

### Como pesar uma amostra

1. Utilizar uma balança analítica, a qual deve ser zerada considerando-se a massa do tubo-U mais uma pequena quantidade de lâ de quartzo que serve como suporte à amostra (ver Fig. 1).
2. Com o auxílio de um funil, inserir no tubo-U aproximadamente 0.1 gramas da amostra pulverizada (**Obs.:** pesar previamente a amostra antes de inseri-la no tubo-U).
3. Pesar o tubo e anotar a massa da amostra.
4. Inserir lâ de quartzo por cima da amostra (ver Fig. 1).



Figura 1: Tubo-U de quartzo

### Como encaixar o tubo-U no reator

1. Sustentar firmemente o reator com a mão direita (Atenção **!** Objeto pesado) e destravar seu engate ao lado esquerdo para descê-lo cuidadosamente.
2. Fixar o tubo-U e rosquear o encaixe para prendê-lo ao equipamento.  
**!** O manuseamento do tubo-U deve ser executado com grande atenção, pois sua fragilidade é altamente propícia a danos físicos.
3. Subir o reator, ainda aberto, até uma posição ligeiramente acima do tubo-U. Travar o engate para que o reator desça um pouco e se posicione na altura adequada.
4. Fechar o reator.

### Como ligar o equipamento

1. Abrir a linha do compressor de ar.
2. Abrir os registros dos gases. (a) gás inerte: nitrogênio ou argônio + (b) argônio para pulsos + (c) mistura de gases especiais: hidrogênio/argônio (TPR) ou oxigênio/argônio (TPO). **Obs.:** abrir apenas os gases a serem utilizados.
3. **!** No espectrômetro de massas (*Dycor + Pfeiffer vacuum*), certificar-se de que a válvula verde esteja fechada (**sentido horário** ⤵) e, então, ligar o espectrômetro no botão *ON/OFF* na parte traseira.
4. Aguardar o acendimento dos LEDs *CPU* e *RF*.
5. Confirmar se o LED *Filament* encontra-se **apagado** e, então, abrir a válvula verde girando-a no **sentido anti-horário** ⤴. **!** **Atenção especial a este passo.**
6. Ligar o equipamento *AMI-90R* levantando a alavanca em sua parte traseira.
7. Ligar o PC.
8. Abrir o programa *Dycor System 2000*, o qual controla o espectrômetro de massas.
9. Abrir o programa *AMI-90* e aguardar resposta sonora das válvulas no equipamento.

### Como programar uma análise

1. No programa *AMI-90*, abrir o fluxo de gás inerte Ar ou N<sub>2</sub> : (a) Clicar sobre a imagem que representa o cilindro de gás rotulada, por exemplo, como *Gas 105* para o gás argônio (Ar). **Obs.:** quando uma a linha de gás está aberta, esta é representada pela coloração verde no esquema do programa *AMI-90* (ver Figura 2); (b) Ajustar o fluxo (MFC) do gás como no exemplo da Figura 2, de 10 cm<sup>3</sup>/min, inserindo o valor da caixa de texto de baixo. Apertar *Enter*.

