à corrosão em metanol anidro, o que pode ser evitado adicionando uma pequena quantidade de água (aproximadamente 3%). É possível uma leve corrosão com amônia > 10%. Caso esteja usando um Alliance iS Bio HPLC System, como alternativa, é possível remover os ralos de filtro de titânio (o sistema perde a primeira linha de proteção contra partículas) ou substituí-los por ralos de aço inoxidável se a análise não for afetada por considerações de biocompatibilidade.
4. Insira a extremidade filtrada da tubulação de solvente no frasco de solvente.
  5. Agite a tubulação do solvente para remover todo o ar do filtro.
  6. Mergulhe o filtro inteiro no solvente.
  7. Faça a escorva da bomba. Consulte [Escorva da bomba na página 67](#).

## 8.7 Procedimentos de manutenção da bomba

---

Esta seção fornece procedimentos de manutenção para a bomba do Alliance iS HPLC System que podem ser realizados por usuários ou pela equipe de serviço de campo da Waters. Os procedimentos incluem:

- Manutenção do filtro de ar do compartimento da bomba
- Substituição do sensor de vazamento da bomba
- Substituição do misturador da bomba
- Substituição do cartucho do filtro em linha na válvula de retenção primária
- Substituição da válvula de retenção do acumulador

## 8.7.1 Programa de manutenção da bomba

A bomba tem um programa de manutenção recomendado.

Os usuários podem realizar os seguintes procedimentos de manutenção de rotina da bomba.

Procedimento de manutenção	Frequência
Substituição dos filtros do frasco de solvente na página 108	Conforme necessário; durante a manutenção de rotina programada
Manutenção do filtro de ar do compartimento da bomba na página 110	Conforme necessário; durante a manutenção de rotina programada
Substituição do sensor de vazamento da bomba na página 111	Conforme necessário
Substituição do misturador da bomba na página 114	Conforme necessário; durante a manutenção de rotina programada
Substituição do cartucho do filtro em linha na válvula de retenção primária na página 116	Conforme necessário; durante a manutenção de rotina programada
Substituição da válvula de retenção do acumulador na página 122	Conforme necessário; durante a manutenção de rotina programada

## 8.7.2 Manutenção do filtro de ar do compartimento da bomba

O filtro de ar do compartimento da bomba pode ser limpo ou substituído.

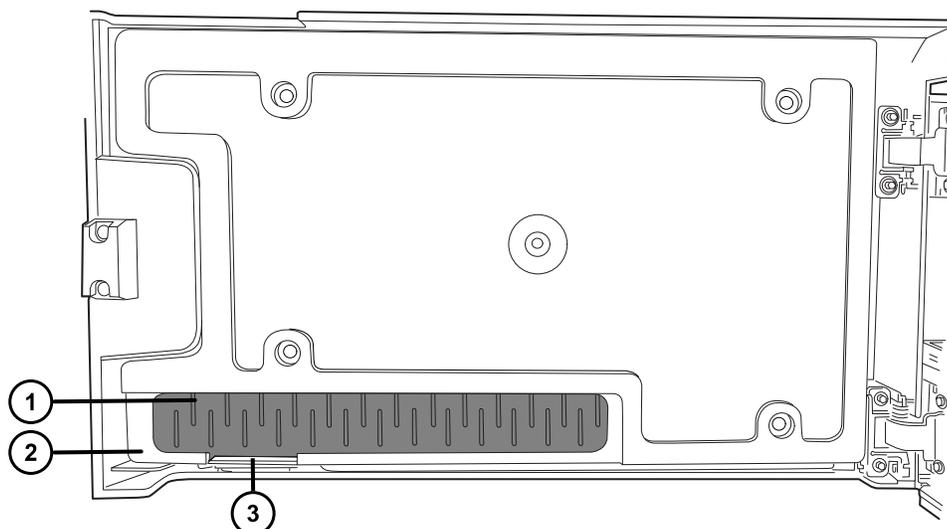
### Ferramentas e materiais necessários

- Detergente leve e água
- Filtro de ar (no caso de uma substituição)

### Para fazer a manutenção do filtro de ar:

1. Abra a porta do compartimento da bomba.
2. Comprima o filtro de ar na vertical, acima da área de alívio do quadro. Em seguida, aperte o filtro e erga-o para fora do quadro.

Figura 8–1: Filtro de ar do compartimento da bomba



- ① Filtro de ar
- ② Quadro do filtro de ar
- ③ Área de alívio do quadro

3. Realize um dos seguintes procedimentos:
  - Usando um detergente leve e água, limpe o filtro e seque-o.
  - Descarte o filtro de ar antigo.
4. Comprima o filtro de ar levemente e reencaixe-o dentro do quadro.
5. Feche a porta do compartimento da bomba.

### 8.7.3 Substituição do sensor de vazamento da bomba

Os usuários ou a equipe de serviço de campo da Waters podem substituir o sensor de vazamento da bomba.



**Advertência:** Siga sempre as Boas Práticas de Laboratório (BPL), especialmente ao trabalhar com materiais perigosos. Consulte as Fichas de dados de segurança relativas aos solventes utilizados. Além disso, consulte o inspetor de segurança da sua empresa sobre os protocolos para manuseio de tais materiais.



**Advertência:** Para evitar a contaminação pessoal com compostos de risco biológico ou tóxicos, use sempre luvas limpas, resistentes a produtos químicos e sem pó ao realizar esse procedimento.



**Advertência:** Para evitar danos nos olhos, use óculos de proteção ao realizar este procedimento.



**Requisito:** Use luvas limpas, resistentes a produtos químicos e sem talco ao realizar este procedimento.

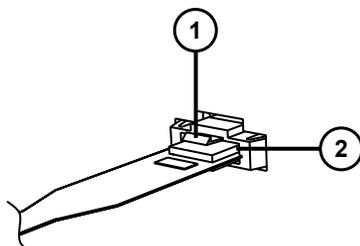
### Ferramentas e materiais necessários

- Luvas sem pó, resistentes a produtos químicos
- Óculos de proteção
- Substituição do sensor de vazamento

### Para substituir o sensor de vazamento:

1. Abra a porta do compartimento da bomba.
2. Pressione a aba do conector do sensor de vazamento e remova o conector do receptáculo.

**Figura 8–2: Conector do sensor de vazamento**



①

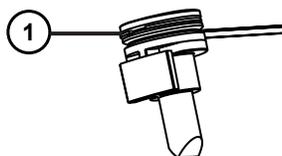
Aba

②

Conector do sensor de vazamento

3. Segure o sensor de vazamento pelos serrilhas e puxe para cima para removê-lo do seu reservatório.

**Figura 8–3: Serrilhas do sensor de vazamento**

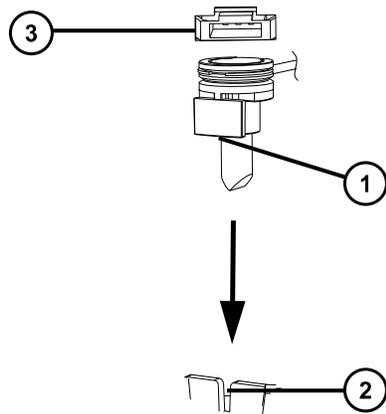


①

Serrilhas

4. Desembale o novo sensor de vazamento.
5. Alinhe a barra em T do sensor de vazamento com a fenda na frente da bandeja da bomba e deslize o sensor de vazamento para dentro da fenda.

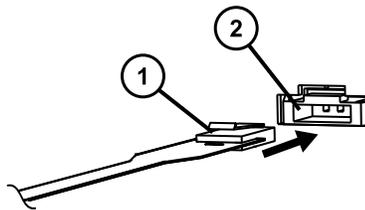
**Figura 8–4: Alinhamento da barra T com a fenda**



- ① Barra T
- ② Fenda no reservatório do sensor de vazamento
- ③ Porta do sensor de vazamento no receptáculo

6. Acople o conector do sensor de vazamento na parte frontal do dispositivo.

**Figura 8–5: Acoplamento do conector do sensor de vazamento**



- ① Conector do sensor de vazamento
- ② Receptáculo do sensor de vazamento na parte frontal da placa da bandeja da bomba

7. Feche a porta do compartimento da bomba.

8. Na exibição [Commands na página 56](#) (Comandos) da tela de toque, pressione **Reset** (Reiniciar).

9. Na exibição [System na página 57](#) (Sistema) da tela de toque, pressione **Leak Sensors** (Sensores de vazamento) e ative **QSM Leak Sensor** (Sensor de vazamento do QSM).

## 8.7.4 Substituição do misturador da bomba

Os usuários ou a equipe de serviço de campo da Waters podem substituir o misturador da bomba.



**Advertência:** Siga sempre as Boas Práticas de Laboratório (BPL), especialmente ao trabalhar com materiais perigosos. Consulte as Fichas de dados de segurança relativas aos solventes utilizados. Além disso, consulte o inspetor de segurança da sua empresa sobre os protocolos para manuseio de tais materiais.



**Aviso:** Para evitar a contaminação de componentes do sistema, use luvas limpas, resistentes a produtos químicos e sem talco ao realizar esse procedimento.

### Ferramentas e materiais necessários

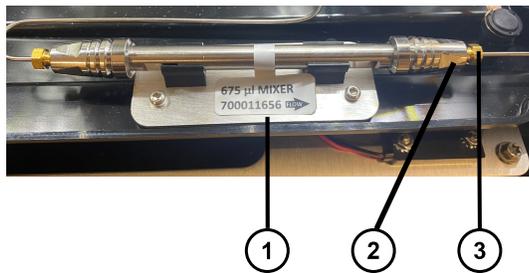
- Luvas sem pó, resistentes a produtos químicos
- Chave de boca de 1/4 de polegada
- Chave de boca de 3/8 de polegada
- Misturador de substituição

**Nota:** Há um kit opcional de misturador unido por difusão de 690  $\mu\text{L}$  que oferece um desempenho de mistura significativamente melhor do que os misturadores tradicionais de 675  $\mu\text{L}$  ou 680  $\mu\text{L}$ , resultando em menor ruído de composição e uma linha de base mais silenciosa em determinadas aplicações. Para obter informações sobre a instalação do misturador unido por difusão de 690  $\mu\text{L}$ , consulte o *Ti Diffusion Bonded Mixer - 690  $\mu\text{L}$  Kit Installation Guide (Guia de instalação do kit do misturador unido por difusão Ti de 690  $\mu\text{L}$ )* (715009251PB).

### Para substituir o misturador:

1. Lave a bomba com solvente não perigoso.
2. Interrompa o fluxo de solvente.
3. Abra a porta do compartimento da bomba.
4. Remova o misturador do prendedor do misturador.
5. Utilizando a chave de boca de 3/8 de polegada para manter o misturador no lugar, desconecte a conexão de compressão de saída com a chave de boca de 1/4 de polegada.

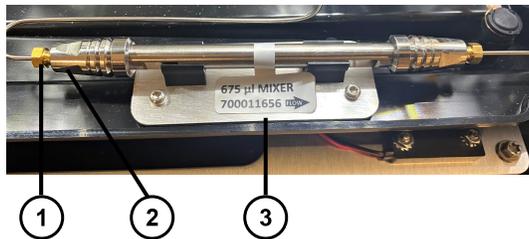
**Figura 8–6: Localização da conexão de compressão de saída para o misturador**



- ① Misturador
- ② Superfície de encaixe da chave
- ③ Conexão de compressão de saída

6. Utilizando a chave de boca de 3/8 de polegada para manter o misturador no lugar, desconecte a conexão de compressão de entrada com a chave de 1/4 de polegada.

**Figura 8–7: Localização da conexão de compressão de entrada para o misturador**



- ① Conexão de compressão de entrada
- ② Superfície de encaixe da chave
- ③ Misturador

7. Desembale o misturador de substituição.

**Nota:** Certifique-se de que a seta no misturador esteja apontando da esquerda para a direita.

8. Acople novamente as conexões de compressão no misturador e aperte-as com os dedos 1/6 de volta a mais para as conexões existentes ou 1/2 volta a mais para novas conexões.
9. Insira o corpo do misturador nos grampos.
10. Feche a porta do compartimento da bomba.
11. Na exibição [Commands na página 56](#) (Comandos) da tela de toque, toque em **Reset** (Reiniciar).

## 8.7.5 Substituição do cartucho do filtro em linha na válvula de retenção primária

Os usuários ou a equipe de serviço de campo da Waters podem substituir o cartucho do filtro em linha na válvula de retenção primária.



**Advertência:** Siga sempre as Boas Práticas de Laboratório (BPL), especialmente ao trabalhar com materiais perigosos. Consulte as Fichas de dados de segurança relativas aos solventes utilizados. Além disso, consulte o inspetor de segurança da sua empresa sobre os protocolos para manuseio de tais materiais.



**Aviso:** Para evitar a contaminação de componentes do sistema, use luvas limpas, resistentes a produtos químicos e sem talco ao realizar esse procedimento.

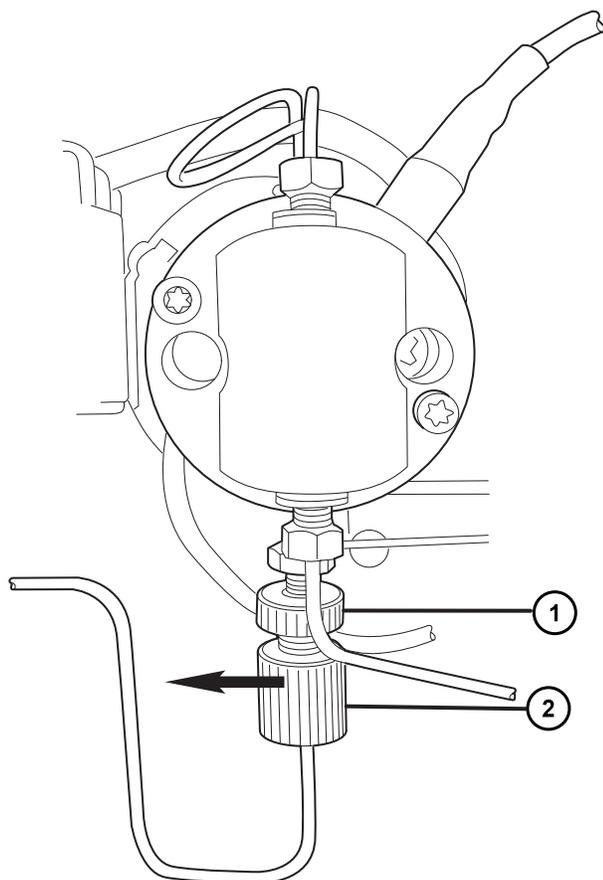
### Ferramentas e materiais necessários

- Luvas sem pó, resistentes a produtos químicos
- Cartucho do filtro em linha de substituição

### Para substituir o cartucho do filtro em linha na válvula de retenção primária:

1. Lave a bomba com solvente não perigoso.
2. [Desligue o sistema na página 61.](#)
3. Abra a porta do compartimento da bomba.
4. Segure a conexão do suporte do casquilho enquanto desparafusa e remove a porca cega da conexão.

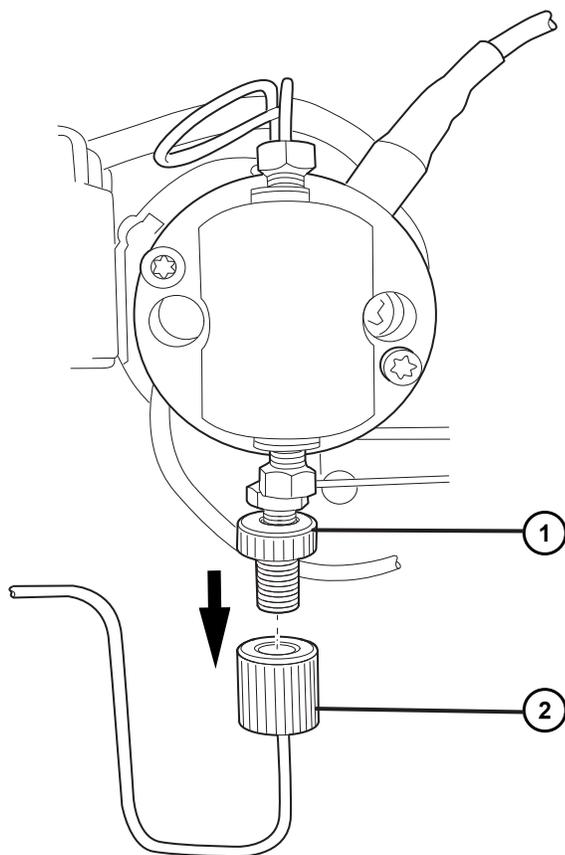
**Figura 8–8: Desatarraxamento da porca cega e do suporte do casquilho**



① Conexão do suporte do casquilho

② Porca cega

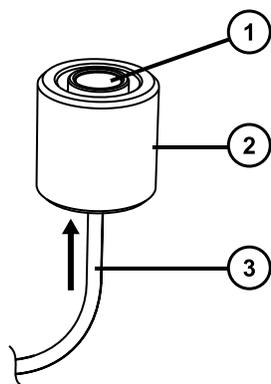
**Figura 8–9: Remoção da porca cega do suporte do casquilho**



- ① Conexão do suporte do casquilho
- ② Porca cega

5. Deslize a porca cega pelo tubo e desencaixe o filtro da conexão do suporte do casquilho.

**Figura 8–10: Extração da porca cega do tubo**

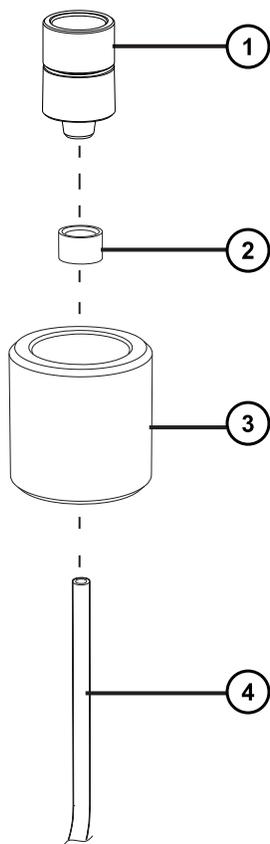


- ① Cartucho do filtro em linha

② Porca cega

③ Tubo

**Figura 8–11: Cartucho do filtro em linha, anel de travamento e porca cega**



① Cartucho do filtro em linha

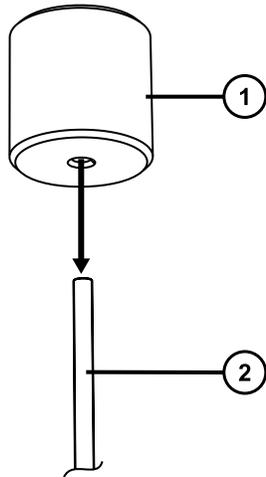
② Anel de trava de metal

③ Porca cega

④ Tubo

6. Deslize o anel de trava de metal para baixo e para fora do cartucho do filtro em linha e deslize o cartucho para fora do tubo.
7. Inspeção o cartucho do filtro para determinar se ele é feito de aço inoxidável ou titânio (Ti) e para garantir que possua o cartucho de substituição correto. Se não houver marca, isso indica um cartucho de filtro fabricado em aço inoxidável e "Ti" indica um cartucho de filtro fabricado em titânio.
8. Deslize a porca cega sobre a extremidade do tubo.

**Figura 8–12: Deslizamento da porca cega no tubo**

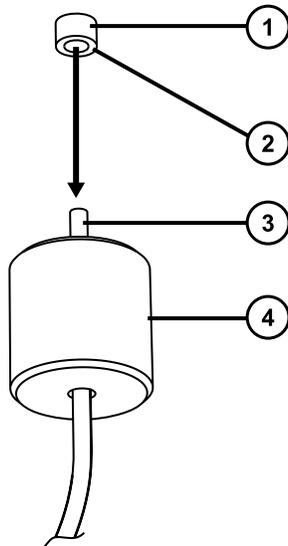


① Porca cega

② Tubo

9. Deslize o anel de trava de metal pelo tubo, garantindo que a extremidade mais espessa do anel esteja voltada para a porca cega.

