

Agilent G1701DA ChemStation per GC/MSD

Guida introduttiva



Agilent Technologies

Informazioni sul documento

© Agilent Technologies, Inc. 2006

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

G1701-94061

Edizione

Giugno 2006

Stampato negli USA

Agilent Technologies, Inc.

5301 Stevens Creek Boulevard

Santa Clara, CA 95052

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.

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 comportare danni al prodotto o la perdita di dati importanti. In presenza della dicitura **ATTENZIONE** interrompere l'attività finché le condizioni indicate non siano 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 Guida rapida di riferimento della ChemStation per GC/MSD

Contenuto della guida 6

Dove trovare informazioni supplementari 7

Le novità di questa revisione 14

Hardware 15

Finestre della ChemStation 18

Attività comuni della ChemStation 27

Messaggi di errore e risoluzione dei problemi 49

2 Introduzione alla quantificazione

Quantificazione 56

Database di quantificazione 59

Esercitazione – Utilizzo di AutoQuant Setup 67

3 Utilizzo di Custom Reports

Custom Reports 82

Creazione di un modello di report 83

Personalizzazione dei report 87

Selezione di celle, righe e colonne 92

Stampa dei report 94

Creazione di un database di report personalizzati 97

Selezione multipla di file di dati 100

Visualizzazione e stampa di grafici 102

Pulsanti della barra degli strumenti di Custom Reports 103

1 Guida rapida di riferimento della ChemStation per GC/MSD

Contenuto della guida 6
Dove trovare informazioni supplementari 7
Le novità di questa revisione 14
Hardware 15
Finestre della ChemStation 18
Attività comuni della ChemStation 27
Messaggi di errore e risoluzione dei problemi 49

Contenuto della guida

Il documento offre una panoramica di tutte le opzioni che compongono il sistema GC/MSD, con lo scopo di introdurre all'utilizzo.

Nelle pagine successive sono disponibili:

- Indicazioni specifiche su dove trovare informazioni supplementari
- Immagini dell'hardware per poterne identificare le parti principali
- Descrizione delle barre degli strumenti presenti nel software della ChemStation per GC/MSD
- Procedure relative alle più comuni operazioni con ChemStation
- Un programma sintetico di manutenzione
- Una breve sezione dedicata a suggerimenti operativi, messaggi di errore e risoluzione dei problemi
- Un resoconto del funzionamento della quantificazione con la ChemStation per GC/MSD abbinato ad una esercitazione per presentare l'utilizzo della pratica funzione AutoQuant
- Una guida rapida sull'uso del software Custom Reports

Per informazioni dettagliate, consultare la Guida in linea, i manuali in formato elettronico e i video disponibili sul CD- o DVD-ROM accluso.

Dove trovare informazioni supplementari





Il sistema viene fornito con un'ampia libreria di materiale di riferimento, che comprende manuali in formato cartaceo, Guida in linea e manuali in formato elettronico su CD- o DVD-ROM.

Ogni componente hardware è accompagnato da un CD- o DVD-ROM contenente sia materiale di riferimento dettagliato che video descrittivi delle comuni operazioni di manutenzione e di risoluzione dei problemi dell'apparecchiatura.

Il materiale di riferimento dell'hardware comprende informazioni dettagliate sui seguenti temi:

- Funzionamento dell'hardware
- Manutenzione dell'hardware
- Risoluzione dei problemi connessi all’hardware



I file della Guida in linea contengono sia istruzioni operative complete sul software che esercitazioni sull'utilizzo del software della ChemStation per GC/MSD (Enhanced, Aromatics in Gasoline, Drug Analysis, Environmental). Sono incluse attività e informazioni di riferimento su:

Data Analysis

- Analisi dei dati
- Comandi e funzioni
- Utilizzo e scrittura di macro
- Glossario dei termini

MSD System Configuration

- Configurazione degli strumenti
- Per configurare una scheda GPIB
- Risoluzione dei problemi di rete
- Comuni informazioni PCS in MSDCHEM.INI

Instrument Control

- Utilizzo di Instrument Control
- Utilizzo dei metodi
- Utilizzo delle sequenze
- Analisi dei dati
- Utilizzo della modalità batch
- Messa a punto (calibrazione) dell'MSD
- Risoluzione dei problemi dell'MSD
- Secure Control
- Report Manager
- Comandi e funzioni
- Utilizzo e scrittura di macro
- Glossario dei termini



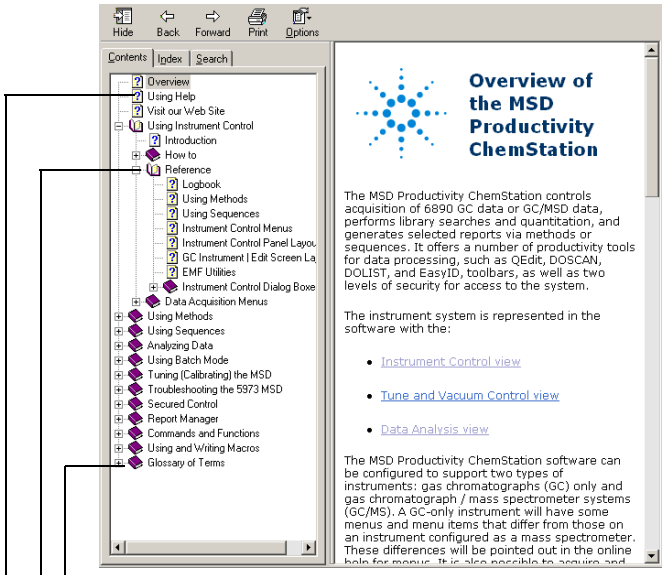
L'intento della documentazione stampata è quello di rendere l'utente immediatamente operativo. Essa comprende:

- Guida introduttiva alla ChemStation per GC/MSD (questo documento)
- Lista di controllo per la preparazione del laboratorio
- Lista di controllo per l'installazione hardware
- Manuale operativo hardware
- Guida introduttiva a Drug Analysis

Utilizzo della Guida in linea

La Guida in linea fornisce informazioni ed esercitazioni sul controllo dello strumento, sull'acquisizione e sull'analisi dei dati, sui metodi, sulla gestione delle sequenze, sulla calibrazione, sulla risoluzione dei problemi e sulle modalità di utilizzo dei comandi e delle variabili di sistema.

Per accedere alla Guida in linea, scegliere gli argomenti dell'**Help** dal menu Help in qualsiasi finestra oppure fare clic su Help in qualsiasi finestra di dialogo.



Icone della Guida



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

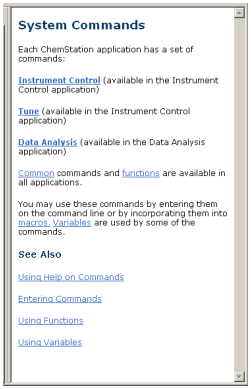


Indica che un documento della Guida è aperto. Per chiudere un documento aperto, selezionarlo, quindi fare doppio clic.

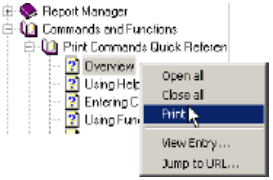


Indica un argomento della Guida. Per passare a un documento della Guida, selezionarlo, quindi fare doppio clic.

Voce	Descrizione
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).
Index	Consente di cercare un determinato argomento nell'indice della guida utilizzando delle parole chiave.
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.
Options	Consente di modificare opzioni della Guida come, ad esempio, la visualizzazione delle schede.



Per stampare un singolo argomento della Guida:



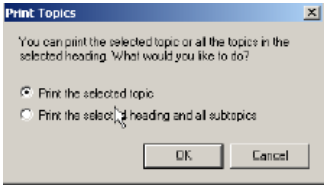
1 Selezionare l'argomento da stampare (ad esempio, **Overview**).

2 Fare clic destro con il mouse e scegliere **Print**...

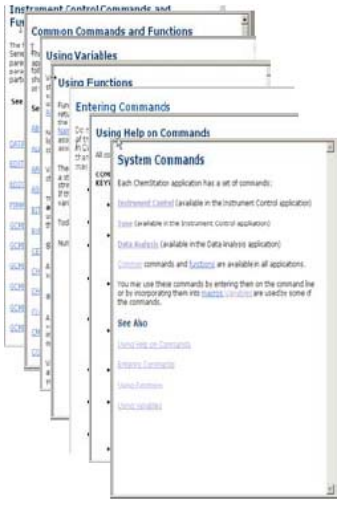
3 Scegliere **Print the selected topic** e fare clic su **OK**.

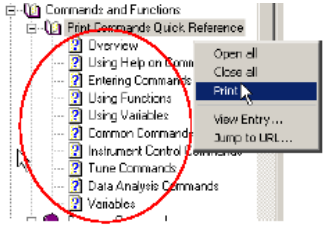
4 Controllare la stampante selezionata e fare clic su **Print**.

5 Saranno stampate le informazioni sul singolo argomento, mentre saranno tralasciati gli argomenti correlati.



Per stampare tutti gli argomenti riuniti sotto un'unica intestazione:





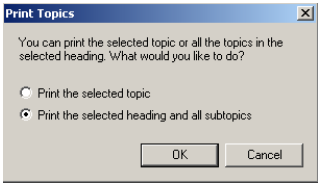
1 Selezionare l'argomento da stampare (ad esempio, **Print Commands Quick Reference**).

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 **Print Commands Quick Reference** risulterebbe un documento di 26 pagine.



NOTA

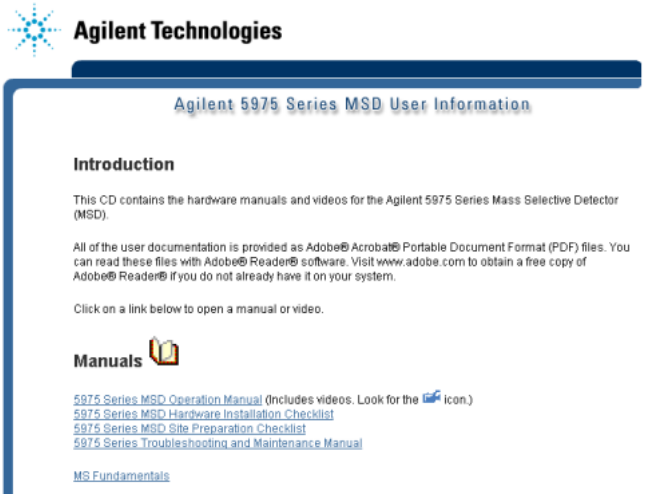
Quando si sceglie **Print all topics**, si ottiene la copia di tutti gli argomenti che si riferiscono alla stessa intestazione, anche se il cursore è posizionato su un solo argomento (ad esempio, **Tune Commands**).

Manuali per l'hardware su CD-ROM o DVD-ROM

Ogni componente hardware è accompagnato da un CD- o DVD-ROM contenente sia materiale di riferimento che video descrittivi delle comuni operazioni di manutenzione e di risoluzione dei problemi dell'apparecchiatura.

Utilizzo dei manuali su CD- o DVD-ROM

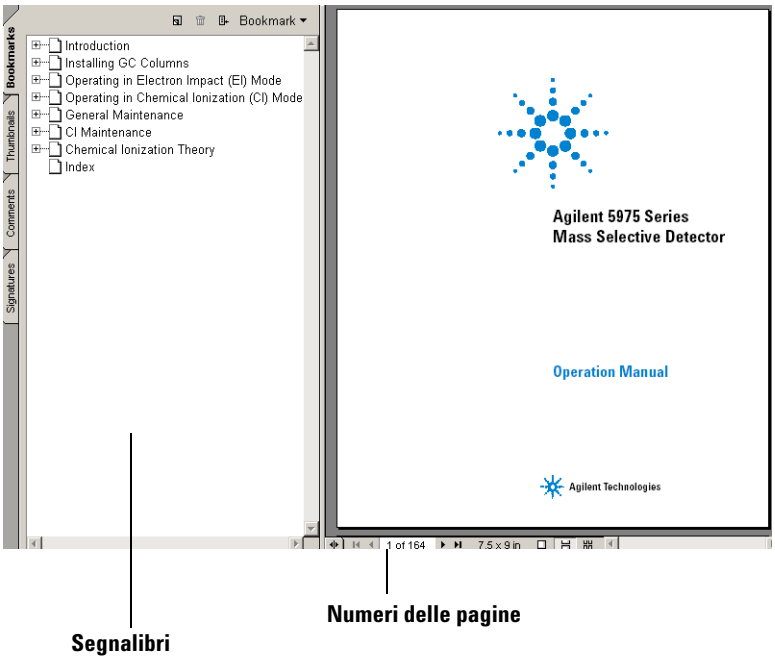
1. I manuali sul CD- o DVD-ROM sono in formato PDF (Adobe Acrobat). I video sono incorporati nei manuali PDF e possono richiedere QuickTime. Possono anche essere visualizzati direttamente dal CD- o DVD-ROM con Microsoft Media Player.
   - Nel caso in cui il programma Adobe Acrobat Reader non sia in dotazione, è possibile scaricarlo gratuitamente dal sito Adobe.com.
   - È gratuita anche la copia di QuickTime, disponibile sul sito Apple.com/quicktime.
2. Inserire il CD- o DVD-ROM nell'unità disco. Sarà automaticamente visualizzato un menu introduttivo che elenca tutti i documenti presenti nel CD- o DVD-ROM, simile al seguente:



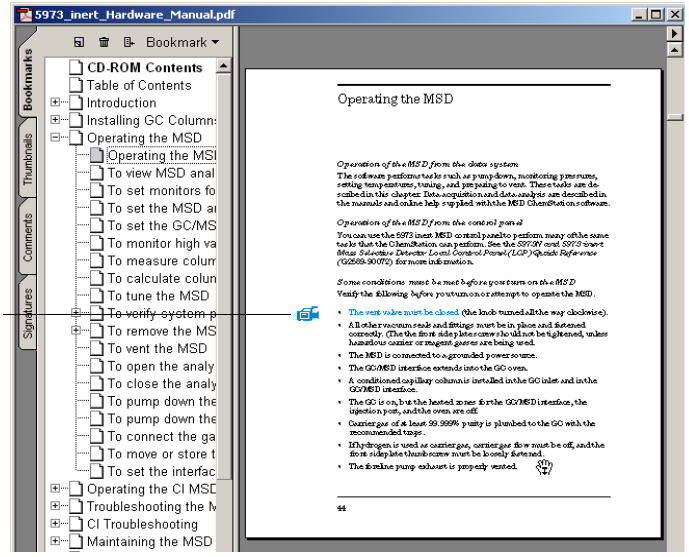
Esempio di menu introduttivo su un CD- o DVD-ROM di informazioni per l'utente



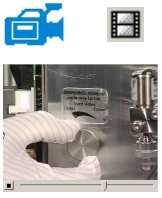
3 Spostare il cursore sui documenti nell'elenco. Quando il cursore si trasforma in icona a forma di **mano**, fare clic col pulsante sinistro del mouse per scegliere il documento. Saranno visualizzati la prima pagina del documento e i segnalibri.



4 Facendo clic su qualsiasi **segnalibro** nella colonna sinistra (ad esempio **Operating the MSD**) sarà visualizzata la pagina corrispondente.



Icona video



5 L'icona **video** identifica le sezioni che contengono video. Fare clic sull'icona per vedere come eseguire la procedura di manutenzione. Avviare il video clip facendo clic sul pulsante sinistro del mouse. Al termine, il video si arresterà automaticamente. Può essere interrotto in qualsiasi momento premendoil tasto [Escape].

1 **Vent the MSD. See page 64.**

6 Quando il cursore viene spostato su un riferimento incrociato assume la forma di una mano di selezione, a segnalare che il testo è collegato elettronicamente alla pagina indicata. Fare clic sul riferimento incrociato per saltare alla pagina indicata. Fare clic destro per *ritornare* alla pagina precedente.



7 Le pagine possono essere stampate singolarmente oppure a gruppi. Scegliere **Print**, quindi specificare la pagina o le pagine da stampare, utilizzando i numeri delle pagine visualizzate nella parte inferiore dello schermo.

Le novità di questa revisione

Per visualizzare la descrizione di tutti gli aggiornamenti apportati a questa versione del software, è possibile procedere in due modi:

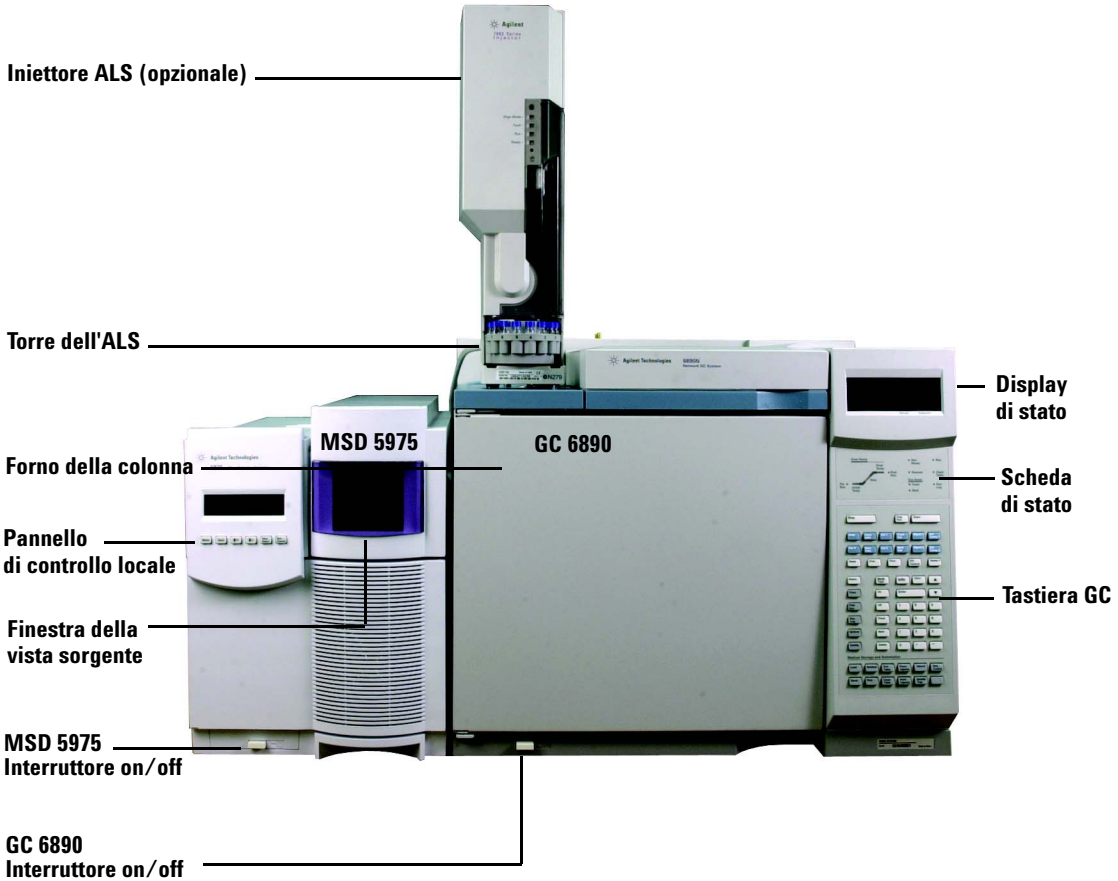
- Nel corso della configurazione iniziale, scegliere “Yes” quando appare la richiesta “Do you want to view the Readme file now”.
- All'interno delle finestre Data Analysis o Instrument Control scegliere **Help/View Revisions Readme File**.

In una finestra popup sarà visualizzato un file di testo. Il testo potrà essere scorso e letto in linea, essere oggetto di qualche ricerca oppure copiato, a piacere.

Al termine, scegliere **File/Exit** per tornare all'applicazione.