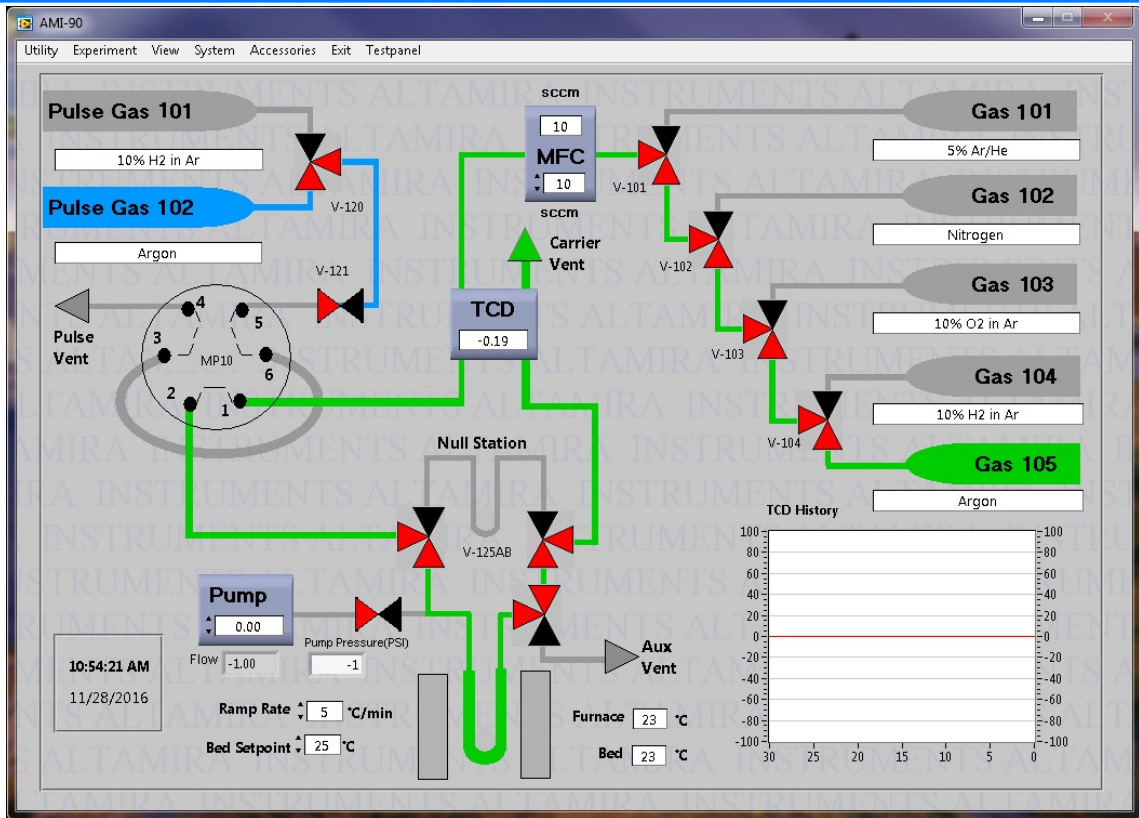


Figura 2: Janela principal do programa AMI-90.

2. Aguardar 30 minutos para a estabilização.

3. No programa *Dycor System 2000*, clicar no menu *Mode*, e em *Tabular*. Na janela principal (ver Figura 3), clicar duas vezes na tabela *Tabular*.

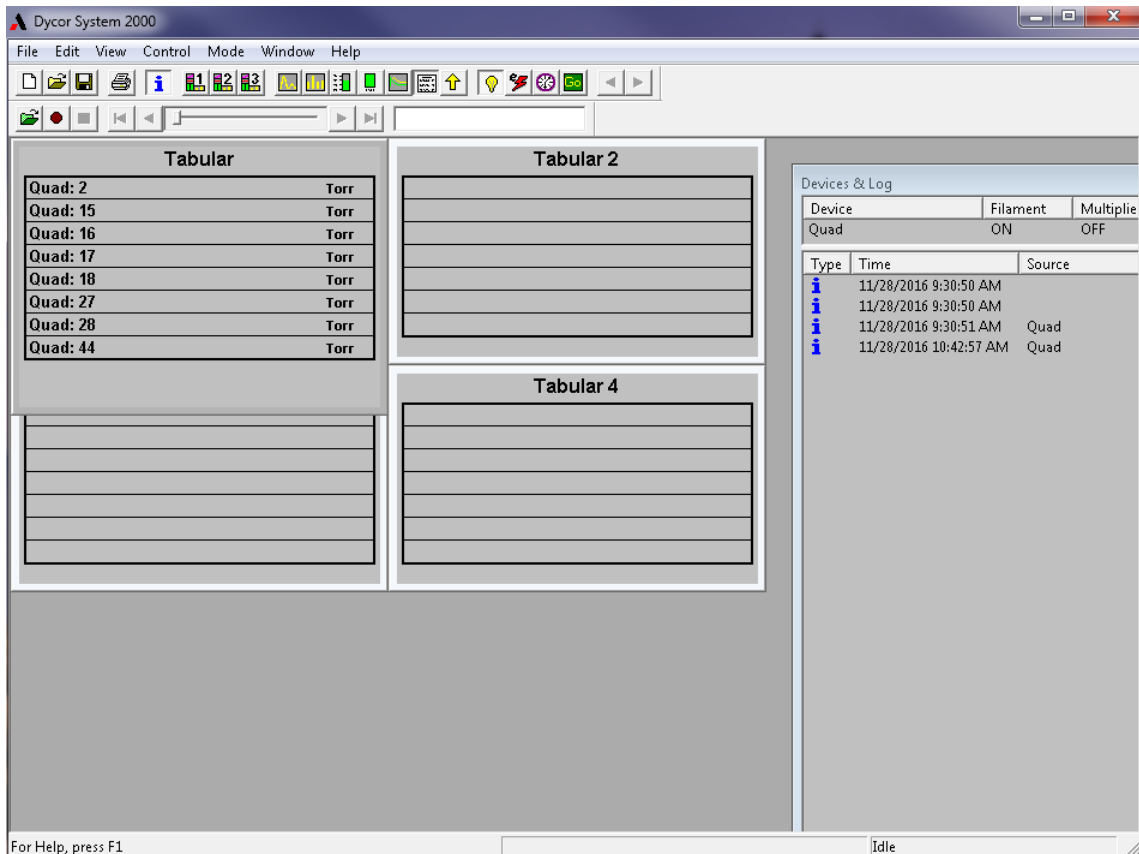
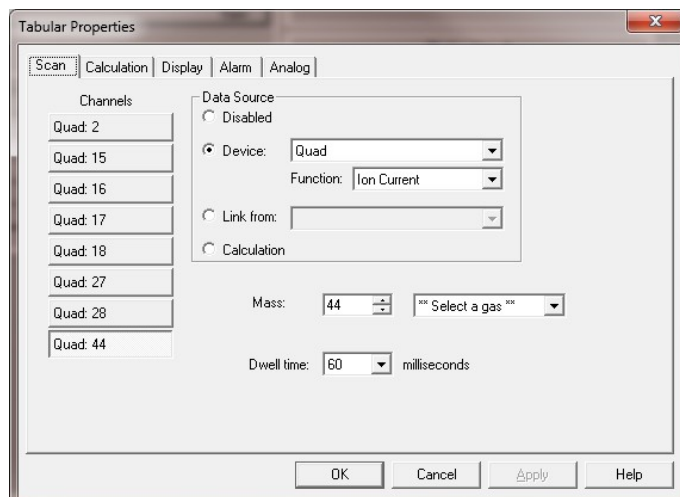