**Figura 8–13: Deslizamento do anel de trava de metal no tubo**



① Anel de trava de metal

② Extremidade mais grossa do anel de trava de metal voltada para a porca cega

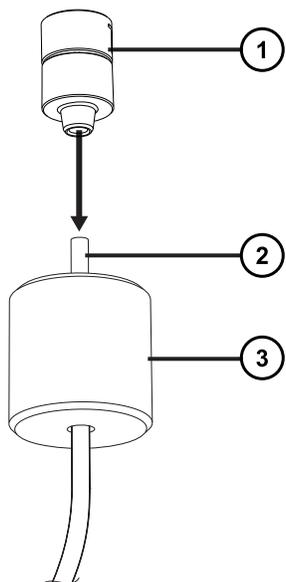
③ Tubo

④ Porca cega

10. Desembale o novo cartucho de filtro em linha.

11. Posicione o novo cartucho do filtro em linha na extremidade do tubo.

**Figura 8–14: Posicionamento do cartucho do filtro em linha na extremidade do tubo**



① Cartucho do filtro em linha

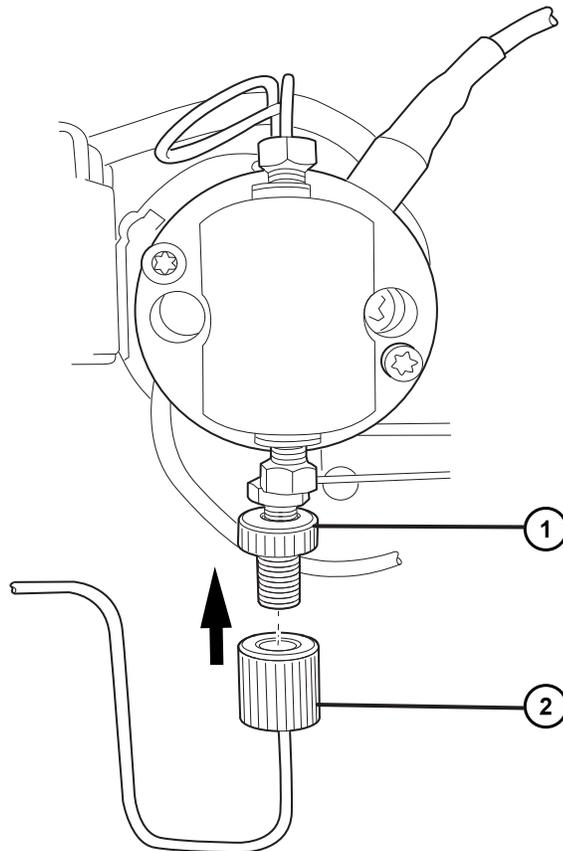
② Tubo

③ Porca cega

12. Verifique se o cartucho está com a parte inferior para fora do tubo e depois deslize o anel de trava de metal até a saliência na parte inferior do cartucho do filtro em linha, certificando-se de que o tubo fique com a parte inferior para fora.

13. Insira o cartucho do filtro em linha com a tubulação na conexão do suporte do casquilho, aperte com os dedos a porca cega até que saia e, em seguida, aperte-a 1/4 de volta.

Figura 8–15: Instalação da porca cega na conexão do suporte do casquilho



- ① Conexão do suporte do casquilho
- ② Porca cega

14. Feche a porta do compartimento da bomba.
15. [Ligue o sistema na página 60.](#)
16. [Faça a escorva da bomba na página 67.](#)

### 8.7.6 Substituição da válvula de retenção do acumulador

*Os usuários ou a equipe de serviço de campo da Waters podem substituir a válvula de retenção do acumulador da bomba.*



**Advertência:** Siga sempre as Boas Práticas de Laboratório (BPL), especialmente ao trabalhar com materiais perigosos. Consulte as Fichas de dados de segurança relativas aos solventes utilizados. Além disso, consulte o inspetor de segurança da sua empresa sobre os protocolos para manuseio de tais materiais.



**Advertência:** Para evitar danos nos olhos, use óculos de proteção ao realizar este procedimento.

**!** **Aviso:** Para evitar a contaminação de componentes do sistema, use luvas limpas, resistentes a produtos químicos e sem talco ao realizar esse procedimento.

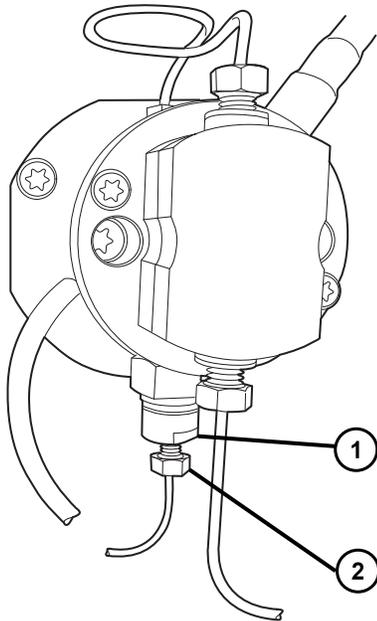
### Ferramentas e materiais necessários

- Luvas sem pó, resistentes a produtos químicos
- Óculos de proteção
- Chave de boca de 1/4 de polegada
- Chave de boca de 5/16 de polegada
- Chave de boca de 1/2 polegada
- Unidade da válvula de retenção do acumulador de substituição

### Para substituir a válvula de retenção do acumulador:

1. Lave a bomba com solvente não perigoso.
2. Desligue o gerenciador de solvente.
3. Abra a porta do compartimento da bomba.
4. Utilizando a chave de boca de 5/16 de polegada para segurar a válvula de retenção no lugar, desconecte a conexão de compressão com a chave de boca de 1/4 de polegada.

**Figura 8–16: Conexão de compressão na válvula de retenção**

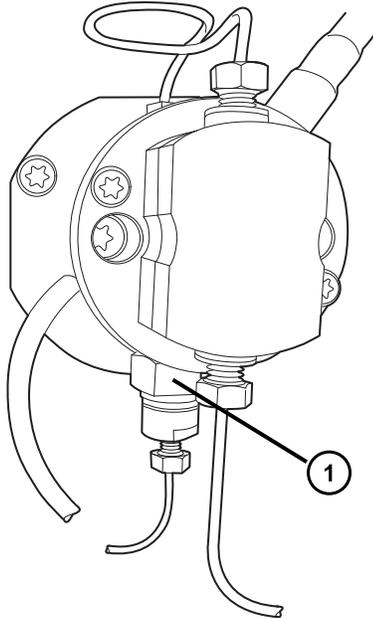


- ① Coloque a chave de boca de 5/16 de polegada aqui
- ② Conexão de compressão

5. Use a chave de boca de 1/2 polegada para afrouxar a válvula de retenção e remova a unidade da válvula de retenção do cabeçote da bomba.

**!** **Aviso:** Quando remover a unidade da válvula, certifique-se de que a arruela de PEEK, que normalmente está na superfície superior da válvula de retenção, não permaneça no cabeçote da bomba.

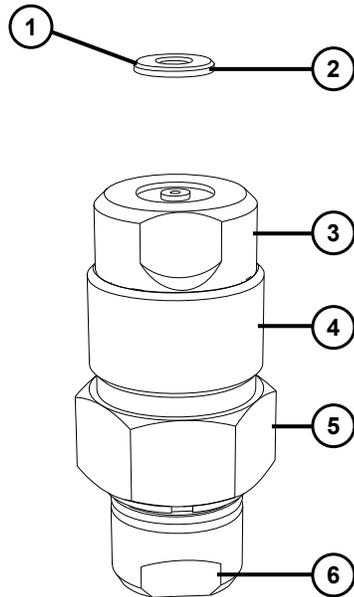
**Figura 8–17: Unidade da válvula de retenção no cabeçote da bomba do acumulador**



**1** Coloque a chave de boca de 1/2 polegada aqui

6. Desembale a nova válvula de retenção.
7. Certifique-se de que a nova arruela de PEEK esteja inserida na nova válvula de retenção, de maneira que suas bordas chanfradas não fiquem voltadas para a válvula de retenção.

**Figura 8–18: Válvula de retenção do acumulador**



- ① Borda chanfrada
- ② Arruela de PEEK
- ③ Válvula de retenção
- ④ Alojamento da válvula de retenção
- ⑤ Porca hexagonal de 1/2 polegada
- ⑥ Chave de boca de 5/16 de polegada plana

8. Insira a unidade da válvula de retenção no cabeçote, aperte a porca da válvula de retenção com os dedos o máximo possível e, em seguida, use a chave de 1/2 polegada para apertar a porca em 1/8 de volta adicional.
9. Use a chave de boca de 5/16 de polegada para segurar a válvula de retenção e reconecte nesta a conexão de compressão.
10. Aperte a conexão de compressão com os dedos o máximo possível, depois use a chave de 1/4 de polegada para apertar a conexão 1/6 de volta adicional para conexões existentes ou 1/2 volta para novas conexões.
11. Feche a porta do compartimento da bomba.
12. Ligue o gerenciador de solvente.
13. Escorve o gerenciador de solvente (consulte [Escorva da bomba na página 67](#)).

## 8.8 Procedimentos de manutenção do gerenciador de amostras

Esta seção fornece procedimentos de manutenção para o gerenciador de amostras do Alliance iS HPLC System que podem ser realizados pelos usuários ou pela equipe de serviço de campo da Waters.

Os procedimentos incluem:

- Substituição do sensor de vazamento
- Calibração do eixo Z da agulha
- Substituição da vedação da agulha e da tubulação da porta de vedação
- Substituição da agulha

### 8.8.1 Programa de manutenção do gerenciador de amostras

*O gerenciador de amostras tem um programa de manutenção recomendado.*

Os usuários podem realizar os seguintes procedimentos de manutenção de rotina do gerenciador de amostras.

Procedimento de manutenção	Frequência
Substituir o sensor de vazamento do gerenciador de amostras na página 126	Conforme necessário
Calibrar o eixo Z da agulha na página 129	Após a troca da agulha ou conforme necessário
Substituir a vedação da agulha e a tubulação da porta de vedação na página 129	Durante a manutenção de rotina programada ou conforme necessário
Substituir a agulha na página 142	Durante a manutenção de rotina programada ou conforme necessário

### 8.8.2 Substituição do sensor de vazamento do gerenciador de amostras

*Os usuários ou a equipe de serviço de campo da Waters podem substituir os sensores de vazamento do gerenciador de amostras.*

O gerenciador de amostras tem sensores de vazamento inferior e superior. Os sensores de vazamento monitoram os vazamentos de fluidos no aquecedor de coluna e no gerenciador de amostras, e interrompem o fluxo do sistema quando um dos sensores detecta aproximadamente 1,5 mL de fluido acumulado. Sensores de vazamento com defeito podem resultar em derramamentos de fluido não detectados.

Os procedimentos para substituir os sensores de vazamento são idênticos.



**Advertência:** Siga sempre as Boas Práticas de Laboratório (BPL), especialmente ao trabalhar com materiais perigosos. Consulte as Fichas de dados de segurança relativas aos solventes utilizados. Além disso, consulte o inspetor de segurança da sua empresa sobre os protocolos para manuseio de tais materiais.



**Advertência:** Para evitar contaminação pessoal por materiais biologicamente perigosos, use luvas limpas, resistentes a produtos químicos e sem pó ao realizar esse procedimento.



**Advertência:** Para evitar danos nos olhos, use óculos de proteção ao realizar este procedimento.



**Aviso:** Para evitar dano aos componentes e circuitos elétricos, não desconecte uma unidade elétrica enquanto um módulo estiver ligado. Para interromper a energia completamente, coloque a chave de força na posição **"Off"** (Desligado) e, em seguida, desconecte o cabo de alimentação da fonte de CA. Aguarde 10 segundos antes de desconectar uma unidade.

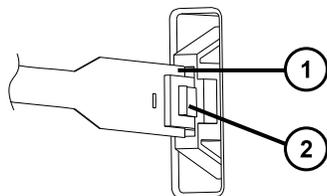
## Ferramentas e materiais necessários

- Luvas sem pó, resistentes a produtos químicos
- Óculos de proteção
- Substituição do sensor de vazamento

## Para substituir o sensor de vazamento:

1. Desligue o sistema na página 61.
2. Abra a porta do compartimento do gerenciador de amostras.
3. Pressione a aba para separar o conector do sensor de vazamento da parte frontal do dispositivo.

**Figura 8–19: Conector do sensor de vazamento**

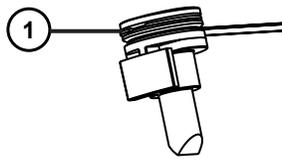


① Conector

② Aba

4. Segure o sensor de vazamento pelas serrilhas e puxe-o para cima, para removê-lo do seu reservatório.

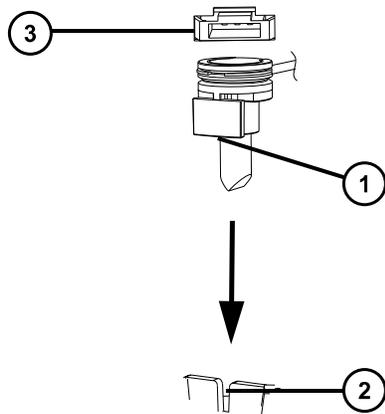
**Figura 8–20: Serrilhas do sensor de vazamento**



① Serrilhas

5. Desembale o novo sensor de vazamento.
6. Alinhe a barra em T do sensor de vazamento com a fenda na parte lateral do reservatório do sensor de vazamento e deslize o sensor para o local correto.

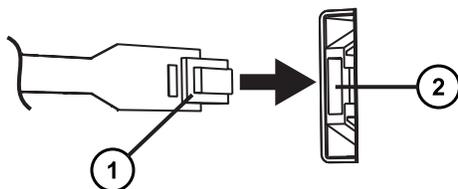
**Figura 8–21: Alinhamento da barra em T do sensor de vazamento com a fenda**



- ① Barra T do sensor de vazamento
- ② Fenda no reservatório do sensor de vazamento
- ③ Porta do sensor de vazamento na parte frontal do dispositivo

7. Conecte o conector do sensor de vazamento na parte frontal do gerenciador de amostras.

**Figura 8–22: Acoplamento do conector do sensor de vazamento**



- ① Conector do sensor de vazamento
- ② Porta do sensor de vazamento na parte frontal do dispositivo

8. Feche a porta do compartimento do gerenciador de amostras.
9. [Ligue o sistema na página 60](#).
10. Na exibição [Commands na página 56](#) (Comandos) da tela de toque, pressione **Reset** (Reiniciar).
11. Na exibição [System na página 57](#) (Sistema) da tela de toque, pressione **Leak Sensors** (Sensores de vazamento) e ative **SM Leak Sensor** (Sensor de vazamento do SM).

### 8.8.3 Calibração do eixo Z da agulha

*Os usuários ou a equipe de serviço de campo da Waters podem calibrar o eixo Z da agulha do gerenciador de amostras.*

É necessário calibrar a agulha antes de utilizar o gerenciador de amostras pela primeira vez e sempre que substituir a agulha de amostra. Não calibrar a agulha pode danificá-la. O procedimento de calibração é o mesmo para todas as agulhas.

#### Para calibrar o eixo Z da agulha, faça o seguinte:

1. Na tela de toque, pressione **Maintain > Calibrate needle Z axis** (Manutenção > Calibrar eixo Z da agulha).
2. Siga as instruções na tela.

### 8.8.4 Substituição da vedação da agulha e da tubulação da porta de vedação

*Para evitar interrupções no fluxo de trabalho, substitua a vedação da agulha e a tubulação da porta de vedação anualmente durante o cronograma de manutenção preventiva (PM, Preventive Maintenance) prescrito ou sempre que a vedação parecer suja, contaminada ou entupida. Também substitua a vedação em qualquer outro momento que for necessário substituir a agulha.*

A substituição da vedação da agulha e da tubulação da porta de vedação envolve a remoção dos seguintes itens:

- Unidade da estação de lavagem
- Porca de travamento que aloja a vedação da agulha
- Vedação da agulha existente
- Tubulação da porta de vedação existente (segura a porca de travamento) e conectada à unidade da estação de lavagem



**Advertência:** Para evitar danos nos olhos, use óculos de proteção ao realizar este procedimento.



**Advertência:** Para evitar a contaminação pessoal com compostos de risco biológico ou tóxicos, use sempre luvas limpas, resistentes a produtos químicos e sem pó ao realizar esse procedimento.

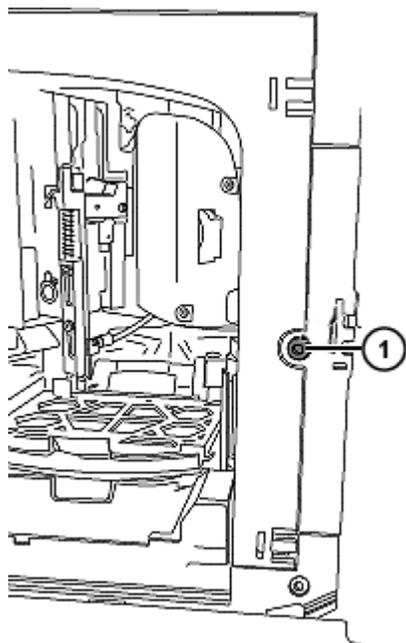
### Ferramentas e materiais necessários

- Kit de vedação
- Tubulação da porta de vedação (nome de peça da Waters: Unidade, porta da sede, SST, DI de 0,007)
- Luvas sem pó, resistentes a produtos químicos
- Óculos de proteção
- Chave de boca de 7/16 de polegada (o procedimento requer duas chaves)
- Chave T10 TORX
- Chave T20 TORX

### Para substituir a vedação da agulha:

1. Certifique-se de que o sistema esteja ligado.
2. Abra a porta do compartimento de amostras e do compartimento do sistema de fluidos.
3. Retire as placas para amostras do compartimento de amostras.
4. Mova a agulha de amostra para a posição de serviço:
  - a. Toque em **MAINTAIN > Service > Prepare to Replace the Needle** (Manutenção > Serviço > Preparar para substituir a agulha).
5. Utilizando a chave TORX T20, remova o parafuso de contenção que mantém preso o painel de acesso e, em seguida, remova o painel.

**Figura 8–23: Parafusos de contenção do painel de acesso**



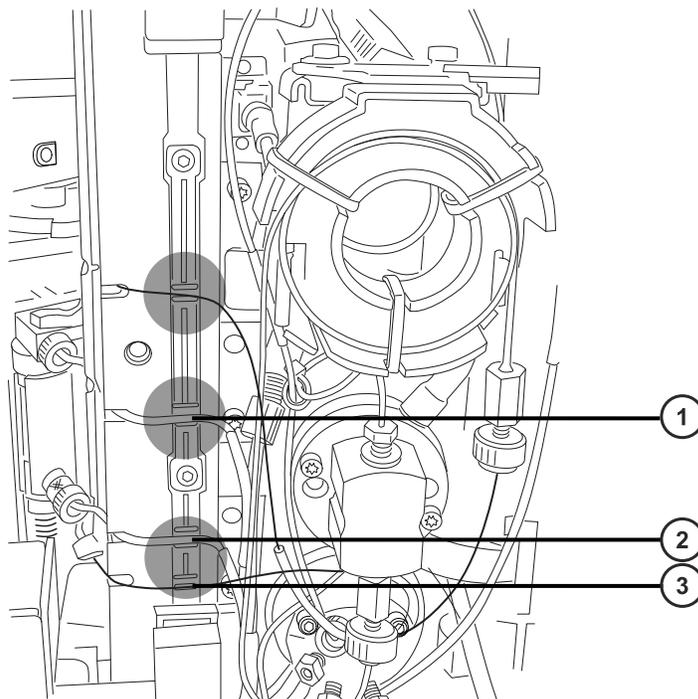
① Parafuso de contenção

6. Para retirar a unidade da estação de lavagem do suporte da estação:

**Nota:** A unidade da estação de lavagem não será removida (em vez disso, será desconectada temporariamente do suporte).

- a. Localize a tubulação de lavagem e a tubulação da porta de vedação presas nos três grampos inferiores. Libere a tubulação dos três grampos.

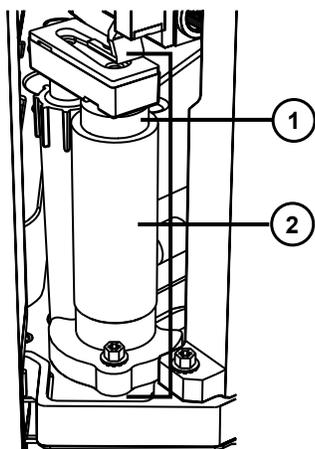
**Figura 8–24: Localização da tubulação da porta de vedação e da tubulação de lavagem nos grampos**



- ① Primeira tubulação de lavagem no grampo
- ② Segunda tubulação de lavagem no grampo
- ③ Tubulação da porta de vedação no grampo

b. Empurre a unidade da estação de lavagem para baixo e gire-a no sentido horário para removê-la temporariamente do suporte da estação de lavagem.

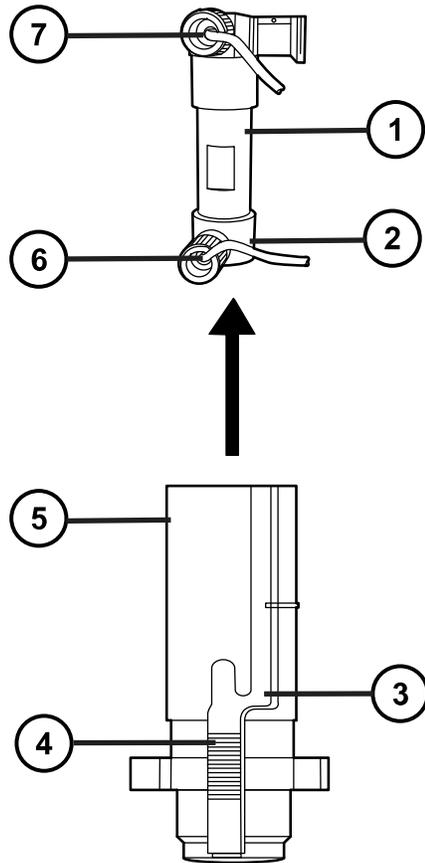
Figura 8–25: Soltar a unidade da estação de lavagem do suporte da estação



- ① Unidade da estação de lavagem (no interior do suporte da estação de lavagem)
- ② Suporte da estação de lavagem

7. Retire a unidade da estação de lavagem do suporte da estação:

Figura 8–26: Liberação da unidade da estação de lavagem do suporte da estação



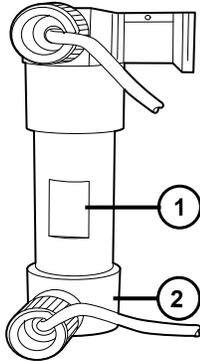
- ① Luva de suporte
- ② Localização da porca de travamento (porca não visível)
- ③ Fenda
- ④ Mola
- ⑤ Suporte da estação de lavagem
- ⑥ Tubulação da porta de vedação na conexão de PEEK (a imagem mostra uma tubulação mais curta do que realmente parece)
- ⑦ Tubulação da porta de vedação na conexão de PEEK (a imagem mostra uma tubulação mais curta do que realmente parece)

**Requisito:** Certifique-se de que a porca de travamento permaneça dentro da mola.

8. Localize a porca de travamento acoplada à parte inferior da unidade da estação de lavagem que aloja a vedação da agulha. Para acessar a vedação da agulha, remova a

porca de travamento utilizando duas chaves de boca de 7/16 de polegada para garantir uma aderência adequada.