Hardware

MSD serie 5975 con GC 6890

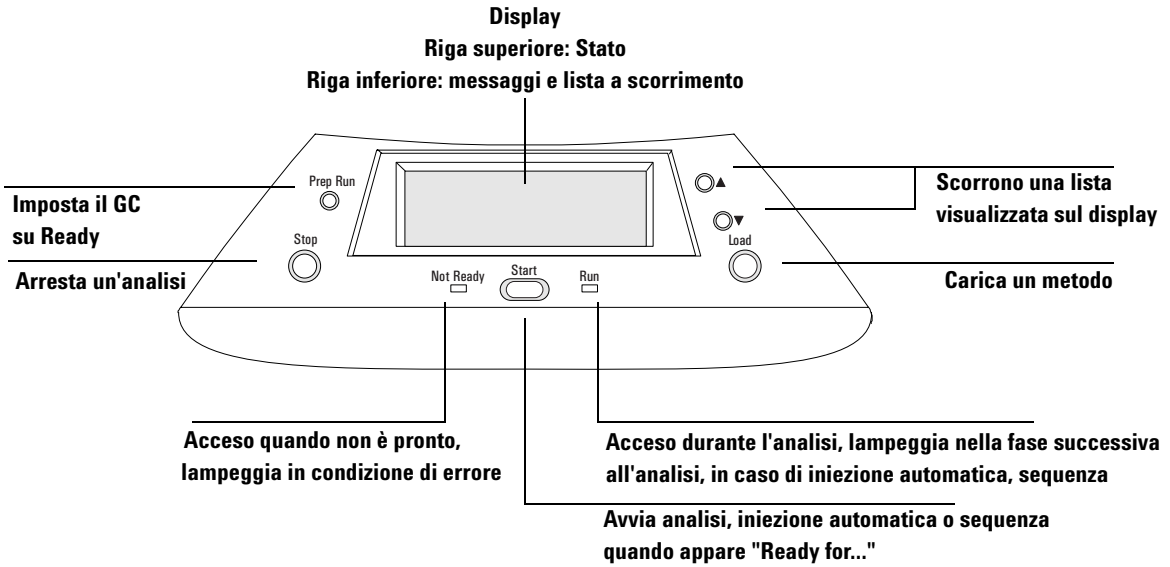


Tastiera e display del GC 6850

Il software della ChemStation per GC/MSD assicura il controllo strumentale del GC 6850, consentendo di programmare lo strumento via software invece che con la tastiera del GC. In alcuni casi, tuttavia, l'utilizzo della tastiera risulta più rapido per eseguire determinate operazioni.

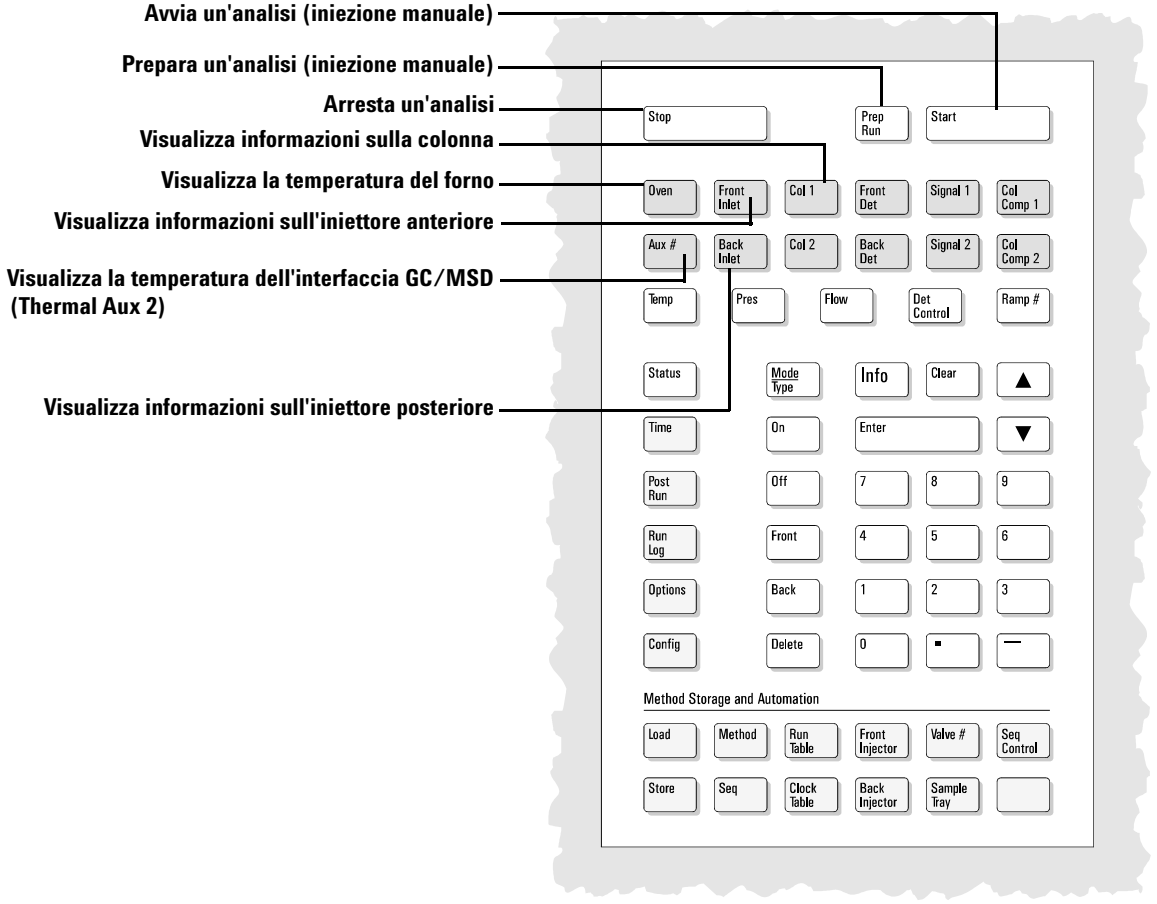
A seconda della configurazione definita dal modulo di controllo o dalla ChemStation per GC/MSD, nel corso di un'analisi il display a scorrimento può mostrare:

- Temperatura del forno
- Pressione dell'iniettore
- Velocità di flusso della colonna
- Segnale originale del rivelatore
- Messaggi
- Informazioni sulle sequenze
- Durata dell'analisi



Tastiera del GC 6890

Il software della ChemStation per GC/MSD assicura il controllo strumentale del GC 6890, consentendo di programmare lo strumento via software invece che con la tastiera del GC. In alcuni casi, tuttavia, l'utilizzo della tastiera risulta più rapido per eseguire determinate operazioni.

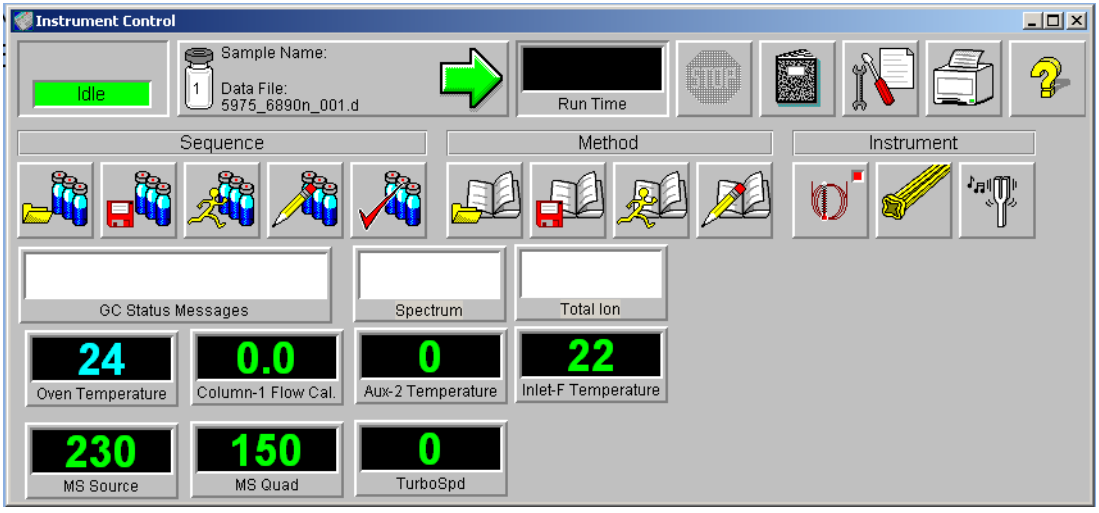


Finestre della ChemStation

Finestra Instrument Control

La finestra Instrument Control, che viene visualizzata all'avvio della ChemStation per GC/MSD, consente di impostare e monitorare i parametri dello strumento. Se ci si trova in un'altra finestra, scegliere **View/Instrument Control** per impostare il sistema per l'acquisizione dei dati.

NOTA Per ulteriori informazioni su menu, pulsanti e finestre utilizzati nel software, consultare la Guida in linea.

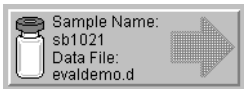




Indicatore dello stato di acquisizione
Visualizza lo stato dell'analisi in corso.



Run Time
Visualizza il tempo che manca al termine dell'analisi.



Start Run
Visualizza il nome del campione e il file di dati pronti per l'analisi.



Stop
Il simbolo di arresto è rosso quando è in corso un'analisi e grigio quando non vi sono analisi in corso. Utilizzare il pulsante per arrestare il sistema in modalità PreRun, Run o PostRun. Se il sistema è in modalità Run, passerà a PostRun. Se il sistema è in modalità PostRun, passerà ad Idle.



Logbook
Visualizza il menu popup del logbook (registro elettronico).



Maintenance Due
Visualizza la finestra di dialogo Select early maintenance feedback (EMF).



Print
Visualizza una finestra di dialogo da cui è possibile stampare il registro della sequenza, la sequenza corrente, i parametri dello strumento, i parametri e i parametri dettagliati di Data Analysis.



Help
Visualizza la Guida della finestra Instrument Control consentendo di accedere anche agli altri argomenti.



Load Sequence
Apre la finestra di dialogo Load Sequence.



Save Sequence
Apre la finestra di dialogo Save Sequence.



Run Sequence
Apre la finestra di dialogo Start Sequence.



Edit Sequence
Apre la finestra di dialogo Sample Log Table.



Simulate Sequence
Esegue il test di una sequenza.



Load Method
Apre la finestra di dialogo Load Method.



Save Method
Salva il metodo corrente.



Run Method
Apre la finestra di dialogo Start Run.



Edit Method
Consente di modificare il metodo corrente.



GC Parameters
Consente di modificare i parametri e i monitor del GC.



MS Parameters
Consente di modificare i parametri e i monitor di acquisizione MS.



Tune Parameters
Consente di calibrare l'MSD.

Finestra Data Analysis

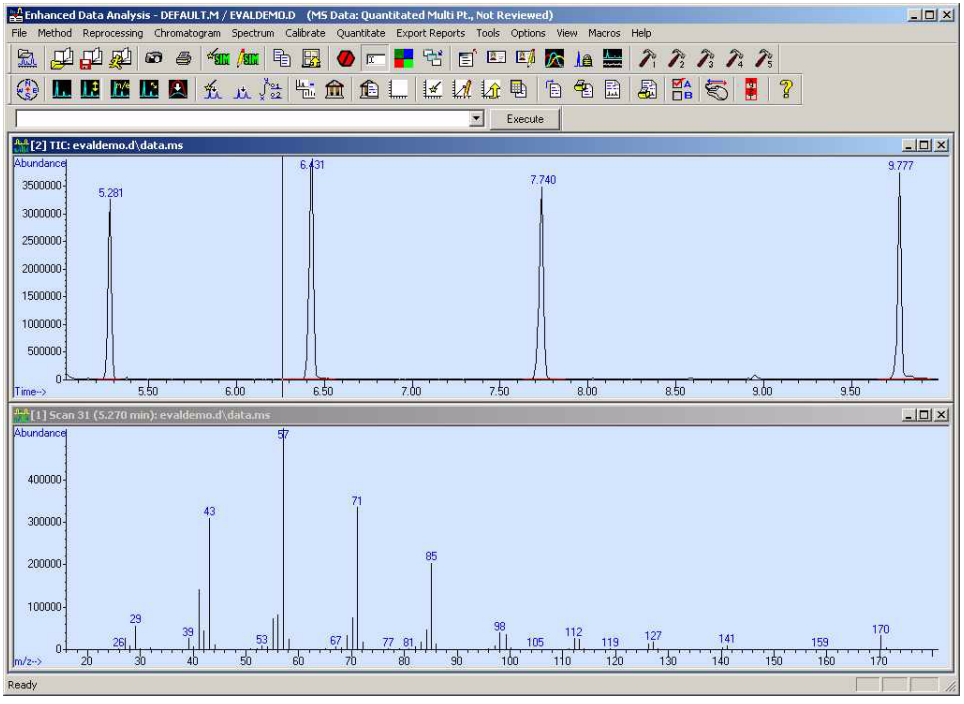
La finestra Data Analysis viene visualizzata all'avvio di una sessione di analisi dei dati oppure scegliendo **View/Data Analysis (offline)** da una finestra di Instrument Control. Utilizzare la finestra Data Analysis per eseguire le seguenti attività:

- Impostazione dei parametri di integrazione
- Calibrazione di un metodo
- Quantificazione dei dati
- Personalizzazione e stampa dei report

La finestra Data Analysis contiene anche diversi strumenti per la produttività quali QEdit, DOSCAN, DOLIST, EasyID e le barre degli strumenti. Inoltre, è disponibile un'esercitazione all'utilizzo della quantificazione.

NOTA

Per ulteriori informazioni su menu, pulsanti e finestre utilizzati nel software, consultare la Guida in linea.



Pulsanti della barra degli strumenti di Data Analysis



Load Data File
Carica il file di dati selezionato (.D) e visualizza il cromatogramma totale degli ioni (TIC) relativo al file.



Load Method
Consente di scegliere un file di metodo (*.M) da caricare dalla struttura di una directory.



Save Method
Salva qualsiasi modifica apportata al metodo corrente.



Run Method
Porta a termine solo la parte di analisi dei dati del metodo corrente. È necessario scegliere un nome per il file di output da stampare. Il file di output specifica il nome del file in cui viene memorizzato il documento. Il documento è memorizzato in un formato leggibile dalla stampante, non dal programma che si utilizza per stampare.



Snapshot
Visualizza i dati acquisiti fino al momento di attivazione dello snapshot. Questa funzione non è disponibile per dati solo GC.



Print
Consente di stampare la finestra, il TIC, lo spettro o il metodo corrente selezionati.



Generate AutoSIM Method
Apre la finestra di dialogo AutoSIM Setup.



Edit SIM Parameters
Consente di modificare i parametri SIM nella SIM Group Table.



Copy
Consente di copiare la finestra selezionata negli Appunti.



Reset Windows
Dispone le finestre grafiche nella posizione predefinita.



Abort
Interrompe un comando o una macro.



Command Line
Attiva/disattiva la visualizzazione delle riga di comando.



Edit Colors
Consente di regolare i colori dei diversi elementi visualizzati in Data Analysis.



Iconize/Restore Graphics
Consente di ridurre a icona o di ingrandire le finestre grafiche visualizzate.



Close Screen Reports
Chiude qualsiasi report visualizzato.



EasyID
Consente di aggiornare i tempi di ritenzione previsti e i rapporti ionici dei dati MS in un database di quantificazione esistente in base a un singolo composto.



QEdit
Consente di rivedere e modificare i risultati della quantificazione dopo che un file di dati è stato quantificato.



Peak Purity
Consente di rilevare i picchi che si sovrappongono (picchi di più componenti) nel cromatogramma (solo GC/MS).



Retention Time Lock
Accede alla finestra RTLock Setup da utilizzare per le attività di blocco del tempo di ritenzione.



Signal-to-Noise
Consente di eseguire il controllo del rapporto segnale/rumore e quindi di visualizzare o stampare il report.



CUSTOM TOOL 1
Consente di eseguire una macro creata dall'utente. È necessario prima creare la macro e poi denominarla CUSTOMTOOL1. Per la creazione e l'utilizzo di macro e per i comandi di Data Analysis, consultare la Guida in linea.



CUSTOM TOOL 2
Consente di eseguire una macro creata dall'utente. È necessario prima creare la macro e poi denominarla CUSTOMTOOL2. Per la creazione e l'utilizzo di macro e per i comandi di Data Analysis, consultare la Guida in linea.



CUSTOM TOOL 3
Consente di eseguire una macro creata dall'utente. È necessario prima creare la macro e poi denominarla CUSTOMTOOL3. Per la creazione e l'utilizzo di macro e per i comandi di Data Analysis, consultare la Guida in linea.



CUSTOM TOOL 4
Consente di eseguire una macro creata dall'utente. È necessario prima creare la macro e poi denominarla CUSTOMTOOL4. Per la creazione e l'utilizzo di macro e per i comandi di Data Analysis, consultare la Guida in linea.



CUSTOM TOOL 5
Consente di eseguire una macro creata dall'utente. È necessario prima creare la macro e poi denominarla CUSTOMTOOL5. Per la creazione e l'utilizzo di macro e per i comandi di Data Analysis, consultare la Guida in linea.



Hide/Show Navigation
Mostra o nasconde il riquadro Explorer.



Draw Chromatogram
Ridisegna il cromatogramma originale del file di dati corrente senza etichette o contrassegni di integrazione.



Scale Chromatogram
Adegua il cromatogramma selezionato in base alla scala specificata.



Ion Chromatograms
Estrae e visualizza i cromatogrammi degli ioni estratti (EIC) dal cromatogramma totale degli ioni (TIC) del file di dati corrente (solo GC/MS).



Merged Format
Fa in modo che gli EIC siano visualizzati uno sull'altro (solo GC/MS).



Overlay Chromatograms
Consente di selezionare più cromatogrammi da visualizzare sovrapposti.



AutoIntegrate
Cerca di individuare i migliori parametri di integrazione per il cromatogramma corrente e quindi lo integra. Questa operazione non è consentita se in quel momento l'integratore RTE è impostato nel metodo.



Integrate
Integra il cromatogramma corrente utilizzando l'insieme di parametri per l'integratore corrente.



Integration Parameters
Apre una finestra di dialogo per modificare i parametri o gli eventi dell'integratore.



Subtract
Sottrae uno spettro da un altro e visualizza la differenza.



Select Library
Visualizza la finestra di dialogo Library Search Parameters in cui è possibile selezionare le librerie che saranno utilizzate per le ricerche PBM dello spettro correntemente selezionato.



Library Search Report
Integra il TIC corrente, ricerca le corrispondenze di ciascun picco nella libreria corrente e genera un report.



Set Up Quant
Consente di impostare un database di quantificazione specificando i valori globali del database di quantificazione ed immettendo i composti nel database.



AutoQuant
Offre un modo semiautomatico di creare un database di quantificazione.



Edit Compounds
Consente di rivedere e modificare le informazioni nel database di quantificazione composto per composto.



Update Calibration
Consente di aggiungere, eliminare o aggiornare un livello di calibrazione nel database di quantificazione corrente.



Calculate Quant Report
Quantifica il file corrente e genera un report di quantificazione.



Generate Report
Genera un report di quantificazione relativo a un file che è già stato quantificato.



Print Quant Report
Stampa il report di quantificazione.



Custom Reports
Avvia il software Custom Reports Se il metodo corrente non è associato a nessun database di quantificazione o se non è stato caricato nessun file di dati, verrà richiesto se si desidera utilizzare i valori predefiniti.



Print Custom Report
Stampa il modello di report personalizzato specificato dal metodo, utilizzando il file di dati corrente.



Data Analysis Options
Apre la finestra di dialogo Select DA Options.



Switch Data Analysis Mouse Actions
Attiva/disattiva la funzionalità del pulsante destro del mouse dalle consuete operazioni alle nuove opzioni del menu associato al pulsante destro.



Show/Hide Stack (Variable Watch)
Consente di scegliere se mostrare o nascondere la finestra che aggiorna sullo stato delle variabili.



Online Help
Visualizza la guida in linea della ChemStation per GC/MSD.

Attività comuni della ChemStation

Procedura di messa a vuoto (avviamento) dell'MSD

1 Prima di avviare la procedura di messa a vuoto del sistema accertarsi che siano rispettate tutte le seguenti condizioni:

- ❒ La valvola di ventilazione è chiusa (la manopola è ruotata fino in fondo in senso orario).
- ❒ Tutte le altre guarnizioni e tubazioni del sistema di vuoto si trovano in posizione e sono adeguatamente strette. La vite frontale della piastra laterale *non deve essere stretta.*
- ❒ L'MSD è collegato a una sorgente di alimentazione dotata di messa a terra.
- ❒ L'interfaccia GC/MSD si estende fino all'interno del forno del GC.
- ❒ Nell'iniettore del GC e nell'interfaccia GC/MSD è installata una colonna capillare condizionata.
- ❒ Il GC è acceso, ma le zone riscaldate dell'interfaccia GC/MSD, della porta di iniezione e del forno sono spente.
- ❒ Utilizzando speciali trappole, nel GC viene introdotto un gas di trasporto con una purezza non inferiore al 99,999%.
- ❒ Se il gas di trasporto è l'idrogeno, il suo flusso è chiuso e la vite frontale della piastra laterale è allentata.
- ❒ L'uscita della pompa principale è adeguatamente ventilata.

