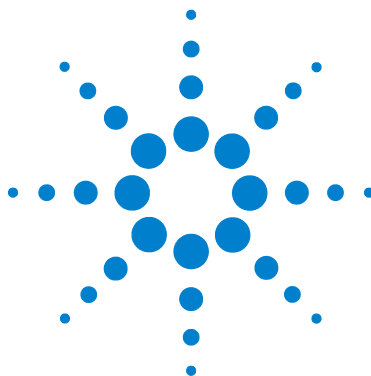




Agilent MS Workstation

Guida introduttiva



Agilent Technologies

Informazioni sul documento

© Agilent Technologies, Inc. 2011

Nessuna sezione del presente manuale può essere riprodotta in qualsiasi forma o con qualsiasi mezzo (inclusa la memorizzazione in un sistema elettronico di reperimento delle informazioni o la traduzione in un'altra lingua) senza previo consenso scritto di Agilent Technologies, Inc. secondo quanto stabilito dalle leggi sul diritto d'autore in vigore negli Stati Uniti d'America e in altri Paesi.

Codice del manuale

G1431-94002

Edizione

Prima edizione, marzo 2011

Stampato negli USA

Agilent Technologies, Inc.
5301 Stevens Creek Boulevard
Santa Clara, CA 95051 USA

Garanzia

Le informazioni contenute in questo documento sono fornite "come sono" e sono soggette a modifica senza preavviso nelle future edizioni. Nei limiti consentiti dalla legge, Agilent non concede alcuna garanzia, esplicita o implicita, relativamente a questo manuale e a qualsiasi informazione in esso contenuta, incluse tra l'altro le garanzie implicite di commerciabilità e di idoneità per uno scopo specifico. Agilent non sarà responsabile di eventuali errori presenti in questo manuale o di danni incidentali o conseguenti connessi alla fornitura, alle prestazioni o all'uso o di questo documento o di qualsiasi informazione in esso contenuta. In presenza di un accordo scritto stipulato a parte tra Agilent e l'utente, in cui siano previste condizioni di garanzia riguardanti le informazioni contenute in questo manuale in contrasto con le condizioni qui specificate, sono da ritenersi valide le condizioni di garanzia specificate nell'accordo.

Licenze tecnologiche

L'hardware e/o il software descritti nel presente documento sono forniti dietro licenza e possono essere utilizzati o copiati soltanto in ottemperanza ai termini della licenza.

Legenda dei diritti limitati

Diritti limitati dal governo americano. I diritti sul software e sui dati tecnici garantiti al governo federale includono esclusivamente i diritti concessi all'utente finale. Agilent fornisce la presente licenza commerciale per il software e i dati tecnici come prescritto dalle normative FAR 12.211 (Technical Data) e 12.212 (Computer Software) e, per il Dipartimento della Difesa, DFARS

252.227-7015 (Technical Data - Commercial Items) e DFARS 227.7202-3 (Rights in Commercial Computer Software or Computer Software Documentation).

Informazioni sulla sicurezza

ATTENZIONE

La dicitura **ATTENZIONE** indica la presenza di condizioni di rischio. L'avviso richiama l'attenzione su una procedura operativa o una prassi che, se non eseguita correttamente o attenendosi scrupolosamente alle istruzioni, potrebbe danneggiare il prodotto o causare la perdita di dati importanti. In presenza della dicitura **ATTENZIONE** interrompere l'attività finché le condizioni indicate non siano state perfettamente comprese e soddisfatte.

AVVERTENZA

La dicitura **AVVERTENZA** indica la presenza di condizioni di rischio. L'avviso richiama l'attenzione su una procedura operativa o una prassi che, se non eseguita correttamente o attenendosi scrupolosamente alle istruzioni, potrebbe causare gravi lesioni personali o la perdita della vita. In presenza della dicitura **AVVERTENZA** interrompere l'attività finché le condizioni indicate non siano state perfettamente comprese e soddisfatte.

Sommario

1 Introduzione

- In questo manuale 6
- Dove trovare le informazioni supplementari 7
- Le novità di questa revisione 10
- Hardware 11
- Avvisi di sicurezza 13

2 Viste e barre degli strumenti di MS Workstation Views.fm

- Icona di avvio di MS Workstation 16
- Barra degli strumenti principale di MS Workstation 16
- Vista di System Control 18
- Barra degli strumenti di System Control 19
- Finestre dei moduli di System Control 21
- Barre degli strumenti di MS Data Review 24

3 Attività comuni

- Prima di analizzare i campioni sul GC/MS 220 a trappola ionica di Agilent 32
- Prima di analizzare i campioni sul GC/MS 240 a trappola ionica di Agilent 34
- Arresto del sistema GC/MS 36
- Avvio del sistema GC/MS 36
- Acquisire i dati in System Control 38

Sommario

Analizzare i dati MS 41

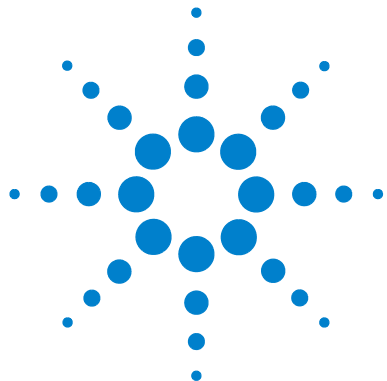
Consigli operativi 42

4 Risoluzione dei problemi di base

Risoluzione dei problemi di base 44

5 Manutenzione ordinaria

Manutenzione ordinaria 48



1

Introduzione

In questo manuale [6](#)
Dove trovare informazioni supplementari [7](#)
Le novità di questa revisione [10](#)
Hardware [11](#)
Avvisi di sicurezza [13](#)



In questo manuale

Il documento offre una panoramica di tutti le opzioni che compongono il sistema, con lo scopo di introdurre all'utilizzo del GC a trappola ionica.

Nelle pagine successive sono disponibili:

- Indicazioni specifiche su dove trovare informazioni supplementari
- Immagini dell'hardware
- Tutte le barre degli strumenti contenute nel software MS Workstation
- Procedure per l'utilizzo base di MS Workstation
- Una breve sezione dedicata alla risoluzione base dei problemi
- Un programma sintetico di manutenzione

Per informazioni dettagliate, consultare la Guida in linea, i manuali in formato elettronico e i video disponibili sul disco accluso.

Dove trovare informazioni supplementari

DVD informativi per l'utente



Insieme al sistema viene fornito materiale di riferimento dettagliato, tra cui i file della Guida in linea, i manuali in formato elettronico e i video su DVD.



Con ciascuno strumento, vengono forniti i DVD **Agilent Technologies GC & GC/MS Hardware User Information and Utilities**, che contengono materiale approfondito di riferimento e sulla manutenzione dei modelli attuali di gascromatografi, rivelatori a selezione di massa, trappole ioniche e campionatori GC di Agilent nonché una copia del presente documento (Guida introduttiva a MS Workstation).

Sono incluse le traduzioni delle informazioni di cui si ha maggiore necessità, quali:

- Documenti introduttivi agli strumenti
- Informazioni sulla sicurezza e norme vigenti
- Lista di controllo per la preparazione del laboratorio
- Informazioni relative all'installazione
- Manuali operativi
- Informazioni relative alla manutenzione
- Informazioni dettagliate per la risoluzione dei problemi

Guida in linea (F1)

Ogni strumento installato dispone dei file della Guida in linea in cui sono contenute le istruzioni dettagliate di MS Workstation sui seguenti argomenti:

- Novità
- Diagnostica
- Procedure di avvio e arresto
- Esecuzione di un'analisi
- Impostazione dei parametri di funzionamento di MS

Per accedere alla Guida in linea, premere **F1** o selezionare un argomento della **Guida** dal menu **Help**.