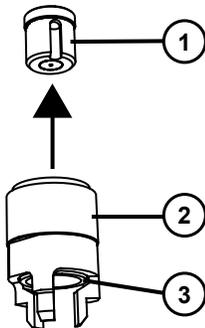
**Figura 8–27: Locais de posicionamento da chave para remover a porca de travamento**



- ① Coloque uma chave de boca de 7/16 de polegada aqui, na luva de suporte
- ② Coloque a outra chave de boca de 7/16 de polegada aqui, perto da porca de travamento (não visível)

9. Levante a borda externa (ou abertura) da porca de travamento. Incline a porca de travamento para remover a vedação da agulha e descarte.

**Figura 8–28: Remoção da vedação da agulha da porca de travamento**

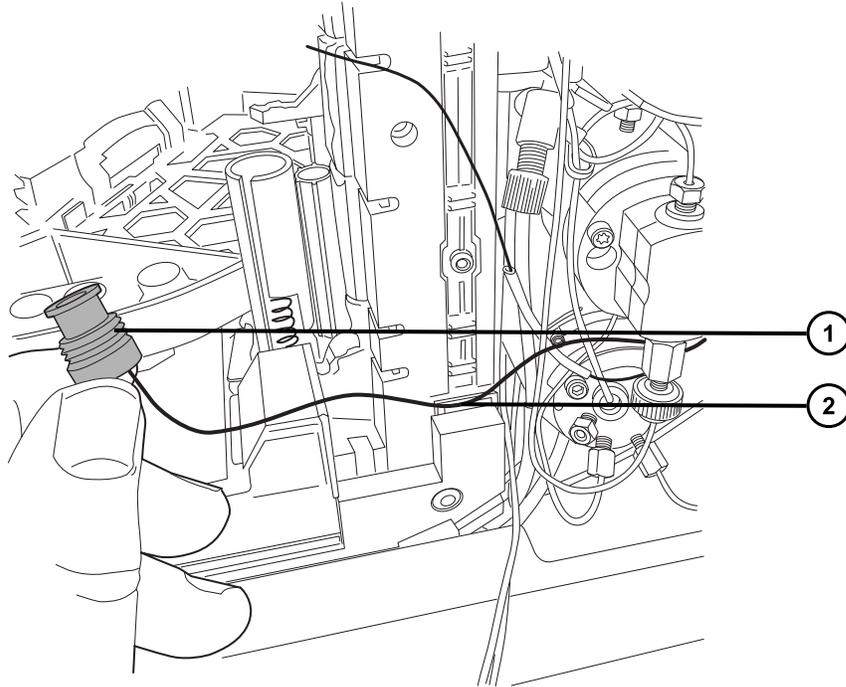


- ① Vedação
- ② Porca de travamento (porca real atualizada e não mostra pinos)
- ③ Porta de vedação

10. A Waters recomenda substituir a tubulação da porta de vedação ao trocar a vedação da agulha. Para remover a tubulação da porta de vedação:

- a. Desparafuse a conexão sem ferramentas acoplada à tubulação da porta de vedação e remova uma extremidade da tubulação da porta de vedação da porta 1 na válvula de injeção.
- b. Passe a tubulação da porta de vedação através da porca de travamento e a remova.

**Figura 8–29: Remoção da tubulação da porta de vedação**



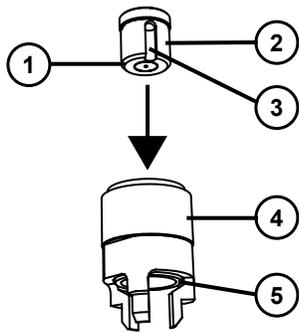
- ① Porca de travamento
- ② Tubulação da porta de vedação

11. Insira a vedação de substituição na porca de travamento. A vedação é marcada, garantindo a correta instalação, conforme mostrado nas duas figuras a seguir.

**!** **Aviso:** Para evitar a contaminação de componentes do sistema, use luvas limpas, resistentes a produtos químicos e sem pó, e trabalhe em uma superfície limpa ao substituir a vedação.

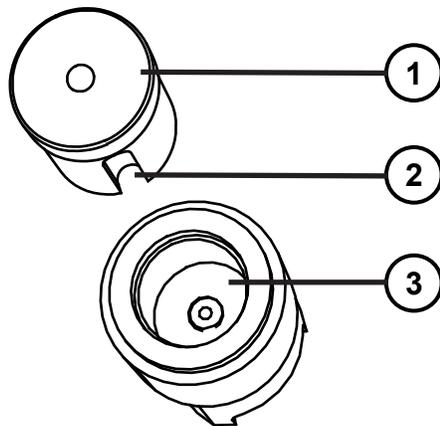
**Nota:** A imagem a seguir mostra pinos, mas a porca de travamento real não tem pinos.

**Figura 8–30: Inserção da vedação de substituição na porca de travamento**



- ① Extremidade de menor diâmetro
- ② Vedação
- ③ Entalhe
- ④ Porca de travamento
- ⑤ Porta de vedação

**Figura 8–31: Localização do entalhe da vedação**

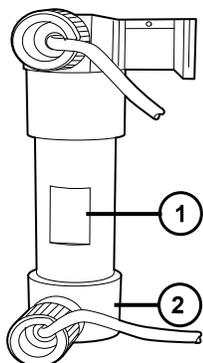


- ① Vedação
- ② Entalhe
- ③ Recipiente de vedação

12. Aperte com os dedos a porca de travamento na parte inferior da unidade da estação de lavagem.
13. Coloque as duas chaves de boca de 7/16 de polegada na luva de suporte da estação de lavagem e aperte.

**!** **Aviso:** Para evitar danos ao tubo da porta de vedação, não o torça excessivamente.

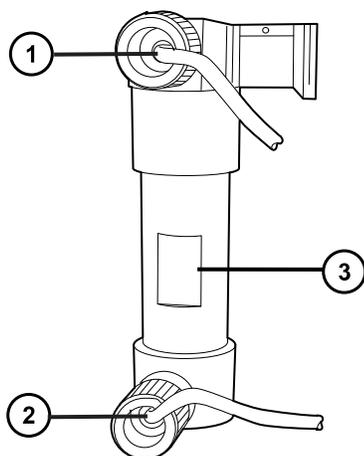
**Figura 8–32: Locais de posicionamento das chaves**



- ① Coloque uma chave de boca de 7/16 de polegada aqui, na luva de suporte
- ② Coloque a outra chave de boca de 7/16 de polegada aqui

14. Certifique-se de que a tubulação da porta de vedação permaneça alinhada com a conexão de PEEK na luva de suporte.

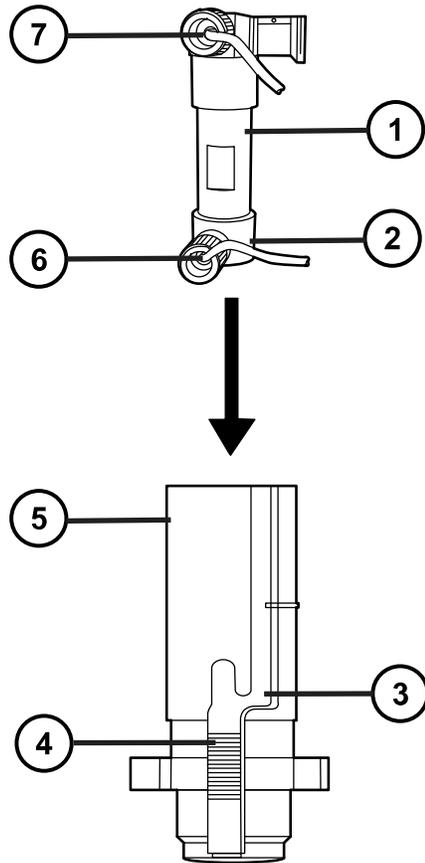
**Figura 8–33: Tubulação da porta de vedação na conexão de PEEK**



- ① Tubulação da porta de vedação na conexão de PEEK superior
- ② Tubulação da porta de vedação na conexão de PEEK inferior
- ③ Luva de suporte

15. Deslize a tubulação da porta de vedação para dentro da fenda na lateral do alojamento.

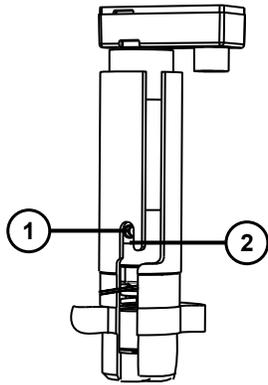
Figura 8–34: Deslizamento da tubulação da porta de vedação para dentro da fenda



- ① Luva de suporte
- ② Localização da porca de travamento (porca não visível)
- ③ Fenda
- ④ Mola
- ⑤ Suporte da estação de lavagem
- ⑥ Tubulação da porta de vedação na conexão de PEEK (a imagem mostra uma tubulação mais curta do que realmente parece)
- ⑦ Tubulação da porta de vedação na conexão de PEEK (a imagem mostra uma tubulação mais curta do que realmente parece)

16. Deslize a luva de suporte para dentro do alojamento, garantindo que o orifício da conexão na luva de suporte esteja alinhado com a fenda do alojamento.

**Figura 8–35: Inserção da luva de suporte no alojamento**



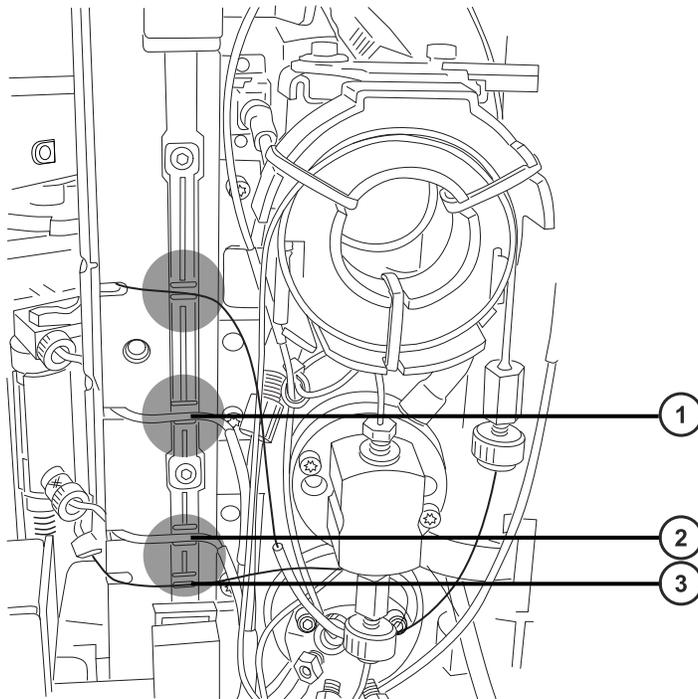
① Orifício de conexão

② Fenda

17. Reinsira a tubulação nos grampos na lateral do compartimento de amostras. Por exemplo, passe a tubulação de lavagem e a tubulação da porta de vedação através dos grampos.

**Requisito:** A tubulação é presa à parede e não deve interferir na operação da bandeja de amostras ou no movimento vertical da porta de lavagem.

**Figura 8–36: Substituir a tubulação de lavagem e a tubulação da porta de vedação nos grampos na parede do compartimento de amostras**



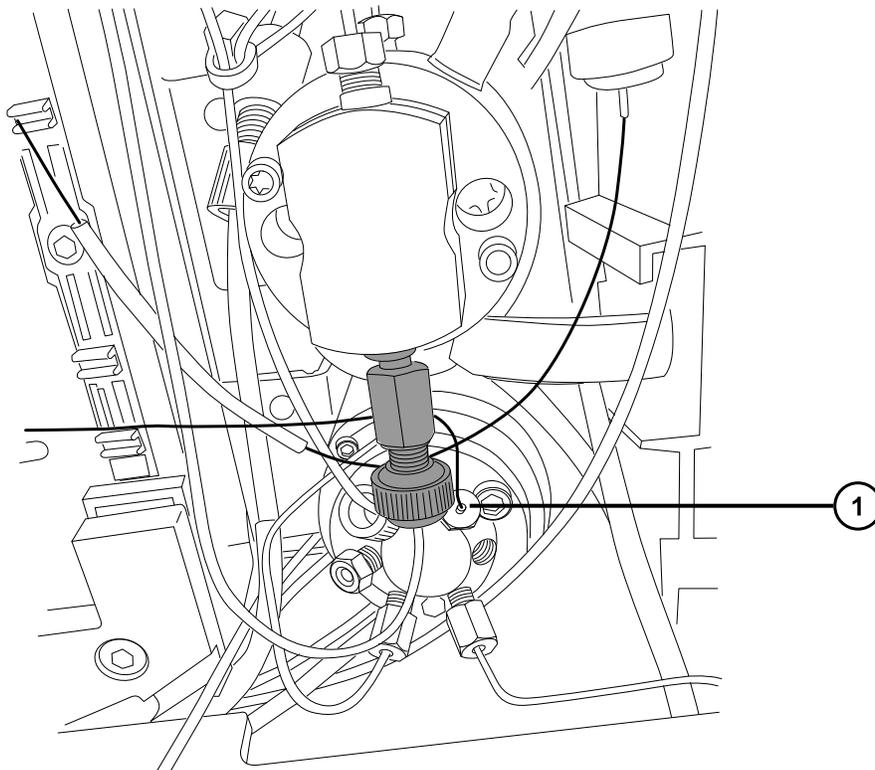
① Primeira tubulação de lavagem no grampo

② Segunda tubulação de lavagem no grampo

③ Tubulação da porta de vedação no grampo

18. Aparafuse a extremidade da tubulação da porta de vedação na porta 1 da válvula de injeção e utilize a chave de boca de 1/4 de polegada para apertar a conexão com 1/4 de volta além do aperto com os dedos.

**Figura 8–37: Conectar a tubulação da porta de vedação à válvula de injeção**



① Porta 1 na válvula de injeção

19. Reinstale o painel de acesso e utilize a chave TORX T20 para apertar o parafuso único que mantém o painel de acesso preso à parte frontal da unidade.

**Requisito:** Certifique-se de que a tubulação da porta de vedação e a tubulação da agulha de amostra passem através da folga no painel de acesso e não se cruzem.

20. Feche a porta do compartimento de amostras e do compartimento do sistema de fluidos.
21. Toque em **COMMANDS > Reset** (Comandos > Reiniciar) para ligar os motores novamente e colocar o carro da agulha na posição inicial.
22. Conclua o teste de prontidão da vedação da agulha para verificar se a vedação da agulha funciona corretamente.

## 8.8.5 Substituição da agulha de amostra

*Substitua a agulha anualmente durante a manutenção preventiva (PM, Preventive Maintenance) prescrita ou sempre que a agulha parecer danificada ou curvada.*

**Recomendação:** A Assistência técnica da Waters recomenda que a vedação da agulha seja substituída cada vez que a agulha for substituída. Consulte [Substituição da vedação da agulha e da tubulação da porta de vedação na página 129](#) após concluir este procedimento.



**Advertência:** Para evitar danos nos olhos, use óculos de proteção ao realizar este procedimento.



**Advertência:** Para evitar a contaminação pessoal com compostos de risco biológico ou tóxicos, use sempre luvas limpas, resistentes a produtos químicos e sem pó ao realizar esse procedimento.

### Ferramentas e materiais necessários

- Unidade da agulha, também conhecida como cartucho da agulha de amostra (700013880)
- Luvas sem pó, resistentes a produtos químicos
- Óculos de proteção
- Chave T20 TORX

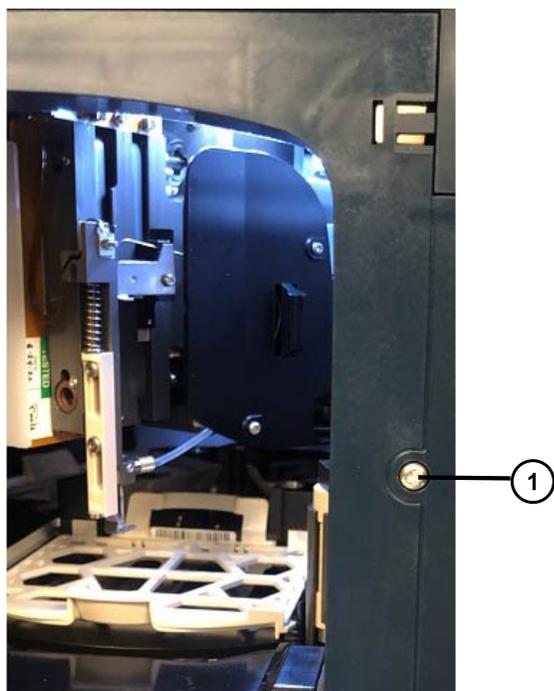
### Para substituir a agulha de amostras:



**Aviso:** Certifique-se de instalar o cartucho da agulha conforme descrito no procedimento a seguir. A agulha é fornecida montada no cartucho da agulha e pode ser quebrada facilmente se for manuseada incorretamente.

1. Certifique-se de que o sistema esteja ligado.
2. Retire as placas para amostras do compartimento de amostras.
3. Mova a agulha de amostra para a posição de serviço:
  - a. Toque em **MAINTAIN > Service > Prepare to Replace the Needle** (Manutenção > Serviço > Preparar para substituir a agulha).
4. Abra a porta do compartimento de amostras e do compartimento do sistema de fluidos.
5. Utilizando a chave TORX T20, afrouxe o parafuso de contenção que mantém preso o painel de acesso e, em seguida, remova o painel.

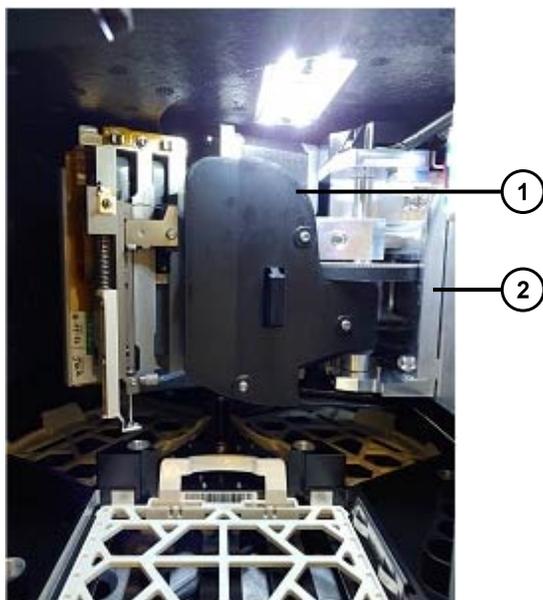
**Figura 8–38: Parafusos de contenção do painel de acesso**



① Parafuso de contenção

6. Localize o cartucho da agulha no compartimento de amostras. O cartucho da agulha aloja a agulha e ajuda a fixá-la no lugar.

**Figura 8–39: Localização do cartucho da agulha no compartimento de amostras**

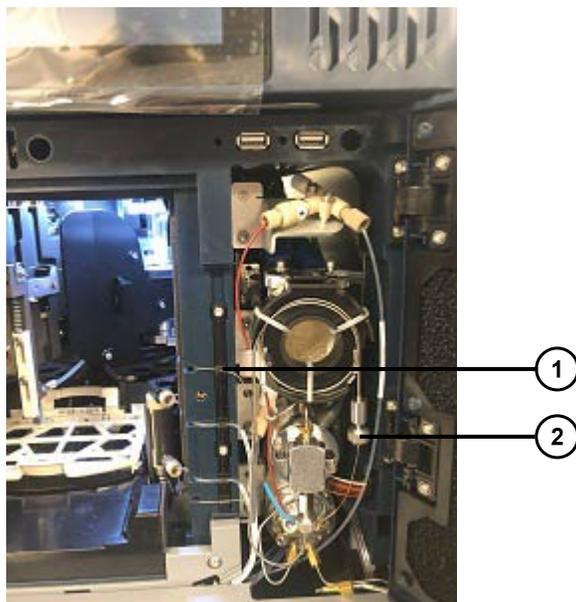


① Cartucho da agulha

② Área do compartimento de amostras

7. No compartimento do sistema de fluidos, desaparafuse a conexão sem ferramentas que conecta o loop de amostras à extremidade da agulha. Quando for desaparafusada, remova a tubulação da agulha do grampo superior onde a agulha cruza o compartimento do sistema de fluidos para o compartimento de amostras.

