

Como ligar o equipamento

1. Ligar estabilizador.
2. Ligar Balança (aguardar 30 minutos para estabilizar).
3. Ligar Analizador CHN (botão Liga/Desliga ao lado direito do Analizador).
4. Apertar *Enter* para: Hora, Data e ID (no painel de controle na frente do Analizador).
5. Apertar *Enter* para *Fill Pressure*.
6. Apertar *Enter* para *Run*.
7. Apertar *Enter* para VRCPT.
8. Abrir as válvulas grandes (exterior do laboratório) e pequenas (ao lado do Analizador) dos gases: N₂, He e O₂.
9. Apertar *Enter* para Temperatura do Forno de Combustão (925 °C).
10. Apertar *Enter* para Temperatura do Forno de Redução (640 °C).
11. Apertar *Yes* (no painel de controle do Analizador) para Purgar gás Hélio (120 s). Apertar *Enter*.
12. Apertar *Yes* para Purgar gás Oxigênio (10 s). Apertar *Enter*.
13. Aguardar estabilização da pressão até que apareça “*standby*” no painel de indicação do Analizador.
14. Apertar *Parameters* (no painel de controle). Inserir código 12. Apertar 1 para ligar o forno.
15. Aguardar 2 horas para a estabilização do forno.

Conexão entre o Analizador e o computador

1. Ligar o computador. Abrir o aplicativo **EA 2400 Data Manager**.
2. No painel do Analizador, apertar botão *Parameters*. Inserir código 26. Apertar *Enter*.
3. Ainda em *Parameters*, inserir código 40. Apertar *Enter* (3x). Inserir código 41. Apertar *Enter* (2x). Apertar o botão *Parameters* para voltar à tela de *Standby*.

Monitoramento das condições ideais para iniciar as análises

1. Apertar o botão Monitor. Apertar *No (Print Monitor)*. Inserir código 1. Apertar *Enter*. Verificar a temperatura do forno de combustão. 925^o é a temperatura ideal.
2. Apertar o botão Monitor. Apertar *No (Print Monitor)*. Inserir código 5. Apertar *Enter*. Verificar os “*counts*”. O valor deve estar entre 2000 e 3000.

Estabilização do Analizador

Após a estabilização do forno durante 2 horas e antes de realizar análises, rodar **4 brancos com a linha de oxigênio fechada** e, depois, **4 brancos com a linha de oxigênio aberta**. Para rodar brancos, realize o seguinte procedimento:

1. No painel do Analizador, apertar o botão *Singlerun*.
2. Apertar o botão “1” para selecionar a opção *Blank*. Apertar o botão “4” para preparar a análise de quatro brancos.
3. Apertar *Enter*.
4. Fechar a linha de oxigênio e apertar *Start* para iniciar as análises.
5. Ao final das análises dos brancos, repetir os procedimentos de 1 a 3. Abrir a linha de oxigênio. Apertar *Start* para iniciar as análises.
6. Após a leitura dos [8] brancos, analisar uma amostra padrão de acetanilida (AAA). Para isso, seguir o procedimento descrito na seção: **Como analisar uma amostra – Singlerun**.

Calibração da balança e pesagem de amostras

1. Ligar a balança e aguardar 30 minutos antes de começar a calibração.
2. Os apoios dos pesos sempre devem estar levantados antes de a balança ser aberta. Para levantá-los, gire o botão roxo no **sentido horário** ⤵.
3. Com uma pinça, retirar os dois suportes (pretos) de pesagem utilizados para colocar as cápsulas de estanho/alumínio. Fechar a porta de vidro da balança e abaixar os apoios dos pesos (girar no **sentido anti-horário** ⤴).
4. Apertar o botão *Autotare* e aguardar ≈10 segundos para estabilização. Levantar os apoios dos pesos. Inserir o peso padrão de 100 mg no suporte suspenso do lado esquerdo da balança. Abaixar os apoios dos pesos.

Inserir o valor "100.00" e apertar o botão "Calib". Aguardar a estabilização.

5. A balança está calibrada. Recolocar os suportes pretos com uma cápsula de estanho/alumínio em cada um deles. Fechar a janela da balança. Girar o botão roxo no sentido anti-horário para descer os apoios. Apertar o botão "Range" 4 vezes, até que o alcance da balança seja definido como 20 mg. Apertar o botão *Autotare*. Aguardar a estabilização.

6. Retirar a cápsula do lado esquerdo para inserir uma quantidade de amostra. A massa deve ser pesada entre 2 e 3 mg. Depois de confirmada a estimativa da massa, retirar cuidadosamente e, com o auxílio de uma pinça e de luvas, fechar a cápsula de estanho. Quando a amostra é líquida, utiliza-se a cápsula de alumínio, que deve ser fechada com uma prensa apropriada.

7. Anotar em ATA a massa pesada.

Como sequenciar múltiplas análises – Autorun

1. No painel do Analisador, apertar o botão *Autorun*.

2. Apertar o botão "3" para inserir informações sobre a amostra.

3. Inserir a identificação (ID) da amostra. Apertar *Enter*.

4. Inserir a massa da amostra identificada. Apertar *Enter*. O *display* do analisador vai mostrar novamente a tela para se inserir mais amostras para serem analisadas. Aperte "3" novamente para incluir outra amostra. Senão, aperte *Autorun* para sair desta sessão e permanecer em *standby*.

5. Transferir as amostras do estojo para o carrocel do Analisador na sequência estabelecida durante a identificação.

6. Apertar o botão *Start* para iniciar as análises.

Como analisar uma amostra – Singlerun

1. No painel do Analisador, apertar o botão *Singlerun*.

2. Apertar o botão 3 para inserir informações sobre a amostra.

3. Inserir a identificação (ID) da amostra. Apertar *Enter*.

4. Inserir a massa da amostra identificada. Apertar *Enter*.

5. Transferir a amostra do estojo para o carrocel do Analisador.

6. Apertar o botão *Start* para iniciar as análises.

Como exportar os dados

1. Na sequência de resultados apresentados no aplicativo *EA 2400 Data Manager*, selecionar os dados de interesse. Clicar em *File* na barra de menu. Clicar em *Export*.

2. Selecionar o diretório de destino e clicar em *Export* para gerar um arquivo de extensão *.xls (Microsoft Excel 97/2000/XP/2003).

Como desligar o equipamento

1. No painel do Analisador, apertar o botão *Diagnostics*. Apertar botão 2. Apertar botão 2.

2. Inserir o código 4. Apertar o botão 1.

3. Inserir o código 5. Apertar o botão 1.

4. Esperar 15 segundos.

5. Desligar o Analisador, a balança, o computador e o estabilizador.

6. Fechar as válvulas grandes e pequenas dos gases: N₂, He e O₂.

APÊNDICE I EVENTOS DE MANUTENÇÃO

Coordenadora do Analisador Elementar CHN: Prof^a. Dr^a. Silvia Cláudia Loureiro Dias (scdias@unb.br)

Químico técnico responsável: Dr. Cleber Lopes Filomeno (cleber@unb.br)

Assistência técnica PERKIN ELMER: (11) 3868-6236; valter.porto@perkinelmer.com

Analisador CHN – Modelo: *2400 Series II CHNS/O Analyser*

Número de série: 241N112701

Patrimônio: FUB 281061

Balança – Modelo: *AD 6 Autobalance Controller*

Número de série: 655C7110605

Patrimônio: FUB 281065