Icone della Guida



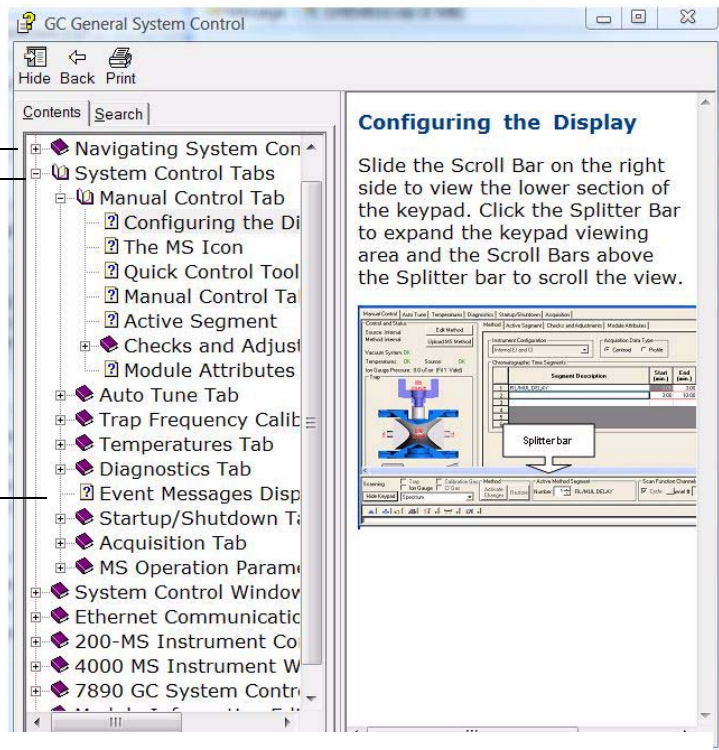
Indica un documento contenente altri argomenti della Guida. Per aprire un documento, fare doppio clic.



Indica che un documento della Guida è aperto. Per chiudere un documento, fare doppio clic.



Indica un argomento unico della Guida. Per aprire il documento, fare clic sul documento.

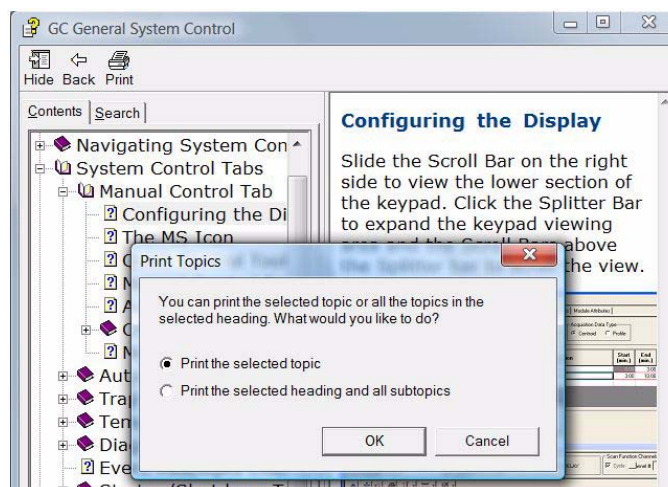


Funzioni

Hide/Show	Attiva o disattiva la visualizzazione dell'elenco degli argomenti della Guida.
Back	Torna all'argomento precedente.
Print	Stampa il documento o l'argomento corrente.
Contents	Visualizza l'elenco degli argomenti della Guida (vedere sopra).
Search	Consente di digitare una parola o una frase e visualizza quindi un elenco di tutti gli argomenti della Guida in linea che contengono tale parola.

Per stampare un singolo argomento della Guida

- 1 Selezionare l'argomento da stampare (ad esempio, **Configuring the display**).
- 2 Fare clic destro con il mouse e scegliere **Print...**
- 3 Scegliere **Print the selected topic** e fare clic su **OK**.
- 4 Controllare la stampante selezionata e fare clic su **Print**.
- 5 Saranno stampate le informazioni sul singolo argomento, mentre saranno tralasciati gli argomenti correlati.



Per stampare tutti gli argomenti riuniti sotto un'unica intestazione

- 1 Selezionare l'argomento da stampare (ad esempio, **Configuring the display**).
- 2 Fare clic destro con il mouse e scegliere **Print...**
- 3 Scegliere **Print the selected heading and all subtopics** e fare clic su **OK**.
- 4 Controllare la stampante selezionata e fare clic su **Print**.
- 5 Saranno stampate le informazioni di **TUTTI** gli argomenti riuniti sotto l'intestazione dell'argomento selezionato. In questo caso, la stampa degli argomenti sotto **Manual Control Tab** darebbero origine a un documento di 8 pagine.

Le novità di questa revisione

MS Workstation è di supporto al GC 7890A e all'ALS 7693A di Agilent. Questa revisione è una versione provvisoria di MS Workstation 7.0.0. Ai clienti che utilizzano la versione provvisoria del software sarà poi fornita la versione finale di MS Workstation 7.0.0 una volta rilasciata.

Fare riferimento a **Pre-Release Notes** per informazioni specifiche sul funzionamento del software e dell'hardware forniti.

Hardware

MS a trappola ionica 240 Agilent con GC 7890 e campionatore automatico 7693 di Agilent



Tastierino del GC 7890

Il software MS Workstation assicura il controllo strumentale del GC 7890 consentendo di programmare lo strumento via software invece che con il tastierino del GC. Tuttavia, in alcune occasioni pu essere utile utilizzare il tastierino per accedere rapidamente ad alcune funzioni.

Tasti di analisi

Tasti del componente GC

Tasti di supporto

Tasti per l'automazione e la memorizzazione del metodo



Tasti di immissione di dati generali

Avvisi di sicurezza

AVVERTENZA

Non eseguire operazioni di manutenzione quando la trappola ionica è accesa o collegata all'alimentazione, se non specificamente indicato nella documentazione fornita con lo strumento.

L'interfaccia a trappola ionica può rimanere accesa e raggiungere una temperatura pericolosamente elevata anche se lo strumento è spento. Dopo lo spegnimento, l'interfaccia a trappola ionica si raffredda molto lentamente. Assicurarsi che tutte le parti si siano raffreddate prima di toccarle.

Prestare attenzione quando si lavora dietro il GC. Durante i cicli di raffreddamento, il GC emette scarichi caldi in grado di provocare ustioni.

Se si analizzano sostanze chimiche o si utilizzano solventi tossici, utilizzare un tubo per dirigere gli scarichi della pompa fuori dal laboratorio. Si noti che la trappola ad olio fornita con le pompe principali standard arresta soltanto l'olio della pompa principale, non trattiene né filtra le sostanze chimiche tossiche.

Utilizzare guanti resistenti ai prodotti chimici e occhiali protettivi quando si sostituisce il fluido della pompa. Evitare qualsiasi contatto con il fluido.

La parte isolante attorno agli iniettori, ai rivelatori, al comparto delle valvole e alle coppe di isolamento è costituita da fibre di ceramica refrattaria (RCF). Evitare di inalare particelle di RCF. Ventilare l'area di lavoro, indossare indumenti a maniche lunghe, guanti, occhiali protettivi e una maschera usa e getta. Gettare il materiale di isolamento in un sacchetto di plastica sigillato. Dopo avere maneggiato i materiali RCF, lavarsi le mani con acqua fredda e sapone.



2

Viste e barre degli strumenti di MS Workstation Views.fm

Icona di avvio di MS Workstation 16

Barra degli strumenti principale di MS Workstation 16

Vista di System Control 18

Barra degli strumenti di System Control 19

Finestre dei moduli di System Control 21

Barre degli strumenti di MS Data Review (MSDR) 24



Icona di avvio di MS Workstation



Per l'installazione, sul desktop si trova il collegamento **Workstation Toolbar**. Fare clic sull'icona per visualizzare la barra degli strumenti di MS Workstation.

Barra degli strumenti principale di MS Workstation

La barra degli strumenti principale di MS Workstation contiene:

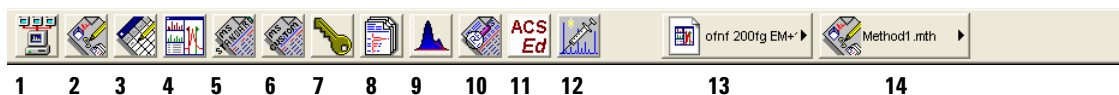
- I pulsanti delle **applicazioni** (da **1 a 12**, vedi sotto) e
- I pulsanti di **collegamento rapido** (da **13 a 14**, vedi sotto).