**Figura 8–40: Conexão sem ferramentas e grampo**

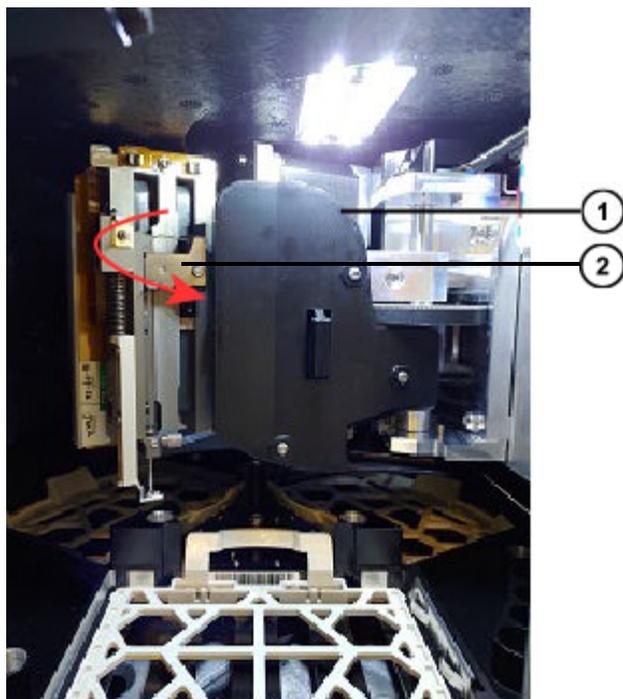


① Grampo superior

② Conexão sem ferramentas

8. Gire o engate rotativo no carro da agulha no sentido anti-horário para liberar o cartucho da agulha.

Figura 8–41: Trava rotativa no carro da agulha (seta vermelha indica o sentido de abertura no sentido anti-horário)

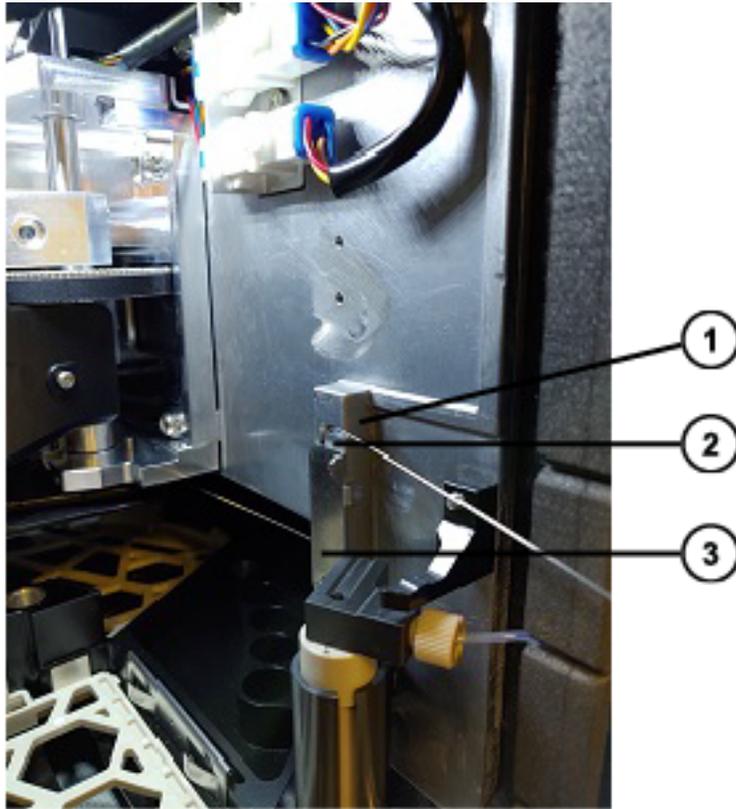


① Cartucho da agulha

② Engate rotativo

9. Localize o bloco com um pequeno entalhe que prende a agulha de amostra no lado direito da parede do compartimento de amostras. Abra o engate rotativo no sentido horário e remova a parte em forma de degrau da agulha de amostra do entalhe.

Figura 8–42: Segunda trava rotativa e entalhe na parede do compartimento de amostras



① Bloco na parede do compartimento de amostras

② Parte em forma de degrau da agulha de amostra no entalhe pequeno

③ Segunda trava rotativa na parede do compartimento

10. Empurre a agulha de amostra para frente e levante-a para fora da unidade da agulha de punção na parte inferior da área do carro da agulha. Depois, remova o cartucho da agulha do compartimento de amostras.



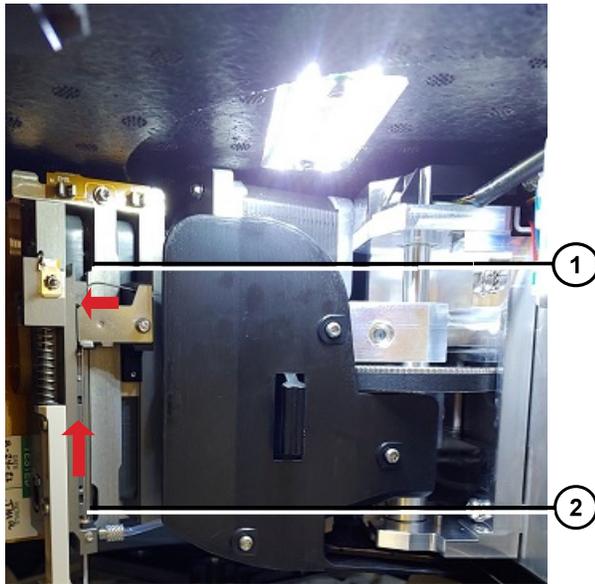
**Advertência:** Para evitar ferimentos por perfuração, manuseie agulhas de amostras, seringas, linhas de sílica fundida e pontas de borossilicato com muito cuidado.



**Aviso:** Para evitar danos à extremidade da agulha, não toque nem pressione a extremidade da agulha de amostra.

**Nota:** A unidade da agulha de punção consiste na agulha de punção, no vespel e no alojamento de PEEK.

Figura 8–43: Remoção da agulha de amostra da unidade da agulha de punção



① Agulha de amostra

② Unidade da agulha de punção

11. Obtenha uma agulha de amostra de substituição. Remova a luva protetora da ponta da agulha.
12. Localize o ímã na seção recuada do braço do carro da agulha. Encaixe o cartucho da agulha no ímã.



**Advertência:** Para evitar ferimentos por perfuração, manuseie agulhas de amostras, seringas, linhas de sílica fundida e pontas de borossilicato com muito cuidado.



**Aviso:** Para evitar danos à extremidade da agulha, não toque nem pressione a extremidade da agulha de amostra.

**Figura 8–44: Localização do ímã no braço do carro da agulha**

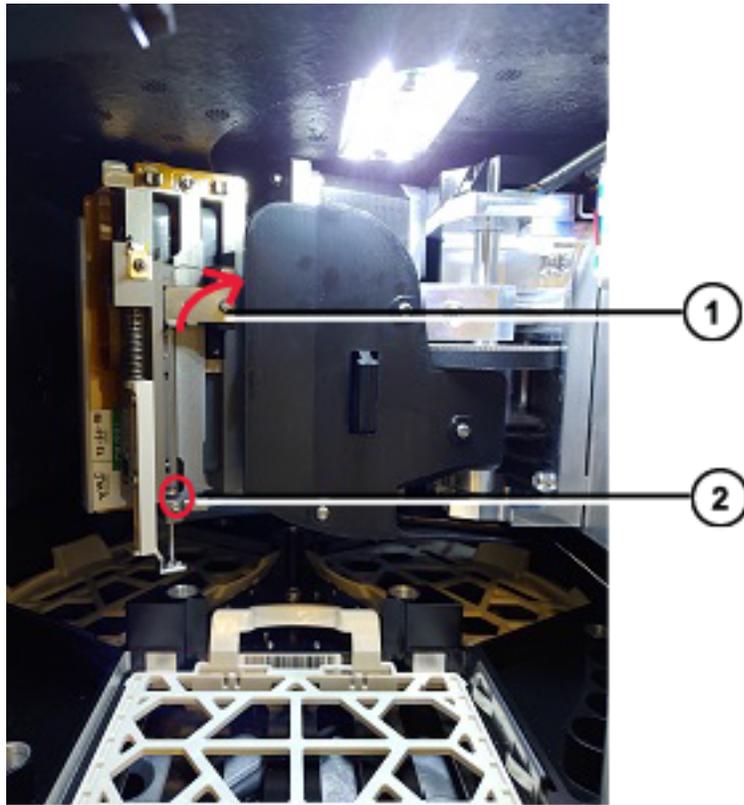


① Braço do carro da agulha

② Ímã na seção recuada

13. Para instalar a agulha de amostra na unidade do carro da agulha:
  - a. Deslize a agulha de amostra na guia de vespel na parte inferior da unidade da agulha de punção, como mostrado na figura a seguir.
  - b. Insira o casquilho da parte superior da agulha na parte superior do retentor da agulha.
  - c. Depois de colocar o casquilho no retentor da agulha, coloque a tubulação no entalhe localizado acima da trava.
  - d. Feche a trava rotativa girando no sentido horário.

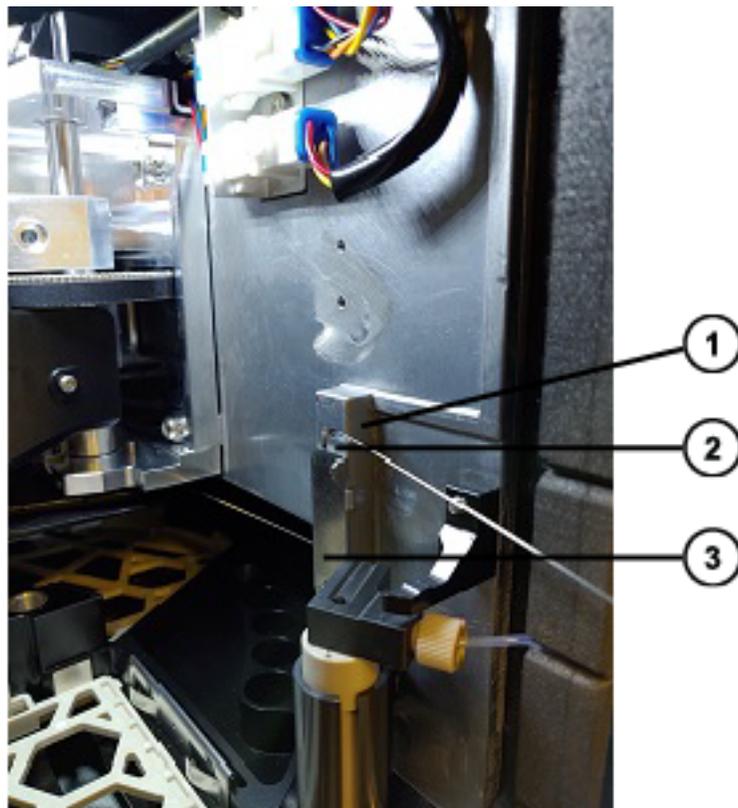
Figura 8–45: Instalação da agulha de amostra na unidade do carro da agulha



- ① Trava rotativa (o casquilho fica atrás da trava rotativa)
- ② Guia de vespel

14. Passe a tubulação da agulha através do entalhe no bloco pequeno na parede do compartimento de amostras. Depois, gire o engate rotativo no sentido anti-horário para fixar a tubulação da agulha no entalhe.

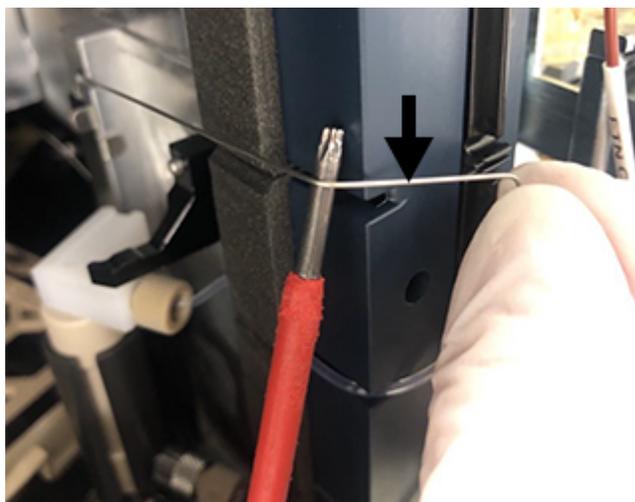
Figura 8–46: Fixação da tubulação da agulha no entalhe (segunda trava rotativa na parede do compartimento)



- ① Pequeno bloco na parede do compartimento de amostras
- ② Tubulação da agulha no entalhe
- ③ Trava rotativa na parede do compartimento de amostras

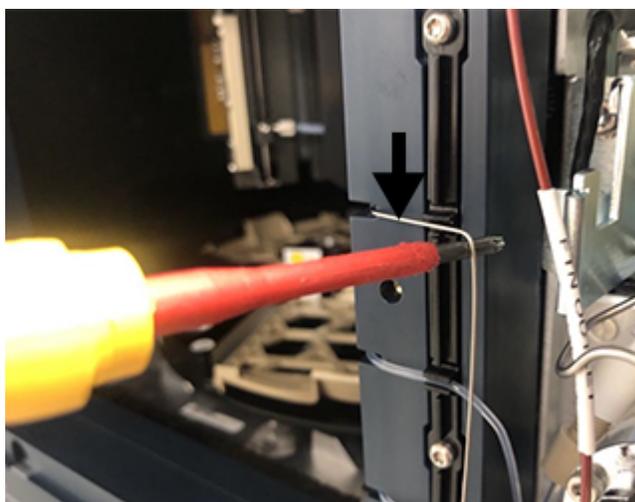
15. Dobre a tubulação da agulha (seta) para a direita ao redor do bisel com uma chave TORX T20.

**Figura 8–47: Dobra da tubulação da agulha ao redor do bisel do compartimento**



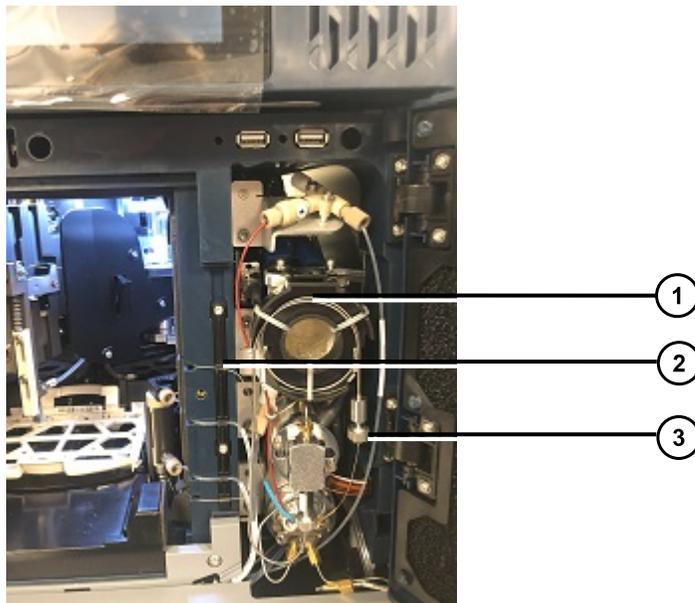
16. Dobre a tubulação da agulha (seta) para baixo como mostrado com uma chave TORX T20.

**Figura 8–48: Dobra da tubulação da agulha para baixo**



17. Acople a agulha de amostra ao loop de extensão usando a conexão sem ferramentas. Em seguida, prenda a tubulação da agulha no grampo superior.

**Figura 8–49: Reconexão da agulha de amostra ao loop de extensão**

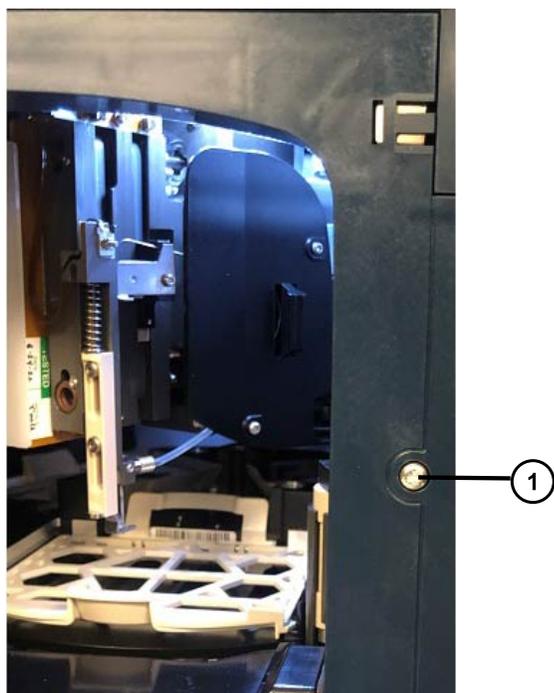


- ① Loop de extensão
- ② Tubulação da agulha no grampo superior
- ③ Conexão sem ferramentas

18. Reinstale o painel de acesso e alinhe as abas na parte superior do painel com as fendas no bisel. Depois, instale o painel de acesso e utilize a chave TORX T20 para apertar um parafuso de contenção que mantém o painel preso à parte frontal do sistema.

**Requisito:** Certifique-se de que a tubulação da agulha seja direcionada para o grampo superior como indicado na etapa anterior.

Figura 8–50: Parafusos de contenção do painel de acesso



① Parafuso de contenção

19. Feche a porta do compartimento de amostras e do compartimento do sistema de fluidos.

**Recomendação:** A Waters recomenda que a vedação da agulha seja substituída toda vez que a agulha for trocada.

20. Calibre a agulha:

- a. Toque em **MAINTAIN > Calibrate Axes > Calibrate Z-Axis** (Manutenção > Calibrar eixos > Calibrar eixo Z) e siga as instruções até que a mensagem **Z-Axis Calibration Passed** (Calibração do eixo Z aprovada) apareça na tela. Toque em **DONE** (Concluído).
- b. Toque em **MAINTAIN > Calibrate Axes > Calibrate Zp-Axis** (Manutenção > Calibrar eixos > Calibrar eixo Zp) e siga as instruções até que a mensagem **Zp-Axis Calibration Passed** (Calibração do eixo Zp aprovada) apareça na tela. Toque em **DONE** (Concluído).
- c. Toque em **MAINTAIN > Calibrate Axes > Calibrate B $\Theta$ -Axis** (Manutenção > Calibrar eixos > Calibrar eixo B $\Theta$ ) e siga as instruções até que a mensagem **B $\Theta$ -Axis Calibration Passed** (Calibração do eixo B $\Theta$  aprovada) apareça na tela. Toque em **NEXT > HOME > DONE** (Avançar > Início > Concluído).

## 8.9 Procedimentos de manutenção do detector

---

Esta seção fornece os procedimentos de manutenção para os detectores Alliance iS HPLC System TUV e PDA que podem ser realizados pelos usuários ou pela equipe de serviço de campo da Waters.

Os procedimentos incluem:

- Substituição do sensor de vazamento
- Substituição do sensor da célula de fluxo
- Substituição da lâmpada

### 8.9.1 Substituição do sensor de vazamento do detector

*Um sensor de vazamento na bandeja de gotejamento monitora continuamente o detector para encontrar vazamentos.*



**Advertência:** Para evitar a contaminação pessoal com compostos de risco biológico ou tóxicos, use sempre luvas limpas, resistentes a produtos químicos e sem pó ao realizar esse procedimento.

O sensor de vazamento do detector interrompe o fluxo do sistema quando detecta acúmulo de líquido vazado em seu reservatório. Quando o sensor detecta um vazamento, a tela de toque do sistema exibe uma mensagem de alarme.

#### Ferramentas e materiais necessários

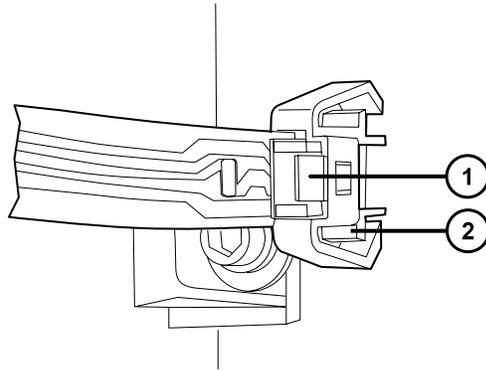
- Luvas sem pó, resistentes a produtos químicos
- Substituição do sensor de vazamento

#### Para substituir o sensor de vazamento do detector:

1. Abra a porta do detector puxando a borda direita cuidadosamente em sua direção.
2. Remova o sensor de vazamento antigo:
  - a. Para soltar o conector do sensor de vazamento da parte frontal do equipamento, pressione a aba de desencaixe.