AVVERTENZA **Controllare che l'MSD soddisfi TUTTE le condizioni sopra elencate. In caso contrario, si corre il pericolo di lesioni personali.**

2 Selezionare **View/Tune and Vacuum Control**.

3 Selezionare **Vacuum/Pump Down**.

4 Alla richiesta del sistema, accendere l'MSD.

5 Esercitare una leggera pressione sulla piastra laterale per verificarne la tenuta.

6 Caricare il menu Instrument Control.

7 Esercitare una leggera pressione sulla scheda laterale per verificare che sia correttamente sigillata.

La pompa principale gorgoglierà per circa un minuto. Se il rumore persiste, significa che nel sistema vi è una *grossa* fuoriuscita d'aria, probabilmente dalla guarnizione della piastra laterale, dal dado della colonna sull'interfaccia o dalla valvola di ventilazione.

8 Dopo aver stabilito la comunicazione con il PC, fare clic su **OK**. Entro 10 - 15 minuti la pompa a diffusione dovrebbe essere calda o la pompa turbo raggiungere l'80% della velocità. La pompa turbo dovrebbe infine raggiungere almeno il 95% della velocità massima.

ATTENZIONE Se queste condizioni non sono soddisfatte, la pompa principale sarà disattivata e sarà necessario spegnere e riaccendere l'MSD. Se la procedura di messa a vuoto dell'MSD non avviene correttamente, consultare la Guida in linea per informazioni sulla risoluzione dei problemi connessi alle fuoriuscite d'aria e altri problemi riguardanti il vuoto.

9 Alla richiesta del sistema, accendere il riscaldatore dell'interfaccia GC/MSD e il forno del GC. Al termine, fare clic su **OK**. Il software attiverà i riscaldatori della sorgente ionica e del filtro di massa (quad). I valori di regolazione della temperatura sono memorizzati nel file di autocalibrazione (*.u) attualmente impostato.

ATTENZIONE Non attivare nessuna delle zone riscaldate del GC finchè il flusso del gas di trasporto non è attivato. Riscaldando una colonna senza il flusso del gas di trasporto la si danneggia.

10 Dopo aver visualizzato il messaggio **Ok to run**, lasciar trascorrere 2 ore affinché l'MSD raggiunga l'equilibrio termico.

ATTENZIONE I dati acquisiti prima che l'MSD abbia raggiunto l'equilibrio termico potrebbero non essere riproducibili.

ATTENZIONE Se si utilizza un gas tossico, ad esempio ammoniaca, stringere le viti della piastra laterale dell'MSD. Se si stringono queste viti prima che il sistema sia stato messo a vuoto si possono danneggiare le guarnizioni e causare delle fuoriuscite.

Procedura di ventilazione (spegnimento) dell'MSD

1. Se il sistema MSD serie 5975 è dotato di un controller del misuratore di vuoto, selezionare **Vacuum/Turn Vacuum Gauge on/off** dalla finestra Tune and Vacuum Control Per l'MSD serie 5973 accertarsi che il controller esterno del misuratore di ioni sia disattivato.
2. Spegnere il misuratore.
3. Prima di ventilare un MSD CI serie 5973 premere [Gas Off]. L'operazione disattiva il flusso del gas reagente e chiude la valvola di isolamento.

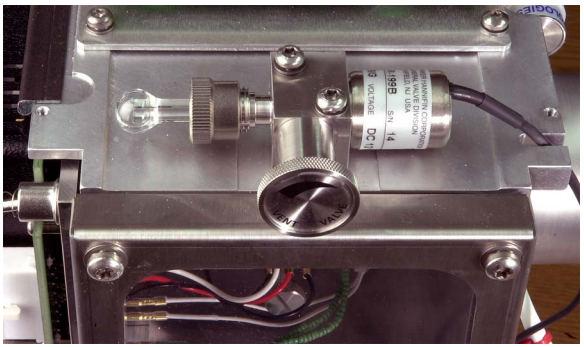
AVVERTENZA **In un MSD CI 5973, la spia Gas Off deve essere accesa quando l'MSD è in fase di ventilazione.**

4. Nella finestra Tune and Vacuum Control, selezionare **Menu Vacuum/Vent**. Seguire le istruzioni visualizzate.

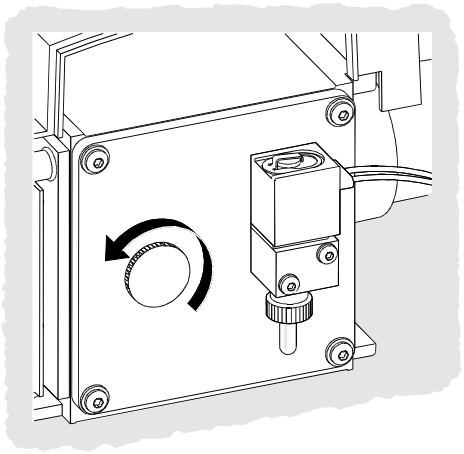
AVVERTENZA **Se si utilizza l'idrogeno come gas di trasporto, prima di spegnere l'MSD occorre chiudere il flusso del gas di trasporto. Se la pompa principale è spenta, l'idrogeno si accumulerà nell'MSD e potrà provocare un'esplosione. Prima di utilizzare l'MSD con l'idrogeno come gas di trasporto leggere il manuale Sicurezza dell'idrogeno (G3170-90010).**

ATTENZIONE Prima di chiudere il flusso del gas di trasporto, assicurarsi che il forno del GC e l'interfaccia GC/MSD siano freddi.

5. Alla richiesta del sistema, spegnere l'interruttore di alimentazione dell'MSD.
6. Scollegare il cavo di alimentazione dell'MSD.
7. Rimuovere il coperchio dell'analizzatore (serie 5973) o il coperchio della finestra della vista sorgente (serie 5975).
8. Ruotare la manopola della valvola di ventilazione in senso antiorario solo per ¾ di giro o finché non si sente il sibilo dell'aria che fluisce nella camera dell'analizzatore.



Valvola di ventilazione (5975)



Valvola di ventilazione (5973)

ATTENZIONE Non ruotare troppo la manopola, perché la guarnizione O-ring potrebbe uscire dalla propria sede. Prima di eseguire la procedura di messa a vuoto stringere nuovamente la manopola.

AVVERTENZA **Lasciare che l'analizzatore si raffreddi fino a raggiungere quasi la temperatura ambiente prima di toccarlo.**

ATTENZIONE Indossare sempre i guanti puliti in dotazione nel maneggiare qualsiasi parte che vada all'interno della camera dell'analizzatore.

Procedura di calibrazione dell'MSD

Per garantire prestazioni ottimali dell'MSD è necessario eseguire periodicamente una calibrazione. La calibrazione è consiste nella regolazione dei parametri dell'MSD in modo che lo strumento soddisfi determinati criteri prestazionali. La frequenza con cui eseguire la calibrazione dipende dal numero e dal tipo di campioni analizzati e dalle condizioni complessive del sistema.

NOTA L'MSD con deve essere sempre calibrato mantenendo invariati la temperatura del forno e il flusso della colonna del GC nonché la temperatura dell'analizzatore rispetto ai valori che si utilizzeranno per l'acquisizione dei dati.

Conservare i report di calibrazione per poterli eventualmente confrontare in seguito.

Per calibrare l'MSD

Nella finestra Instrument Control:

1 Selezionare l'icona **Tune Parameters** (visualizza solo i primi due menu elencati nella fase 2) oppure **View/Tune and Vacuum Control**.



2 Selezionare dal menu Tune una delle seguenti voci, a seconda delle prestazioni dello strumento richieste dall'applicazione.

- **Tune MSD**
  Produce la massima sensibilità sull'intero intervallo di scansione.
- **QuickTune**
  Regola l'ampiezza del picco, l'asse di massa e l'abbondanza senza modificare i parametri della sorgente ionica.
- **Autotune (Atune.U)**
  Produce la massima risposta sull'intero intervallo di scansione.
- **Low Mass Autotune (Lomass.U)**
  Esegue una calibrazione per l'intervallo di massa basso.

- **Standard Spectra Tune (Stune.U)**
  Produce una risposta standard sull'intero intervallo di scansione. Questa opzione può ridurre la sensibilità.
- **DFTPP Tune (DFTPP.U)**
  Esegue la calibrazione specificamente per il metodo EPA 625.
- **BFB Tune (BFB.U)**
  Esegue la calibrazione specificamente per il metodo EPA 624.
- **Tune Wizard...**
  Visualizza una serie di finestre di dialogo che consentono di impostare gli obiettivi di abbondanza e di regolare i criteri di calibrazione. Si utilizza per la calibrazione target.
- **Air and Water Check**
  Genera una misurazione e un report standardizzati dei livelli di aria (azoto *m/z* 28) e di acqua del sistema (*m/z* 18) relativi a PFTBA massa 69. Utilizzare questa opzione per controllare eventuali fuoriuscite. L'abbondanza di *m/z* 28 dovrebbe essere inferiore a quella di *m/z* 18 ed ognuna dovrebbe essere inferiore al 5% di *m/z* 69.
- **Tune Evaluation**
  Valuta il file di calibrazione corrente.

3 Esaminare il report sulla calibrazione.

4 Per visualizzare la cronologia dei risultati di calibrazione, selezionare **File/View Tunes**.

Per utilizzare la procedura di calibrazione manuale

La calibrazione manuale consente di impostare in modo interattivo i parametri dell'MSD, come le tensioni delle lenti e le masse di calibrazione, su valori che soddisfino le necessità di una determinata analisi. Spesso consente di ottenere una sensibilità maggiore rispetto a quella garantita dall'autocalibrazione.

La calibrazione manuale consente di creare una rampa dei parametri individuali e di specificare la gamma e le dimensioni del passo della rampa. I risultati della rampa sono visualizzati insieme al valore ottimale del parametro che è chiaramente contrassegnato sul tracciato.

Con la calibrazione manuale è possibile acquisire due tipi di dati: scansioni del profilo (traccia l'abbondanza e la forma del picco delle masse di calibrazione) e scansioni dello spettro (verifica la risposta del tracciato nell'intero intervallo di massa).

Per ulteriori informazioni sulla calibrazione manuale, consultare la Guida in linea.

Acquisizione dei dati

Per impostare il GC per l'utilizzo con l'MSD

Nella finestra Instrument Control:

1. Selezionare **Inlet/Injection Types** dal menu Instrument. Selezionare il tipo di iniezione appropriato e contrassegnare la casella di controllo **Use MS**. Fare clic su **OK**.
2. Selezionare **Edit GC Parameters** dal menu Instrument.
3. Fare clic su **Aux**. Verificare che si stia utilizzando il canale ausiliario 2, che il riscaldatore sia acceso e impostato sulla temperatura desiderata e che in Type sia selezionato *MSD*.
4. Fare clic su **Columns**. Assicurarsi che il rivelatore sia l'*MSD* e che sia selezionato *Vacuum* per Outlet psi. Fare clic su **OK**.

Per iniettare un campione con il campionatore automatico

Nella finestra Instrument Control:

1. Collocare la fiala contenente il campione nel vassoio del campionatore automatico.
2. Fare clic sull'icona **Run Method** o selezionare **Method/Run Method**.
3. Quando viene visualizzata la finestra Start Run, specificare le informazioni sul campione:
   - ❒ Specificare un percorso dati univoco per il campione.
   - ❒ Specificare un nome univoco per il file di dati.
   - ❒ Immettere il numero di posizione della fiala del campione nel campo **Vial**.
   - ❒ (Opzionale) Compilare i campi **Operator Name**, **Sample Name** e **Misc Info** per documentare l'iniezione.

- ❒ Assicurarsi che l'opzione *Data Acquisition* sia selezionata. Selezionare l'opzione **Data Analysis** per generare i report specificati nel metodo.

4 Fare clic su **Run Method** per avviare l'analisi.

ATTENZIONE *Non* utilizzare il pulsante **Start** del GC per avviare un'analisi con il campionatore automatico.

Per iniettare un campione manualmente

Nella finestra Instrument Control:

1 Selezionare **Inlet/Injection Types**dal menu Instrument.

2 Selezionare **Manual** come tipo di iniezione nella finestra di dialogo Inlet e Injection Parameters.

3 Premere [Prep Run] sulla tastiera del GC. In questo modo si annulla il flusso di risparmio del gas, si porta il flusso in ingresso al valore di regolazione impostato e si chiude la valvola di spurgo (solo per gli iniettori splitless).

4 Selezionare **Method/Run Method**.

5 Quando viene visualizzata la finestra Start Run, specificare le informazioni sul campione come indicato di seguito:

- ❒ Specificare un percorso dati univoco per il campione.
- ❒ Specificare un nome univoco per il file di dati.
- ❒ (Opzionale) Compilare i campi **Operator Name**, **Sample Name** e **Misc Info** per documentare l'iniezione.
- ❒ Assicurarsi che l'opzione *Data Acquisition* sia selezionata.
- ❒ (Opzionale) Selezionare l'opzione **Data Analysis** per generare i report specificati nel metodo.

6 Fare clic su **Run Method** per avviare l'analisi. Se le temperature sono stabili, verrà visualizzata la finestra Prepare To Inject. In caso contrario, verrà visualizzato il messaggio **Waiting for GC ready**.

7 Quando le temperature del GC si sono stabilizzate (GC 6890 - la spia Pre Run sul GC è fissa; GC 6850 - la spia Not Ready è spenta), iniettare il campione e premere [Start] sul GC.

ATTENZIONE Non eseguire l'iniezione prima che il GC sia pronto, poiché si otterrebbero risultati incoerenti.

Modifica dell'intero metodo

Nella vista Instrument Control, selezionare **Method/Edit Entire Method**. La finestra di dialogo Edit Method consente di selezionare quali parti del metodo modificare:

- Method Information
- Instrument/Acquisition – Saranno visualizzate tutte le relative finestre di dialogo GC ed MS per consentire l'immissione dei dati
- Data Analysis

Facendo clic su **OK**, le finestre di dialogo per le sezioni selezionate saranno visualizzate in sequenza per essere modificate.

Alla richiesta del sistema di salvare il metodo è possibile assegnare al metodo un nuovo nome, se si desidera. Se è stato specificato come tipo di repor un modello di report personalizzato, il sistema richiederà se si desidera salvare una copia del report generato con il file di dati.

Impostazione di una sequenza

La finestra di dialogo Sample Log Table consente di impostare una sequenza. Ciascuna linea della tabella Sample Log Table contiene informazioni per l'analisi di un campione (una fiala, per un ALS).

1. Se la finestra Sample Log Table non è già aperta, selezionare **Sequence / Edit Sequence** oppure fare clic sul pulsante **Edit Sequence** in Instrument Control.
2. Fare clic su una riga vuota della tabella, quindi fare clic sulla freccia nella casella denominata **Type** e selezionare il tipo di campione da analizzare.
3. Utilizzare il tasto Tab o il mouse per spostarsi sulla casella **Vial** e immettere il numero della fiala.
4. Spostarsi su **Method** ed immettere il nome del metodo da utilizzare per il campione corrente (per un elenco dei metodi fare clic sul pulsante **?** in questo campo).
5. Fornire il nome del file di dati in **Data File**, un nome per il campione in **Sample** eventuali commenti in **Comment** e il nome del codice a barre in **Expected Barcode**.
6. Spostarsi in qualsiasi altro campo attinente al campione.

NOTA I campi visualizzati dipendono dal tipo di campione selezionato in **Type**.

7. Al termine, fare clic su **OK**.

Per aggiungere i contenuti di un'altra sequenza alla fine della sequenza corrente, selezionare **Sequence/Additional Sequence Options...** e scegliere **Append Sequence**.

Analisi dei MS

È possibile caricare un file di dati dal **Navigation panel** o selezionando **Load Data File** nella finestra Data Analysis.

Per caricare un file di dati

Per caricare il file di dati in Data Analysis:

1 Selezionare l'icona **Load Data File** oppure la voce **Load Data File** dal menu File.



2 Selezionare un file di dati (fare doppio clic sul nome di un file o digitare un nome e fare clic su **OK**). Il cromatogramma relativo al file di dati verrà caricato e visualizzato nella finestra [2].

ATTENZIONE Per eseguire qualsiasi operazione descritta in questa sezione è necessario caricare un file di dati.

Per integrare un cromatogramma

1 Se l'integratore che si desidera utilizzare non è attualmente selezionato, aprire il menu Chromatogram e fare clic su **Select Integrator**. Scegliere un integratore e fare clic su **OK**.

2 Selezionare **Chromatogram/Integrate**.

3 (Opzionale) Selezionare **Chromatogram/Integration Results**. Verrà visualizzato un report dei risultati. Dopo aver esaminato i risultati, fare clic su **Close**.

Per selezionare uno spettro

NOTA Se facendo clic con il pulsante destro del mouse nella finestra [1] o [2] viene visualizzato un menu, utilizzare il pulsante **Switch Data Analysis Mouse Actions** per cambiare la modalità associata al pulsante destro del mouse.

Fare doppio clic sul pulsante *destro* del mouse in corrispondenza del tempo d'interesse sul cromatogramma. Nella finestra [1] verrà visualizzato lo spettro.

Per ingrandire l'immagine

1. Posizionare il puntatore in corrispondenza di un angolo dell'area da espandere nel cromatogramma o nello spettro.
2. Tenendo premuto il pulsante *sinistro* del mouse, trascinare il mouse per selezionare l'area che si desidera espandere.
3. Rilasciare il pulsante del mouse. L'area selezionata si espanderà fino a riempire la finestra.

Per ridurre l'immagine

1. Posizionare il mouse in un punto qualsiasi della finestra espansa.
2. Fare doppio clic sul pulsante *sinistro* del mouse.

Per calcolare e visualizzare lo spettro medio

1. Posizionare il puntatore nel cromatogramma in corrispondenza del tempo di inizio dell'intervallo di cui si desidera calcolare la media.
2. Tenendo premuto il pulsante *destro* del mouse, trascinare il mouse fino al punto finale dell'intervallo.
3. Rilasciare il pulsante del mouse. Verrà calcolata la media degli spettri presenti nell'intervallo selezionato e lo spettro medio verrà visualizzato nella finestra [1].

Per sommare due spettri

1. Selezionare uno spettro (fare doppio clic sul pulsante *destro* del mouse sul cromatogramma).
2. Selezionare un secondo spettro (fare doppio clic sul pulsante *destro* del mouse sul cromatogramma).

3 Selezionare **Spectrum/Add**. I due spettri verranno sommati e lo spettro risultante verrà visualizzato nella finestra [1].

Per sottrarre due spettri

1 Selezionare uno spettro (fare doppio clic sul pulsante *destro* del mouse sul cromatogramma).

2 Selezionare lo spettro da sottrarre (fare doppio clic sul pulsante *destro* del mouse sul cromatogramma).

3 Selezionare **Spectrum/Subtract**.

Lo spettro selezionato nella fase 2 verrà sottratto dallo spettro selezionato nella fase 1 e lo spettro risultante verrà visualizzato nella finestra [1].

Per eseguire una sottrazione del fondo

1 Selezionare uno spettro o calcolare uno spettro medio da sottrarre dal file di dati.

2 Selezionare **File/Subtract Background (BSB)**. Il sistema eseguirà le seguenti operazioni:

- Lo spettro selezionato verrà sottratto da tutte le scansioni nel file di dati corrente.
- I dati sottratti verranno memorizzati in una sottodirectory BSB della stessa directory del file di dati.
- Il file dei dati sottratti diventerà il file di dati corrente e verrà visualizzato nella finestra [2].

Per attivare/disattivare i menu estesi

Nella finestra Data Analysis, selezionare **Options/Show Extended Menus**. Negli elenchi a discesa già esistenti verranno incluse ulteriori voci di menu.