Posizionare il cursore sul pulsante di una delle applicazioni per visualizzare:

- Il nome dell'applicazione (come tooltip sotto il pulsante)
- Una breve descrizione dell'applicazione, a destra del pulsante

Fare clic destro sul pulsante di un'applicazione per visualizzare un menu. Da questo menu è possibile chiedere informazioni oppure avviare l'applicazione.

Fare clic su un pulsante di collegamento rapido (**13 e 14**, vedi sotto) per visualizzare un menu con le possibili attività per il file selezionato.



1



System Control/Automation

Consente di controllare lo stato dello strumento, eseguire iniezioni automatiche e ricalcolare il batch.

2



View/Edit Methods

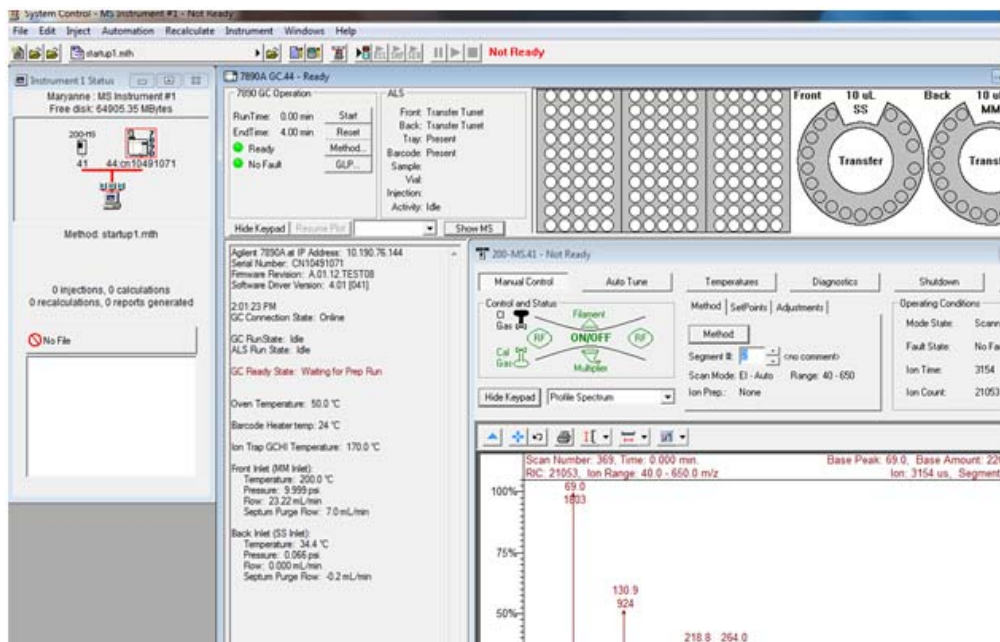
Consente di visualizzare e modificare il funzionamento dello strumento, l'acquisizione dei dati e i metodi di gestione dei dati.

- 3  **Edit Automation Files**
Consente di modificare offline i file RecalcList, SampleList o Sequence.
- 4  **Review/Process MS Data**
Consente di controllare i cromatogrammi e gli spettri, effettuare ricerche nella libreria, rivedere ed elaborare i risultati di quantificazione.
- 5  **Standard MS Reports**
Consente di creare, modificare e visualizzare report MS standard.
- 6  **Custom MS Reports**
Consente di creare, modificare e visualizzare report MS personalizzati.
- 7  **Security Administration**
Consente di impostare le opzioni e le password per la protezione di MS Workstation.
- 8  **Batch Reporting**
Consente di creare dei report standard per un gruppo di file di dati trascinandoli nella finestra **Batch Report**.
- 9  **View/Edit Chromatograms**
Consente di rivedere i cromatogrammi GC standard, modificare i dati in maniera interattiva intervenendo sui parametri, e ricalcolare i risultati.
- 10  **Standard Chrom Reports**
Consente di visualizzare l'anteprima del cromatogramma standard e dei report contenenti i risultati.
- 11  **ACSEd**
Active Compounds Set Editor. Consente di attivare una serie di composti.
- 12  **Quick Start!**
Consente di analizzare un campione senza un elenco campioni.
- 13  Consente di accedere rapidamente ai file usati più di recente.

- 14  Consente di accedere rapidamente al metodo usato più di recente.


Vista di System Control

All'avvio di MS Workstation, viene visualizzata la vista di System Control. In questa finestra sono elencati gli strumenti configurati e i rispettivi parametri.



La finestra Instrument Status fornisce una panoramica dei moduli installati, del metodo attivo e informazioni sull'automazione, ad esempio il numero di iniezioni e di calcoli.

Barra degli strumenti di System Control

La barra degli strumenti di System Control i pulsanti per attività comuni, necessarie per eseguire le automazioni e modificare i metodi.



- | | | |
|---|---|--|
| 1 |  | Crea un nuovo file di automazione (RecalcList, SampleList o Sequence). È necessario specificare il nome del nuovo file. |
| 2 |  | Apre un file di automazione esistente. Visualizza la finestra di dialogo Open Automation. |
| 3 |  | Apre il file di registro dei messaggi. |
| 4 |  | Pulsante di avvio rapido del metodo attivo. Consente di visualizzare le operazioni possibili sul metodo attivo, tra cui la riattivazione, che scarica il metodo in tutti i moduli assegnati allo strumento). |
| 5 |  | Attiva un metodo. Visualizza la finestra di dialogo Active Method. |
| 6 |  | Visualizza la finestra di dialogo Edit Notes. Le note sono visualizzate nella finestra di dialogo Open File e sono incluse nella stampa del file di automazione. |
| 7 |  | Visualizza la finestra di dialogo Module Information Editor. Lo strumento genera dei file di dati in cui vengono registrate le informazioni sul modulo. Tali informazioni sono incluse nei report. |

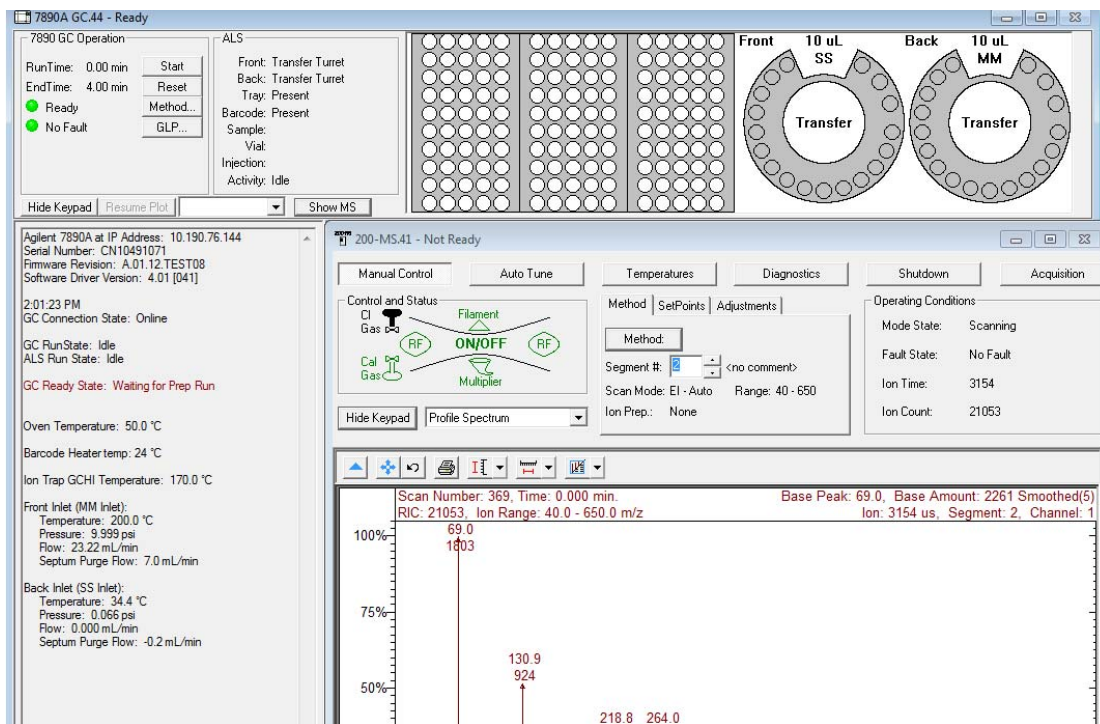
- | | | |
|----|---|---|
| 8 |  | Visualizza la finestra Instrument Status. |
| 9 |  | Visualizza la finestra di dialogo Inject Single Sample e consente di iniettare un campione singolo. |
| 10 |  | Inizia il file RecalcList attualmente aperto nello strumento. Questa voce non è attiva se non è stato aperto un file RecalcList. |
| 11 |  | Inizia il file SampleList attualmente aperto nello strumento. Questa voce non è attiva se non è stato aperto un file SampleList. |
| 12 |  | Inizia il file Sequence attualmente aperto nello strumento. Questa voce non è attiva se non è stato aperto un file Sequence. |
| 13 |  | Mette in pausa l'automazione. Sarà completata l'analisi corrente, dopodiché l'automazione viene sospesa. |
| 14 |  | Riprende l'automazione dopo una pausa. L'automazione prosegue dal punto in cui era stata sospesa. |
| 15 |  | Interrompe l'automazione. Interrompe l'analisi corrente, reimposta tutti i moduli contemporaneamente e sospende il file Sequence. |
| 16 |  | <p>Indicatore di stato dello strumento. Gli stati possibili dello strumento sono:</p> <p>Not Ready (non pronto) - Running (analisi in corso) - Computing (elaborazione in corso) - Printing (stampa in corso).</p> <p>Se lo strumento è pronto ma non è in funzione (inattivo), non viene visualizzato alcuno stato.</p> |