**Nota:** A figura a seguir é meramente ilustrativa. Seu hardware pode ser um pouco diferente do mostrado.

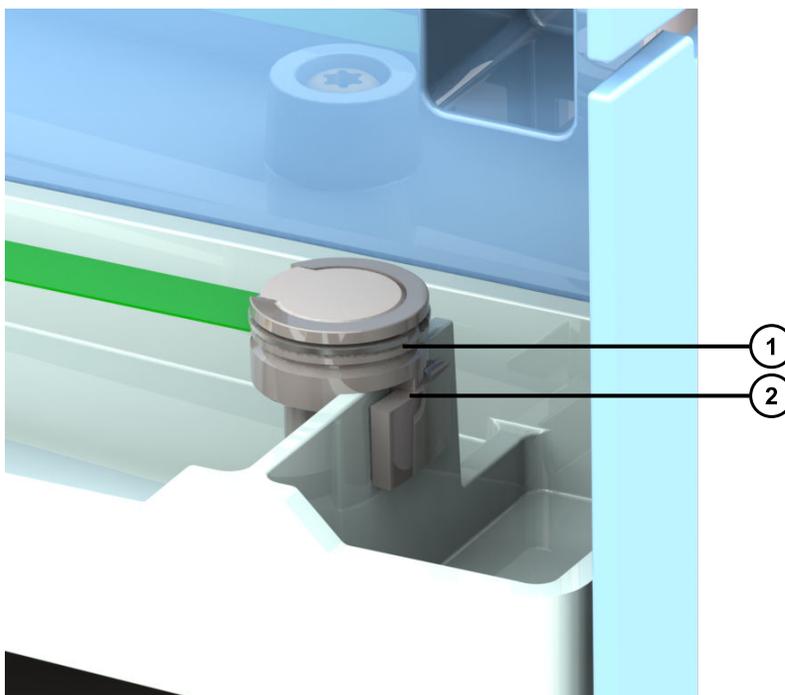
**Figura 8–51: Retirada do sensor de vazamento**



- ① Aba de desencaixe
- ② Conector do sensor de vazamento

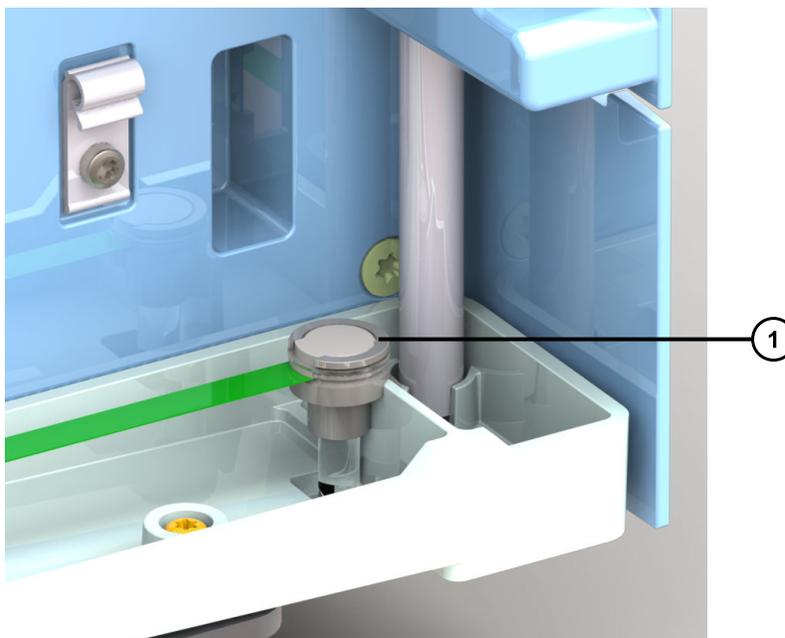
- b. Para remover o sensor de vazamento do reservatório, segure-o pelos serrilhados na parte superior e puxe-o para cima (veja a figura "Sensor de vazamento instalado, vista traseira").
3. Instale o novo sensor de vazamento.
- a. Segurando o sensor de vazamento pelos serrilhados, alinhe a barra em T com a fenda na parte lateral do reservatório e empurre-a para o local (veja a figura "Sensor de vazamento instalado, vista traseira").

**Figura 8–52: Sensor de vazamento instalado, vista traseira**



- ① Serrilhas
- ② Barra em T encaixada na fenda do reservatório

**Figura 8–53: Sensor de vazamento instalado, vista frontal**



① Sensor de vazamento

- b. Acople o conector do sensor de vazamento na parte frontal do equipamento.
4. Feche a porta do detector.
5. Na exibição [Commands na página 56](#) (Comandos) da tela de toque do sistema, pressione **Reset** (Reiniciar).

## 8.9.2 Substituição da célula de fluxo do TUV Detector

*Para evitar erros do sistema, substitua a célula de fluxo do TUV Detector sempre que parecer suja, contaminada ou entupida.*

**Consulte também:** *Controlling Contamination in LC/MS Systems* (Controle de contaminação em sistemas LC/MS) (715001307PB).

### Ferramentas e materiais necessários

- Luvas sem pó, resistentes a produtos químicos
- Chave de fenda comum de 1/4 de polegada
- Metanol de grau HPLC
- Água de grau HPLC
- Célula de fluxo de substituição

## Para substituir a célula de fluxo do TUV Detector:

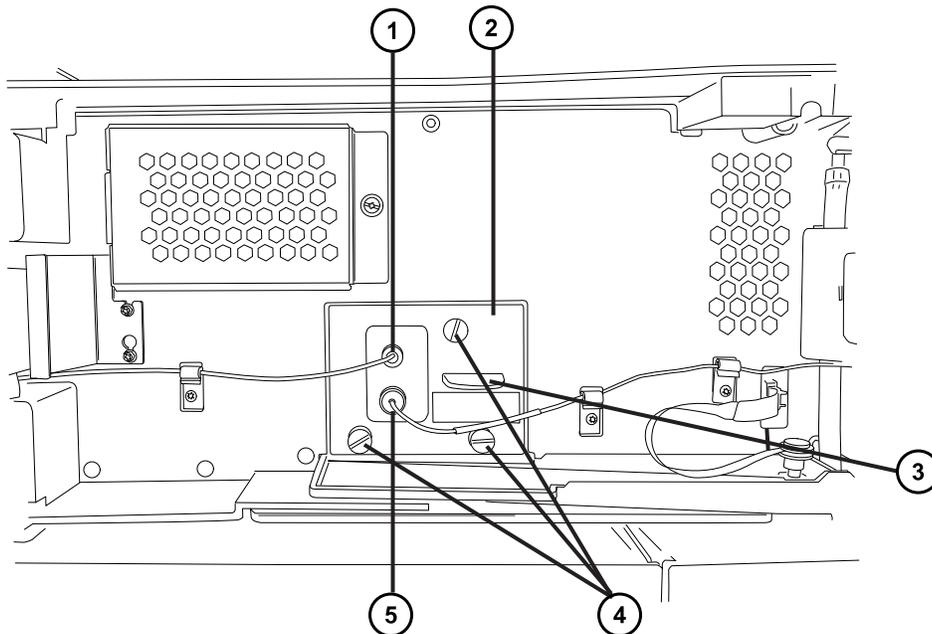


### Aviso:

- Para evitar contaminar a célula de fluxo, use sempre luvas limpas, resistentes a produtos químicos e sem pó ao manusear, remover ou substituí-la.
- Para evitar danificar a célula de fluxo, manuseie-a com cuidado. Não desmonte a célula de fluxo.

1. Abra a porta do TUV Detector puxando a borda direita cuidadosamente em sua direção.
2. Desconecte a tubulação de entrada e saída do TUV Detector.

**Figura 8-54: Localização da célula de fluxo (visão da porta do TUV Detector aberta)**



- ① Tubulação de saída
- ② Unidade da célula de fluxo
- ③ Alça da célula de fluxo
- ④ Parafusos (3)
- ⑤ Tubulação de entrada

3. Remova e, antes de armazenar, lave a célula de fluxo:

- a. Utilizando uma chave de fenda, solte os três parafusos na placa frontal da unidade da célula de fluxo.
- b. Remova a célula de fluxo segurando seu puxador, movendo cuidadosamente a unidade na sua direção.
- c. Antes de armazená-la, a Waters recomenda lavar a célula de fluxo antiga. Selecione um solvente compatível com as amostras e as fases móveis utilizadas. Se tiver usado tampões, lave a célula com 10 mL de água de grau HPLC. Em seguida, lave com 10 mL de um solvente de baixa tensão superficial, como metanol.

**Requisito:** Certifique-se de que o solvente usado é miscível com a fase móvel anterior.

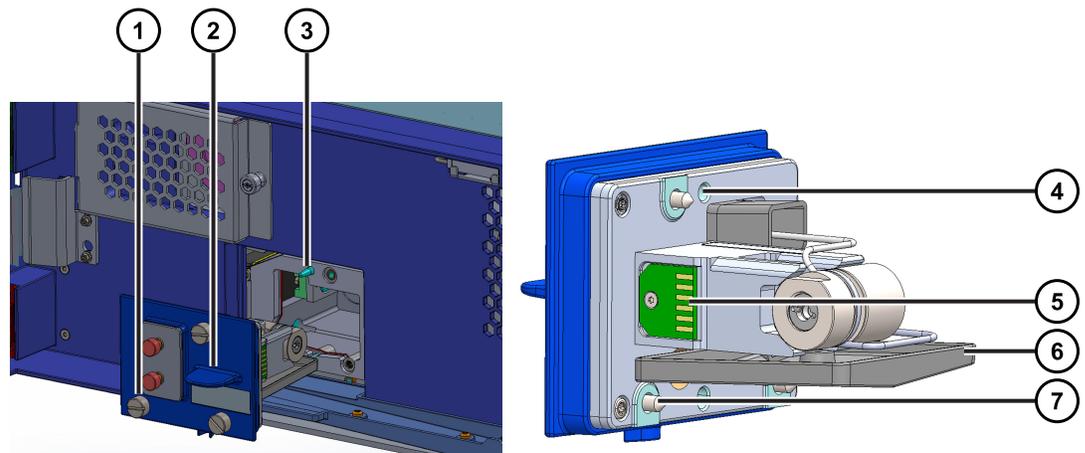
4. Desembale e inspecione a nova célula de fluxo, verificando se o tipo de célula de fluxo está correto para sua aplicação.

**Nota:** Ao substituir a célula de fluxo, substitua a tubulação de entrada da célula de fluxo pela tubulação fornecida com a nova célula de fluxo.

5. Instale a nova célula de fluxo:
  - a. Alinhe a unidade da célula de fluxo em frente à abertura e insira-a lentamente, de modo que os dois receptáculos de alinhamento (na face traseira da parte da frente do flange da célula) engatem os pinos no compartimento da célula.

**Sugestão:** À medida que a célula é inserida, a bandeja de gotejamento ajuda a garantir o alinhamento adequado dos pinos do compartimento e dos receptáculos do flange da célula.

**Figura 8–55: Instalação da unidade da célula de fluxo do TUV Detector**



- ① Parafuso (3)
- ② Puxador da célula de fluxo (o marcador abaixo será diferente dependendo do tipo de célula)
- ③ Pino de alinhamento do compartimento (2)

- ④ Receptáculo de alinhamento do flange da célula (2)
- ⑤ Chip de ID da célula de fluxo
- ⑥ Bandeja de gotejamento
- ⑦ Parafuso (3, vista traseira)

- b. Continue inserindo a célula de fluxo até que os três parafusos se alinhem com seus orifícios no anteparo.
- c. Aperte manualmente os parafusos e verifique se estão firmes usando uma chave de fenda.

6. Conecte a tubulação de entrada na conexão da coluna principal e na entrada da célula de fluxo. Em seguida, conecte a tubulação de saída na saída da célula de fluxo.
7. Certifique-se de que a célula de fluxo esteja preenchida com solvente transparente, degaseificado (acetonitrila ou água) e sem bolhas de ar.
8. Desligue e ligue novamente o sistema.
9. Depois que o sistema estiver ligado, na tela de toque, toque em **Maintain > Calibrate Detector > Verify Calibration** (Manutenção > Calibrar detector > Verificar calibração).

**Nota:** Se a verificação falhar, solucione os problemas e tente novamente. Se a verificação ainda falhar, toque em **Maintain > Calibrate Detector > Calibrate Wavelengths** (Manutenção > Calibrar detector > Calibrar comprimentos de onda).

### 8.9.3 Substituição da célula de fluxo do PDA Detector

*Para evitar erros do sistema, substitua a célula de fluxo do PDA Detector sempre que parecer suja, contaminada ou entupida.*

**Consulte também:** *Controlling Contamination in LC/MS Systems* (Controle de contaminação em sistemas LC/MS) (715001307PB).

#### Ferramentas e materiais necessários

- Luvas sem pó, resistentes a produtos químicos
- Chave de fenda comum de 1/4 de polegada
- Metanol de grau HPLC
- Água de grau HPLC
- Célula de fluxo de substituição

## Para substituir a célula de fluxo do PDA Detector:

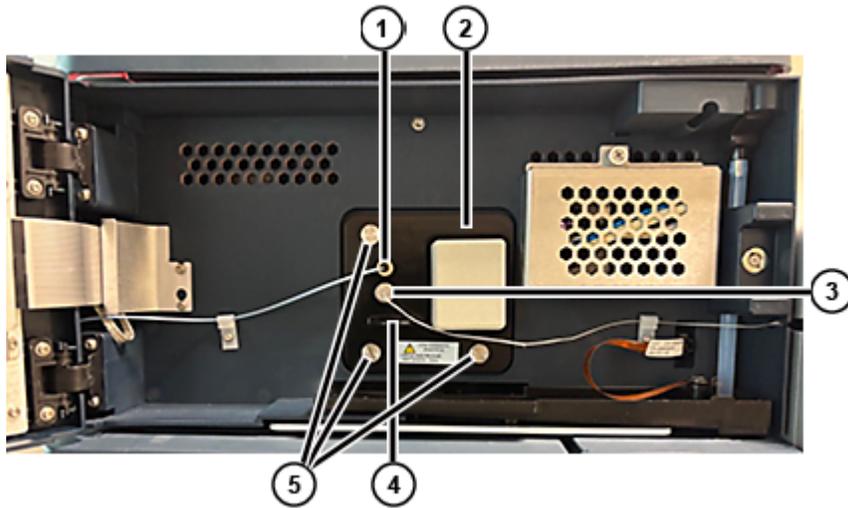


### Aviso:

- Para evitar contaminar a célula de fluxo, use sempre luvas limpas, resistentes a produtos químicos e sem pó ao manusear, remover ou substituí-la.
- Para evitar danificar a célula de fluxo, manuseie-a com cuidado. Não desmonte a célula de fluxo.

1. Abra a porta do PDA Detector puxando a borda direita cuidadosamente em sua direção.
2. Desconecte a tubulação de entrada e saída do PDA Detector.

**Figura 8–56: Localização da célula de fluxo (visão da porta do PDA Detector aberta)**



- ① Tubulação de saída
- ② Unidade da célula de fluxo
- ③ Tubulação de entrada
- ④ Alça da célula de fluxo
- ⑤ Parafusos (3)

3. Remova e, antes de armazenar, lave a célula de fluxo:
  - a. Utilizando uma chave de fenda, solte os três parafusos na placa frontal da unidade da célula de fluxo.
  - b. Remova a célula de fluxo segurando seu puxador, movendo cuidadosamente a unidade na sua direção.
  - c. Antes de armazená-la, a Waters recomenda lavar a célula de fluxo antiga. Selecione um solvente compatível com as amostras e as fases móveis utilizadas. Se tiver

usado tampões, lave a célula com 10 mL de água de grau HPLC. Em seguida, lave com 10 mL de um solvente de baixa tensão superficial, como metanol.

**Requisito:** Certifique-se de que o solvente usado é miscível com a fase móvel anterior.

4. Desembale e inspecione a nova célula de fluxo, verificando se o tipo de célula de fluxo está correto para sua aplicação.

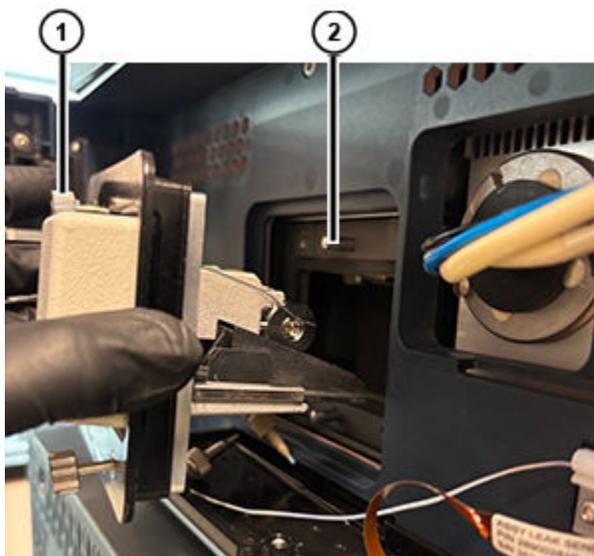
**Nota:** Ao substituir a célula de fluxo, substitua a tubulação de entrada da célula de fluxo pela tubulação fornecida com a nova célula de fluxo.

5. Instale a nova célula de fluxo:

- a. Alinhe a unidade da célula de fluxo em frente à abertura e insira-a lentamente, de modo que os dois receptáculos de alinhamento (na face traseira da parte da frente do flange da célula) engatem os pinos no compartimento da célula.

**Sugestão:** À medida que a célula é inserida, a bandeja de gotejamento ajuda a garantir o alinhamento adequado dos pinos do compartimento e dos receptáculos do flange da célula.

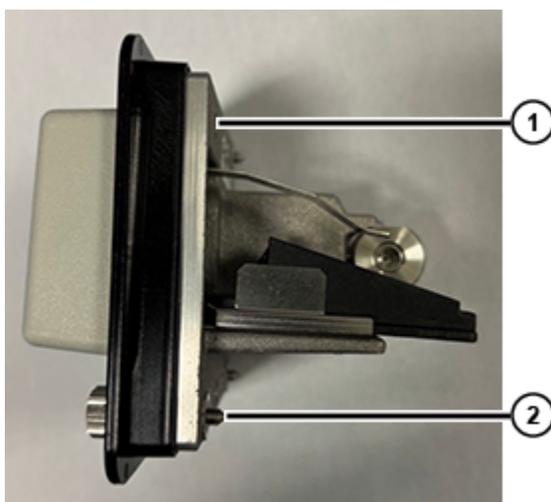
**Figura 8–57: Instalação da unidade da célula de fluxo do PDA Detector**



- ① Parafuso (3)
- ② Pino de alinhamento do compartimento (2)

- b. Continue inserindo a célula de fluxo até que os três parafusos se alinhem com seus orifícios no anteparo.

**Figura 8–58: Alinhamento da unidade da célula de fluxo do detector**



- ① Receptáculo de alinhamento do flange da célula (2)
- ② Parafuso (3)

- c. Aperte manualmente os parafusos e verifique se estão firmes usando uma chave de fenda.
6. Conecte a tubulação de entrada na conexão da coluna principal e na entrada da célula de fluxo. Em seguida, conecte a tubulação de saída na saída da célula de fluxo.
7. Certifique-se de que a célula de fluxo esteja preenchida com solvente transparente, degaseificado (acetonitrila ou água) e sem bolhas de ar.
8. Desligue e ligue novamente o sistema.
9. Depois que o sistema estiver ligado, na tela de toque, toque em **Maintain > Verify Calibration** (Manutenção > Verificar calibração).

**Nota:** Se a verificação falhar, solucione os problemas e tente novamente. Se a verificação ainda falhar, execute uma calibração de érbio. Consulte [Calibração de érbio na página 43](#).

## 8.9.4 Substituição da lâmpada do TUV Detector

*Substitua a lâmpada do TUV Detector anualmente durante a manutenção preventiva (PM, Preventive Maintenance) prescrita, sempre que ela falhar repetidamente ou quando o detector falhar na calibração. A lâmpada é detectada automaticamente pelo sistema na instalação, e seu número de série e sua data da instalação são registrados de modo automático na tabela Lamp Change Record (Registro de troca da lâmpada).*

**Nota:** A Waters garante 2000 horas de vida útil da lâmpada ou um ano a partir da data de compra, o que ocorrer primeiro.



**Advertência:** Para evitar queimaduras, deixe a lâmpada esfriar por 30 minutos antes de removê-la. O alojamento da lâmpada torna-se extremamente quente durante a operação.



**Advertência:** Para evitar lesões nos olhos devido à exposição à radiação ultravioleta:

- Desligue o detector antes de trocar a lâmpada.
- Use óculos de proteção que filtre a luz ultravioleta.
- Mantenha a lâmpada no alojamento durante a operação.

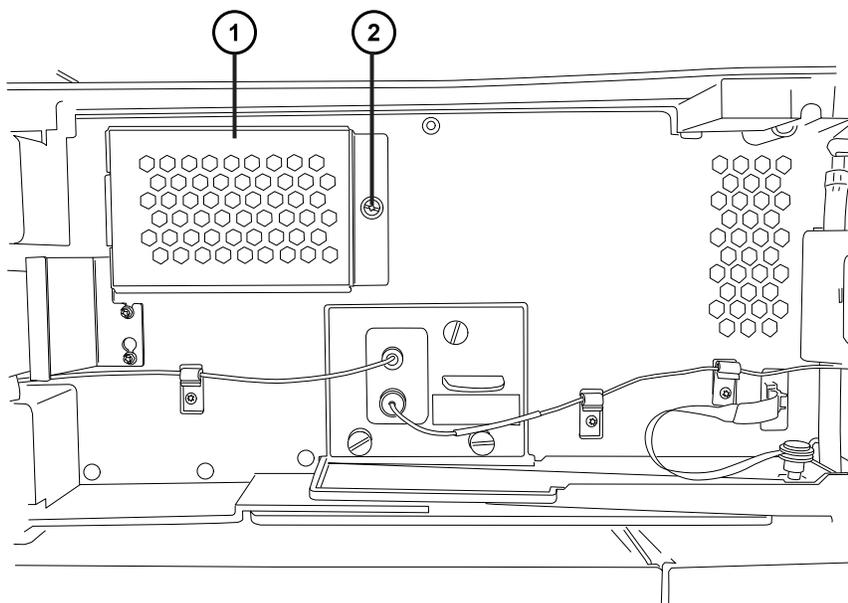
### Para substituir a lâmpada:



**Aviso:** Deixe a lâmpada resfriar durante, pelo menos, 30 minutos antes de começar este procedimento.

1. Desligue o sistema e desconecte o cabo de alimentação.
2. Abra a porta do TUV Detector.
3. Localize a tampa da unidade da lâmpada (veja a próxima figura).
4. Para remover a tampa da unidade da lâmpada, use uma chave de fenda Phillips para retirar o parafuso Phillips (veja a figura a seguir).
5. Levante a tampa da unidade da lâmpada.