Per visualizzare i menu Macro

Nella finestra Data Analysis, selezionare **Options/Show Macro Menus**. Nella barra di selezione dei menu verrà visualizzata una selezione di **Macro Menus.**

Per attivare la vista Multiple Data Files

Nella finestra Data Analysis, selezionare **View/Analyze Multiple Data Files...**. Ciò consente di visualizzare fino a 9 cromatogrammi contemporaneamente. Per tornare alla normale vista Data Analysis, selezionare **View/Return to Data Analysis**.

Per attivare la vista Multiple Spectra

Nella finestra Data Analysis, selezionare **View/Analyze Multiple Spectra...**. Ciò consente di visualizzare più spettri contemporaneamente. Per tornare alla vista normale, selezionare **View/Return to Data Analysis**.

Utilizzo delle librerie di spettri

Per selezionare una libreria

1. In Data Analysis, scegliere **Spectrum/Select Library**.
2. Immettere il nome della libreria nella prima riga della finestra di dialogo **Library Search Parameters**.

   È possibile immettere al massimo due librerie di ricerca aggiuntive. La ricerca nelle librerie aggiuntive si basa sui composti trovati che corrispondono alla qualità di corrispondenza specificata.

Per integrare e ricercare i picchi

La seguente procedura consente di integrare un cromatogramma ionico totale e di generare automaticamente un rerport sulla ricerca nella libreria per ogni picco individuato.

1. In Data Analysis, caricare un file di dati. Verrà visualizzato il TIC corrispondente.
2. Fare clic su **Spectrum/Library Search Report**.
3. Nella finestra di dialogo **Library Search Report Options**, selezionare le opzioni desiderate per il report di ricerca nella libreria:
   - Selezionare **Summary** o **Detailed** per determinare il formato del report.
   - Selezionare una o più destinazioni (**Screen**, **Printer** e **File**).
   - Selezionare un valore in **Integration Parameter File** (lasciare vuoto il campo per eseguire un'integrazione automatica utilizzando l'integratore della ChemStation per GC/MSD).
   - Selezionare lo spettro da utilizzare per ciascun picco (**Apex, Apex - Start of Peak, Apex - Background at time oppure Peak Average**).
4. Fare clic su **OK** per avviare la ricerca.

   Il cromatogramma verrà integrato e verrà ricercato uno spettro per ciascun picco. I risultati dell'integrazione verranno visualizzati sullo schermo. Il report della ricerca nella libreria verrà inviato alle destinazioni selezionate nella fase 3.
5. Selezionare **Chromatogram/Integration Results** per visualizzare i risultati dell'integrazione.

Per ricercare un unico spettro

1 In Data Analysis, caricare un file di dati.

2 Selezionare uno **spettro**.

3 Fare doppio clic con il pulsante destro del mouse nella finestra contenente lo spettro.

NOTA Se facendo clic con il pulsante destro del mouse nella finestra [1] o [2] viene visualizzato un menu, utilizzare il pulsante **Switch Data Analysis Mouse Actions** per cambiare la modalità associata al pulsante destro del mouse.

Al termine della ricerca, i risultati verranno visualizzati sullo schermo. Verranno visualizzati lo spettro del campione sconosciuto, lo spettro di riferimento selezionato dall'elenco dei risultati e, se disponibile, la struttura chimica del composto di riferimento.

4 Per esaminare altri dati spettrali:

- Fare clic su un altro composto nell'elenco dei risultati per visualizzare un altro spettro di riferimento.
- Selezionare la casella di controllo **Difference** per visualizzare la differenza tra lo spettro del campione sconosciuto e lo spettro di riferimento.

5 Per visualizzare ulteriori informazioni:

- Fare clic su **Statistics** per visualizzare le informazioni relative alla qualità di ciascun risultato presente nell'elenco.
- Fare clic su **Text** per visualizzare le informazioni relative allo spettro di riferimento corrente memorizzate nella libreria.

6 Fare clic su **Print** per stampare una copia degli spettri visualizzati.

7 Fare clic su **Done** per cancellare i risultati della ricerca nella libreria dallo schermo.

Utilizzo del blocco del tempo di ritenzione

Il blocco del tempo di ritenzione (RTL) consiste in una procedura di valutazione delle caratteristiche di un determinato metodo (colonna, valore di regolazione del flusso, parametri del forno) in modo da annullare l'influsso che le modifiche della colonna avrebbero sui tempi di ritenzione. La procedura comporta la raccolta di dati da un composto (di cui si conosce il tempo di ritenzione desiderato) a diverse pressioni di ingresso con differenti valori di regolazione del metodo corrente (–20%, –10%, valore attuale, +10%, +20%). Le cinque analisi risultanti vengono poi valutate e viene generata una curva pressione/tempo di ritenzione per qualificare quel determinato strumento. Dalla curva è possibile calcolare e memorizzare una pressione prevista che faccia eluire il composto di blocco al tempo desiderato, in modo che il metodo sia eseguito a quella pressione.

Per bloccare un metodo MS

1. Da Instrument Control, caricare il metodo da bloccare. Se necessario, modificare i parametri del metodo.
2. Per le iniezioni con ALS, mettere la fiala in posizione 1.
3. Selezionare **Method/Acquire RTLock Calibration Data** per avviare la raccolta dei file di calibrazione RTL.
4. Verrà valutata la pressione nominale per l'intervallo di calibrazione di –20%, –10%, +10% e +20% e saranno effettuate automaticamente cinque analisi. L'esecuzione delle cinque analisi verrà segnalata insieme a eventuali dati di calibrazione precedenti. I cinque file di dati saranno memorizzati nella directory del metodo nella cartella RTLOCK, con i nomi di file RTLOCK1 - RTLOCK5.
5. Dopo la raccolta dei dati, sarà avviata una nuova sessione di Data Analysis e verrà caricata l'analisi nominale (RTLOCK3.D). Selezionare il picco (trascinando il mouse e contemporaneamente tenendo premuto il pulsante destro) da utilizzare per i calcoli di calibrazione RTL.
6. Verrà visualizzato lo spettro del picco selezionato. Fare clic su **Yes** affinché il software individui automaticamente il

picco del composto di blocco nelle rimanenti quattro analisi. Il software effettuerà quindi confronti spettrali e determinazioni di regolazione della curva. Verranno visualizzati i cinque picchi selezionati.

7 Verranno visualizzate l'equazione della curva (basata sul rapporto tra tempo di ritenzione e valori di pressione) e la richiesta di confermare il proseguimento dell'operazione. Fare clic su **Yes**.

8 Immettere il tempo di ritenzione da utilizzare e fare clic su **OK**.

9 Fare clic su **Yes** per salvare le informazioni sulla pressione di blocco nel metodo. Immettere il nome del composto da utilizzare e fare clic su **OK**.

10 Ora sarà possibile eliminare i file dei dati di calibrazione (RTLOCK1.D - RTLOCK5.D). Scegliere **Yes** o **No**. Il metodo è bloccato.

Quando si carica un metodo bloccato in Instrument Control, nella barra del titolo viene segnalato il blocco e il composto con cui è stato eseguito. La pressione viene impostata sul valore di blocco (solo per gli strumenti in linea).

NOTA Quando si esegue un metodo bloccato, la pressione viene ripristinata sul valore di blocco ANCHE se sono state apportate modifiche con la tastiera numerica del GC oppure tramite Instrument Control.

Piano di manutenzione

Nei manuali hardware forniti con il sistema sono descritte dettagliatamente le operazioni di manutenzione. La frequenza di esecuzione di tali operazioni varia da un sistema all'altro. Conservare una registrazione delle operazioni di manutenzione eseguite.

Ogni giorno

- ❒ Controllare e, se necessario, sostituire il setto.
- ❒ Controllare la tenuta degli inserti dell'iniettore.
- ❒ Controllare la tenuta dei dati della colonna.

Ogni settimana

- ❒ Controllare il livello del fluido della pompa principale.
- ❒ Cambiare le guarnizioni O-ring e gli inserti dell'iniettore.

Ogni mese

- ❒ Pulire le trappole della linea di splittaggio dell'iniettore split/splitless.
- ❒ Cercare eventuali perdite (iniettore, connessioni colonna).

Ogni 3 mesi

- ❒ Sostituire le bombole di gas (se P inferiore a 500 psig).

Ogni 6 mesi

- ❒ Sostituire il fluido della pompa principale.
- ❒ Controllare e, se necessario, riempire la fiala di calibrazione.

Ogni anno

- ❒ Controllare e, se necessario, sostituire il fluido della pompa di diffusione.
- ❒ Ricondizionare o sostituire le trappole interne ed esterne e i filtri chimici sul GC.

Se necessario

- ❒ Regolare l'MSD.
- ❒ Pulire la sorgente ionica.
- ❒ Sostituire la trappola del gas di trasporto.
- ❒ Sostituire le parti consumate (filamenti, EM, ecc.).
- ❒ Sostituire la colonna.
- ❒ Lubrificare le guarnizioni.

Avvisi di sicurezza

AVVERTENZA

Non eseguire operazioni di manutenzione quando l'MSD è acceso o collegato all'alimentazione, se non specificamente indicato nella documentazione fornita con l'MSD.

L'interfaccia GC/MSD può rimanere accesa e raggiungere una temperatura pericolosamente elevata anche se l'MSD è spento. Dopo lo spegnimento, l'interfaccia GC/MSD 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 per l'olio fornita con le pompe principali standard ferma 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.

Consigli operativi

- ❒ Eseguire *regolarmente* il backup dei dati e dei metodi.
- ❒ Assicurarsi che il file di calibrazione utilizzato sia adatto ai campioni.
- ❒ Conservare i report di calibrazione per riferimento futuro.
- ❒ Eseguire le operazioni di manutenzione del sistema come indicato nel piano di manutenzione del manuale hardware fornito con il GC e l'MSD. Conservare una registrazione delle operazioni di manutenzione eseguite.
- ❒ Durante la ventilazione dell'MSD eseguire la manutenzione sul GC freddo (sostituzione degli inserti dell'iniettore, dei setti, ecc.).
- ❒ Dopo la messa in vuoto, attendere per *almeno 2 ore* che l'MSD raggiunga l'equilibrio termico, quindi calibrarlo o acquisire 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.
- ❒ Con 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 tasti [Config Status] della tastiera numerica del 6890 GC per impostare i tre elementi di visualizzazione più importanti (**tempo rimanente**, **temperatura del forno**, ecc.), che vengono sempre visualizzati, a prescindere dalla posizione della finestra della ChemStation per GC/MSD.

- Risciacquare e riempire le fiale di lavaggio del campionatore automatico. Non aggiungere solvente in una fiala parzialmente piena.
- Tenere come riferimento la seguente tabella per usare le modalità di acquisizione SIM e/o Scan.

Operazione	Modalità
Analisi di una miscela con componenti sconosciuti.	Scan o Scan e SIM
Analisi di una miscela con componenti noti in quantità sconosciute (quantificare).	Scan o SIM oppure Scan e SIM
Individuazione della presenza di alcuni composti noti presenti a bassi livelli nella miscela.	SIM

- Quando si scelgono le masse per l'analisi SIM, utilizzare esattamente la massa riportata nel report Tabulation e non la massa nominale annotata sulla finestra dello spettro. Si otterranno dati più precisi.
- Quando si effettuano analisi SIM, utilizzare la modalità a bassa risoluzione, a meno che non si stia cercando di determinare i rapporti tra masse che differiscono di un'UMA. La bassa risoluzione garantisce la massima sensibilità e ripetibilità.
- Scegliere l'intervallo di scansione più limitato in grado di produrre buoni risultati di ricerca nella libreria. Ciò consente di acquisire più spettri per picco e una migliore quantificazione.

Messaggi di errore e risoluzione dei problemi

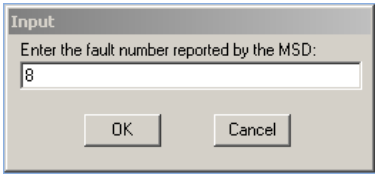
Messaggi d'errore

A volte un problema dell'MSD genera un messaggio d'errore visualizzato dal software della ChemStation per GC/MSD. Alcuni messaggi vengono visualizzati solo durante la calibrazione, mentre altri compaiono durante il controllo o la regolazione dello strumento.

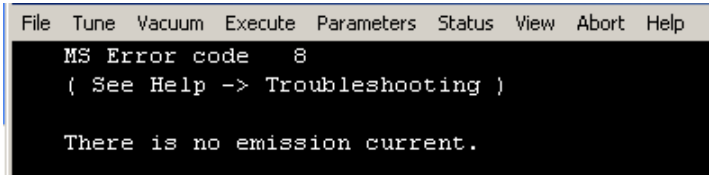
Altre volte viene visualizzato solo un numero, anziché l'intero messaggio. Tale numero indica uno o più messaggi d'errore.

Per risalire al messaggio d'errore dal numero:

1. Prendere nota del numero.
2. In Instrument Control, selezionare **View/Tune and Vacuum Control**.
3. Selezionare **Status/MS Error Codes**.
4. Digitare nell'apposita casella il numero del messaggio e fare clic su **OK**.



Verrà visualizzato il messaggio d'errore corrispondente.



Suggerimenti per la risoluzione dei problemi

Errore di LAN dell'MSD

L'MSD è acceso, ma lampeggia il messaggio "Server not found! Check LAN connection".

Questa reazione è normale all'accensione iniziale dell'MSD e indica che la ChemStation per GC/MSD non ha ancora stabilito la connessione con l'MSD. Se la spia continua a lampeggiare dopo che la messa a vuoto è iniziata:

- Una temporanea interruzione dell'alimentazione ha interrotto le comunicazioni.
- La connessione tra l'MSD e la ChemStation per GC/MSD e/o tra il servizio Agilent Bootp e/o lo switch/hub è errata.
- Gli indirizzi MAC e IP per l'MSD non sono configurati correttamente per la LAN nel servizio Agilent Bootp.

Aumento della linea di base

- Spurgo della colonna
- Altri tipi di contaminazione

Pressione della pompa o del collettore di vuoto troppo elevata

- Flusso della colonna eccessivo
- Perdite d'aria
- Livello basso del fluido della pompa di diffusione
- Fluido della pompa di diffusione contaminato
- Livello basso dell'olio della pompa principale
- Olio della pompa principale contaminato
- Tubo di raccordo ostruito (pressione del collettore di vuoto troppo alta e quindi pressione della pompa principale troppo bassa)

Elevato rumore di fondo negli spettri di massa

- Perdite d'aria
- Pressione della pompa o del collettore di vuoto troppo elevata
- Altri tipi di contaminazione

Presenza di ioni a *m/z* 18, 28, 32 e 44

- Rivelatore ventilato di recente (acqua o aria residue)
- Perdite d'aria

Isotopi assenti o percentuali isotopiche errate

- Calibrazione errata
- Sorgente ionica sporca
- Rumore di fondo elevato
- Tensione dell'elettromoltiplicatore troppo elevata
- Tensione del repeller troppo elevata
- Velocità di scansione troppo elevata (modalità Scan)
- Tempo di sollevamento ridotto (modalità SIM)
- Picchi troppo ampi o troppo ridotti
- Polarità del repeller e direzione degli ioni invertite

Assenza di picchi

- Concentrazione del campione errata
- Mancanza di analiti
- Siringa assente o installata in modo errato (solo per l'ALS)
- Fiala del campione vuota
- Iniezione in modalità split anziché splitless

Picchi anomali

- Siti attivi nel percorso del campione
- Iniezione di volume troppo elevato

- Porta di iniezione troppo fredda
- Flusso della colonna troppo basso
- Interfaccia GC/MSD o sorgente ionica troppo fredde

Picchi con sommità piatta

- Periodo di “solvent delay” troppo breve
- Scala del display errata
- Iniezione di volume troppo elevato
- Tensione dell'elettromoltiplicatore troppo elevata

Picchi con sommità sdoppiata

- Tecnica di iniezione errata
- Iniezione di volume troppo elevato

Larghezza dei picchi disuguale

- Calibrazione errata
- Assenza di PFTBA nella fiala di calibrazione
- Guasto nella valvola di calibrazione
- Sorgente ionica sporca
- Elettromoltiplicatore esaurito
- Tempo non sufficiente perché l'MSD raggiunga l'equilibrio termico
- Notevoli variazioni della temperatura nel laboratorio

Scarsa ripetibilità

- Ago della siringa sporco
- Fuoriuscite dall'iniettore
- Dimensioni dell'inserto dell'iniettore e dell'iniettore non corrispondenti
- Dadi della colonna allentati

- Variazioni della pressione, del flusso in colonna e della temperatura
- Sorgente ionica sporca
- Dadi allentati sull'analizzatore
- Circuito a terra

Scarsa sensibilità

- Calibrazione errata
- File di calibrazione non adatto al tipo di analisi
- Temperature errate
- Concentrazione del campione errata
- Fuoriuscite dall'iniettore
- Rapporto di splittaggio errato
- Tempo di spurgo in modalità splitless troppo breve
- Pressione eccessiva nell'MSD
- Sorgente ionica sporca
- Perdite d'aria
- Il rivelatore non funziona correttamente
- Funzionamento errato del filamento
- Polarità del quadrupolo errata

Variabilità del tempo di ritenzione (TR)

- La colonna è stata accorciata (TR minore)
- Colonna vecchia (TR minore)
- Siti attivi nel percorso del campione (TR maggiore)
- Flusso della colonna ridotto (TR maggiore)
- Perdita dall'iniettore (TR maggiore)
- Temperatura iniziale del forno modificata (più alta = TR minore, più bassa = TR maggiore)

Per ulteriori informazioni, consultare la sezione della guida in linea relativa all'MSD.

2
Introduzione alla quantificazione

Quantificazione 56
Contenuto del capitolo 56
Introduzione 56
Come funziona la quantificazione nella ChemStation per GC/MSD? 56
Database di quantificazione 59
Introduzione 59
Come si imposta manualmente un database di quantificazione? 61
Come funziona AutoQuant Setup? 66
Esercitazione – Utilizzo di AutoQuant Setup 67
Procedura: utilizzo di AutoQuant Setup per creare un database di quantificazione 68

Quantificazione

Contenuto del capitolo

In questo capitolo vengono illustrate le operazioni di base per la creazione di un database di quantificazione. Queste operazioni costituiscono il punto di partenza per imparare a utilizzare il software.

Una volta acquisita familiarità con il software, svolgere le esercitazioni al termine del capitolo, quindi provare a creare un database di quantificazione con i propri file di dati. Utilizzare la guida in linea per maggiori informazioni relative alle funzioni del software e al loro impiego.

Introduzione

A che cosa serve la quantificazione?

La quantificazione permette di individuare la quantità di un composto presente in un campione.

Quando viene effettuata la quantificazione?

La quantificazione viene effettuata durante l'ultima parte dell'analisi di un campione (dopo l'identificazione del composto).

Come funziona la quantificazione?

La quantificazione viene eseguita confrontando la reazione di una quantità nota di composto (dati estratti da un'analisi) con la reazione di una quantità di composto misurata (salvata nel database di quantificazione).

Il database di quantificazione verrà illustrato più avanti in questo documento.

Come funziona la quantificazione nella ChemStation per GC/MSD?

Di seguito vengono descritte sommariamente le modalità con cui la ChemStation determina la quantità di un composto presente in un campione. Il processo è articolato in due fasi.

Prima parte -- Acquisizione dei dati

La prima parte del processo comprende l'*acquisizione dei dati*, brevemente descritta di seguito.

Quando un campione sconosciuto viene inserito nel GC/MSD, viene riscaldato, pressurizzato, separato tramite componenti individuali ed infine passa attraverso un rivelatore nella ChemStation. Tutto ciò avviene in base al metodo selezionato dall'utente.

Il rivelatore riconosce la struttura univoca di ogni composto, quindi la ChemStation confronta la struttura con quelle note, memorizzate nella libreria associata al metodo in uso. Le eventuali corrispondenze vengono segnalate dalla ChemStation.

Se la struttura di uno dei composti trovati nel campione corrisponde alla struttura di xxx, salvato nella libreria associata al metodo, la ChemStation segnala il ritrovamento di xxx nel campione.

La creazione della parte di acquisizione dati del metodo è un processo altamente specializzato e non viene descritta nel presente documento. Per informazioni dettagliate sulla creazione dei metodi, consultare la guida in linea.

Nell'esercitazione al termine del presente documento viene illustrato il funzionamento di AutoQuant Setup con il metodo predefinito, il file di dati dimostrativo e la libreria dello spettro dimostrativa fornita con la ChemStation.