Figura 3: Janela principal do programa Dycor System 2000.

4. Na janela *Tabular Properties* (ver Figura 4), clicar na aba *Scan*. (a) clicar em um botão da caixa *Channels*; (b) escolher na caixa *Mass* a massa a ser monitorada. **Obs. !A!**: as massas devem ser organizadas em ordem crescente. Clicar em *OK*.



**Figura 4: Janela Tabular Properties**

5. Na janela principal do programa *Dycor System 2000*, clicar no menu *Mode*, e *Trend*. Na janela principal, clicar duas vezes para abrir a janela *Trend Properties*. Nesta janela, escolher igualmente as massas de trabalho como feito no modo *Tabular* anteriormente.

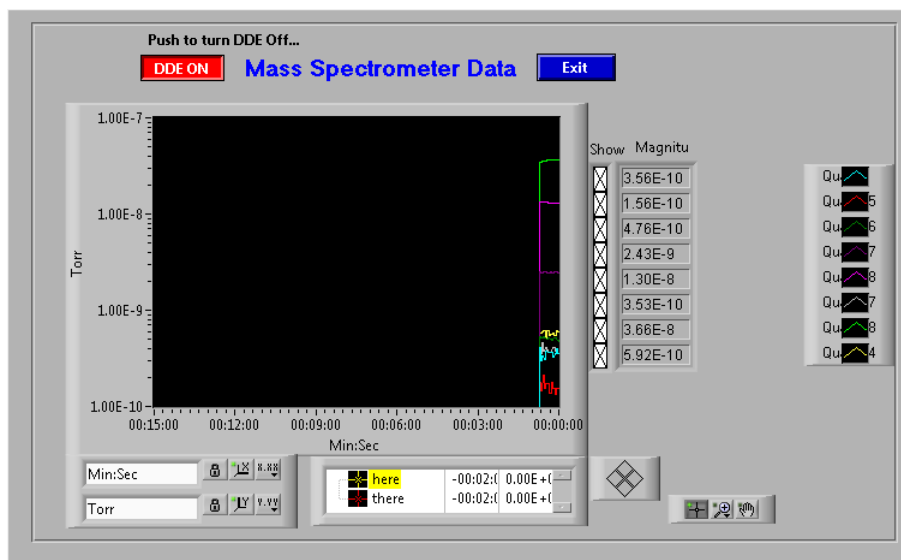
**!A Atenção !A** Antes de ligar o filamento, certifique-se de que a válvula verde esteja aberta!

6. Ainda no programa *Dycor System 2000*, clicar no menu *Control* e em *Filament ON/OFF* (ou na janela principal, clicar no ícone para ligar o filamento do espectrômetro de massas.

7. Aguardar 30 minutos para a estabilização da lâmpada.

8. Na janela principal do programa *Dycor System 2000*, clicar no botão **Go** para iniciar o registro dos dados. Aguardar 5 minutos e verificar se há alguma anomalia na janela *Devices & Log*.