Finestre dei moduli di System Control

Ciascun modulo dello strumento dispone di una finestra dedicata visualizzabile in System Control. Di seguito vengono brevemente descritte la finestra del modulo 7890A/7693, la finestra del modulo GC/MS 220 a trappola ionica e la finestra del modulo GC/MS 240 a trappola ionica.

Finestra del modulo 7890

Se è configurato il GC 7890A, in System Control comparirà la seguente finestra.



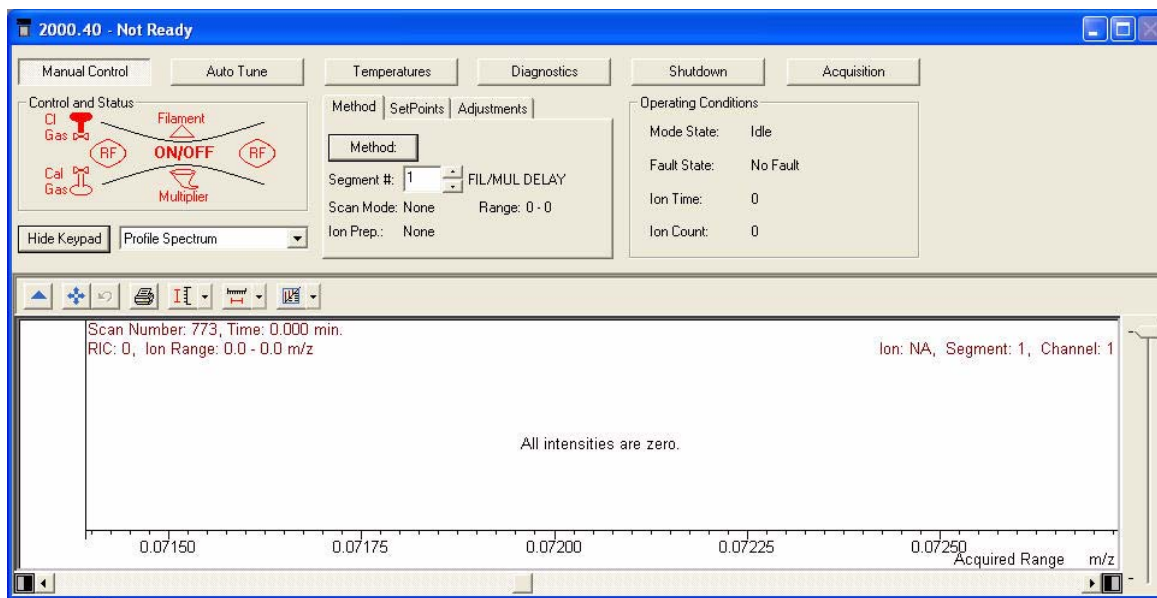
In questa finestra del modulo sono visualizzati lo stato del GC (colonna a sinistra), lo stato dell'ALS e la configurazione (in alto).

2 Viste e barre degli strumenti di MS Workstation Views.fm

La sezione 7890 GC Operation (in alto a sinistra) visualizza il runtime e l'ora di fine del metodo, lo stato di disponibilità o la presenza di eventuali guasti. In questa sezione, è possibile:

- Avviare solo il GC (pulsante **Start**)
- Reimpostare il modulo GC (pulsante **Reset**)
- Modificare la sezione GC del metodo attivo (pulsante **Method**)
- Visualizzare le informazioni GLP (pulsante **GLP**)

Finestra del modulo GC/MS 220 a trappola ionica



La finestra del modulo GC/MS 220 a trappola ionica visualizza lo stato generale dello strumento. Da qui è possibile selezionare le funzioni di autocalibrazione (Auto Tune), temperature (Temperatures), diagnostica (Diagnostics), arresto (Shutdown) e acquisizione (Acquisition).

Finestra del modulo GC/MS 220 a trappola ionica

The screenshot displays the MS Workstation interface for the GC/MS 220. The top menu bar includes: Manual Control, Auto Tune, Temperatures, Diagnostics, Startup/Shutdown, and Acquisition. The left sidebar shows 'Control and Status' with fields for Source (Internal), Method (Internal), Vacuum System (OK), Temperatures (OK), Source (OK), and Ion Gauge Pressure (0.0 uTorr (Fil 1 Valid)). A schematic diagram of the ion trap is shown below these fields.

The main window has tabs for Method, Active Segment, Checks and Adjustments, and Module Attributes. The 'Active Segment' tab is selected, showing 'Instrument Configuration' (Internal EI and CI) and 'Acquisition Data Type' (Centroid). Below this is a 'Chromatographic Time Segments' table:

	Segment Description	Start (min.)	End (min.)	Scan Description
1	FIL/MUL DELAY	0.00	3.00	Ionization Off
2		3.00	10.00	EI Auto - Full
3				
4				
5				
6				

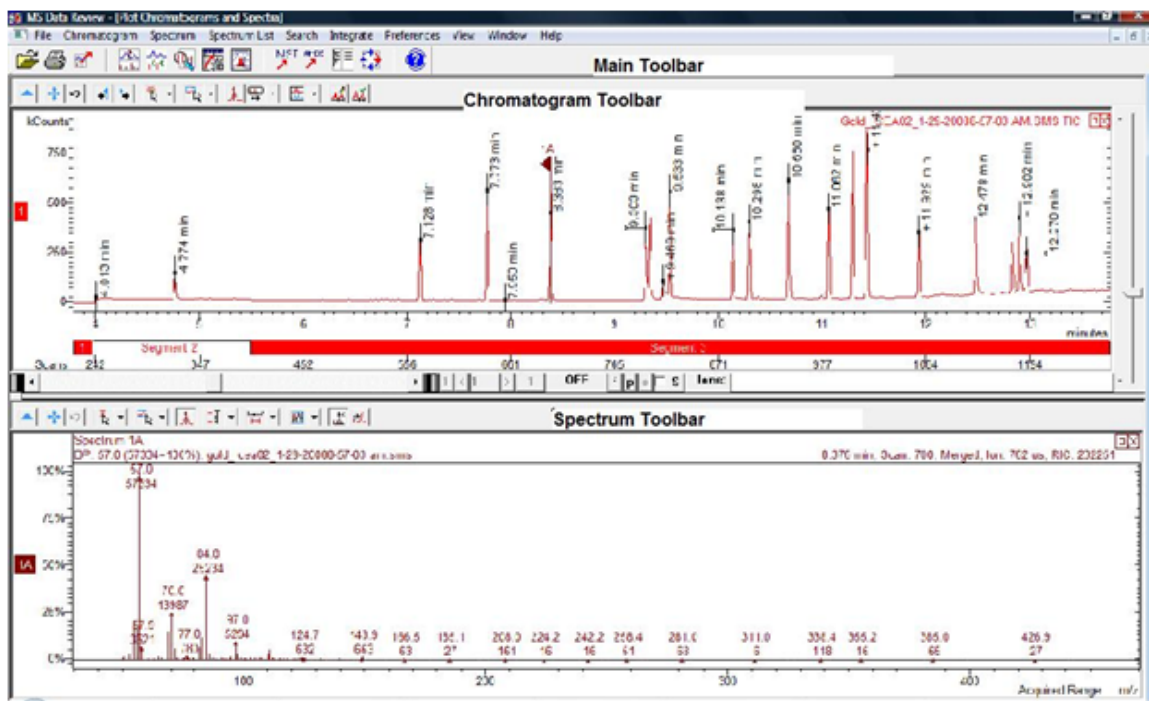
Buttons for Add, Insert, and Delete are on the right. The bottom section includes 'Scanning' (Trap, Ion Gauge, Calibration Gas, CI Gas), 'Method' (Activate Changes, Restore), 'Active Method Segment' (Number: 1, FIL/MUL DELAY), and 'Scan Function Channels' (Cycle, Channel #: 1). A toolbar with various icons is located below the controls.