Seconda parte -- Quantificazione dei dati

La seconda parte del processo comporta l'individuazione della quantità di un composto presente in un campione. Si tratta della parte di processo relativa alla *quantificazione dei dati*, brevemente descritta di seguito e illustrata in maniera più approfondita nell'Esercitazione – Utilizzo di AutoQuant Setup a pagina 67.

Per determinare la quantità di un composto presente in un campione, la ChemStation confronta i risultati ottenuti (la quantità sconosciuta di xxx) con una quantità nota di xxx, in modo da poter valutare il rapporto e fornire una risposta.

Qui entra in funzione il database di quantificazione.

Mentre la libreria memorizza la struttura dei composti sconosciuti, il database di quantificazione salva dati aggiuntivi, ad esempio:

- La reazione del composto a quantità specifiche (ad esempio, 10 ppb)
- Lo ione target del composto
- Gli ioni che qualificano lo ione target

In tal modo il software, dopo aver *identificato* il composto (confrontandolo con la libreria), può definire ulteriormente *in che quantità* è presente confrontando la reazione dello strumento al campione sconosciuto con la reazione indicata nel database di quantificazione.

Ad esempio, se l'inserimento nel database di quantificazione corrisponde a 10 ppb e la quantità presente nel campione è il doppio, il campione conterrà 20 ppb.

NOTA Questo esempio rappresenta il processo in modo molto semplificato, al fine di spiegare il processo di acquisizione e quantificazione dei dati in modo generico e non dettagliato.

Per l'impostazione del database di quantificazione consultare la sezione Esercitazione – Utilizzo di AutoQuant Setup a pagina 67.

Database di quantificazione

Introduzione

Che cos'è un database di quantificazione?

Il database di quantificazione indica i dettagli rilevanti per ognuno dei composti ricercati.

Quali dati sono presenti nel database di quantificazione?

Per ogni composto che si desidera quantificare, il database di quantificazione deve comprendere:

- Una voce che identifichi il composto ricercato, comprensiva di dettagli quali:
  - Tempo di ritenzione
  - Parametri di quantificazione
  - Identificazione dei criteri di selezione
  - Metodo di calcolo dei rapporti ionici qualificati
  - Intervallo di tolleranza della reazione relativa
  - Trattamento matematico applicato ai dati di calibrazione per un composto
  - Punti di dati utilizzati nella curva di calibrazione
- Una voce che identifichi lo ione target (solitamente lo ione del picco di base) nel composto ricercato
- Due o più voci per gli ioni che qualificano ulteriormente la presenza del composto (ad esempio, gli ioni vengono sempre visualizzati con lo ione di picco del composto e sempre nello stesso rapporto)
- Eventuali standard utilizzati

Sembra difficile, ma AutoQuant Setup esegue automaticamente l'identificazione degli ioni. Consultare Come si imposta manualmente un database di quantificazione? a pagina 64 per maggiori dettagli su come funziona.

Che dimensioni ha il database?

Per quantificare un unico composto, il database di quantificazione può essere composto da tre sole voci:

- Lo ione del picco di base del composto
- Due ioni aggiuntivi che qualificano la presenza dello ione di picco

Una voce opzionale aggiuntiva scelta da molti utenti è uno standard interno.

Le dimensioni del database di quantificazione aumentano in base al numero di componenti target che si desidera quantificare e al numero di punti di dati definiti nella curva di calibrazione.

Come si crea un database di quantificazione?

Esistono due modi per aggiungere i composti al database di quantificazione:

- Manualmente
- In modalità semi-automatica con AutoQuant Setup

I due metodi vengono illustrati di seguito.

Come si imposta manualmente un database di quantificazione?

In questa sezione vengono illustrate le operazioni necessarie per impostare manualmente un database di quantificazione.

Per creare manualmente un database di quantificazione occorre ispezionare visivamente il cromatogramma e selezionare uno ad uno i composti, gli ioni target e gli ioni di qualificazione interessati, quindi assegnare loro un nome e salvarli nel database di quantificazione. Quest'operazione corrisponde alle fasi da 2 a 8 della sezione Come impostare manualmente un database di quantificazione a pagina 62.

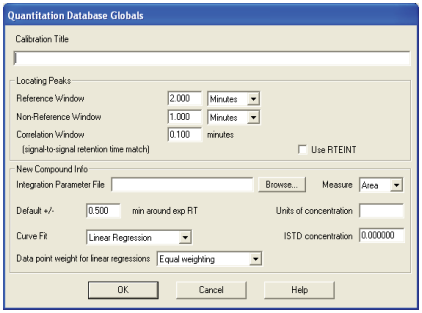
La sezione relativa all'impostazione manuale di un database di quantificazione è seguita da una sezione che spiega come impostare un database di quantificazione con AutoQuant Setup. AutoQuant Setup è un processo semi-automatico in cui il software esamina il cromatogramma e seleziona i composti, gli ioni target e gli ioni di qualificazione, in base alla quantità presente e alla libreria specificata.

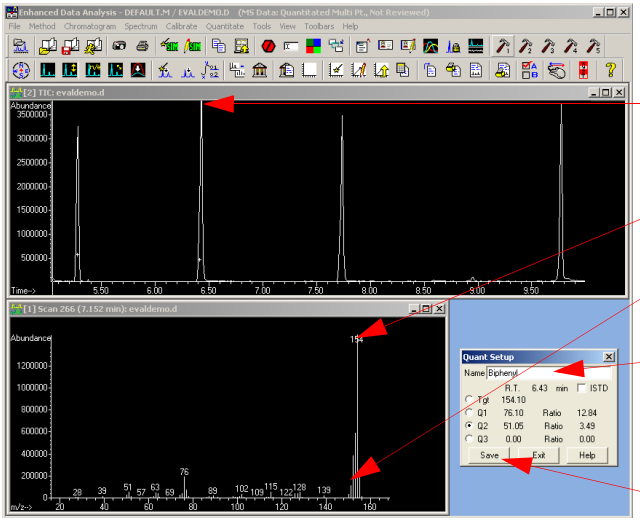
Le seguenti sezioni contengono unicamente informazioni riepilogative. Per istruzioni dettagliate su come impostare un database di quantificazione con AutoQuant Setup consultare la sezione Esercitazione – Utilizzo di AutoQuant Setup a pagina 67.

Come impostare manualmente un database di quantificazione

Per impostare manualmente un database di quantificazione, completare il seguente processo.

1 Caricare un file di dati che contenga uno standard misurato del composto che si desidera calibrare, immettere i dati comuni di tutti i composti elencati nel database di quantificazione nella pagina Quantitation Globals e al termine fare clic su **OK**. Fare clic su **Calibrate/Set Up Quantitation...** per visualizzare la pagina **Quantitation Database Globals**.





2 Controllare manualmente il cromatogramma generato dal file di dati campione.

3 Selezionare i composti uno ad uno facendo clic sui picchi nel cromatogramma.

4 Scegliere uno ione target dallo spettro visualizzato.

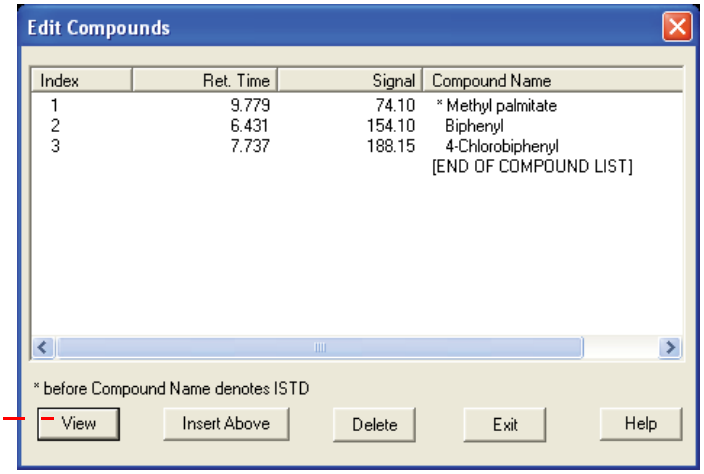
5 Selezionare gli ioni di qualificazione per il composto.

6 Assegnare un nome al composto e selezionare l'apposita casella di controllo se il composto corrisponde allo standard interno.

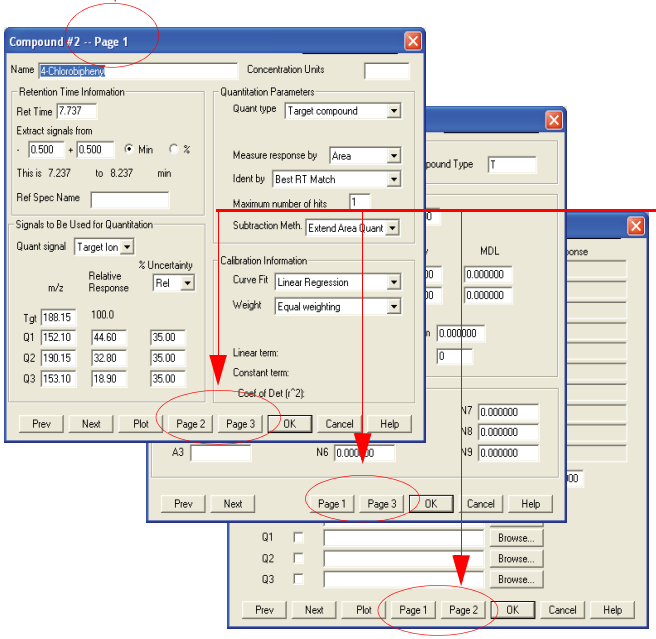
7 Salvare il profilo spettrale del composto nel database di quantificazione.

8 Ripetere le fasi da 2 a 7 per ciascuno dei composti che si desidera aggiungere al database di quantificazione.

9 Dopo aver aggiunto tutti i composti desiderati, fare clic su **Calibrate/Edit Compound...** per visualizzare l'elenco completo degli inserimenti effettuati nel database di quantificazione (nella pagina **Edit Compounds**).



10 Selezionare i composti dalla pagina **Edit Compounds** e fare clic su **View** per visualizzare la prima pagina di dati salvati per il composto. Per ogni composto sono presenti tre pagine di informazioni, salvate come pagine 1, 2 e 3 del record del database di quantificazione.



Spostarsi da una pagina all'altra tramite i pulsanti.

Le informazioni sullo spettro e i dati immessi nella pagina Globals vengono trasferiti in queste pagine.

Per concludere il processo, aggiornare *manualmente* le singole pagine del composto (pagine 1, 2, e 3) per ciascuna delle voci presenti nel database di quantificazione.

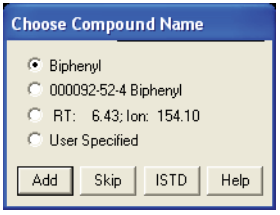
Come si imposta manualmente un database di quantificazione?

Nel processo manuale occorre controllare manualmente il cromatogramma e selezionare i composti uno ad uno, assegnare loro un nome e salvare ogni composto e ione desiderato nel database di quantificazione. AutoQuant Setup invece è un processo semi-automatico in cui il software controlla il file di dati ed identifica automaticamente i composti, gli ioni target e gli ioni di qualificazione, in base alla quantità in cui sono presenti e alla libreria specificata.

Come impostare manualmente un database di quantificazione con AutoQuant

Per creare un database di quantificazione con AutoQuant Setup, completare il seguente processo.

1. La prima fase è uguale a quella del processo manuale. Per maggiori dettagli consultare Come impostare manualmente un database di quantificazione a pagina 62.
2. Le fasi da 2 a 8 del processo comportano la selezione di composti e ioni. Con AutoQuant, tuttavia, queste operazioni vengono automatizzate, come descritto di seguito. Quando si completa la pagina **Database Globals** e si fa clic su **OK** (nella fase 1), il software avvia automaticamente la ricerca di picchi nel file di dati. Per ogni picco trovato, i dati vengono confrontati con la libreria specificata e il composto viene visualizzato in una pagina simile a questa.

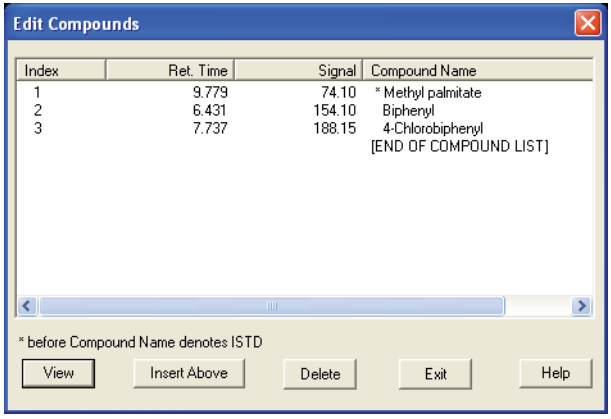


In questa pagina:

Add	Aggiunge al database di quantificazione il *composto*, lo *ione target* e i *tre ioni di qualificazione*.
Skip	Consente di visualizzare il composto successivo, se viene trovato nel file di dati.
ISTD	Aggiunge il composto al database di quantificazione e lo identifica come standard interno.

NOTA ISTD deve precedere i composti, ecc., ed è contrassegnato con un asterisco nell'elenco di voci.

3 Al termine della presentazione di tutti i composti trovati nel file di dati, viene visualizzato il messaggio **Do you want to Quantitate Now?** Se si sceglie **Yes** viene visualizzata prima una pagina di calibrazione, quindi la pagina **Edit Compound Screen**, che mostra il database di quantificazione concluso (corrispondente alla fase 9 nel processo manuale).



Dalla pagina **Edit Compounds** è possibile selezionare un composto e fare clic su **View** per visualizzare la pagina 1 dei dati salvati per il composto, come descritto nella fase 10 del processo manuale.

Come funziona AutoQuant Setup?

AutoQuant Setup identifica i composti nel file di dati tramite la libreria degli spettri specificata e seleziona per ogni composto lo ione target e gli ioni di qualificazione in base alla quantità presente nel composto. Confermare le selezioni. AutoQuant Setup compilerà automaticamente le voci necessarie nel database di quantificazione.

Prerequisito: per utilizzare AutoQuant Setup occorre disporre di una libreria che contenga i composti target e lo standard di calibrazione non può contenere composti coeluenti.

Esercitazione – Utilizzo di AutoQuant Setup

Quest'esercitazione è finalizzata all'apprendimento delle operazioni necessarie per creare un database di quantitazione con AutoQuant Setup. L'esercitazione è volta ad illustrare con che rapidità è possibile creare ed utilizzare un database di quantitazione con AutoQuant Setup e dovrebbe durare in tutto 5 minuti.

Occorrerà creare un metodo contenente un database di quantificazione in grado di identificare e quantificare difenile, clorobifenile e palmitato metilico.

A tal fine occorre eseguire le seguenti operazioni:

1. Caricare il metodo predefinito **DEFAULT.M** fornito con la ChemStation.
2. Caricare il file demo dei dati **EVALDEMO.D** fornito con la ChemStation.
3. Utilizzare la libreria demo degli spettri **DEMO.L** fornita con la ChemStation.
4. Utilizzare AutoQuant Setup per creare un database di quantificazione con i seguenti composti:
   - Dodecano
   - Difenile
   - Clorobifenile
   - Palmitato metilico

Il metodo risultante e il database di quantificazione consentono di individuare e quantificare il difenile, il clorobifenile e il palmitato metilico.

Procedura: utilizzo di AutoQuant Setup per creare un database di quantificazione

1. Fare una copia di **DEFAULT.M** e **EVALDEMO.D** prima di utilizzarli ai fini dell'esercitazione.
2. Caricare due file in *Data Analysis*:

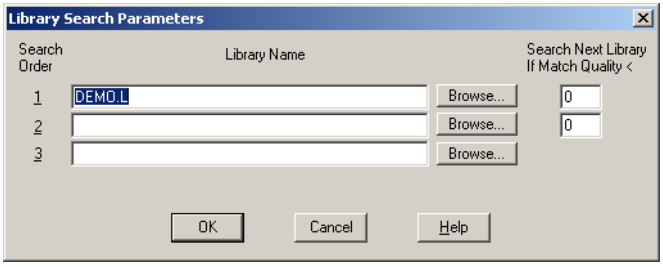
   Il metodo dimostrativo **C:\MSDCHEM\1\METHODS\DEFAULT.M**

   Il file demo di dati **C:\MSDCHEM\1\DATA\EVALDEMO.D**

   Se si svolgono queste operazioni per creare un database di quantificazione, il file di dati viene recuperato dall'analisi del campione calibrato.
3. Fare clic su **Spectrum/Select Library** o sull'icona.

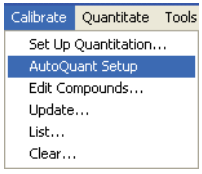
   

   Selezionare **DEMO.L**.



4. Fare clic su **Calibrate/AutoQuant Setup** o sull'icona.



5 Quando viene visualizzata la finestra di dialogo **Quantitation Database Globals**, controllare i dati predefiniti visualizzati (provenienti dalla visualizzazione precedente). I dati possono essere modificati in funzione del metodo.

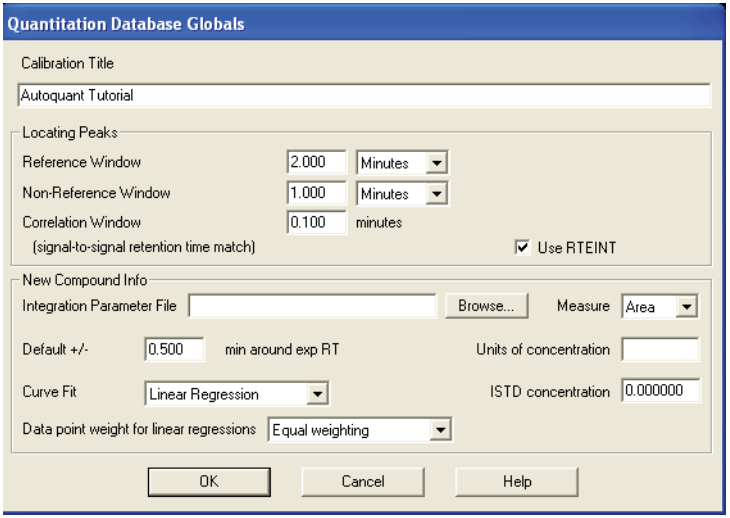
Questa pagina è definita “globals” perché i dati che contiene valgono per tutti i composti e vengono inseriti automaticamente per ogni composto aggiunto al database di quantificazione.

6 Ai fini di quest'esercitazione, quando viene visualizzata la finestra di dialogo **Quantitation Database Globals**, effettuare i seguenti inserimenti:

a Nel campo **Calibration Title**, digitare **AutoQuant Tutorial**. Questo testo verrà visualizzato nel titolo di tutti i rapporti quantitativi.

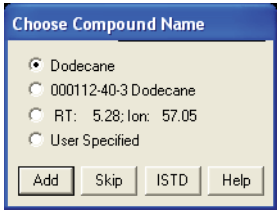
b Selezionare la casella **Use RTEINT** per utilizzare l'integratore RTE.

c Fare clic su **OK**.



Dopo aver fatto clic su **OK**, inizierà la ricerca di picchi rilevanti nel file di dati. Il primo picco trovato verrà confrontato con la libreria specificata (nella fase 3) e verrà visualizzato il nome del primo composto trovato nella libreria. Per ogni composto visualizzato, l'utente deve decidere che cosa fare.

7 In questo caso, il primo composto trovato è il dodecano. Per questo composto è possibile scegliere tra tre operazioni:



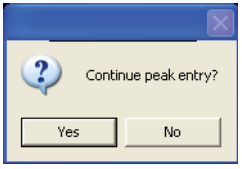
Add Aggiunge al database di quantificazione il *composto*, lo *ione target* e i *tre ioni di qualificazione*.

Skip Consente di visualizzare il composto successivo, se viene trovato nel file di dati.

ISTD Aggiunge il composto al database di quantificazione e lo identifica come standard interno.

Quando viene visualizzata la finestra di dialogo **Choose Compound Name**, fare clic su **Skip**. Ai fini della dimostrazione, questo composto ora verrà ignorato. In seguito si dovrà rieseguire il processo e aggiungere il composto al database di quantificazione.