**Figura 8–59: Tampa da unidade da lâmpada**

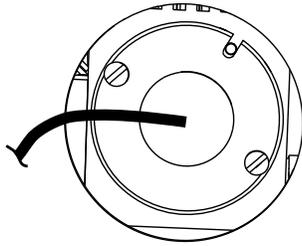


- 1 Tampa da unidade da lâmpada
- 2 Parafuso Phillips

6. Desconecte o cabo de alimentação da lâmpada.

7. Solte os dois parafusos de contenção na base da lâmpada.

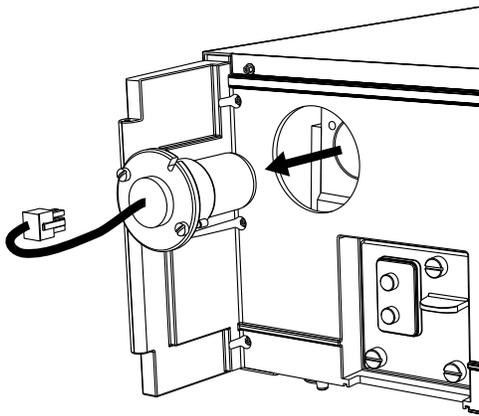
**Figura 8–60: Parafusos de contenção da base da unidade da lâmpada**



8. Retire a unidade da lâmpada do alojamento.

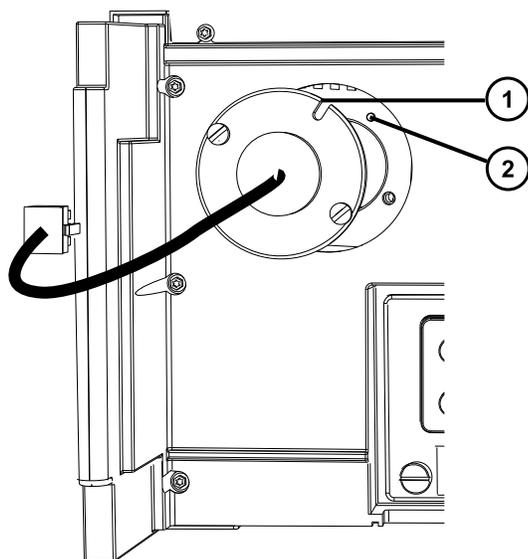
**!** **Aviso:** Para evitar o estilhaçamento do vidro, tome cuidado ao descartar a lâmpada porque o gás da lâmpada está sob leve pressão negativa.

**Figura 8–61: Remoção da unidade da lâmpada**



9. Posicione a nova lâmpada de modo que o recorte localizado na base da lâmpada esteja na posição de 1 hora, alinhado com o pino de alinhamento no alojamento da lâmpada.

Figura 8–62: Alinhamento da lâmpada



- ① Recorte na base da lâmpada na posição de 1 hora
- ② Pino de alinhamento no alojamento da lâmpada

10. Empurre gentilmente a lâmpada para frente, até que ela assente em sua posição.
11. Aperte os dois parafusos de contenção.
12. Reconecte o conector de energia da lâmpada.
13. Reinstale a tampa da unidade da lâmpada usando um parafuso Phillips.
14. Quando a operação do TUV Detector estiver pronta para ser retomada, reconecte o cabo de alimentação e, depois, ligue o sistema.

### 8.9.5 Substituição da lâmpada do PDA Detector

*Substitua a lâmpada do PDA Detector anualmente durante a manutenção preventiva (PM, Preventive Maintenance) prescrita, sempre que ela falhar repetidamente ou quando o detector falhar na calibração. A lâmpada é detectada automaticamente pelo sistema na instalação, e seu número de série e sua data da instalação são registrados de modo automático na tabela Lamp Change Record (Registro de troca da lâmpada).*

**Nota:** A Waters garante 2000 horas de vida útil da lâmpada ou um ano a partir da data de compra, o que ocorrer primeiro.



**Advertência:** Para evitar queimaduras, deixe a lâmpada esfriar por 30 minutos antes de removê-la. O alojamento da lâmpada torna-se extremamente quente durante a operação.



**Advertência:** Para evitar lesões nos olhos devido à exposição à radiação ultravioleta:

- Desligue o detector antes de trocar a lâmpada.
- Use óculos de proteção que filtre a luz ultravioleta.
- Mantenha a lâmpada no alojamento durante a operação.

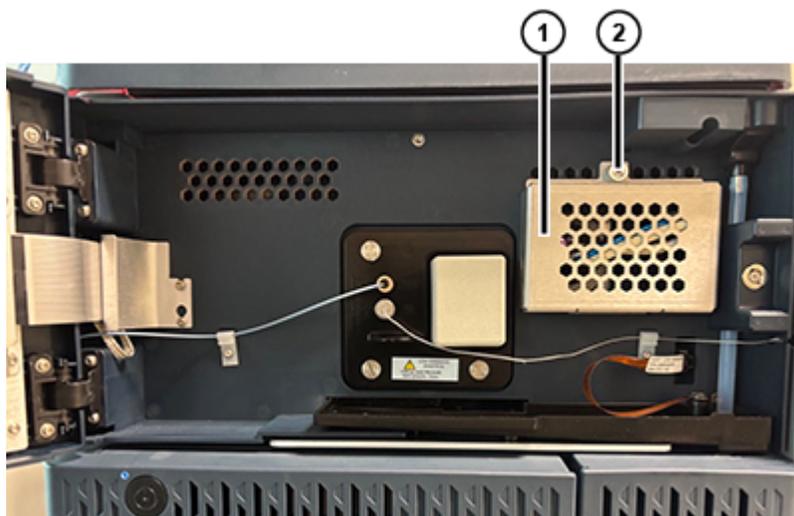
### Para substituir a lâmpada:



**Aviso:** Deixe a lâmpada resfriar durante, pelo menos, 30 minutos antes de começar este procedimento.

1. Desligue o sistema e desconecte o cabo de alimentação.
2. Abra a porta do PDA Detector.
3. Localize a tampa da unidade da lâmpada (veja a próxima figura).
4. Para remover a tampa da unidade da lâmpada, use uma chave de fenda Phillips para retirar o parafuso Phillips (veja a figura a seguir).
5. Levante a tampa da unidade da lâmpada.

**Figura 8–63: Tampa da unidade da lâmpada**

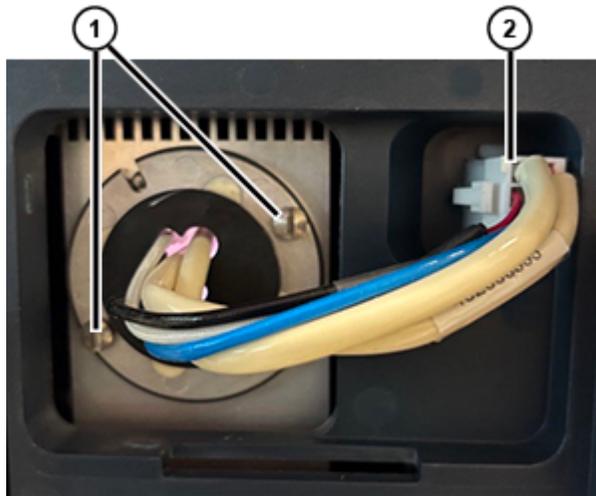


① Tampa da unidade da lâmpada

② Parafuso Phillips

6. Desconecte o cabo de alimentação da lâmpada.
7. Solte os dois parafusos de contenção na base da lâmpada.

**Figura 8–64: Parafusos de contenção da base da unidade da lâmpada**



- ① Parafusos de contenção
- ② Cabo da lâmpada

8. Retire a unidade da lâmpada do alojamento.

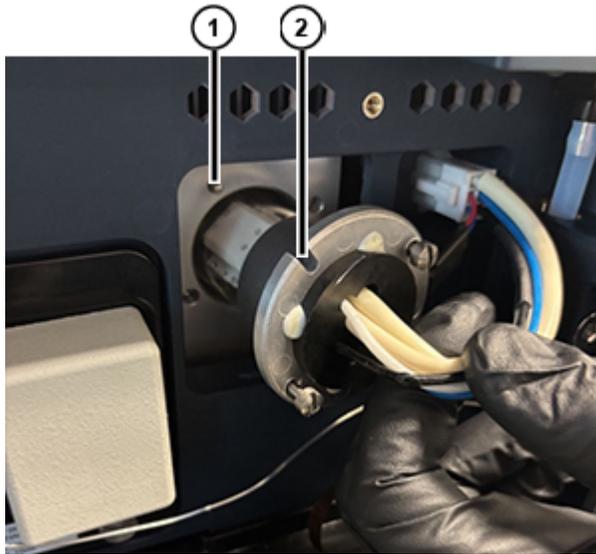
**!** **Aviso:** Para evitar o estilhaçamento do vidro, tome cuidado ao descartar a lâmpada porque o gás da lâmpada está sob leve pressão negativa.

**Figura 8–65: Remoção da unidade da lâmpada**



9. Posicione a nova lâmpada de modo que o recorte localizado na base da lâmpada esteja na posição de 11 horas, alinhado com o pino de alinhamento no alojamento da lâmpada.

**Figura 8–66: Alinhamento da lâmpada**



- ① Recorte na base da lâmpada na posição de 11 horas
- ② Pino de alinhamento no alojamento da lâmpada

10. Empurre gentilmente a lâmpada para frente, até que ela assente em sua posição.
11. Aperte os dois parafusos de contenção.
12. Reconecte o conector de energia da lâmpada.
13. Reinstale a tampa da unidade da lâmpada usando um parafuso Phillips.
14. Quando a operação do PDA Detector estiver pronta para ser retomada, reconecte o cabo de alimentação e, depois, ligue o sistema.

## **8.10 Procedimentos de manutenção do aquecedor de coluna**

---

Esta seção fornece procedimentos de manutenção para o aquecedor de coluna do Alliance iS HPLC System que podem ser realizados pelos usuários ou pela equipe de serviço de campo da Waters.

Os procedimentos incluem:

- Substituição da coluna
- Substituição do sensor de vazamento da coluna

### **8.10.1 Programa de manutenção do aquecedor de coluna**

*O aquecedor de coluna tem um programa de manutenção recomendado.*

Os usuários podem realizar os seguintes procedimentos de manutenção de rotina do aquecedor de coluna.

Procedimento de manutenção	Frequência
Substituir os filtros de solvente na página 108	Durante a manutenção de rotina programada ou conforme necessário
Substituir a coluna na página 170	Durante a manutenção de rotina programada ou conforme necessário
Substituir o sensor de vazamento da coluna na página 173	Durante a manutenção de rotina programada ou conforme necessário

## 8.10.2 Substituição da coluna

As colunas ativadas pela etiqueta Waters eConnect usam a tecnologia de comunicação de campo próximo (NFC, Near-Field Communication), que fornece uma solução automatizada para identificar e rastrear as colunas de HPLC e seu histórico de uso. Para garantir dados cromatográficos de alta qualidade, substitua a coluna anualmente ou sempre que notar problemas na forma de pico ou perda de resolução.



**Advertência:** Para evitar a contaminação pessoal com compostos de risco biológico ou tóxicos, use sempre luvas limpas, resistentes a produtos químicos e sem pó ao realizar esse procedimento.



**Advertência:** Para evitar queimaduras, reserve tempo suficiente para que a coluna esfrie antes de abrir a porta do compartimento. A coluna, o compartimento, a tubulação, as conexões e o revestimento da porta podem estar muito quentes.

### Para retirar a coluna existente:

Em caso de instalação de uma coluna da marca Waters, este procedimento não requer ferramentas. É possível substituí-la facilmente usando os grampos e as conexões de coluna.

1. Abra a porta do compartimento de coluna.

**Nota:** Antes de remover a coluna, verifique se a temperatura do compartimento está baixa o suficiente.

2. Remova a coluna dos dois grampos pretos que a prendem no lugar:
  - a. Localize a conexão na parte inferior da coluna e puxe a parte inferior para fora do grampo preto.
  - b. Em seguida, remova a parte superior da coluna. Segurando a parte inferior da coluna com uma mão, localize a conexão no topo e use a outra mão para puxar a parte superior da coluna para fora do grampo preto.

Figura 8–67: Remoção da coluna dos grampos pretos



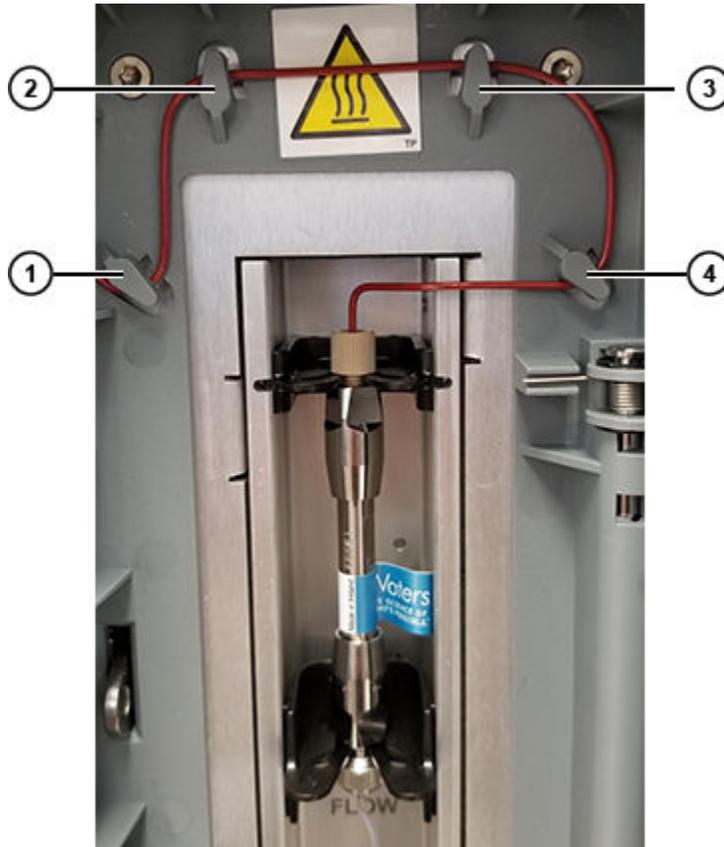
① Grampo preto superior

② Grampo preto inferior

- c. Localize os fixadores que prendem a tubulação no topo do compartimento da coluna e remova a tubulação apenas dos fixadores de 2 a 4.

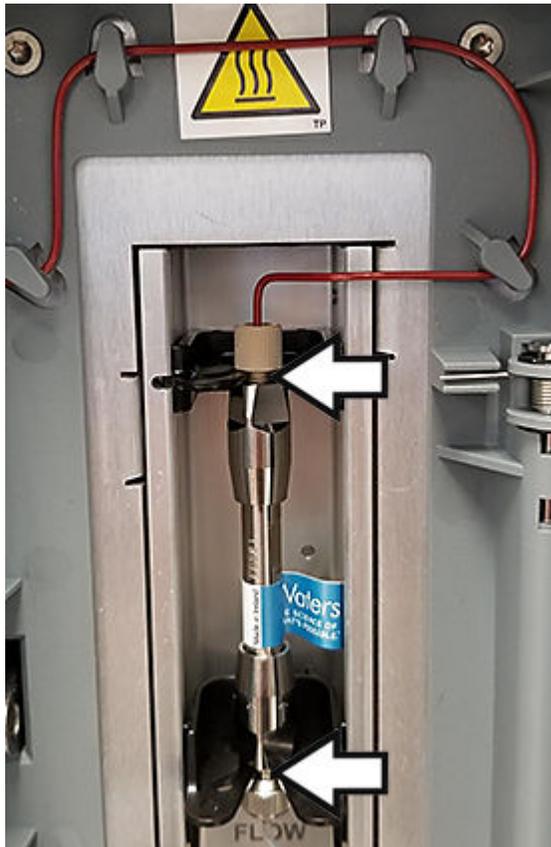
**Sugestão:** A tubulação não será removida do fixador 1 porque ele prende a tubulação a outro módulo e deve permanecer conectada.

**Figura 8–68: Quatro fixadores que prendem a tubulação**



- d. Desparafuse a conexão localizada na parte inferior da coluna e deixe-a de lado para instalar a nova coluna.
- e. Desparafuse a conexão localizada no topo da coluna e deixe-a de lado para instalar a nova coluna. Siga as etapas restantes para instalar a nova coluna.
3. Remova os bujões protetores das partes superior e inferior da nova coluna e coloque-os na caixa de papelão de envio da coluna para uso futuro.
4. Oriente a coluna de forma que a saída esteja voltada para cima (veja a seta na coluna), e a entrada esteja voltada para baixo.
5. Parafuse na coluna as conexões de entrada e saída de coluna que foram separadas anteriormente e aperte com os dedos.
6. Se necessário, ajuste o grampo da coluna inferior para que ele corresponda ao tamanho da nova coluna.
7. Instale a tubulação direcionando-a para dentro dos fixadores de 2 a 4 localizados no topo do compartimento de coluna.
8. Insira a coluna nos grampos pretos superior e inferior de forma que cada grampo preto encaixe nas roscas expostas na conexão.

Figura 8–69: Instalação da coluna de substituição



9. Feche a porta do compartimento de coluna.

**Nota:** Verifique se a tubulação está posicionada dentro do compartimento antes de fechar a porta do compartimento de coluna.

### 8.10.3 Substituição do sensor de vazamento do aquecedor de coluna

*Os usuários ou a equipe de serviço de campo da Waters podem substituir o sensor do aquecedor de coluna.*



**Advertência:** Siga sempre as Boas Práticas de Laboratório (BPL), especialmente ao trabalhar com materiais perigosos. Consulte as Fichas de dados de segurança relativas aos solventes utilizados. Além disso, consulte o inspetor de segurança da sua empresa sobre os protocolos para manuseio de tais materiais.



**Advertência:** Para evitar a contaminação pessoal com compostos de risco biológico ou tóxicos, use sempre luvas limpas, resistentes a produtos químicos e sem pó ao realizar esse procedimento.



**Advertência:** Para evitar danos nos olhos, use óculos de proteção ao realizar este procedimento.



**Requisito:** Use luvas limpas, resistentes a produtos químicos e sem talco ao realizar este procedimento.

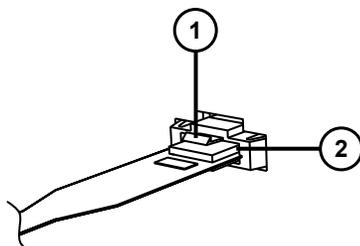
### Ferramentas e materiais necessários

- Luvas sem pó, resistentes a produtos químicos
- Óculos de proteção
- Substituição do sensor de vazamento

### Para substituir o sensor de vazamento:

1. Abra a porta do compartimento da coluna.
2. Pressione a aba para separar o conector do sensor de vazamento da parte frontal do dispositivo.

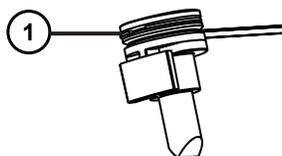
**Figura 8–70: Conector do sensor de vazamento**



- ① Aba
- ② Conector do sensor de vazamento

3. Segure o sensor de vazamento pelas serrilhas e puxe-o para cima, para removê-lo do seu reservatório.

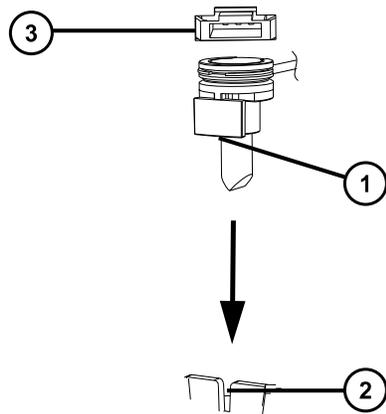
**Figura 8–71: Serrilhas do sensor de vazamento**



- ① Serrilhas

4. Desembale o novo sensor de vazamento.
5. Alinhe a barra T do sensor de vazamento com a fenda na parte lateral do reservatório do sensor de vazamento e deslize o sensor para o local correto.

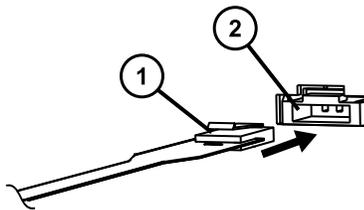
**Figura 8–72: Alinhamento da barra T com a fenda**



- ① Barra T
- ② Fenda no reservatório do sensor de vazamento
- ③ Porta do sensor de vazamento na parte frontal do dispositivo

6. Acople o conector do sensor de vazamento na parte frontal do dispositivo.

**Figura 8–73: Acoplamento do conector do sensor de vazamento**



- ① Conector do sensor de vazamento
- ② Porta do sensor de vazamento na parte frontal do dispositivo

7. Feche a porta do compartimento da coluna.
8. Na exibição [Commands na página 56](#) (Comandos) da tela de toque, pressione **Reset** (Reiniciar).
9. Na exibição [System na página 57](#) (Sistema) da tela de toque, pressione **Leak Sensors** (Sensores de vazamento) e ative **QSM Leak Sensor** (Sensor de vazamento do QSM).

# 9 Protocolos de descarte

O descarte dos componentes do sistema é realizado pela equipe da Waters ou pelo cliente, conforme a jurisdição local.