The bottom of the window shows a mass spectrum plot with the x-axis labeled 'Acquired Range m/z' ranging from 0 to 1000, and the y-axis showing relative intensity from 0% to 1000%.

La finestra del modulo GC/MS 240 a trappola ionica visualizza lo stato generale dello strumento. Da qui è possibile modificare il metodo online o selezionare le funzioni di autocalibrazione (Auto Tune), temperature (Temperatures), diagnostica (Diagnostics), arresto (Shutdown) e acquisizione (Acquisition).

Barre degli strumenti di MS Data Review (MSDR)

In questa sezione vengono descritte le icone della barra degli strumenti di MSDR. Per ulteriori informazioni, consultare la Guida in linea.



Barra degli strumenti principale



Seleziona il file di dati da tracciare e consente di selezionare una massa o una serie di masse.



Apri la finestra Make Reports, in cui è possibile selezionare le varie opzioni di stampa per i cromatogrammi, gli spettri, ecc.



Apri un menu che consente di esportare i cromatogrammi, gli spettri e altre viste in applicazioni appropriate (come ASCII e appunti) nonché spettri in elenchi di spettri.



Apri la vista Plot Chromatogram and Spectra.



Consente di cercare:

- Lo spettro attivo nella libreria
- Lo spettro attivo in un elenco target
- Il cromatogramma attivo in un elenco target



Apri la vista Process Data.



Apri la vista Results.

2 Viste e barre degli strumenti di MS Workstation Views.fm



Apri l'applicazione NIST MS Search e avvia la ricerca dello spettro attivo all'interno della libreria NIST.



Apri l'applicazione AMDIS per il cromatogramma attivo.



Alterna il pannello dei cromatogrammi e degli spettri sulla destra alla vista Plots a schermo intero. Per ripristinare la vista iniziale, fare di nuovo clic sull'icona.



Ruota i tracciati e gli spettri (in orizzontale e in verticale).



Apri il menu Help.

Barra degli strumenti Cromatogramma



Nasconde la barra degli strumenti.



Allarga il cromatogramma a grandezza naturale sugli assi X e Y.



Torna alla scala del cromatogramma precedente.



Sposta il marker all'indietro, scansione per scansione, per visualizzare lo spettro in ciascun punto.



Sposta il marker in avanti, scansione per scansione, per visualizzare lo spettro in ciascun punto.



Apri il menu in cui impostare l'azione del mouse con singolo clic all'interno della finestra del cromatogramma.



Apri il menu in cui impostare l'azione del mouse "Clicca e trascina" all'interno della finestra del cromatogramma.



Alterna le seguenti viste quando si seleziona un picco:

- Spettro del picco nel punto in cui si fa clic con il mouse
- Spettro all'apice del picco



Mostra lo spettro del punto di selezione su un picco o uno spettro medio. È possibile rappresentare fino a 7 scansioni (il punto della selezione e tre scansioni su entrambe le parti della selezione).



Apri il menu in cui i tracciati vengono aggiunti, sovrapposti o sovrapposti utilizzando tutti i picchi normalizzati sul picco più alto in ciascun tracciato.



Modifica della correzione di fondo: apre un menu che consente di isolare la linea di base dai picchi in base a preferenze utente. In questo modo i componenti della linea di base vengono sottratti dallo spettro dell'analita.



Marker di correzione di fondo: visualizza o nasconde i marker separando la linea di base dai picchi.



HiRes Plots visualizza il cromatogramma e lo spettro HiRes. Per impostazione predefinita, vengono visualizzati i dati HiRes.



Modalità non-DDS: l'icona BP (Base Peak) può essere utilizzata solo con il tracciato TIC. Fare clic sull'icona BP per visualizzare l'intensità del picco di base. I tracciati non subiscono modifiche se, nel momento in cui si seleziona l'icona BP, vengono visualizzati gli ioni estratti o altri descrittori della scansione.

Modalità DDS: fare clic sull'icona BP per modificare il tracciato RIC con tutti i descrittori della scansione in intensità del picco di base, o viceversa. Se vengono visualizzati la scansione di indagine o qualsiasi altro livello MS, nella scansione di indagine compare anche il tracciato (RIC o intensità del picco di base) con tutti i descrittori della scansione nella stessa modalità.

Barra degli strumenti Spettro



Nasconde la barra degli strumenti.



Allarga lo spettro a grandezza naturale sugli assi X e Y.



Torna alla scala dello spettro precedente.



Apri il menu in cui impostare l'azione del mouse con singolo clic all'interno della finestra dello spettro (vedere la barra degli strumenti Cromatogramma).



Apri il menu in cui impostare l'azione del mouse "Clicca e trascina" all'interno della finestra dello spettro (vedere la barra degli strumenti Cromatogramma).



Imposta l'asse Y dello spettro su scala automatica. In questo modo lo ione di base viene visualizzato o a grandezza naturale o sulla base di valori impostati dall'utente. In questo caso l'asse Y deve essere inferiore alla grandezza naturale dello ione di base.



Impostazione dell'intervallo di massa: lo spettro visualizzerà l'intervallo di acquisizione o un intervallo fisso selezionato dall'utente. Se si seleziona il valore massimo dell'intervallo corrente o precedente, l'intervallo di acquisizione sarà visualizzato ma non sarà più normalizzato sul picco di base.



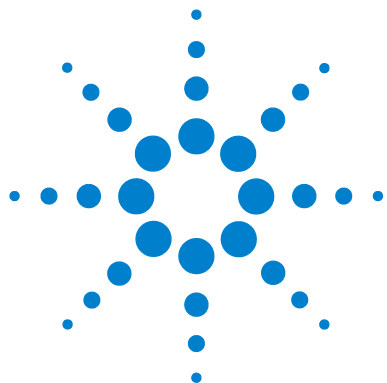
Impostazione della visualizzazione dello spettro: consente di scegliere tra un tracciato della massa degli ioni rispetto all'intensità, una tabella con gli ioni e l'intensità espressa in percentuale del picco di base oppure un riepilogo con le informazioni sullo spettro (nome del file di dati, runtime, intervallo di acquisizione, ecc.).



Spettro di correzione di fondo: è possibile attivarlo o disattivarlo. Attivandolo, gli ioni estranei alla linea di base vengono rimossi dalla visualizzazione dello spettro dell'analita.



Apri un menu per accendere ad un singolo ione o una serie di ioni. È possibile inserire una serie di ioni selezionando una parte dello spettro con il mouse. Dopo aver inserito gli ioni, fare clic sul pulsante **Plot** per generare un cromatogramma che contiene solo gli ioni selezionati.