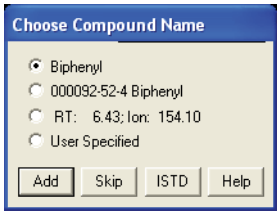
Rispondere **Yes** alla domanda **Continue peak entry?**



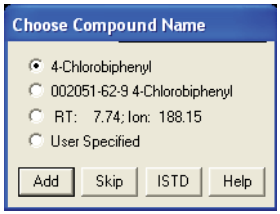
Se invece si fa clic su **No** verrà visualizzata la finestra di dialogo **Quantitate now?**, come illustrato nella fase 11.

8 Il composto successivo mostrato sarà il difenile (perché in questo campione viene eluito dopo il dodecano). Mantenere il

nome predefinito e fare clic su **Add** per aggiungere il composto al database di quantificazione.

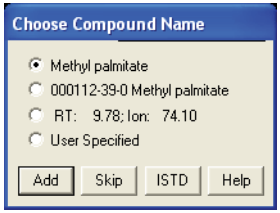


9 Verrà poi visualizzato il 4-clorobifenile. Mantenere il nome predefinito e fare clic su **Add**.



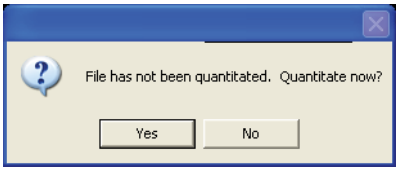
10 Verrà quindi visualizzato il palmitato metilico.

Per impostarlo come standard interno, fare clic su **ISTD**. Ai fini di questa dimostrazione, il palmitato metilico viene impostato come standard interno. Lo standard interno è un composto che si desidera iniettare in tutti i campioni testati per fungere da fattore normalizzante e da base per un confronto.



Fare clic su **ISTD** per aggiungere il composto al database di quantificazione e posizionarlo *all'inizio dell'elenco di composti nel database di quantificazione*, molto importante perché gli standard interni devono precedere tutti i composti che verranno quantificati in base ad essi nel database di quantificazione.

11 Rispondere **Yes** alla domanda **Quantitate now?**.



Dopo la quantificazione del file verrà visualizzata la finestra di dialogo **Update Calibration**.

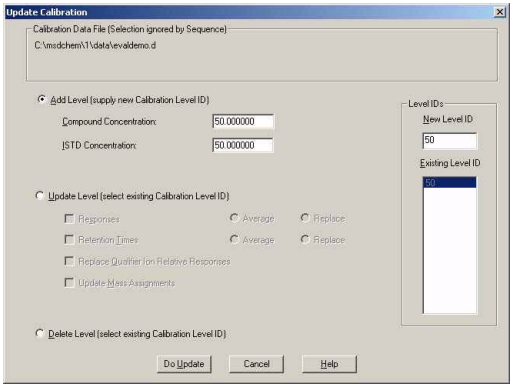
12 Selezionare **Add Level** (fornire il nuovo ID di calibrazione) ed immettere i seguenti dati:

New Level ID = 50
Quest'etichetta ha uno scopo unicamente descrittivo.

Compound Concentration = 50
La concentrazione preparata di composto.

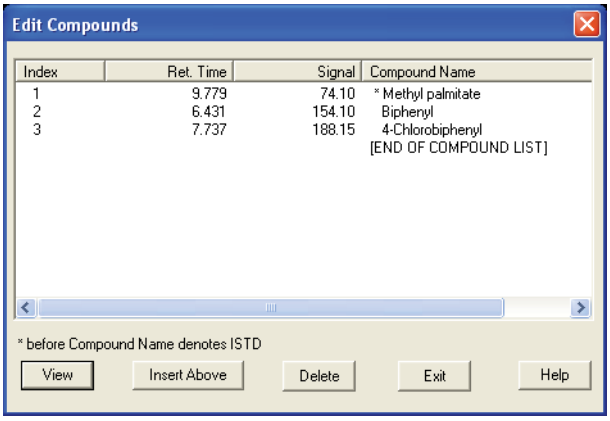
ISTD Concentration = 50
La concentrazione preparata dello standard interno.

Fare clic su **Do Update**.



13 Verrà visualizzata la finestra **Edit Compounds** contenente l'elenco completo dei composti nel database di quantificazione. Considerare quanto segue:

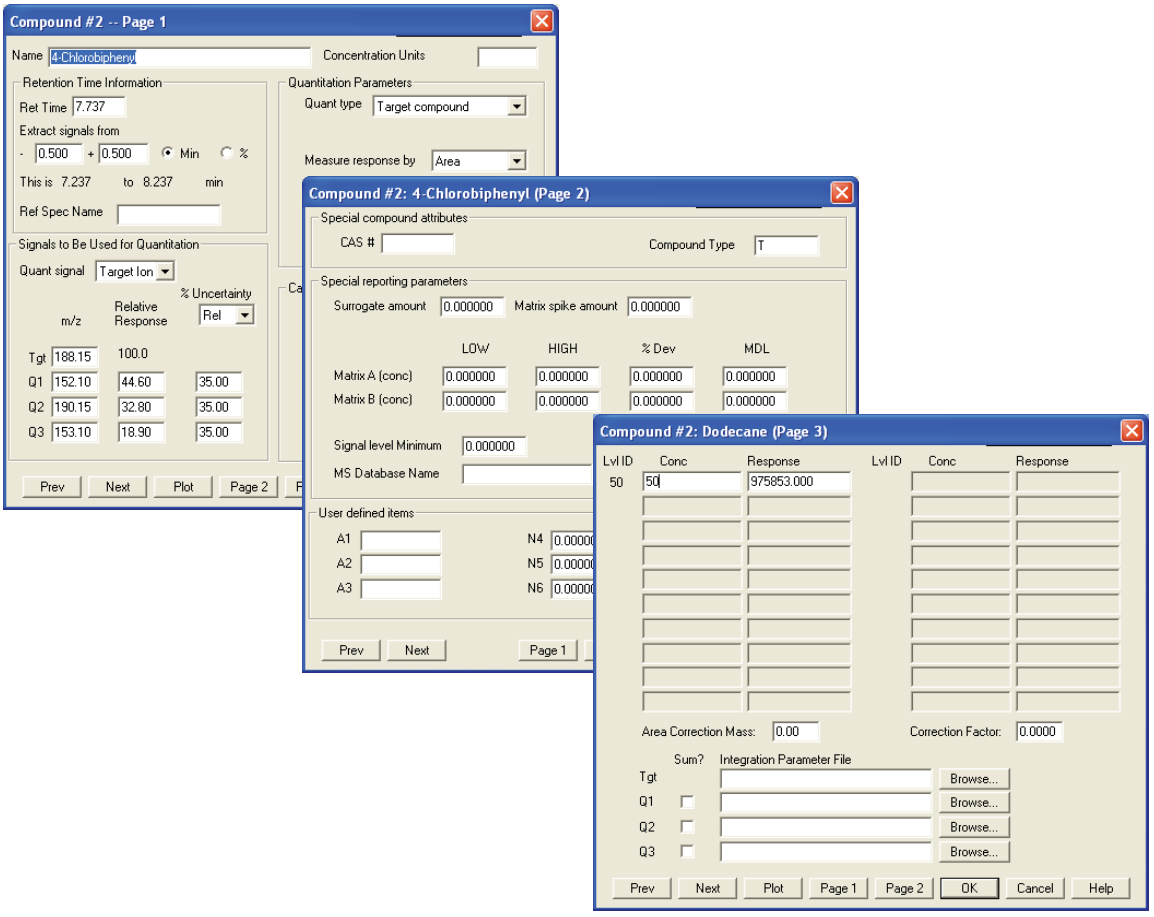
- Il palmitato metilico (il composto impostato come standard interno) è stato spostato all'inizio dell'elenco (sebbene sia stato eluito dopo altri due composti nel gruppo) ed è contrassegnato da un asterisco.
- L'*asterisco* (*) indica che è impostato come standard interno.
- Lo standard interno *deve precedere* i composti che fanno riferimento ad esso. A parte questo, l'ordine non ha importanza per il database di quantificazione.



14 Ora gli inserimenti del database di quantificazione a livello individuale sono completi.

Selezionare un composto dall'elenco e fare clic su **View** per controllare i parametri del composto nelle pagine 1, 2 e 3. Fare clic su **OK** o **Cancel** per tornare alla finestra di dialogo **Edit Compounds**.

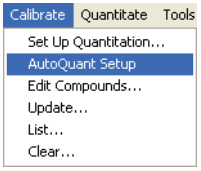
15 Fare clic su **Exit** per chiudere la finestra di dialogo.


Compound #2 -- Page 1
Name 4-Chlorobiphenyl
Concentration Units
Retention Time Information
Ret Time 7.737
Extract signals from
0.500 0.500 Min %
This is 7.237 to 8.237 min
Ref Spec Name
Quantitation Parameters
Quant type Target compound
Measure response by Area
Signals to Be Used for Quantitation
Quant signal Target Ion
% Uncertainty
m/z
Relative Response
Rel
Tgt 188.15 100.0
Q1 152.10 44.60 35.00
Q2 190.15 32.80 35.00
Q3 153.10 18.90 35.00
Prev Next Plot Page 2
Compound #2: 4-Chlorobiphenyl (Page 2)
Special compound attributes
CAS #
Compound Type T
Special reporting parameters
Surrogate amount 0.000000
Matrix spike amount 0.000000
LOW HIGH % Dev MDL
Matrix A (conc) 0.000000 0.000000 0.000000 0.000000
Matrix B (conc) 0.000000 0.000000 0.000000 0.000000
Signal level Minimum 0.000000
MS Database Name
User defined items
A1 A2 A3
N4 N5 N6
Prev Next Page 1
Compound #2: Dodecane (Page 3)
Lvl ID Conc Response Lvl ID Conc Response
50 50 975853.000
Area Correction Mass: 0.00
Correction Factor: 0.0000
Sum? Integration Parameter File
Tgt Q1 Q2 Q3
Browse...
Prev Next Plot Page 1 Page 2 OK Cancel Help

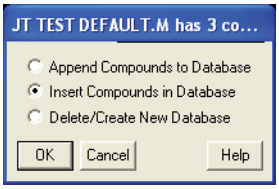
16 Tornare indietro e aggiungere il composto ignorato nella fase 7.

Per avviare l'inserimento dei composti nel database di quantificazione, fare clic su **Calibrate/AutoQuant Setup** o sull'icona.

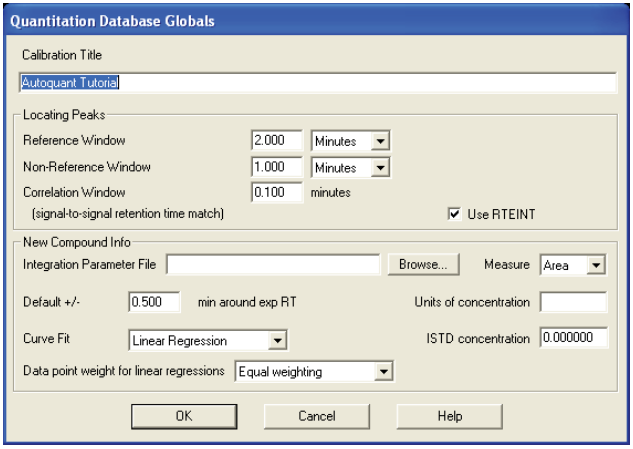




17 Scegliere **Insert Compounds in Database** e fare clic su **OK**.



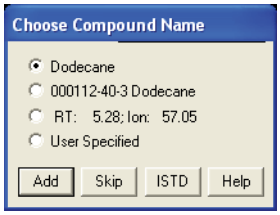
18 Non modificare i parametri nella finestra di dialogo visualizzata **Quantitation Database Globals**.



Fare clic su **OK**. Il software riavvierà il processo di identificazione degli stessi picchi.

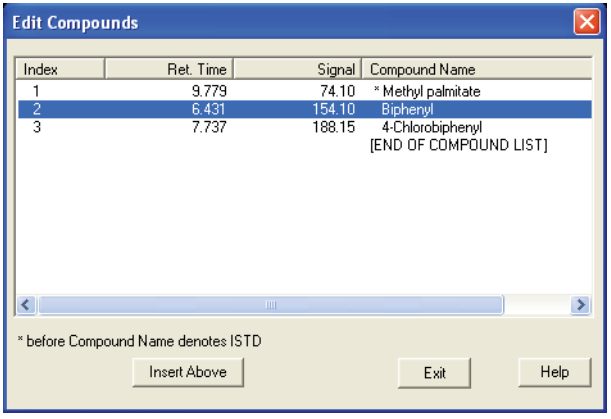
Verrà visualizzata la finestra di dialogo **Choose Compound Name**.

19 Quando il dodecano viene visualizzato nella finestra di dialogo, mantenere il nome predefinito e fare clic su **Add**.



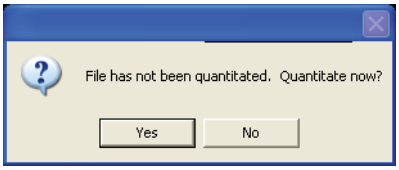
Verrà visualizzata la finestra di dialogo **Edit Compounds**.

20 Evidenziare il difenile per scegliere un punto per l'inserimento e fare clic su **Insert Above**.



21 Verrà visualizzata la finestra di dialogo **Choose Compounds** per gli altri composti. Per ognuno dei tre composti rimanenti nel file di dati, fare clic su **Skip** quando viene richiesto di scegliere un nome per il composto e, alla domanda **Continue Peak Entry**, rispondere **Yes**.

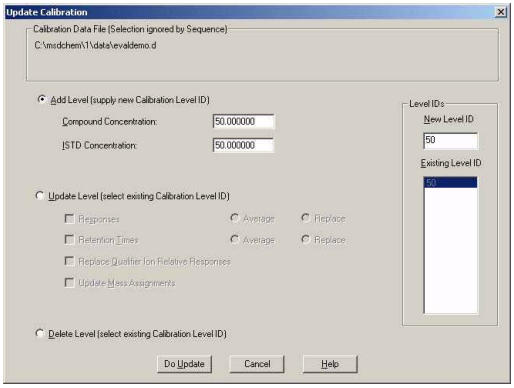
22 Alla domanda se si desidera quantificare il database, rispondere **Yes**.



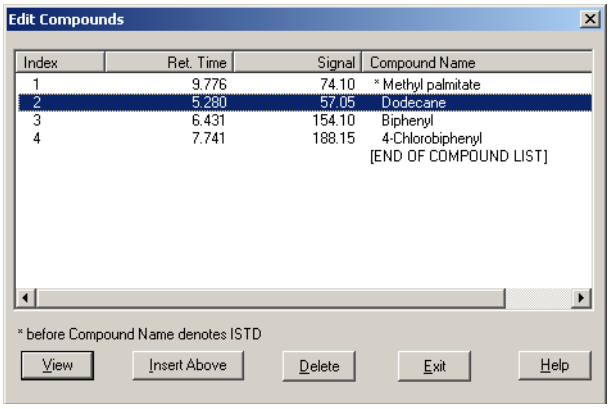
23 Nella finestra di dialogo **Update Calibration** selezionare: **Recalibrate** (dall'elenco a discesa) e **Replace** (dall'elenco a discesa) per i campi Responses e Retention Times.

Scegliendo la ricalibrazione, tutti i valori di reazione degli strumenti e i tempi di ritenzione dell'ID del livello specificato vengono sovrascritti dai valori presenti nel file di dati caricato. Vengono restituiti tutti gli altri inserimenti specificati per il composto.

Fare clic su **Do Update**.



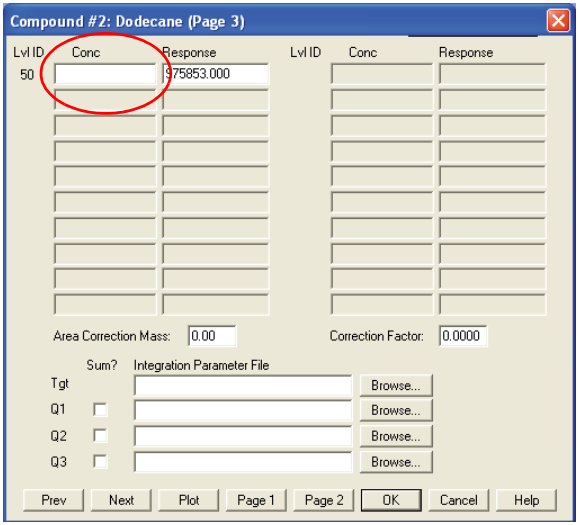
24 Quando viene visualizzata la finestra di dialogo **Edit Compounds**, fare clic su **View** e controllare la pagina 3 per ciascuno dei quattro composti nel database di quantificazione.



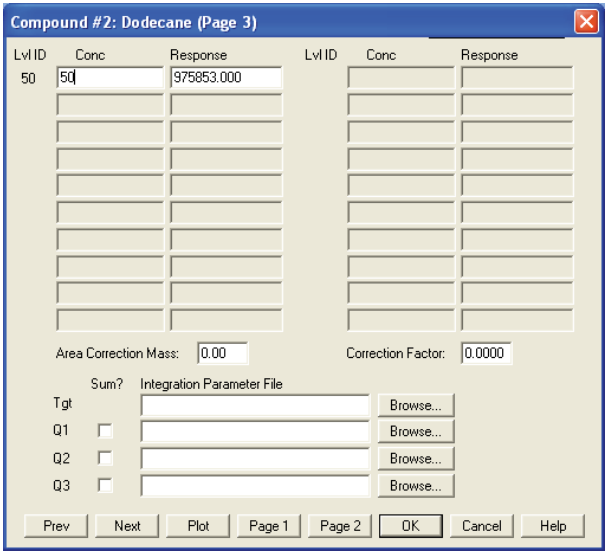
Tenere presente che il dodecano, che è stato appena aggiunto, non ha un valore di concentrazione.

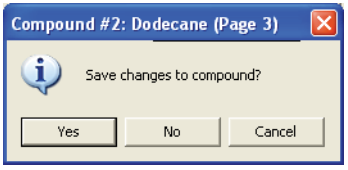
Fare clic su **Prev** o **Next** per controllare la pagina 3 degli altri composti. Gli altri composti hanno il valore 50 per la concentrazione.

Questo valore è stato inserito a livello globale durante la creazione del livello (nella fase 12).



25 Nel campo Concentration digitare **50** per il livello 50. Fare clic su **OK** e su **Yes** per salvare la modifica.

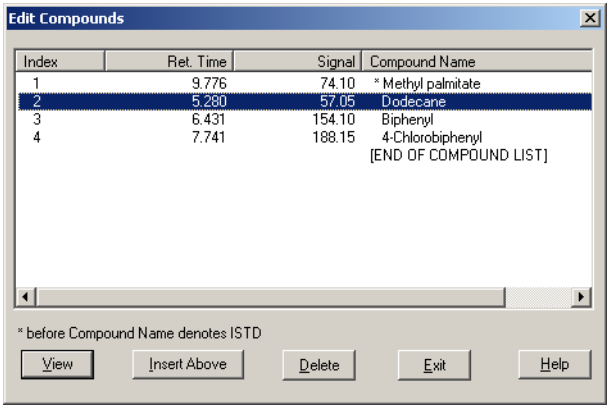




26 Si tornerà alla finestra **Edit Compounds**. Il database di quantificazione ora sarà aggiornato e pronto per l'uso.

Fare clic su **Exit** per completare il processo.

Ora è stato creato un metodo contenente un database di quantificazione in grado di identificare e quantificare difenile, dodecano, clorobifenile e palmitato metilico.



Ora che l'esercitazione è stata conclusa, è possibile impostare il proprio database di quantificazione con i composti desiderati.

NOTA

Per istruzioni dettagliate sul funzionamento della ChemStation per GC/MSD, consultare la guida in linea.

Per informazioni esaustive relative al funzionamento, alla manutenzione e alla risoluzione dei problemi dell'hardware, consultare il CD- o DVD-ROM fornito con lo strumento.

3
Utilizzo di Custom Reports

Custom Reports 82
Creazione di un modello di report 83
Personalizzazione dei report 87
Selezione di celle, righe e colonne 92
Stampa dei report 94
Creazione di un database di report personalizzati 97
Selezione multipla di file di dati 100
Visualizzazione e stampa di grafici 102
Pulsanti della barra degli strumenti di Custom Reports 103

Custom Reports

Descrizione

Custom Reports consente il trasferimento dei risultati quantitativi da Data Analysis al programma con i fogli di lavoro dei report personalizzati, in cui è possibile creare report personalizzati.

È possibile inoltre impostare database di report personalizzati da diversi campioni e visualizzare e stampare i grafici dei dati.

