

**Procedimento
para
Análise de Brancos
(VOST)**

Tradução do original

“Blanking Analysis Procedure”

**Contido no Manual da
Graseby/Andersen/Thermo:**

**“Graseby 2800 VOST
Volatile Organic Sampling Train”**

Tradução de José Walderley Coelho Dias

**Rio de Janeiro
01 de Junho de 2004**

PROCEDIMENTO DE ANÁLISE DE BRANCOS

1.0 CONDIÇÕES PARA OPERAÇÃO INSTRUMENTAL DO CROMATÓGRAFO GASOSO

O método escolhido é baseado na facilidade de uso e simplicidade para o operador.

Condições Operacionais do CG

Coluna: Coluna com enchimento, 6 ft x 1/8", aço inoxidável, 0,2 por cento Carbowax 1.500 sobre Carbopack C 60/80.

Programa da temperatura: 50 °C por 5 minutos, aumento de 20 °C/min para 190 °C, manter por 13 minutos.

Injetor: 200 °C

Detector: F.I.D. 250 °C

Gás portador: Hélio a 25 mL/min

Válvula de amostragem: Valco 6 portas, com trape de aço inoxidável, com 40" x 1/16", repleto de contas de vidro com malha 60/80

Criogênio: nitrogênio líquido

Aquecedor do trape: água fervente, óleo quente ou aquecimento elétrico

Aquecedor do Dessorvedor: Aquecedor Supelco "concha de marisco" (purificador de gás portador com alta capacidade) e Variac, ajustado a 180 C a 200 °C.

Tempo de dessorção: 10 minutos

2.0 CALIBRAÇÃO E CONTROLE DA QUALIDADE

A calibração é realizada preparando-se um cartucho de Tenax espetado com benzeno e tolueno e analisando-se de acordo com o procedimento operacional padrão. Um padrão de benzeno, tolueno e bromofluorbenzeno (BFB) é preparadp injetando-se 2,0 µL de benzeno e tolueno e 1,0 µL de BFB em 10 mL de metanol. A concentração deste padrão estoque é injetada num cartucho Tenax através de um portal de injeção aquecido a 150 °C. Pode-se usar um forno de CG para isso, com o forno à temperatura ambiente. O gás portador hélio é estabelecido a 50 mL/min. Deve-se usar a técnica da "descarga solvente" ("solvent flush", em inglês). Após dois minutos, remova o cartucho Tenax e coloque-o no aquecedor de dessorção por 10 minutos, para análise com um fluxo de hélio de 50 mL/min. O BFB é também utilizado como espeto padrão interno para análises em CG/EM em que se queira uma boa comparação entre o CG/FID e CG/EM. Os resultados desta análise de espetamento ("spike analysis", em inglês) não devem variar mais que 20 por cento de um dia para outro. Inicialmente, e então periodicamente, este Tenax espetado é reanalisado uma segunda vez a fim de se verificar se o tempo de dessorção de 10 minutos e a temperatura de 180-200 °C são adequados para se

remover todos os componentes espetados. Deve-se observar que somente um Tenax espetado deve ser preparado e analisado diariamente, a menos que seja necessário para se assegurar a adequada operação do instrumento.

Deve-se realizar procedimentos adicionais de controle da qualidade caso encontre-se no cartucho Tenax ou no cartucho Tenax/carvão componentes como benzeno e/ou tolueno em níveis que excedam o nível aceitável de 2 ng. Se a contagem de área total para todos os picos na região de interesse for igual ou maior do que 10 ng (como benzeno ou tolueno), os tubos devem ser relimpados e reanalisados.

Todos os cromatógrafos devem ser mantidos etiquetados com a data de análise, o nome do analista, as condições do instrumento e a identificação do cartucho.

3.0 PROCEDIMENTO

1. Ligue o CG/FID; ferva água numa vasilha adequada; ligue o aquecedor de dessorção e purgue a linha até a válvula Supelco. Coloque a válvula Supelco na posição de carga ("fully CCW").
2. Espete um cartucho Tenax com uma solução de benzeno/tolueno padrão e uma solução BFB padrão; injete com gás portador fluindo no mesmo sentido observado durante a coleta real de amostragem (sentido de fluxo indicado por seta em cada tubo); espere 2 minutos (fluxo de hélio a 50 mL/min).
3. Conecte o cartucho Tenax à linha do gás de purga de modo que o gás de purga flua no sentido oposto ao observado durante a coleta real de amostragem com hélio desligado.
4. Imersa o trape cheio de contas de vidro em nitrogênio líquido.
5. Abra o fluxo de gás de purga (50 mL/min); a válvula Valco estará aberta ("fully CCW").
6. Coloque o cartucho Tenax no aquecedor de dessorção por 10 minutos, a 200 °C.
7. Gire a válvula Valco para a posição de injeção ("fully CW"); inicie o programa do CG, substitua o nitrogênio líquido com água fervente (ou óleo quente) e dê partida ao sistema de dados do CG e/ou ao registrador.
8. Remova o cartucho Tenax e permita que esfrie antes de desligar o gás de purga.
9. Realize espetamentos de calibração uma vez por dia.
10. Analise subsequentes pares de tubos em série, com o Tenax/carvão colocado antes do cartucho Tenax.