9. No programa *AMI-90*, clicar no menu *View* e em *Mass Spectrometer*. Na janela *Mass Spectrometer Data*, clicar uma vez no botão *DDE off* (este botão deve mudar para *DDE on*) para ligar o detector (ver Figura 5).



**Figura 5: Janela Mass Spectrometer Data**

10. Ainda na janela *Mass Spectrometer Data*, marcar, nas caixas abaixo de *Show* (ver Figura 5), as massas que devem ser detectadas. **!A Obs.:** no mínimo cinco e no máximo oito massas devem ser monitoradas.

11. Clicar em *Exit*.

**!A Obs.:** Para registro dos dados do espectrômetro de massas, manter a janela do *Dycor System 2000* no modo (*Mode*) Tabular.

## Como lançar um experimento

1. No programa *AMI-90*, clicar no menu *Experiment* e em *Define*. Clicar em *Load* para carregar um método previamente registrado com a extensão *\*.exp*. Caso o método ainda não exista, clicar em *New* para estabelecer uma nova lista de procedimentos.

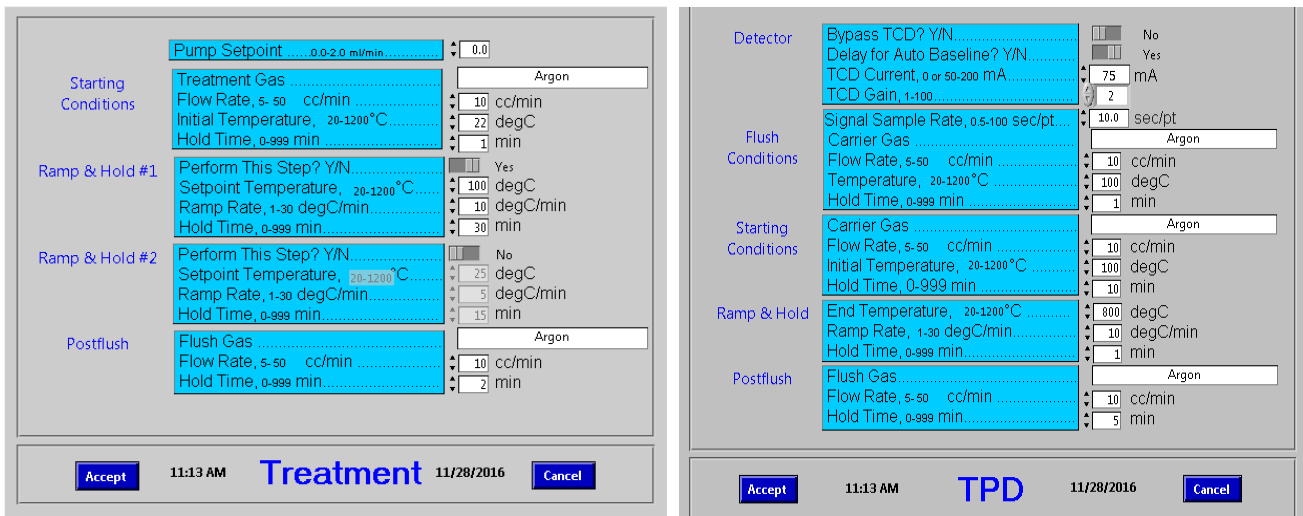


Figura 6: Janelas *Procedure* para (a) tratamento e (b) TPD

2. Na lista de procedimentos (*Procedure*), clicar duas vezes em *Treatment*, ou em *TPD* (ou *TPR* ou *TPO*) para definir os parâmetros de tratamento ou da programação das reações (ver Figuras 6a e 6b). Clicar em *Accept*. Clicar em *Save* para salvar o método com extensão *\*.exp*. Clicar em *Exit*.

3. Na janela principal do programa *AMI-90*, clicar no menu *Experiment* e em *Schedule*. Na janela *Schedule Experiment*, clicar no botão azul da caixa *Scheduled Experiment* (ver Figura 7). Carregar o método *\*.exp* previamente definido. Clicar em *OK*.

4. Na janela *Schedule Experiment*, clicar no botão azul da caixa *Data File* e definir o diretório no qual o experimento será salvo com a extensão *\*.dfn*. **Obs. 1:** criar uma pasta por amostra pois mais de um arquivo será salvo automaticamente. **Obs. 2:** o nome do arquivo deve seguir o seguinte formato: @NOMEDAAMOSTRA\_metodo\_X.dfn (p. ex.: a amostra "substrato1" analisada com um método 4, deve ser salva como: @substrato1\_metodo\_4.dfn em uma nova pasta com o nome "substrato1").