Quando un modello o database di report viene creato e collegato a un metodo, è possibile stampare il report o aggiornare automaticamente il database dei report personalizzati durante l'analisi del metodo.

I report personalizzati possono essere utilizzati soltanto per i dati quantificati.

Guida introduttiva

In questo capitolo vengono illustrate le operazioni di base per la creazione di un modello o di un database di report personalizzati. Queste operazioni costituiscono il punto di partenza per imparare a utilizzare Custom Reports.

Una volta acquisita familiarità con il programma, sarà possibile esplorare il software autonomamente e provare le funzioni di modifica o formattazione. Consultare la guida in linea per maggiori informazioni relative alle varie funzioni e al loro utilizzo.

Avvio di Custom Reports

Dalla finestra Data Analysis, fare clic su **Quantitate/Custom Reports** oppure sul pulsante Custom Reports.



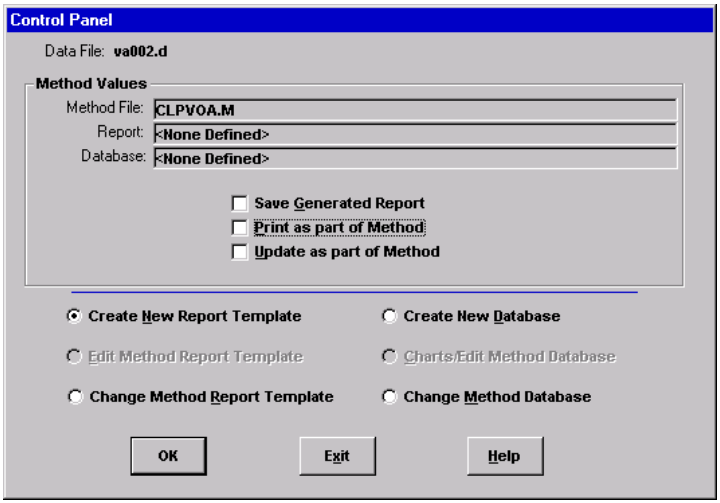
Se il metodo corrente non è associato a nessun database di quantificazione o se non è stato caricato nessun file di dati, verrà richiesto se si desidera utilizzare i valori predefiniti.

Fare clic su **OK**. Verrà visualizzata la finestra **Custom Reports Paper Size**. Selezionare il formato carta e fare clic su **OK**.

Creazione di un modello di report

Qualche secondo dopo l'avvio di Custom Reports, verrà visualizzata la finestra Control Panel (mostrata sotto).

1 Selezionare **Create New Report Template** e fare clic su **OK**.



Create New Report Template	Permette di generare un modello di report personalizzato tramite Report Wizard.
Edit Method Report Template	Permette di modificare il modello di report personalizzato.
Change Method Report Template	Permette di selezionare il modello di report da utilizzare con il metodo.
Create New Database	Permette di generare un database di report personalizzati tramite Database Wizard.
Chart/Edit Method Database	Permette di visualizzare i grafici e di modificare il database di report personalizzati.
Change Method Database	Permette di selezionare il database da utilizzare con il metodo.

2 Verrà visualizzata la finestra Report Wizard. Selezionare una voce dall'elenco di destra **Report Contents**. Nella casella di gruppo di sinistra **Possible Items for Report** vengono elencate tutte le voci selezionabili per il modello di report. Nella casella di gruppo di destra **Report Contents** vengono elencate le voci selezionate.

3 Selezionare una voce dall'elenco **Possible Items for Report** a sinistra.

4 Fare doppio clic sulla voce selezionata oppure fare clic sul pulsante **Add**. La voce selezionata verrà inserita a destra dopo quella evidenziata.

5 Ripetere le fasi 1–4 fino ad aggiungere tutte le voci desiderate al modello di report. È possibile fare clic sul pulsante **Remove** per eliminare le voci dall'elenco di destra **Report Contents**.

6 Scorrere l'elenco di sinistra **Possible Items for Report**, contenente elementi grafici che è possibile aggiungere al modello. Quando gli elementi presenti in Compound vengono aggiunti nelle sezioni **All Compound**, anche le voci contenute in Globals, nel gruppo Graphics, vengono aggiunte alla sezione **Report Content Header**.

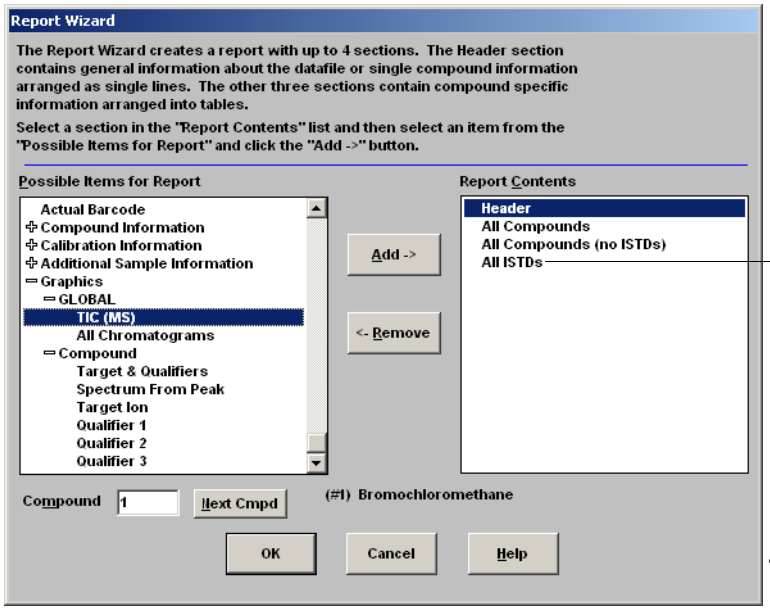
7 Al termine della selezione delle voci dei report effettuata tramite la procedura guidata, fare clic su **OK**.

   In base alle selezioni effettuate, verrà creato un modello di report.

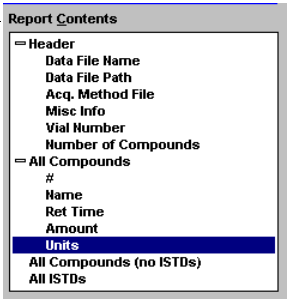
8 Quando viene visualizzato Custom Reports - Sheet1 (illustrato sotto), selezionare **File/Save** o fare clic sul pulsante **Save** per salvare il modello.

9 Verrà quindi visualizzata la finestra di dialogo **Link with Method**, che consente di impostare il modello come predefinito per il metodo e di effettuare automaticamente la stampa quando si utilizza il metodo.

10 Per uscire dal programma Custom Reports, fare clic su **File/Exit**.

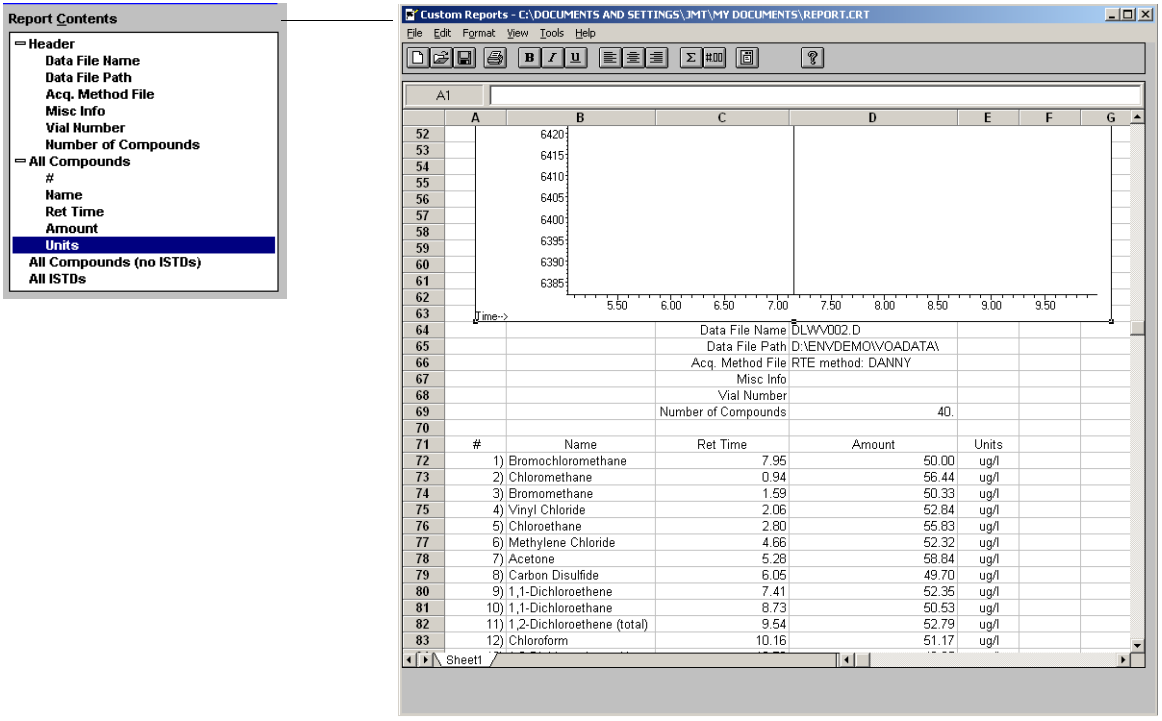


Esempio



+ Fare clic sul segno più per aprire l'elenco di voci secondarie

- Fare clic sul segno meno per chiudere l'elenco di voci secondarie


Report Contents
Header
Data File Name
Data File Path
Acq. Method File
Misc Info
Vial Number
Number of Compounds
All Compounds
#
Name
Ret Time
Amount
Units
All Compounds (no ISTDs)
All ISTDs
Custom Reports - C:\DOCUMENTS AND SETTINGS\JMT\MY DOCUMENTS\REPORT.CRT
File Edit Format View Tools Help
A1
Time-->
Data File Name DLWV002.D
Data File Path D:\ENVDEMO\VOADATA\
Acq. Method File RTE method: DANNY
Misc Info
Vial Number
Number of Compounds 40.
Name Ret Time Amount Units
1) Bromochloromethane 7.95 50.00 ug/l
2) Chloromethane 0.94 56.44 ug/l
3) Bromomethane 1.59 50.33 ug/l
4) Vinyl Chloride 2.06 52.84 ug/l
5) Chloroethane 2.80 55.83 ug/l
6) Methylene Chloride 4.66 52.32 ug/l
7) Acetone 5.28 58.84 ug/l
8) Carbon Disulfide 6.05 49.70 ug/l
9) 1,1-Dichloroethene 7.41 52.35 ug/l
10) 1,1-Dichloroethane 8.73 50.53 ug/l
11) 1,2-Dichloroethene (total) 9.54 52.79 ug/l
12) Chloroform 10.16 51.17 ug/l
Sheet1

Personalizzazione dei report

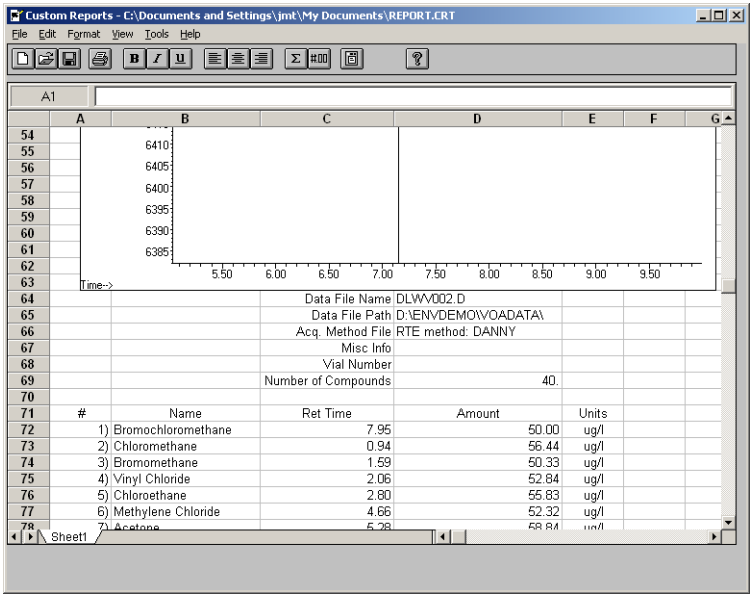
Modifica di un report

1 Selezionare **Quantitate/Custom Reports** o fare clic sul pulsante **Custom Report**. Verrà visualizzata la finestra di dialogo Control Panel, in cui selezionare **Edit Method Report Template** <report.CRT>. Il report verrà visualizzato nella casella di gruppo Method Values (laddove *<report.CRT> corrisponde* al nome di modello di report da modificare).



Se il nome del report desiderato non viene visualizzato, fare clic su **Change Method Report Template** dalla finestra Control Panel e selezionare il report desiderato. Quando la finestra Control Panel viene visualizzata nuovamente, selezionare **Edit Method Report Template**.

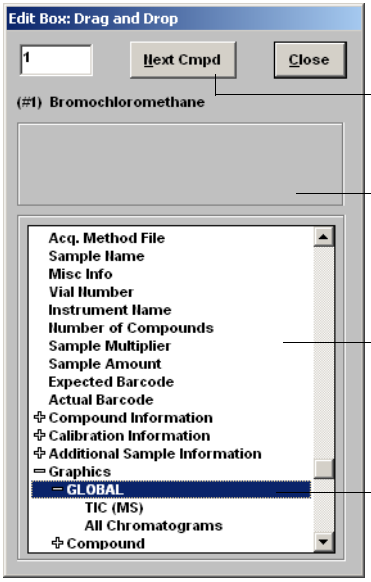
Fare clic su **OK** per visualizzare il modello di report *<report.CRT>*.



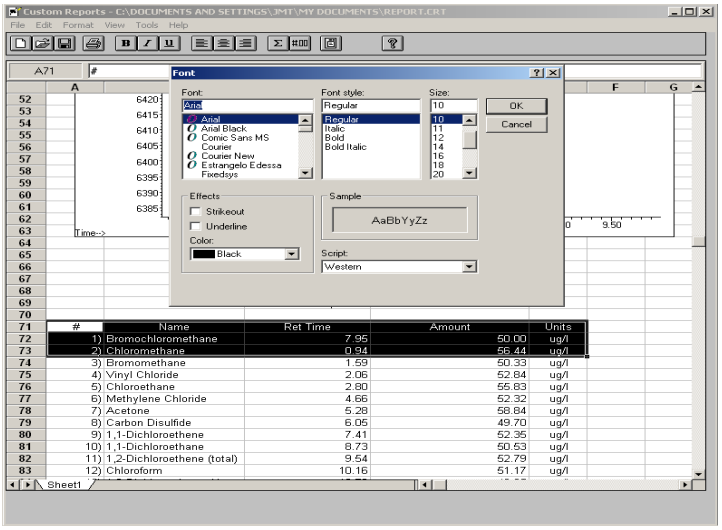
2 È possibile modificare tutte le celle nel foglio di lavoro. Per apportare le modifiche, utilizzare la finestra di dialogo **Edit Box** (illustrata sotto). Conviene salvare il report frequentemente per evitare che le modifiche vadano perse.

3 Per accedere alla finestra di dialogo, fare clic su **View/Edit Box** oppure sul pulsante **Edit Box** nella barra degli strumenti.

4 Al termine delle modifiche, salvare il modello di report.



Formattazione di un report



Quando si crea un modello di report, il report viene formattato automaticamente. È possibile personalizzare il formato del report tramite il menu Format, con il mouse o dalla barra degli strumenti. Le modifiche alla formattazione vengono salvate quando si salva il modello di report.

1 Evidenziare le celle che si desidera formattare.

2 Per scegliere un formato, utilizzare uno dei seguenti modi:

- Selezionare una voce dal menu Format. Effettuare la selezione nella finestra di dialogo e fare clic su **OK**.
- Fare clic su un pulsante di formato nella barra degli strumenti (ad esempio relativo al grassetto o all'allineamento a sinistra).
- Regolare la larghezza delle colonne o l'altezza delle righe (vedere sotto).

3 Continuare fino ad ottenere la formattazione desiderata.

4 Salvare frequentemente il report per evitare che le modifiche apportate vadano perse. Alla fine, salvare il modello di report.

Regolazione dell'altezza della riga o della larghezza della colonna

Regolazione dell'altezza della riga

1. Posizionare il cursore sulla cella con il numero di riga nel punto in cui il cursore cambia forma.
2. Fare clic sulla riga e trascinarla verso l'alto o verso il basso per impostare l'altezza desiderata.

Regolazione della larghezza della colonna

1. Posizionare il cursore sulla colonna con la lettera nel punto in cui il cursore cambia forma.
2. Fare clic sulla colonna e trascinarla verso sinistra o verso destra per impostare la larghezza desiderata.

Impostazione della stessa altezza per diverse righe

1. Fare clic su una riga con il numero e trascinare il cursore sulle altre righe per selezionarle.
2. Regolando l'altezza di una riga, l'altezza verrà applicata a tutte le righe selezionate.

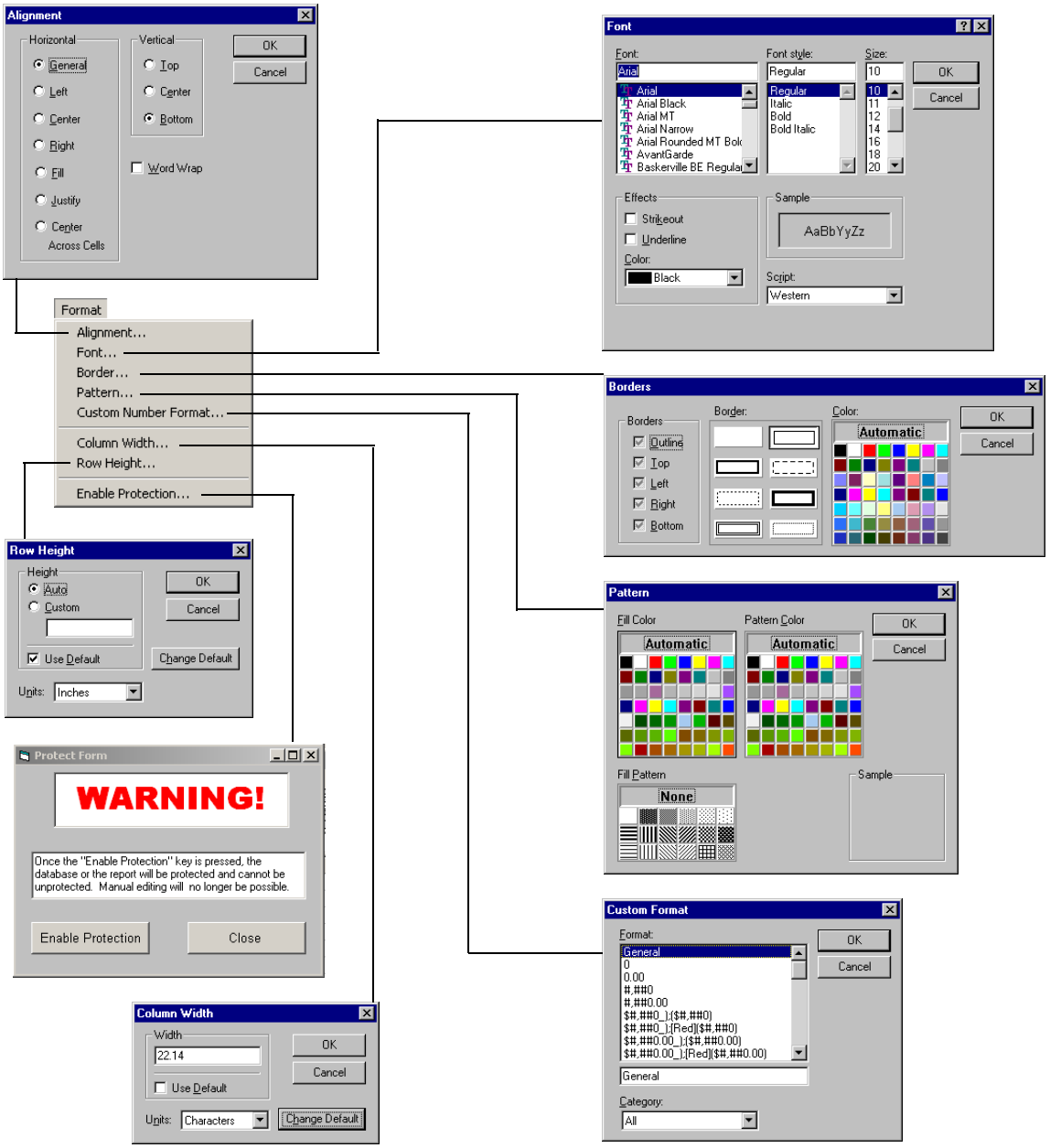
Impostazione della stessa larghezza per diverse colonne

1. Fare clic su una colonna con la lettera e trascinare il cursore sulle altre colonne per selezionarle.
2. Regolando la larghezza di una colonna, la larghezza verrà applicata a tutte le colonne selezionate.