3 Attività comuni

Prima di analizzare i campioni sul GC/MS 220 a trappola ionica di Agilent [32](#)

Prima di analizzare i campioni sul GC/MS 240 a trappola ionica di Agilent [34](#)

Arresto del sistema GC/MS [36](#)

Avvio del sistema GC/MS [36](#)

Acquisire i dati in System Control [38](#)

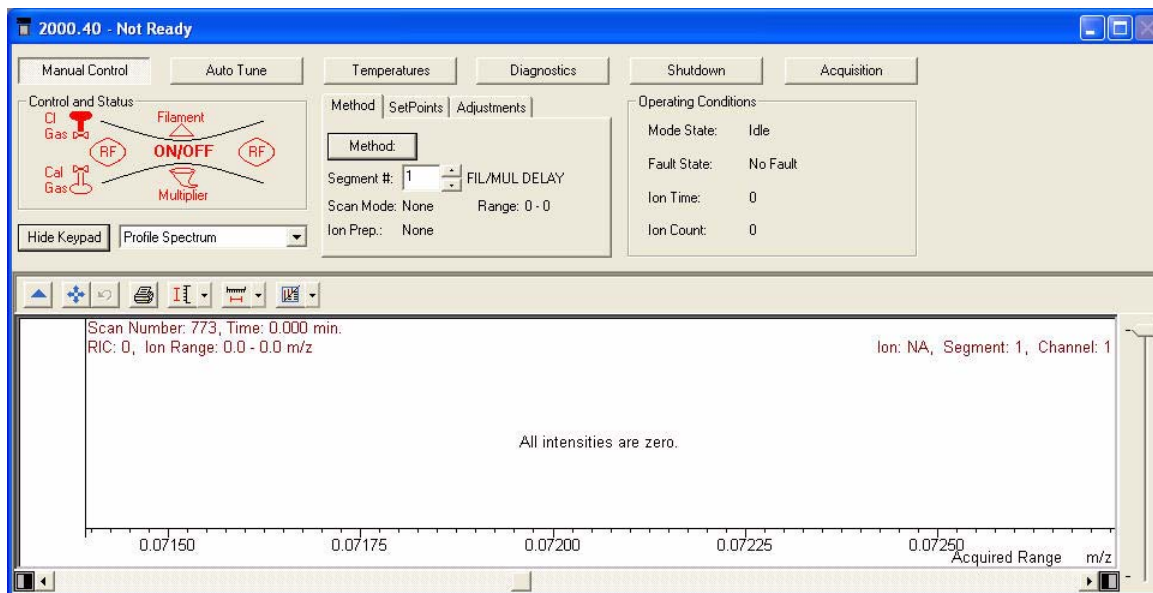
Analizzare i dati MS [41](#)

Consigli operativi [42](#)



Prima di analizzare i campioni sul GC/MS 220 a trappola ionica di Agilent

Prima di analizzare i campioni sul GC/MS 220 a trappola ionica di Agilent, accedere alla finestra del modulo a trappola ionica ed eseguire le seguenti operazioni.



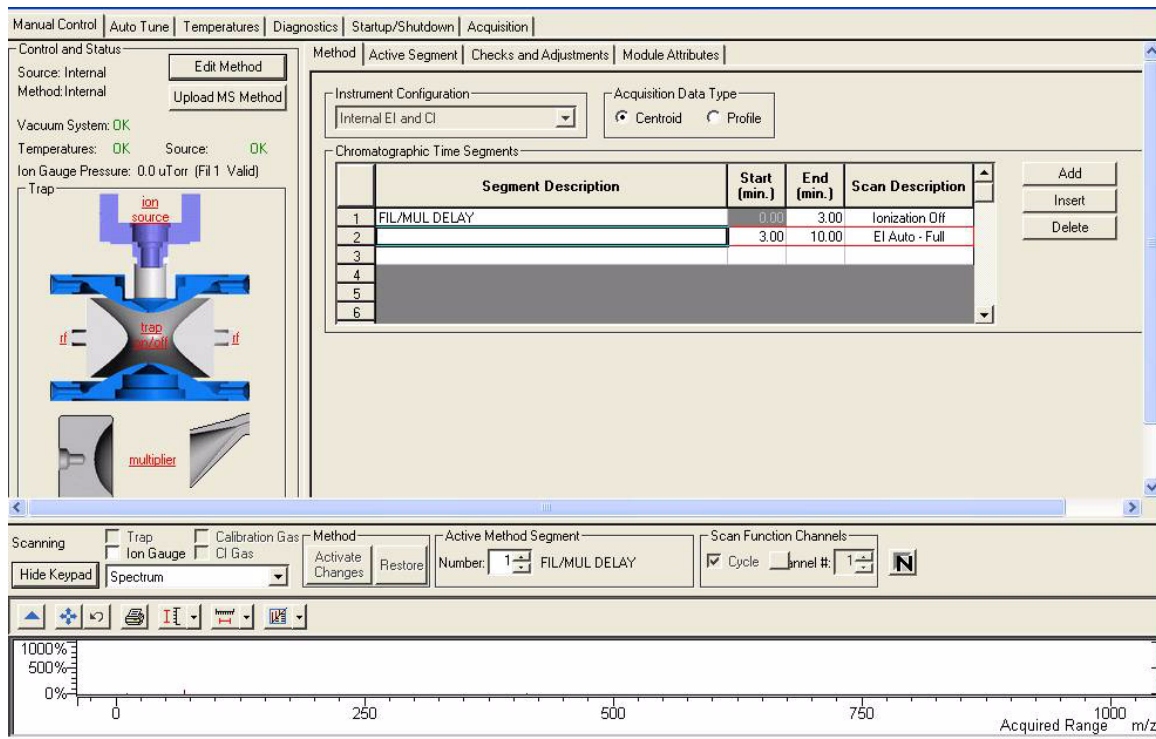
- 1 Controllare le temperature.
 - a Selezionare la scheda **Temperatures**.
 - b Controllare che la trappola, il collettore e la linea di trasferimento MS siano impostati alla temperatura necessaria per analizzare i campioni (l'interfaccia del riscaldatore GC (GCHI) sarà impostata automaticamente sullo stesso valore).
 - c Ricordarsi che sono necessarie almeno due prima che gli elettrodi della trappola raggiungano l'equilibrio termico. Solo trascorso questo tempo, è possibile calibrare il sistema e analizzare i campioni.

- 2 Calibrare manualmente lo strumento.
 - a Selezionare la scheda **Manual Control**.
 - b Selezionare **Adjustments>RF Adjustments**.
 - c Per calibrare lo strumento, girare la vite in basso al pannello frontale e fare clic su **Save Results**.
 - d Fare clic su **Adjust Cal Gas**, regolare la valvola finché la concentrazione arriva a **OK**, quindi selezionare **Save Results**.
- 3 Controllare lo stato dello sistema e la presenza di eventuali guasti.
 - a Selezionare la scheda **Diagnostics**.
 - b Eseguire la diagnostica per controllare lo stato dello sistema e la presenza di eventuali guasti.
 - c Controllare che tutto sia in ordine oppure risolvere il guasto.
- 4 Calibrare in automatico lo strumento.
 - a Selezionare **Auto Tune**.
 - b Selezionare **All** e calibrare lo strumento, controllando anche l'aria e l'acqua, l'impostazione del moltiplicatore, la calibrazione di massa e la calibrazione della funzione trappola.
 - c Controllare che la calibrazione automatica si concluda correttamente. Diversamente i campioni non saranno acquisiti.

Dopo aver completato queste procedure, il sistema può analizzare i campioni.

Prima di analizzare i campioni sul GC/MS 240 a trappola ionica di Agilent

Prima di analizzare i campioni sul GC/MS 240 a trappola ionica di Agilent, accedere alla finestra del modulo a trappola ionica ed eseguire le seguenti operazioni.



1 Controllare le temperature.

a Selezionare la scheda **Temperatures**.

b Controllare che la trappola, la sorgente (solo in modalità esterna), il collettore e la linea di trasferimento MS siano impostati alla temperatura necessaria per analizzare i campioni (l'interfaccia del

riscaldatore GC (GCHI) sarà impostata automaticamente sullo stesso valore).