5. Clicar em *OK*.

6. Na janela que abre automaticamente, na caixa *SAMPLE NAME*, inserir o nome da amostra idêntico àquele salvo na pasta criada, mas sem o caractere "@". Na caixa *SAMPLE ID*, inserir igualmente o nome da amostra sem o caractere "@". Na caixa *Weight*, inserir a massa (em gramas) da amostra.

7. Na janela *Schedule Experiment*, clicar em *Immediate Start*.

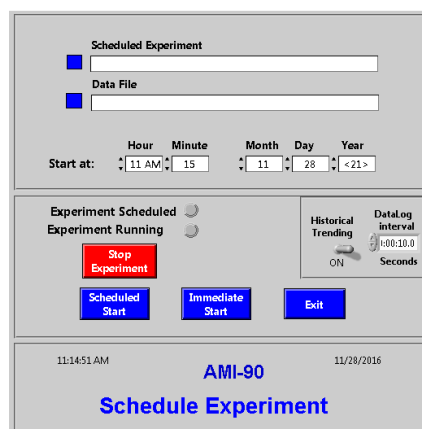


Figura 7: Janela *Schedule Experiment*

8. Na área de trabalho do Windows, abrir o *script TPDAtivo*.

## Como exportar os dados


1. Na janela principal do programa *AMI-90*, clicar no menu *Experiment* e em *Analyze*.
2. Na janela *AMI Analysis*, clicar no menu *File, Open → Dfn file*. Carregar o arquivo @NOMEDAAMOSTRA\_metodo\_X.dfn. Clicar em OK.
3. Na árvore de procedimentos que é carregada no painel lateral esquerdo, clicar na pasta *Procedures*. Há informações sobre a etapa de tratamento e sobre a etapa de TPD (ou TPR/O). Clicar na pasta TPD.
4. Ao clicar na pasta TPD, surge o botão de adição (+). Clicar no botão +.
5. Na janela *Add Signals*, selecionar todas as informações que deseja exportar. Clicar em *OK*.
6. Na janela *AMI Analysis*, clicar no botão *Export Plotted Signals Data* (localizado na parte central e acima da janela). Salvar o arquivo em *.txt* na pasta referente aos dados da amostra.

**! Obs.:** Os dados das massas monitorados também no programa *Dycor* podem ser salvos em formato *.dat* e, em seguida, convertidos em formato *.csv* para exportação:

1. Em *Dycor 2000*, clicar em *File, Save Data*. Salvar o arquivo *.dat* na pasta correspondente.
2. Para converter o arquivo *.dat*, clicar em *File, Convert Data File*. Clicar em *OK*.

## Como desligar o equipamento

**! Obs.:** Ao final do experimento, os dados são salvos automaticamente e o filamento é desativado. O forno também é forçadamente resfriado pelo ar comprimido do compressor.

1. No programa *Dycor System 2000*, desmarcar o botão **Go**. Fechar o programa *Dycor System 2000*.
2. Fechar o programa *AMI-90R*.
3. Desligar o PC.
4. Desligar o equipamento *AMI-90R* abaixando a alavanca em sua parte traseira.
5. Fechar válvula verde girando -a no **sentido horário** . **! Obs.:** Gentilmente, sem apertar demais!
6. Desligar o espectrômetro no botão *ON/OFF* na parte traseira.
7. Fechar as linhas de gases e do compressor de ar.

## APÊNDICE I – EVENTOS DE MANUTENÇÃO

Coordenadores TPR/TPO/TPD: Prof. Dr. José Alves Dias ([jdias@unb.br](mailto:jdias@unb.br))

Prof. Dr. Gesley Martins ([gesley@unb.br](mailto:gesley@unb.br))

Químico Técnico responsável: Dr. Cleber Lopes Filomeno ([cleber@unb.br](mailto:cleber@unb.br))

Suporte técnico BR: dpUnion Instrumentação Analítica +55 11 5079 – 8411; [info@dpunion.com.br](mailto:info@dpunion.com.br)

Suporte técnico US: Altamira Instruments +1 412 963 6385; [info@altamirainstruments.com](mailto:info@altamirainstruments.com)

Modelo: AMI-90R

Número de série: 723-3775/0512-182

Patrimônio: FUB 439934

## APÊNDICE II – LINKS ÚTEIS

<https://www.altamirainstruments.com/download/54-ami-300-2020.pdf>

<http://altamirainstruments.comcastbiz.net/90.html>