## 9.1 Descrição dos materiais constituintes

---

Para obter descrições detalhadas dos materiais da Waters, consulte [Safety Data Sheets \(Especificações de segurança\)](#) ([www.waters.com/SDS](http://www.waters.com/SDS)) em [www.waters.com](http://www.waters.com).

## 9.2 Descarte de componentes do sistema

---

O descarte dos componentes do sistema é realizado pela equipe da Waters ou pelo cliente, conforme a jurisdição local.

# 10 Considerações sobre solventes



**Advertência:** Siga sempre as Boas Práticas de Laboratório (BPL), especialmente ao trabalhar com materiais perigosos. Consulte as Fichas de dados de segurança relativas aos solventes utilizados. Além disso, consulte o inspetor de segurança da sua empresa sobre os protocolos para manuseio de tais materiais.

Revise os seguintes assuntos relacionados às considerações sobre solventes necessários ao operar o Alliance iS HPLC System:

- [Prevenção contra contaminação na página 177](#)
- [Qualidade dos solventes na página 177](#)
- [Preparação dos solventes na página 179](#)
- [Recomendações de solventes na página 179](#)
- [Propriedades de solventes comuns na página 187](#)
- [Miscibilidade dos solventes na página 189](#)
- [Estabilizadores de solventes na página 191](#)
- [Viscosidade dos solventes na página 191](#)
- [Seleção de comprimento de onda na página 191](#)

## 10.1 Prevenção contra contaminação

---

*Visite o site da Waters para obter recursos sobre como controlar a contaminação.*

Para obter informações sobre como evitar e eliminar a contaminação, consulte *Controlling Contamination in LC/MS Systems* (Controle de contaminação em sistemas LC/MS) (715001307PB) no site da Waters ([www.waters.com](http://www.waters.com)).

## 10.2 Qualidade do solvente

---

*Para obter os melhores resultados possíveis, use solventes de grau MS.*

O requisito mínimo para solventes é o grau HPLC. Filtre os solventes através de um filtro de membrana adequado.

**Recomendação:** Para garantir que o filtro seja apropriado para os solventes utilizados, siga as recomendações do fabricante ou do fornecedor do filtro.

## 10.2.1 Solventes limpos

*A Waters enfatiza a importância de sempre usar solventes limpos em seu sistema.*

Solventes limpos asseguram resultados reprodutíveis e permitem uma operação do sistema com o mínimo de necessidade de manutenção.

Solventes sujos podem causar ruído e deslocamento do detector da linha de base, podendo também entupir os filtros do reservatório de solvente, os filtros de entrada e as linhas dos capilares.

## 10.2.2 Solventes tamponados

*Ao usar um tampão, escolha reagentes de boa qualidade e filtre-os com um filtro de membrana de 0,2 µm.*

**Recomendação:** Para reduzir o crescimento microbiano, substitua 100% da fase móvel aquosa diariamente.

Ajuste o pH de tampões aquosos. Filtre-os para remover o material insolúvel e, em seguida, misture-os com os modificadores orgânicos apropriados. Depois de usar um tampão, lave-o na bomba com escorva úmida com pelo menos cinco volumes do sistema de água destilada ou deionizada de grau HPLC.

**!** **Aviso:** Ao operar o Alliance iS Bio HPLC System acima do pH 10, certifique-se de utilizar o kit opcional de pH alto. Para obter mais assistência, entre em contato com a Waters.

Para desligamentos de mais de um dia, lave a bomba com uma solução de metanol (MeOH)/ água a 20% para impedir o crescimento microbiano.

**Consulte também:** Para obter informações sobre a prevenção de contaminação, consulte *Controlling Contamination in LC/MS Systems* (Controle de contaminação em sistemas LC/MS) (715001307PB) no site da Waters ([www.waters.com](http://www.waters.com)).

## 10.2.3 Água

*Use apenas água de um sistema de purificação de água de alta qualidade.*

**!** **Aviso:** A utilização de 100% de água poderá resultar em desenvolvimento microbiano. A Waters recomenda trocar as soluções com 100% de água diariamente. A adição de uma pequena quantidade (aprox. 10%) de solvente orgânico previne o crescimento microbiano.

Se o sistema de água não fornecer água filtrada, filtre a água através de um filtro de membrana de 0,2 µm.

## 10.3 Preparo do solvente

---

*A preparação adequada do solvente, especialmente a filtração, pode evitar muitos problemas de bombeamento.*

**Recomendação:** As fases móveis devem ser armazenadas em reservatórios de vidro borossilicato de tipo 1, classe A<sup>2</sup> ou tipo 3.3<sup>3</sup>. Utilize vidraria marrom de alta qualidade para inibir o crescimento microbiano. Use papel alumínio ou tampas da Waters para cobrir os reservatórios.

## 10.4 Recomendações de solventes

---

*Revise informações importantes sobre os solventes recomendados e não recomendados para seu sistema.*

Para determinar se é possível usar solventes não incluídos nos tópicos a seguir sem afetar negativamente o desempenho do sistema ou do componente, entre em contato com a Waters ([Contato com a Waters na página 15](#)).

- [Diretrizes gerais de solventes na página 179](#)
- [Diretrizes para solvente de lavagem na página 186](#)

### 10.4.1 Diretrizes gerais de solventes

*Observe sempre as recomendações gerais da Waters relacionadas a solventes.*

- Para inibir crescimento microbiano, use vidraria marrom de alta qualidade.
- Filtre os solventes em um filtro de 0,2 µm ou use solventes previamente filtrados. Pequenas partículas podem bloquear permanentemente as linhas capilares do sistema. A filtração de solventes também melhora o desempenho da válvula de retenção.

#### 10.4.1.1 Solventes recomendados

*Consulte esta lista de solventes recomendados pela Waters para uso em seu sistema.*

A Waters recomenda a utilização dos seguintes solventes no seu sistema:

- Acetonitrila (ACN, Acetonitrile)
- Isopropanol (IPA)
- Metanol (MeOH)

**Nota:** O titânio está sujeito à corrosão em metanol anidro, o que pode ser evitado adicionando uma pequena quantidade de água (aproximadamente 3%). É possível uma leve corrosão com amônia > 10%.

- Água

### 10.4.1.2 Solventes a serem evitados

*Consulte esta lista de solventes para evitar utilizar em seu sistema.*

Evite as seguintes substâncias:

- Solventes que contêm halogênios:
  - Bromo
  - Cloro
  - Flúor
  - Iodo
-  **Advertência:** Os agentes contaminantes de peróxido no THF podem explodir de modo espontâneo e destrutivo quando o THF for parcial ou completamente evaporado.

Compostos que formam peróxidos, como éteres de grau ultravioleta (UV), THF não estabilizado, dioxano e éter di-isopropílico (se for necessário usar compostos que formem peróxidos, certifique-se de filtrá-los através de óxido de alumínio seco para adsorver os peróxidos formados. Não deixe que nenhum deles permaneça em um sistema por mais de 24 horas.)

- Soluções que contêm fortes concentrações (superiores a 0,1% do peso) de agentes complexos como EDTA.
-  **Aviso:** O intervalo de operação padrão de pH para o sistema é de 1,0 a 13,0. A operação do sistema abaixo do pH 1,0 ou acima do pH 13,0, por períodos além de breves, pode resultar em desgaste adicional de componentes do sistema não incluídos em kits de manutenção preventiva e na necessidade de manutenção preventiva de rotina mais frequente.

Ácidos e bases fortes

- Para ácidos fortes, a menos que sejam utilizados como agentes de limpeza, use-os apenas em concentração fraca. Evite usar ácidos como fases móveis quando seu pH for inferior a 1,0.
- Para bases fortes, use-as apenas em concentração fraca. Evite usar bases como fases móveis quando o pH for maior que 10,0 ou pH maior que 12,0 ao utilizar o kit de tubulação de pH alto.
- Ao operar o Alliance iS Bio HPLC System acima do pH 10, certifique-se de utilizar o kit opcional de pH alto. Para obter mais assistência, entre em contato com a Waters.

#### 10.4.1.2.1 Limitações de materiais para bases e ácidos fortes

*Bases e ácidos fortes podem afetar negativamente certos tipos de tubulação, conexões e materiais de componentes.*

- O poliéter-éter-cetona (PEEK, Polyetheretherketone) pode ser degradado em ácidos minerais fortes, como ácidos sulfúricos e nítricos, principalmente na presença de halogêneos e substâncias químicas que contenham halogêneos.
- Os capilares de sílica e seus revestimentos de poliimida começam a degradar a um pH 8 e superior.
- O aço inoxidável (SST, Stainless Steel) pode ser atacado por certos ácidos abaixo de pH 2,3, principalmente na presença de halogêneos e produtos químicos que contenham halogêneos, e ácidos minerais fortes, como ácidos sulfúricos e nítricos. O SST também pode sofrer degradação quando usado com ácidos orgânicos em solventes orgânicos.
- As células de fluxo de quartzo podem ter sua durabilidade reduzida na presença de pH acima de 12.
- Os poliimidados usados na sede da agulha são estáveis em um intervalo de pH entre 1 e 10 e na maioria dos solventes orgânicos. Sua degradação ocorrerá na presença de ácidos minerais concentrados, como ácido sulfúrico, e na presença de ácido acético glacial. Também se degradam em condições básicas elevadas, principalmente na presença de amônia ou sais ou acetatos de amônio.
- Para manter o desempenho ideal, é recomendado inspecionar periodicamente e, se necessário, substituir todos os componentes relevantes. Além disso, ao operar o Alliance iS Bio HPLC System acima do pH 10, certifique-se de utilizar o kit opcional de pH alto. Para obter mais assistência, entre em contato com a Waters.

#### 10.4.1.3 Recomendações de solventes para o sistema

Siga estas recomendações no nível do sistema da Waters ao escolher solventes.



**Advertência:** Para evitar a contaminação com materiais de risco biológico, tóxicos ou corrosivos, é necessário estar ciente dos riscos associados à manipulação desses materiais. As diretrizes que prescrevem o uso e a manipulação adequados desses materiais constam na última edição da publicação do Conselho Nacional de Pesquisa, *Prudent Practices in the Laboratory: Handling and Management of Chemical Hazards (Práticas prudentes no laboratório: manuseio e gerenciamento de produtos químicos)*.

Para evitar lesões ao trabalhar com materiais perigosos, consulte as Especificações de segurança relacionadas aos solventes utilizados. Além disso, consulte o inspetor de segurança de sua empresa em relação aos protocolos para manuseio desses materiais e siga as Boas Práticas de Laboratório.

Entre em contato com a Waters para obter recomendações de procedimentos de limpeza e lavagem do sistema.

**Consulte também:** Consulte os procedimentos de limpeza em *Controlling Contamination in LC/MS Systems* (Controle de contaminação em sistemas LC/MS) (715001307PB) no site da Waters ([www.waters.com](http://www.waters.com)).

A Waters faz as seguintes recomendações gerais para seu sistema:

-  **Advertência:** Os agentes contaminantes de peróxido no THF podem explodir de modo espontâneo e destrutivo quando o THF for parcial ou completamente evaporado.

**Importante:** Se qualquer um dos solventes a seguir for usado, será necessário instalar um kit de compatibilidade com hexano/THF (consulte [Kits de compatibilidade com hexano/THF da Waters na página 184](#)). Ao utilizar THF ou hexano, minimize o uso de componentes de PEEK substituindo a tubulação de PEEK por tubos de SST ou MP35N.

Os seguintes solventes podem ser usados como fase móvel em seu sistema:

- Acetona
- Acetato de etila
- Hexano
- THF

**Nota:** No entanto, como com muitos solventes não aquosos, os solventes na lista anterior podem encurtar a vida útil do sistema e dos componentes em comparação com equipamentos que executam solventes de fase reversa típicos.

- Ao usar THF não estabilizado, certifique-se de que o solvente seja preparado na hora. Os frascos abertos anteriormente contêm contaminantes de peróxido que causam deslocamento da linha de base do detector.

**Importante:** O ácido metanossulfônico não é recomendado para uso neste sistema.

- Os seguintes solventes podem ser usados em diluições fracas (menos de 10% de volume) como diluentes de amostra:
  - Clorofórmio
  - Solventes halogenados
  - Cloreto de metileno
  - Tolueno
- Como eles servem como substrato para colônias microbianas, os solventes aquosos não devem permanecer em um sistema desligado. Os micróbios podem entupir filtros do sistema e linhas capilares. Para evitar sua proliferação, adicione uma quantidade mínima de 10% de um solvente orgânico, como ACN ou MeOH.

**Nota:** O titânio está sujeito à corrosão em metanol anidro, o que pode ser evitado adicionando uma pequena quantidade de água (aproximadamente 3%). É possível uma leve corrosão com amônia > 10%. Caso esteja usando um Alliance iS Bio HPLC System, como alternativa, é possível remover os ralos de filtro de titânio (o sistema perde a primeira linha de proteção contra partículas) ou substituí-los por ralos de aço inoxidável se a análise não for afetada por considerações de biocompatibilidade.

- Para determinar se um método específico é adequado para uso com os componentes dos seus sistemas, entre em contato com o representante de vendas ou a organização de suporte técnico local da Waters.

#### 10.4.1.3.1 Recomendações de solventes para o módulo do sistema de fluidos integrado

*Para otimizar o desempenho geral sem afetar negativamente o gerenciador de amostras e o hardware da bomba, siga algumas recomendações de solventes.*

A unidade do módulo do sistema de fluidos integrado (IFM, Integrated Fluidics Module) refere-se à área no chassi do Alliance iS System que abriga o gerenciador de amostras e a bomba.

Para obter recomendações detalhadas em relação aos componentes do IFM, consulte:

- [Recomendações de solventes para o gerenciador de amostras na página 183](#)
- [Recomendações de solventes para a bomba na página 183](#)

#### 10.4.1.3.2 Recomendações de solventes para o gerenciador de amostras

*Siga estas recomendações de solvente específicas ao gerenciador de amostras.*

- Não use tampões como solventes de lavagem da agulha. É possível usar bases e ácidos.
- Diluentes orgânicos típicos de amostras, como DMF (dimetilssulfóxido) e DMSO (dimetilformamida), são aceitos.

#### 10.4.1.3.3 Recomendações de solventes para a bomba

*Siga estas recomendações de solvente específicas à bomba.*

-  **Aviso:** Para evitar danificar e entupir os componentes no caminho do fluxo de lavagem e purga, a Waters não recomenda usar tampões ou aditivos não voláteis como solventes de lavagem.

IPA ou solventes orgânicos são solventes de lavagem de vedação efetivos para separações de fase normal que empregam fases móveis de polaridade intermediária (como THF ou hexano). Quando tampões e sais não voláteis forem usados, diminua o intervalo do solvente de lavagem de vedação (consulte [Recomendação de solvente de lavagem na página 186](#) para obter mais informações sobre o uso de soluções tampão não voláteis).

- O sistema da lavagem de vedação nunca deve funcionar a seco, especialmente durante as separações que utilizam uma fase móvel polar.
- Certifique-se de que a fase móvel seja completamente solúvel e compatível com todos os solventes utilizados no sistema (consulte [Diretrizes para solvente de lavagem na página 186](#)).
- Para aplicações de fase reversa, use soluções de lavagem de vedação aquosas com um componente orgânico fraco (por exemplo, MeOH/água na proporção de 1:9).

#### 10.4.1.3.4 Recomendação de solvente para o detector

*Siga esta recomendação de solvente específica ao detector.*

Para transportar uma célula de fluxo enquanto as temperaturas estiverem abaixo de 5 °C, complete-a com álcool.

#### 10.4.1.4 Outros solventes

*Esta lista inclui os solventes que podem ser utilizados no sistema após a instalação do kit de compatibilidade da Waters.*

**Nota:** Sem o kit de compatibilidade apropriado, esses solventes podem diminuir a vida útil do equipamento. Caso os solventes dessa lista sejam usados rotineiramente, a Waters recomenda instalar um kit de compatibilidade com hexano/tetrahidrofurano (THF, Tetrahydrofuran) da Waters que seja aplicável a seu sistema.

**Consulte:** [Kits de compatibilidade com hexano/THF da Waters na página 184](#)

- Acetona
- Acetato de etila
- Hexano
- THF

**Consulte também:** [Recomendações de solventes para o sistema na página 181](#)

Ao trocar os solventes, leve em consideração a polaridade do solvente. Ao alternar entre solventes polares e não polares, lave o sistema com um solvente miscível e compatível, como o IPA.

##### 10.4.1.4.1 Kits de compatibilidade com hexano/THF da Waters

*Um kit de compatibilidade com hexano/THF da Waters pode ser instalado nos sistemas relevantes.*

Os kits de compatibilidade com hexano/THF da Waters foram desenvolvidos para usuários que precisam executar seus sistemas com determinados solventes (consulte [Outros solventes na página 184](#)) ou combinações desses solventes em altas concentrações e alta pressão.

**Nota:** Para o número de peça do kit de compatibilidade com hexano/THF aplicável a seu sistema, entre em contato com a Waters (consulte [Contato com a Waters na página 15](#)).

##### 10.4.1.5 Aditivos/modificadores

*Consulte esta lista de aditivos e modificadores e as quantidades específicas para uso no sistema.*

- Ácido acético,  $\leq 0,3\%$  do volume
- Acetato de amônio,  $\leq 50$  mM
- Bicarbonato de amônio,  $\leq 10$  mM
- Hidróxido de amônio,  $\leq 50$  mM
- Ácido etilendiaminotetracético (EDTA, Ethylenediaminetetraacetic Acid),  $\leq 0,1\%$  do peso
- Ácido fórmico,  $\leq 0,2\%$  do volume

-  **Advertência:** Para evitar danificar os componentes do sistema e prevenir o contato com materiais corrosivos que possam estar presentes nos componentes que o hexafluoroisopropanol (HFIP) danifica, não use HFIP nos solventes de lavagem.

HFIP para aplicações de oligonucleotídeos, soluções aquosas de 1% a 4%

- Ácido heptafluorobutírico,  $\leq 0,1\%$  do volume
- Tampão de fosfato,  $\leq 10$  mM
- Trietilamina (TEA, Triethylamine),  $\leq 0,1\%$  do volume
- Ácido trifluoroacético (TFA, Trifluoroacetic Acid),  $\leq 0,1\%$  do volume

#### 10.4.1.6 Diluentes das amostras

*Consulte esta lista de diluentes de amostras para uso em seu sistema.*

- ACN
- Misturas de ACN/água
- Clorofórmio
- Dimetilsulfóxido (DMSO, Dimethyl Sulfoxide)
- Dimetilformamida (DMF, Dimethylformamide)
- IPA
- Isoctano
- MeOH
- Misturas de MeOH/água
- Cloreto de metileno
- Água

#### 10.4.1.7 Agentes de limpeza

*Estes agentes de limpeza podem ser usados no sistema.*

**Nota:** Os agentes de limpeza exigem um tempo de contato curto (menos de 30 minutos) ao lavar os equipamentos.

- Ácido fórmico ( $\leq 30\%$ )
- Ácido fosfórico ( $\leq 30\%$ )
- Hidróxido de sódio ( $\leq 1$  M)

**Consulte também:** Consulte os procedimentos de limpeza em *Controlling Contamination in LC/MS Systems* (Controle de contaminação em sistemas LC/MS) (715001307PB) no site da Waters ([www.waters.com](http://www.waters.com)).

## 10.4.2 Diretrizes para solvente de lavagem

*Para reduzir o risco de excedente, siga estas diretrizes para solventes de lavagem.*

Os solventes de lavagem limpam a agulha de amostra entre injeções e remove resíduos da amostra anterior. Normalmente, são mais fortes do que a fase móvel isocrática de uma aplicação e costumam ser tão ou mais fortes que as condições de fase móvel final para uma separação de gradiente. Como eles não são injetados em uma coluna, a determinação de um solvente de lavagem apropriado não requer, para fins práticos, considerações cromatográficas.

Para melhor desempenho, siga essas diretrizes ao selecionar solventes de lavagem. Do contrário, pode-se aumentar o risco de excedente. No entanto, essas diretrizes não proíbem todas as outras combinações de solvente, que podem ser executadas com expectativas de desempenho inferiores ou por meio da manipulação dos parâmetros de injeção.

**!** **Aviso:** Para evitar danificar e entupir os componentes no caminho do fluxo de lavagem e purga, a Waters não recomenda usar tampões ou aditivos não voláteis como solventes de lavagem.

**Consulte também:** [Recomendação de solventes de lavagem na página 186](#) para obter detalhes sobre o que Waters recomenda em termos de soluções tampão não voláteis.

- **Importante:** Os solventes de lavagem devem ser compatíveis e miscíveis, tanto com a fase móvel da aplicação quanto com os componentes da amostra. Eles também precisam ser totalmente solúveis na fase móvel e na amostra e não devem causar precipitação.

Use solventes de lavagem com base nas químicas da fase móvel e amostra da sua aplicação.

- Eles devem ser fortes o suficiente para dissolver facilmente a amostra e manter a solubilidade depois disso.
- Para condições de cromatografia de fase reversa aquosa tamponada, normalmente é utilizado um solvente de lavagem com uma alta concentração de solvente orgânico, como ACN ou MeOH entre 80 e 100% com o restante de água.

**Nota:** O titânio está sujeito à corrosão em metanol anidro, o que pode ser evitado adicionando uma pequena quantidade de água (aproximadamente 3%). É possível uma leve corrosão com amônia > 10%. Caso esteja usando um Alliance iS Bio HPLC System, como alternativa, é possível remover os ralos de filtro de titânio (o sistema perde a primeira linha de proteção contra partículas) ou substituí-los por ralos de aço inoxidável se a análise não for afetada por considerações de biocompatibilidade.