- c Ricordarsi che sono necessarie almeno due prima che gli elettrodi della trappola raggiungano l'equilibrio termico. Solo trascorso questo tempo, è possibile calibrare il sistema e analizzare i campioni.
- 2 Calibrare manualmente lo strumento e controllare il gas di calibrazione.
 - a Selezionare la scheda **Manual Control**.
 - b Fare clic su **Adjustments**.
 - c Fare clic su **RF Adjustments**.
 - d Calibrare manualmente lo strumento girando la vite in basso al pannello frontale e fare clic su **Save Results**.
 - e Selezionare **Air/Water** e controllare che i livelli siano accettabili, quindi selezionare **Save Results**.
 - f Fare clic su **Adjust Cal Gas**, regolare la valvola finché la concentrazione arriva a **OK**, quindi selezionare **Save Results**.
 - 3 Controllare lo stato dello sistema e la presenza di eventuali guasti.
 - a Selezionare la scheda **Diagnostics**.
 - b Eseguire la diagnostica per controllare lo stato dello sistema e la presenza di eventuali guasti.
 - c Controllare che tutto sia in ordine oppure risolvere il guasto.
 - 4 Calibrare in automatico lo strumento.
 - a Selezionare **Auto Tune**.
 - b Selezionare **All** e calibrare lo strumento, controllando anche l'aria e l'acqua, l'impostazione del moltiplicatore, la calibrazione di massa e la calibrazione della funzione trappola.
 - c Controllare che la calibrazione automatica si concluda correttamente. Diversamente i campioni non saranno acquisiti.

Dopo aver completato queste procedure, il sistema può analizzare i campioni.

Arresto del sistema GC/MS

- 1 Dalla cartella AgilentWS/Service, attivare il metodo di arresto GC. In questo modo le zone del GC saranno impostate ad una temperatura bassa prima di effettuare la manutenzione.
- 2 Selezionare la scheda **Shutdown** e fare clic sul pulsante **Shutdown** per arrestare il sistema di vuoto e le zone riscaldate in maniera regolare. Premendo il pulsante **Shutdown**, la temperatura di 220-MS, 240-MS e GCHI viene impostata su un valore predefinito di 35 °C.
- 3 Prima di spegnere, attendere che tutte le zone si siano raffreddate.

ATTENZIONE

Gli elettrodi della trappola possono essere danneggiati se esposti all'aria ad una temperatura superiore a 100 °C.

- 4 Aprire lo scarico e attendere 10 minuti prima di iniziare la manutenzione.
- 5 Prima di iniziare la manutenzione, controllare che le zone riscaldate si siano raffreddate, quindi spegnere.

Avvio del sistema GC/MS

- 1 Controllare che lo scarico sia chiuso e tutti i tubi di GC e MS siano ben collegati. Accendere l'MS e il GC.
- 2 Aprire System Control dalla barra degli strumenti di MS Workstation per attivare la comunicazione tra il PC e tutti i moduli collegati.
- 3 Controllare lo stato visualizzato di GC e MS. La scheda **Startup/Shutdown** comparirà non appena la pompa a vuoto turbo inizierà a ruotare. La pompa turbo deve raggiungere una velocità di 100 + 1 % in 1-2 minuti. La corrente turbo deve rimanere inferiore a 350 mA quando il turbo raggiunge il 100 %.
- 4 Selezionare la scheda **Diagnostic**. Controllare i livelli di vuoto della pressione della pompa principale (<100 mm) e della pressione del misuratore di ioni (< 200 uTorr dopo alcuni minuti).

- 5 Selezionare la scheda **Manual Control**. Attivare la trappola e controllare il rumore di massa del sistema.
- 6 Selezionare la scheda **Temperature**. Per una corretta calibrazione, è necessario degassare il sistema e rimuovere gli eccessi di acqua e di fondo prima di analizzare i campioni.
- 7 Fare clic su **Start Bake-out**.
- 8 Dopo aver lasciato degassare lo strumento per una notte intera, eseguire le attività comuni descritte prima, e poi analizzare i campioni sull'MS.

Acquisire i dati in System Control

- 1 Fare clic su **Instrument>Setup Ethernet Communications**.
Controllare che il GC sia configurato in System Control.
- 2 Se l'ALS è collegato al GC, selezionare **Instrument>Configuration** e disporre il modulo GC nella casella AutoStart qualora non fosse già presente.

Iniettare un campione singolo

- 1 Dalla barra degli strumenti di System Control, fare clic



sull'icona Single Sample . Si apre la finestra di dialogo Inject Single Sample, illustrata sotto.

Sample Name	Sample Type	Cal. level	Inj.	Injection Notes	AutoLink	Vial	Injection Volume	Position	Read Barcode	Barcode Mismatch	Sample Prep Program
Default Sample	Analysis		1	none	none	1	1.00	Front	No		none

Inject the Sample using the Method:

☐ Clear Coefficients before Calibrating

- 2 Inserire le informazioni sul campione e sulla fiala.
In questa finestra di dialogo, è possibile modificare il metodo dell'iniezione, la modalità e il percorso in cui salvare i dati (pulsante **Data Files**) e le opzioni per il file RecalcList (pulsante **RecalcList**).
- 3 In caso di pretrattamento, selezionare **Sample Prep Program** (con valore none nella figura sopra). Si aprirà una nuova finestra di dialogo. Inserire le fasi di programma nella casella visualizzata, quindi salvare.
- 4 Dopo aver impostato tutti i parametri, fare clic su **Inject** per analizzare il campione.

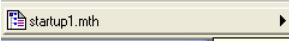
Creare un elenco di campioni

- 1 Dalla barra degli strumenti di MS Workstation, fare clic su **Edit Automation Files**.
- 2 Selezionare **File>New>SampleList**. Selezionare il tipo di elenco campioni corretto. Inserire le informazioni sul campione e sulla fiala.
- 3 In caso di pretrattamento, selezionare **Sample Prep Program** (con valore none nella figura sopra). Si aprirà una nuova finestra di dialogo. Inserire le fasi di programma in questa finestra di dialogo, quindi salvare.
- 4 Fare clic su **Data Files** per sistemare i file nella cartella giusta.
- 5 Fare clic su **RecalcList** per creare un file RecalcList.
- 6 Salvare il file SampleList. L'elenco campioni è ora configurato. È possibile effettuare le iniezioni e raccogliere i dati.

Analizzare un elenco di campioni

- 1 Da System Control, selezionare **File>Open Sample List**, quindi seleziona l'elenco campioni corretto da analizzare.
- 2 Da System Control, selezionare  per aprire la finestra di dialogo Sample List.
- 3 Nella finestra di dialogo Sample List, selezionare **Begin** per avviare l'automazione.

Modificare un intero metodo

- 1 Prima di apportare una modifica qualunque al metodo off-line, assicurarsi che il GC sia stato configurato in System Control. Questo garantisce che la configurazione del GC sia correttamente memorizzata per essere utilizzata nell'editor del metodo.
- 2 Dalla barra degli strumenti di System Control, fare clic sull'icona Method  per aprire l'editor. È possibile accedere all'editor anche dall'icona Method Editor sulla barra degli strumenti di MS Workstation.

- 3** Modificare le sezioni del metodo in base alle necessità.
L'editor del metodo consente di impostare i parametri dello strumento ed eseguire un'analisi successiva di tutti i moduli configurati.
- 4** Salvare qualsiasi modifica apportata al metodo.

Analizzare i dati MS

I dati MS vengono analizzati nell'applicazione MS Data Review (MSDR).

- 1 Dalla barra principale di MS Workstation, fare clic su



per accedere all'applicazione MS Data Review.

- 2 Dalla barra degli strumenti di MS Data Review, selezionare per aprire un file di dati.



- 3 Dopo aver aperto il file di dati, selezionare per accedere alla vista Process.



- 4 Fare clic su **Process** per eseguire il calcolo.

- 5 Dopo aver elaborato il file, selezionare l'icona Results

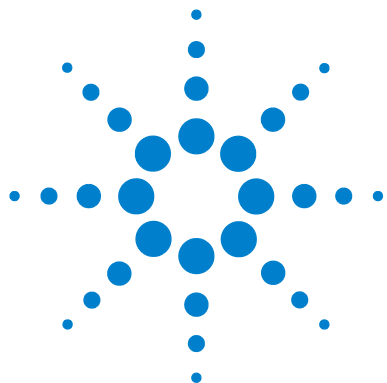


View .

- 6 Nella vista dei risultati è possibile visualizzare la curva di calibrazione, l'elenco dei risultati e i report.