### 10.4.2.1 Recomendação de solventes de lavagem

*Para manter a condição do sistema e o desempenho geral, siga esta recomendação de solventes de lavagem.*

O uso de soluções tampão não voláteis (sal sólido) em solventes de lavagem é permitido em uma concentração limitada apenas. No entanto, normalmente não é recomendado.

Soluções tampão sólidas à base de sal podem secar e deixar resíduos de sal que podem arranhar as superfícies vedantes, obstruir a tubulação e danificar a bomba de lavagem. Algumas aplicações controlam o pH para promover a solubilidade da amostra, que se manifesta em um melhor formato de pico e picos mais estreitos na eluição. Melhor solubilidade da amostra na fase móvel também resulta em uma menor probabilidade de os componentes da amostra aderirem a superfícies, como a fase estacionária ou a agulha. Se o controle de pH for importante para o desempenho de separação, considere-o quando determinar a composição do solvente de lavagem. Por exemplo, se necessitar de ácido (pH baixo) para manter a amostra em solução durante a separação, é possível que requeira um componente do solvente de lavagem, necessário para dissolver a amostra, para aderir à superfície da agulha e para enxaguar a estação de lavagem.

**!** **Aviso:** Ao operar o Alliance iS Bio HPLC System acima do pH 10, certifique-se de utilizar o kit opcional de pH alto. Para obter mais assistência, entre em contato com a Waters.

#### 10.4.2.2 Usos opcionais para solventes de lavagem

*Existe a opção de utilizar solventes de lavagem para estas finalidades adicionais.*

- Por padrão, o sistema lava o exterior da agulha de amostra após uma injeção, mas é possível optar por utilizar também solventes de lavagem em um procedimento opcional que limpa o exterior da agulha antes ou depois de uma injeção.

**Consulte também:** Sistema de lavagem na página 50 para obter uma descrição adicional do processo padrão de limpeza da agulha.

- Para determinar o fluxo adequado através da tubulação de descarte e confirmar se o sistema de lavagem funciona corretamente, é possível escorvar o sistema de lavagem com solventes de lavagem.

## 10.5 Propriedades de solventes comuns

*Consulte a tabela a seguir para ver as propriedades de alguns solventes cromatográficos comuns.*

**Tabela 10–1: Propriedades dos solventes comuns**

Solvente	Pressão de vapor mm Hg (Torr)	Ponto de ebulição (°C)	Ponto de fulgor (°C)
ACN	88,8 a 25 °C	81,6	6
Acetona	184,5 a 20 °C	56,29	-20
Acetato de <i>n</i> -butila	7,8 a 20 °C	126,11	22
Álcool de <i>n</i> -butila	4,4 a 20 °C	117,5	37
Cloreto de <i>n</i> -butila	80,1 a 20 °C	78,44	-9

**Tabela 10–1: Propriedades dos solventes comuns (continuação)**

<b>Solvente</b>	<b>Pressão de vapor mm Hg (Torr)</b>	<b>Ponto de ebulição (°C)</b>	<b>Ponto de fulgor (°C)</b>
Clorobenzeno	8,8 a 20 °C	131,69	28
Clorofórmio	158,4 a 20 °C	61,15	n/d
Cicloexano	77,5 a 20 °C	80,72	-20
Ciclopentano	400 a 20 °C	49,26	-7
Dimetilacetamida (DMA, Dimethylacetamide)	1,3 a 25 °C	166,1	70
DMF	2,7 a 20 °C	153,0	58
DMSO	0,6 a 25 °C	189,0	88
o-diclorobenzeno	1,2 a 20 °C	180,48	66
Diclorometano	350 a 20 °C	39,75	n/d
1, 4-dioxano	29 a 20 °C	101,32	12
Acetato de etila	73 a 20 °C	77,11	-4
Álcool etílico	43,9 a 20 °C	78,32	15
Éter etílico	442 a 20 °C	34,55	-45
Dicloreto de etileno	83,35 a 20 °C	83,48	13
Heptano	35,5 a 20 °C	98,43	-4
Hexano	124 a 20 °C	68,7	-22
IPA	32,4 a 20 °C	82,26	12
Iso-octano	41 a 20 °C	99,24	-12
Álcool isobutílico	8,8 a 20 °C	107,7	28
Miristato isopropílico	<1 a 20 °C	182,6	164
MeOH	97 a 20 °C	64,7	11
Éter metil- <i>t</i> -butílico	240 a 20 °C	55,2	-28
Metil-etil-cetona	74 a 20 °C	79,64	-9
Metil-isobutil-cetona	16 a 20 °C	117,4	18
<i>N</i> -metilpirrolidona	0,33 a 25 °C	202,0	86
Pentano	420 a 20 °C	36,07	-49
Álcool <i>n</i> -propílico	15 a 20 °C	97,2	23
Carbonato de propileno	n/d	241,7	135
Piridina	18 a 25 °C	115,25	20

**Tabela 10–1: Propriedades dos solventes comuns (continuação)**

Solvente	Pressão de vapor mm Hg (Torr)	Ponto de ebulição (°C)	Ponto de fulgor (°C)
TEA	57 a 25 °C	89,5	-9
TFA	97,5 a 20 °C	71,8	-3
THF	142 a 20 °C	66,0	-14
Tolueno	28,5 a 20 °C	110,62	4
1,2,4-triclorobenzeno	1 a 20 °C	213,5	106
Água	17,54 a 20 °C	100,0	n/d
O-xileno	6 a 20 °C	144,41	17

## 10.6 Miscibilidade dos solventes

*Antes de trocar os solventes, consulte esta tabela para determinar a miscibilidade dos solventes.*

Esteja ciente dos seguintes efeitos e considerações:

- A temperatura afeta a miscibilidade do solvente. Se estiver executando uma aplicação de alta temperatura, considere o efeito da temperatura mais elevada na solubilidade do solvente.
- Tampões dissolvidos em água poderão precipitar quando misturados a solventes orgânicos.
- É possível fazer alterações envolvendo dois solventes miscíveis diretamente. As trocas que envolvam dois solventes que não sejam totalmente miscíveis (por exemplo, de clorofórmio para água) necessitam um solvente intermediário, como *n*-propanol.
- Ao trocar de um tampão forte para um solvente orgânico, lave o sistema com água destilada antes de adicionar o solvente orgânico.

**Nota:** O corte  $\lambda$  é o comprimento de onda no qual a absorbância do solvente é igual a 1 AU.

**Tabela 10–2: Miscibilidade dos solventes**

Solvente	Índice de polaridade	Viscosidade cP, 20 °C (a 1 atm)	Ponto de ebulição °C (a 1 atm)	Número de miscibilidade (M)	Corte $\lambda$ (nm)
ACN	6,2	0,37	81,6	11, 17	190
Ácido acético	6,2	1,26	117,9	14	n/d
Acetona	5,4	0,32	56,3	15, 17	330
Álcool benzílico	5,5	5,80	205,5	13	n/d

**Tabela 10–2: Miscibilidade dos solventes (continuação)**

Solvente	Índice de polaridade	Viscosidade cP, 20 °C (a 1 atm)	Ponto de ebulição °C (a 1 atm)	Número de miscibilidade e (M)	Corte $\lambda$ (nm)
DMF	6,4	0,90	153,0	12	n/d
DMSO	6,5	2,24	189,0	9	n/d
Etanol	5,2	1,20	78,3	14	210
<i>n</i> -hexano	0,0	0,313	68,7	29	n/d
MeOH	6,6	0,60	64,7	12	210
Metoxietanol	5,7	1,72	124,6	13	n/d
1-propanol	4,3	2,30	97,2	15	210
2-propanol	4,3	2,35	117,7	15	n/d
THF	4,2	0,55	66,0	17	220
Trietilamina	1,8	0,38	89,5	26	n/d
Água	9,0	1,00	100,0	n/d	n/d

### 10.6.1 Utilização de números de miscibilidade

*Utilize números de miscibilidade para prever a miscibilidade de um líquido com um solvente padrão.*

Para prever a miscibilidade de dois líquidos, subtraia o valor menor de miscibilidade (número M) do valor maior do número M:

- Se a diferença entre dois números M for de 15 ou menos, os dois líquidos são miscíveis, em todas as proporções, a 15 °C.
- Uma diferença de 16 indica uma temperatura de solução crítica de 25 a 75 °C, com 50 °C sendo a temperatura ideal.
- Se a diferença for de 17 ou mais, os líquidos são imiscíveis, ou a temperatura de solução crítica está acima de 75 °C.

Alguns solventes se mostram não miscíveis com solventes em ambos os extremos da escala de lipofilia. Estes solventes recebem um número M duplo:

- O primeiro número, sempre menor que 16, indica o grau de miscibilidade com solventes altamente lipófilos.
- O segundo número é aplicável ao lado oposto da escala. Uma grande diferença entre esses dois números indica um intervalo limitado de miscibilidade.

Por exemplo, alguns fluorocarbonos não são miscíveis com todos os solventes padrão e têm números M de 0 e 32. Dois líquidos com números M duplos geralmente são miscíveis uns com os outros.

Um líquido é classificado no sistema de números M por meio de testes de miscibilidade com uma sequência de solventes padrão. Um termo de correção de 15 unidades é então adicionado ou subtraído do ponto de corte de miscibilidade.

## 10.7 Estabilizadores de solventes

---

*Estabilizadores de solvente são adicionados para desacelerar ou interromper a degradação do solvente.*



**Advertência:** Alguns solventes degradam-se, ou tornam-se instáveis, com o passar do tempo. Solventes altamente instáveis representam um risco potencial de explosão.



**Aviso:** Não deixe solventes que contenham estabilizadores, como o THF com o butil-hidroxitolueno (BHT), seguirem no caminho do fluxo do sistema. Um caminho de fluxo seco, incluindo a célula de fluxo do detector, torna-se contaminado com estabilizador residual, e é necessário um trabalho de limpeza considerável para restaurar o caminho do fluxo para sua condição inicial.

## 10.8 Viscosidade dos solventes

---

*Em cromatografia de gradiente, as alterações de viscosidade que ocorrem quando os solventes são misturados em proporções diferentes podem causar mudanças de pressão durante a execução.*

Embora, em geral, a viscosidade não seja levada em conta ao utilizar um único solvente ou quando estiver sob baixa pressão, se não for possível saber até que ponto as alterações de pressão afetam a análise, monitore a pressão durante a execução.

## 10.9 Seleção de comprimento de onda

---

*Consulte estas tabelas para obter valores de corte de comprimento de onda para solventes comuns e fases móveis mistas.*

- [Cortes de comprimento de onda para solventes comuns na página 191](#)
- [Cortes de comprimento de onda para fases móveis mistas na página 192](#)

### 10.9.1 Cortes de comprimento de onda para solventes comuns

*Consulte esta tabela para obter os valores de corte do comprimento de onda para solventes comuns.*

#### **Observações:**

- O corte  $\lambda$  (ou UV) é o comprimento de onda no qual a absorvância do solvente é igual a 1 AU.
- Operar em um comprimento de onda próximo ou abaixo do corte aumentará o ruído da linha de base devido à absorvância de solvente.

**Tabela 10–3: Cortes de comprimento de onda para solventes comuns**

Solvente	Corte $\lambda$ (nm)
ACN	190
Acetona	330
Dietilamina	275
Etanol	210
IPA	205
Éter isopropílico	220
MeOH	205
<i>n</i> -propanol	210
THF	230

## 10.9.2 Cortes de comprimento de onda para fases móveis mistas

Consulte esta tabela para obter valores de corte aproximados do comprimento de onda para solventes, tampões, detergentes e fases móveis.

As concentrações de solvente representadas são as mais frequentemente utilizadas. Se quiser usar uma concentração diferente, é possível determinar a absorvância aproximada usando a lei de Beer, pois a absorvância é proporcional à concentração.

### Observações:

- O corte  $\lambda$  (ou UV) é o comprimento de onda no qual a absorvância do solvente é igual a 1 AU.
- Operar em um comprimento de onda próximo ou abaixo do corte aumentará o ruído da linha de base devido à absorvância de solvente.

**Tabela 10–4: Cortes de comprimento de onda para várias fases móveis**

Fase móvel	Corte $\lambda$ (nm)
Ácido acético, 1%	230
Acetato de amônio, 10 mM	205
Bicarbonato de amônio, 10 mM	190
3-[(3-Colamidopropil)-dimetilamônio]-1-propanossulfonato (CHAPS) 0,1%	215

**Tabela 10–4: Cortes de comprimento de onda para várias fases móveis (continuação)**

<b>Fase móvel</b>	<b>Corte <math>\lambda</math> (nm)</b>
Fosfato de diamônio, 50 mM	205
EDTA dissódico, 1 mM	190
Ácido 4-(2-hidroxietil)-1-piperazinoetanossulfônico (HEPES), 10 mM, pH 7,6	225
Ácido clorídrico, 0,1%	190
Ácido 2-( <i>N</i> -morfolino)-etanossulfônico (MES), 10 mM, pH 6,0	215
4-octilfenol polietoxilato (Triton X-100), 0,1%	240
Polioxietileno (35) lauril éter (Brij 35), 0,1%	190
Fosfato de potássio, dibásico, 10 mM	190
Fosfato de potássio, monobásico, 10 mM	190
Acetato de sódio, 10 mM	205
Cloreto de sódio, 1 M	207
Citrato de sódio, 10 mM	225
Dodecilsulfato de sódio, 0,1%	190
Formiato de sódio, 10 mM	200
Trietilamina, 1%	235
Ácido trifluoroacético, 0,1%	190
Cloridrato de tris(hidroximetil)aminometano (Tris HCl), 20 mM, pH 7,0	202
Tris HCl, 20 mM, pH 8,0	212
Reagente A de cromatografia por par iônico (PIC, Paired-Ion Chromatography) da Waters, 1 ampola/litro	200
Reagente B-6 Waters PIC, 1 ampola/litro	225
Reagente B-6 Waters PIC, UV baixo, 1 ampola/litro	190
Reagente D-4 Waters PIC, 1 ampola/litro	190

### 10.9.2.1 Absorbância da fase móvel

Consulte esta tabela para obter as absorbâncias em vários comprimentos de onda para as fases móveis usadas com frequência.

Para reduzir o ruído da linha de base, escolha a fase móvel com cuidado.

A melhor fase móvel para a sua aplicação é aquela que é transparente nos comprimentos de onda de detecção escolhidos. Com uma fase móvel como essa, certifique-se de que nenhuma absorbância seja causada apenas pela amostra. A absorbância pela fase móvel também reduz a faixa dinâmica linear do detector pela quantidade de absorbância que a função Autozero (Zero automático) cancela. O comprimento de onda, o pH e a concentração da fase móvel afetam sua absorbância. Na tabela abaixo são fornecidos exemplos de diversas fases móveis, onde as absorbâncias são baseadas em um comprimento de caminho de 10 mm.

**Nota:** Ao executar solventes de fase normal, instale o kit de conversão de hexano/THF da Waters aplicável a seu sistema (consulte [Kits de compatibilidade com hexano/THF da Waters na página 184](#)).



**Aviso:** Ao operar o Alliance iS Bio HPLC System acima do pH 10, certifique-se de utilizar o kit opcional de pH alto. Para obter mais assistência, entre em contato com a Waters.

**Tabela 10–5: Absorbância da fase móvel medida com relação ao ar ou à água**

Fase móvel	Absorbância (AU) a um comprimento de onda específico (nm)									
	200	205	210	215	220	230	240	250	260	280
<b>Solventes</b>										
ACN	0,05	0,03	0,02	0,01	0,01	<0,01	n/d	n/d	n/d	n/d
IPA	1,80	0,68	0,34	0,24	0,19	0,08	0,04	0,03	0,02	0,02
MeOH (desgaseificado)	1,91	0,76	0,35	0,21	0,15	0,06	0,02	<0,01	n/d	n/d
MeOH (não desgaseificado)	2,06	1,00	0,53	0,37	0,24	0,11	0,05	0,02	<0,01	n/d
THF não estabilizado (novo)	2,44	2,57	2,31	1,80	1,54	0,94	0,42	0,21	0,09	0,05
THF não estabilizado (antigo)	>2,5	>2,5	>2,5	>2,5	>2,5	>2,5	>2,5	>2,5	2,5	1,45
<b>Ácidos e bases</b>										
Ácido acético, 1%	2,61	2,63	2,61	2,43	2,17	0,87	0,14	0,01	<0,01	n/d

**Tabela 10–5: Absorbância da fase móvel medida com relação ao ar ou à água (continuação)**

Fase móvel	Absorbância (AU) a um comprimento de onda específico (nm)									
	200	205	210	215	220	230	240	250	260	280
Fosfato de diamônio, 50 mM	1,85	0,67	0,15	0,02	<0,01	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d
EDTA dissódico, 1 mM	0,11	0,07	0,06	0,04	0,03	0,03	0,02	0,02	0,02	0,02
Ácido clorídrico, 0,1%	0,11	0,02	<0,01	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d
Ácido fosfórico, 0,1%	<0,01	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d
Trietilamina, 1%	2,33	2,42	2,50	2,45	2,37	1,96	0,50	0,12	0,04	<0,01
Ácido trifluoroacético, 0,1%	1,20	0,78	0,54	0,34	0,22	0,06	< 0,02	<0,01	n/d	n/d
<b>Tampões e sais</b>										
Acetato de amônio, 10 mM	1,88	0,94	0,53	0,29	0,15	0,02	<0,01	n/d	n/d	n/d
Bicarbonato de amônio, 10 mM	0,41	0,10	0,01	<0,01	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d
HEPES, 10 mM, pH 7,6	2,45	2,50	2,37	2,08	1,50	0,29	0,03	<0,01	n/d	n/d
MES, 10 mM, pH 6,0	2,42	2,38	1,89	0,90	0,45	0,06	<0,01	n/d	n/d	n/d
Fosfato de potássio, dibásico (K <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> ), 10 mM	0,53	0,16	0,05	0,01	<0,01	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d
Fosfato de potássio, monobásico (KH <sub>2</sub> PO <sub>4</sub> ), 10 mM	0,03	<0,01	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d
Acetato de sódio, 10 mM	1,85	0,96	0,52	0,30	0,15	0,03	<0,01	n/d	n/d	n/d
Cloreto de sódio, 1 M	2,00	1,67	0,40	0,10	<0,01	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d
Citrato de sódio, 10 mM	2,48	2,84	2,31	2,02	1,49	0,54	0,12	0,03	0,02	0,01
Formiato de sódio, 10 mM	1,00	0,73	0,53	0,33	0,20	0,03	<0,01	n/d	n/d	n/d
Fosfato de sódio, 100 mM, pH 6,8	1,99	0,75	0,19	0,06	0,02	0,01	0,01	0,01	0,01	<0,01
Tris HCl, 20 mM, pH 7,0	1,40	0,77	0,28	0,10	0,04	<0,01	n/d	n/d	n/d	n/d
Tris HCl, 20 mM, pH 8,0	1,80	1,90	1,11	0,43	0,13	<0,01	n/d	n/d	n/d	n/d
<b>Tensoativos</b>										

**Tabela 10–5: Absorbância da fase móvel medida com relação ao ar ou à água (continuação)**

Fase móvel	Absorbância (AU) a um comprimento de onda específico (nm)									
	200	205	210	215	220	230	240	250	260	280
Brij 35, 1%	0,06	0,03	0,02	0,02	0,02	0,01	<0,01	n/d	n/d	n/d
CHAPS, 0,1%	2,40	2,32	1,48	0,80	0,40	0,08	0,04	0,02	0,02	0,01
Monolaurato de polioxietileno sorbitano (Tween 20), 0,1%	0,21	0,14	0,11	0,10	0,09	0,06	0,05	0,04	0,04	0,03
Dodecilssulfato de sódio (SDS), 0,1%	0,02	0,01	<0,01	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d
Triton X-100, 0,1%	2,48	2,50	2,43	2,42	2,37	2,37	0,50	0,25	0,67	1,42
<b>Reagentes PIC Waters</b>										
PIC A, 1 ampola/L	0,67	0,29	0,13	0,05	0,03	0,02	0,02	0,02	0,02	<0,01
PIC B6, 1 ampola/L	2,46	2,50	2,42	2,25	1,83	0,63	0,07	<0,01	n/d	n/d
PIC B6, UV baixo, 1 ampola/L	0,01	<0,01	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d	n/d
PIC D4, 1 ampola/l	0,03	0,03	0,03	0,03	0,02	0,02	0,02	0,02	0,02	0,01

# 11 Especificações

Para saber todas as especificações relacionadas ao seu sistema (especificações operacionais) e seus módulos (especificações de desempenho), consulte a *Alliance iS HPLC System Specification Sheet (Folheto de especificações do Alliance iS HPLC System)* (720007867PB) ou a *Alliance iS Bio HPLC System Specification Sheet (Folheto de especificações do Alliance iS Bio HPLC System)* (720008262PB) no site da Waters ([www.waters.com](http://www.waters.com)). A reprodutibilidade das especificações depende das condições em diferentes laboratórios.

Para obter informações adicionais sobre as especificações do sistema, consulte o *Alliance iS HPLC Systems Site Preparation Guide (Guia de preparação do local dos Alliance iS HPLC Systems)* (715008415PB), também encontrado no site da Waters, ou entre em contato com a Waters (consulte [Contato com a Waters na página 15](#)).