Consigli operativi

- Eseguire regolarmente il backup dei dati e dei metodi.
- Conservare i report di calibrazione per riferimento futuro.
- Programmare la manutenzione del sistema come indicato alla fine di questo manuale o nella documentazione sull'hardware del GC e della trappola ionica. Conservare una registrazione delle operazioni di manutenzione eseguite.
- Durante la ventilazione della trappola ionica, eseguire la manutenzione sul GC freddo (sostituzione degli inserti dell'iniettore, dei setti, ecc.).
- Dopo aver degassato lo strumento, attendere per *almeno 2 ore* che la trappola ionica raggiunga l'equilibrio termico, quindi calibrarlo o acquisire i dati.
- Con un flusso in colonna di 1,2 mL/minuto o meno si ottiene solitamente una sensibilità ottimale.
- Quando si iniettano volumi superiori a un microlitro, utilizzare la modalità splitless pulsato e aumentare la temperatura iniziale del forno di 10–20°C.
- Per le iniezioni splitless, la modalità splitless pulsato assicura un trasferimento maggiore di campione nella colonna. Solitamente la pressione pulsata è il doppio della pressione di iniezione iniziale.
- Selezionando la **modalità Constant Flow**, nella maggior parte dei casi si ottengono i migliori risultati in termini di separazione.
- Per le nuove colonne, controllare che i dadi per colonna siano ancora stretti dopo i primi cicli di temperatura del forno.
- Usare i pulsanti [Config] [Status] sul tastierino del GC 7890 Agilent per impostare i tre elementi di visualizzazione più importanti (ad esempio **tempo rimanente**, **temperatura del forno**, ecc.).
- Risciacquare e riempire le fiale di lavaggio dell'ALS. Non aggiungere solvente in una fiala parzialmente piena.



4

Risoluzione dei problemi di base

Risoluzione dei problemi di base 44



Risoluzione dei problemi di base

Eseguire la diagnostica nel punto dell'hardware in cui si è verificato il guasto. Per la procedura dettagliata, fare riferimento al manuale sull'hardware.

Pressione del misuratore di ioni > 200 μ Torr

- Controllare il flusso di elio del GC. Deve essere 1 mL/min (senza pressione pulsata).
- Controllare che i dadi della colonna siano ben fissati all'iniettore e alla linea di trasferimento.
- Se l'analizzatore è stato rimosso, controllare che sulla guarnizione O-ring non vi siano particolati o fibre.
- Verificare che la guarnizione O-ring sulla linea di trasferimento non presenti anse, deformazioni o strappi. Sostituire la guarnizione O-ring se necessario.

Controllo delle perdite

Per determinare se la perdita è nell'MS o nel GC:

- 1 Accedere a System Control, attivare il metodo di controllo giornaliero (DailyChecks.mth) e visualizzare l'intervallo di massa di 10-50 m/z nella modalità di controllo manuale della finestra del modulo MS.
- 2 Aumentare il flusso del gas di trasporto da 1 mL/min a 2 mL/min.
 - **Se lo ione 28 aumenta o diminuisce**, è probabile che la perdita sia nel GC o nei filtri del gas della linea.
 - **Se il quantitativo di ione 28 rimane stabile**, è probabile che la perdita sia nell'MS.

Se la perdita è nel GC o nei filtri del gas della linea:

Effettuare la manutenzione dell'iniettore e ripetere la verifica utilizzando il metodo di controllo giornaliero. Se la perdita persiste, controllare che non vi siano perdite nel GC.

Se la perdita è nell'MS:

- 1 Controllare che il dado della colonna sia ben fissato.
 - Se il dado della colonna è fissato, impostare l'intervallo di scansione su un valore compreso tra 10 e 100 amu e utilizzare una bomboletta di freon per pulire le varie guarnizioni: dado della colonna, guarnizione O-ring della linea di trasferimento e dell'analizzatore.
 - In mancanza di questo tipo di spray, utilizzare il gas argon. Spruzzare regolarmente piccoli quantitativi di argon sulle guarnizioni e individuare uno ione a 40 amu.
- 2 Se non è ancora chiaro il punto della perdita, collegare l'MS alla linea di trasferimento e ripetere il controllo sull'MS.
 - Se l'MS collegato non perde, collegare il GC e controllare la presenza di perdite sul GC.

Assenza del segnale FC43 (gas di calibrazione)

Eseguire la diagnostica per controllare che non vi sia un problema elettrico. La perdita del segnale può essere determinata:

- Filamenti bruciati
- Gas di calibrazione assente nella fiala
- Consistente perdita d'aria

Perdita del segnale durante l'analisi del campione

I principali motivi MS per la perdita del segnale sono:

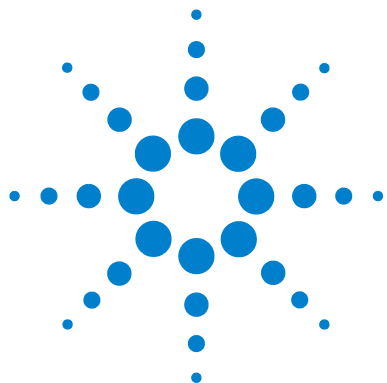
- Elettrodi della trappola sporchi (pulire gli elettrodi)
- Conduttore del gate e conduttore del gate della trappola sporchi (pulire o sostituire i conduttori)
- Residui di anidride carbonica sul forno della trappola, in prossimità dei filamenti
- Distanziali al quarzo rotti (sostituire)

I principali motivi GS per la perdita del segnale sono:

- Ago della siringa inserito
- Stantuffo asciutto o allentato

4 Risoluzione dei problemi di base

- Metodo di iniezione non soddisfacente
- Composti labili o attivi
- Condizioni di analisi non soddisfacenti



5 Manutenzione ordinaria

Manutenzione ordinaria 48



Manutenzione ordinaria

La manutenzione dipende dal carico del campione, dalla matrice e dal controllo di qualità. È possibile che siano necessari intervalli di manutenzione diversi da quelli elencati di seguito. Per ulteriori informazioni, fare riferimento al manuale corrispondente.

Giornaliera

- Effettuare il controllo. Se necessario riempire la fiala di lavaggio a solvente del campionatore automatico.
- Controllare la siringa del campionatore automatico e il numero di corse. Se necessario, sostituire.
- Controllare che non vi siano perdite eseguendo il Segmento #1 (aria/acqua) di DailyChecks.mth.
- Controllare i filtri del gas e la fornitura di gas di trasporto (>250 psi per stadio di pressione elevata del regolatore).
- Controllare che il dado della colonna sia ben fissato alla linea di trasferimento e all'iniettore.

Settimanale

- Regolare il gas di calibrazione ed eseguire tutte le funzioni di calibrazione automatica.
- Utilizzare Daily Checks.mth per controllare il rumore di massa alto.
- Lasciare degassare la trappola ionica per una notte intera o per il weekend.

Mensile

- Eseguire la diagnostica su moltiplicatore, RF e filamenti.
- Controllare i valori di tensione RF e regolari se non sono lineari.

Ogni 2/3 mesi

- Sostituire la colonna se necessario.
- MS 210/220: controllare il colore dell'olio nella pompa principale. Se è scuro o torbido, cambiare l'olio e la cartucce ad olio di paraffina più frequentemente.
- Pulire gli elettrodi della trappola se necessario.
- Sostituire il filamento nel caso sia rotto, non superi il test diagnostico oppure sia poco sensibile.

Annuale

Sostituire l'olio della pompa principale e il filtro di scarico dell'olio.

Variabile

- Riempire il contenitore del gas di calibrazione quando è vuoto.
- Controllare e sostituire il setto dell'iniettore (dopo 50-200 iniezioni, o all'occorrenza).
- Tagliare la colonna (8-30 cm, la frequenza varia a seconda della matrice).
- Eseguire la calibrazione di massa e la calibrazione della funzione trappola se le masse non sono attribuite correttamente.
- Sostituire il moltiplicatore di elettroni se la tensione supera i 2500 V.
- Controllare che i filtri del gas di GC/MS siano puliti. Se necessario, sostituirli.



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

Stampato negli USA, marzo 2011



G1431-94002