Salvataggio di un report

1. Fare clic su **File/Save** o sul pulsante **Save** sulla barra degli strumenti.
2. Immettere un nome per il file (*non* digitare l'estensione .CRT) e fare clic su **Save**. Verrà visualizzata la finestra di dialogo **Link with Method**, che consente di impostare il modello come predefinito per il metodo e di effettuare automaticamente la stampa quando si utilizza il metodo.
3. Selezionare o deselezionare le caselle di controllo desiderate e fare clic su **OK**.
4. Per uscire da Custom Reports, fare clic su **File/Exit** oppure su **Close** nella barra del titolo.

Menu Format


Alignment
Horizontal
General
Left
Center
Right
Fill
Justify
Center Across Cells
Vertical
Top
Center
Bottom
Word Wrap
OK
Cancel
Font
Font:
Arial
Arial Black
Arial MT
Arial Narrow
Arial Rounded MT Bold
AvantGarde
Baskerville BE Regular
Font style:
Regular
Italic
Bold
Bold Italic
Size:
10
11
12
14
16
18
20
Effects
Strikeout
Underline
Color:
Black
Sample
AaBbYyZz
Script:
Western
Format
Alignment...
Font...
Border...
Pattern...
Custom Number Format...
Column Width...
Row Height...
Enable Protection...
Borders
Borders
Outline
Top
Left
Right
Bottom
Border:
Color:
Automatic
Row Height
Height
Auto
Custom
Use Default
Change Default
Units:
Inches
Pattern
Fill Color
Pattern Color
Automatic
Fill Pattern
None
Sample
Protect Form
WARNING!
Once the "Enable Protection" key is pressed, the database or the report will be protected and cannot be unprotected. Manual editing will no longer be possible.
Enable Protection
Close
Column Width
Width
22.14
Use Default
Units:
Characters
Change Default
Custom Format
Format:
General
0
0.00
#,##0
#,##0.00
$#,##0_);($#,##0)
$#,##0_);[Red]($#,##0)
$#,##0.00_);($#,##0.00)
$#,##0.00_);[Red]($#,##0.00)
Category:
All

Selezione di celle, righe e colonne

Selezione di un gruppo di celle

Per selezionare un gruppo di celle, fare clic e trascinare il cursore del mouse nel foglio di lavoro.

Selezione di una riga o colonna

Fare clic sul numero di riga o sulla lettera della colonna.

Selezione di righe o colonne multiple

Fare clic su un numero di riga o su una colonna con la lettera e trascinare il cursore.

Selezione di diverse celle singole non adiacenti

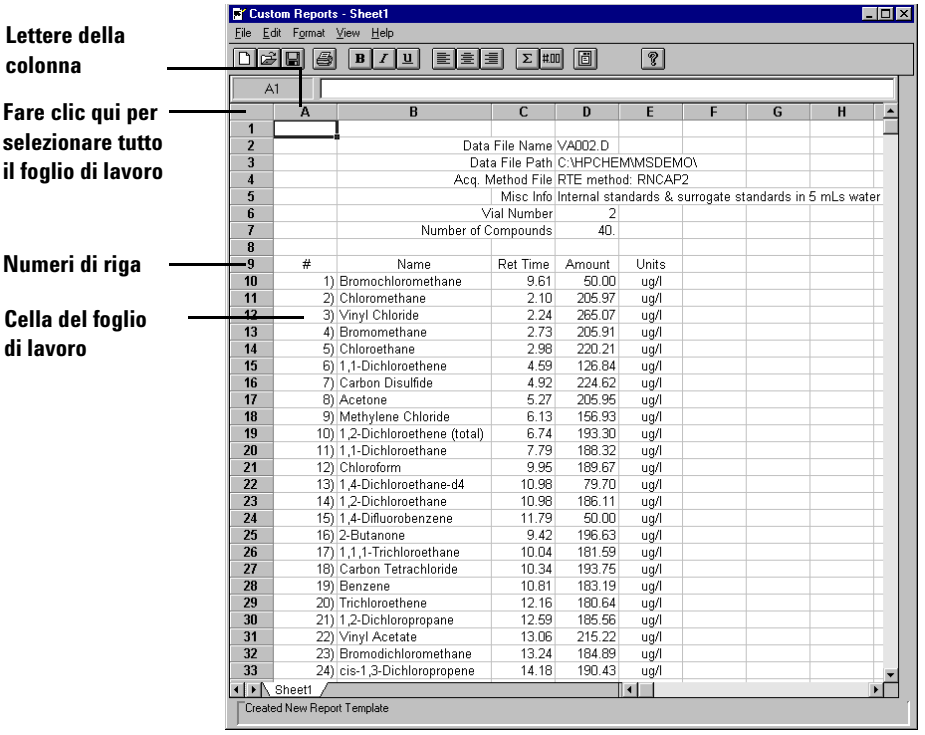
Premere [Ctrl] e fare clic sulle celle.

Selezione di righe o colonne multiple non adiacenti

Premere [Ctrl] e fare clic sui numeri di riga o sulle colonne con le lettere.

Selezione di diversi elementi adiacenti

Fare clic sul primo elemento (cella, colonna o riga) che si desidera selezionare, quindi premere il tasto [Maiusc] e fare clic sull'ultimo elemento del gruppo. Tutti gli elementi compresi tra il primo e l'ultimo verranno selezionati.


Lettere della colonna
Fare clic qui per selezionare tutto il foglio di lavoro
Numeri di riga
Cella del foglio di lavoro
Custom Reports - Sheet1
File Edit Format View Help
A1
Data File Name VA002.D
Data File Path C:\HPCHEM\MSDEMO\
Acq. Method File RTE method: RNCAP2
Misc Info Internal standards & surrogate standards in 5 mLs water
Vial Number 2
Number of Compounds 40.
Name Ret Time Amount Units
1) Bromochloromethane 9.61 50.00 ug/l
2) Chloromethane 2.10 205.97 ug/l
3) Vinyl Chloride 2.24 265.07 ug/l
4) Bromomethane 2.73 205.91 ug/l
5) Chloroethane 2.98 220.21 ug/l
6) 1,1-Dichloroethene 4.59 126.84 ug/l
7) Carbon Disulfide 4.92 224.62 ug/l
8) Acetone 5.27 205.95 ug/l
9) Methylene Chloride 6.13 156.93 ug/l
10) 1,2-Dichloroethene (total) 6.74 193.30 ug/l
11) 1,1-Dichloroethane 7.79 188.32 ug/l
12) Chloroform 9.95 189.67 ug/l
13) 1,4-Dichloroethane-d4 10.98 79.70 ug/l
14) 1,2-Dichloroethane 10.98 186.11 ug/l
15) 1,4-Difluorobenzene 11.79 50.00 ug/l
16) 2-Butanone 9.42 196.63 ug/l
17) 1,1,1-Trichloroethane 10.04 181.59 ug/l
18) Carbon Tetrachloride 10.34 193.75 ug/l
19) Benzene 10.81 183.19 ug/l
20) Trichloroethene 12.16 180.64 ug/l
21) 1,2-Dichloropropane 12.59 185.56 ug/l
22) Vinyl Acetate 13.06 215.22 ug/l
23) Bromodichloromethane 13.24 184.89 ug/l
24) cis-1,3-Dichloropropene 14.18 190.43 ug/l
Sheet1
Created New Report Template

Stampa dei report

Creazione (o caricamento) di un modello di report

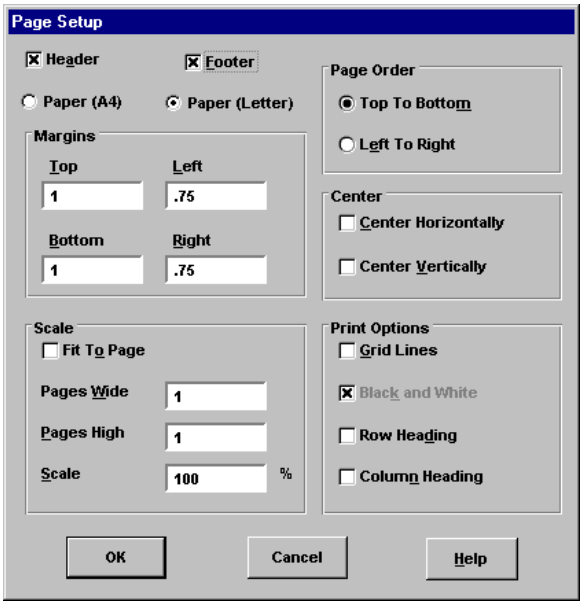
Anteprima di stampa di un report

1. Fare clic su **File/Print Preview.** Il report verrà mostrato in anteprima per visualizzare il layout di stampa.
2. Spostarsi tra le pagine con i pulsanti **Next Page** e **Prev Page**.
3. Fare clic su **Print**. L'anteprima si chiuderà e verrà stampato il report.

Stampa di un report

1. Fare clic su **File/Print** o sul pulsante **Print** sulla barra degli strumenti. Verrà visualizzata la finestra di dialogo **Print**.
2. Scegliere le opzioni di stampa desiderate (intervallo di stampa, numero di copie e qualità di stampa) e fare clic su **OK**.

Regolare le impostazioni di stampa delle pagine nella finestra **File/Page Setup** (fare clic su **Help** per visualizzare i dettagli).



Stampa automatica dei report

Esistono due metodi per impostare la stampa automatica dei report quando si utilizza un metodo:

- Creare (o caricare) il modello di report e selezionare **Print as part of Method** nella casella di controllo Method Values della finestra Control Panel.
- Quando si salva un modello di report, viene visualizzata la finestra di dialogo **Link With Method**. Selezionare la casella di controllo **Print Report as part of the Run Method** e fare clic su **OK**.

Stampa automatica di diversi report

1 Creare (o caricare) un modello di report.

2 Selezionare **File/Multiple File Select**. Verrà visualizzata la finestra di dialogo **Multiple File Select**.

3 Selezionare la directory in cui si trovano i file di dati (se non è già stata selezionata).

4 Selezionare i file di dati da stampare.

- Scegliere un nome per il file di dati.
- Fare doppio clic sul file selezionato (o fare clic sulla freccia verso destra).
- Ripetere l'operazione fino a quando tutti i file di dati vengono elencati nella sezione **Files Selected for Processing**.

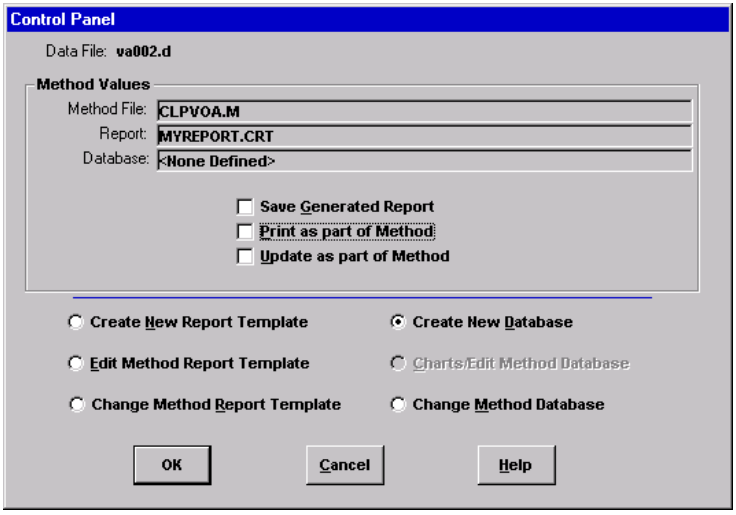
NOTA Per selezionare un gruppo di file, selezionarli uno ad uno oppure utilizzare le tecniche standard di selezione dei file di Windows.

5 Fare clic su **OK**. I file di dati verranno stampati nell'ordine stabilito con il modello di report corrente.

Creazione di un database di report personalizzati

Prima di iniziare

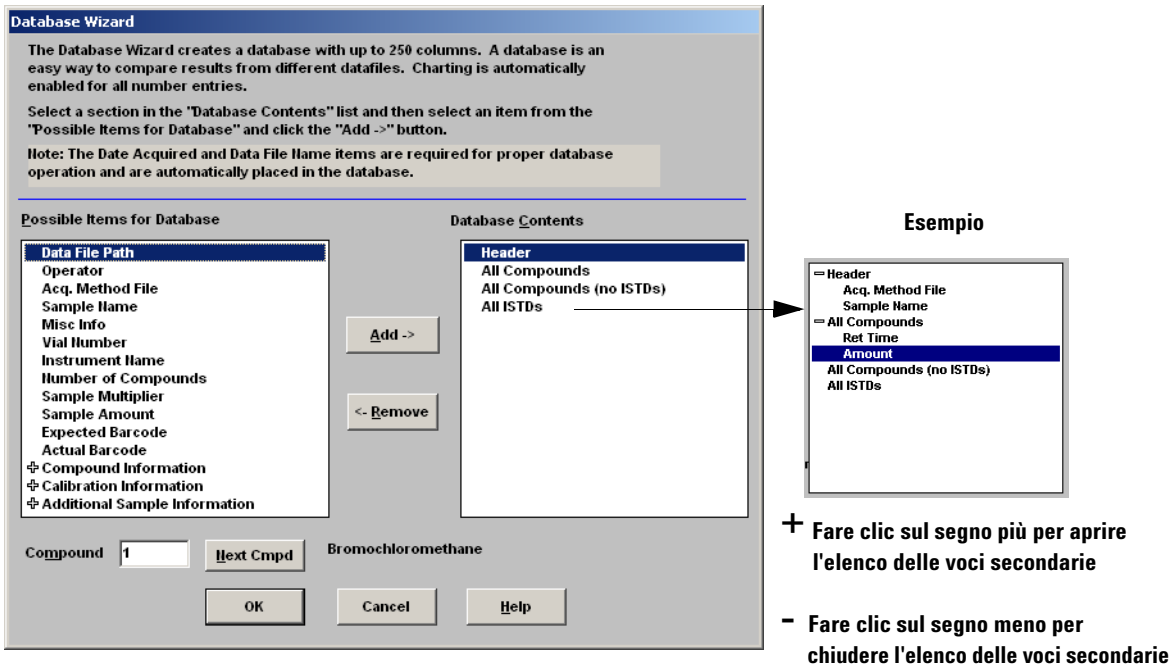
- In Data Analysis, selezionare **Quantitate/Custom Reports**.
- Se il metodo corrente non è associato a nessun database di quantificazione o se non è stato caricato nessun file di dati, verrà richiesto se si desidera utilizzare i valori predefiniti. Fare clic su **Yes**; verrà visualizzata la finestra **Control Panel** (illustrata sotto).



Procedura per la creazione di un database

1. Selezionare **Create New Database** dalla finestra Control Panel e fare clic su **OK**.
2. Verrà visualizzata la finestra **Database Wizard**. Nella casella di gruppo di sinistra **Possible Item for Database** vengono elencate tutte le voci selezionabili per il database dei report personalizzati. Nella casella di gruppo a destra **Database**

Contents vengono visualizzate tutte le voci selezionate da includere nel database.



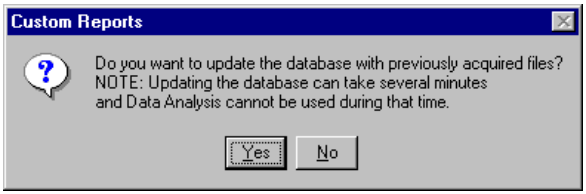
a Selezionare una voce dall'elenco a destra **Database Contents**.

b Selezionare una voce dall'elenco a sinistra **Possible Items for Database**.

c Fare doppio clic sulla voce selezionata oppure fare clic sul pulsante **Add**. La voce selezionata verrà inserita a destra dopo quella evidenziata.

d Al termine della selezione, fare clic su **OK**.

Dopo aver fatto clic su **OK** nella finestra Database Wizard, verrà visualizzato il seguente messaggio:

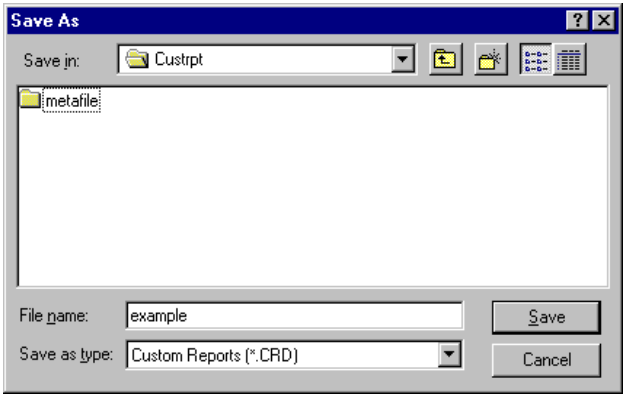


Se non si desidera aggiornare il database, fare clic su **No**. Verrà visualizzata la finestra **Control Panel**.

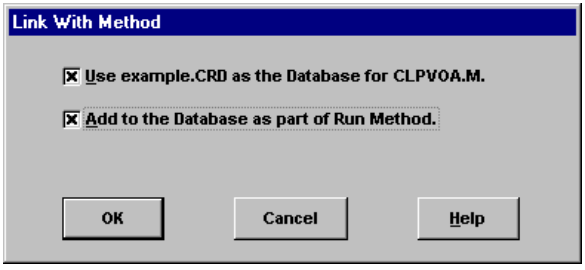
3 In caso contrario, per aggiornare il database:

- Fare clic su **Yes**. Verrà visualizzata la finestra di dialogo **Multiple File Select**. Selezionare i file di dati da aggiungere al database e fare clic su **OK**.

4 Immettere un nome di file e fare clic su **Save** nella finestra di dialogo **Save As**.



5 Quando viene visualizzata la finestra di dialogo **Link With Method**, selezionare o deselezionare le caselle di controllo desiderate e fare clic su **OK**. Ora il database è aggiornato.

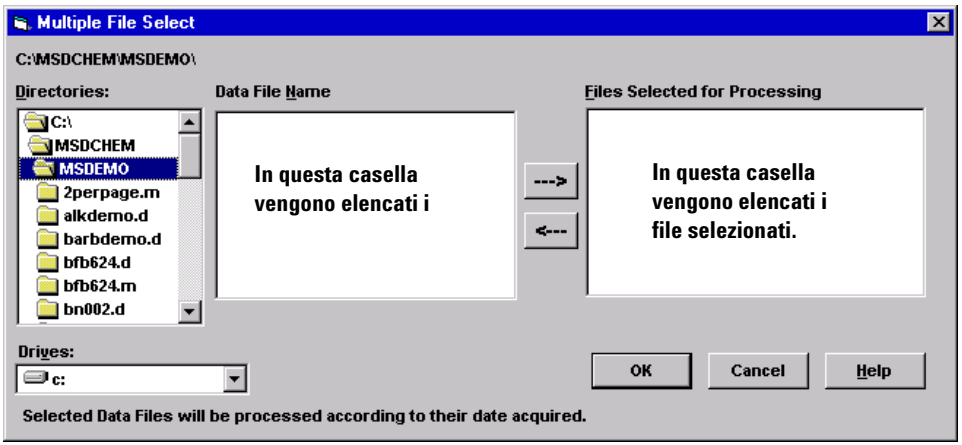


Selezione multipla di file di dati

La seguente finestra di dialogo consente di stampare diversi report o caricare diversi file di dati già acquisiti in un database.

Per aprire la finestra di dialogo, fare clic su **File/Multiple File Select**.

1. Selezionare la directory contenente i file di dati.
2. Selezionare dalla casella di gruppo **Data File Name** i file di dati da utilizzare e fare clic sulla freccia a destra (oppure fare doppio clic sul nome del file).
3. Fare clic su **OK** per elaborare i file di dati selezionati.



Selezione di due o più file in sequenza

Fare clic sul primo file da selezionare e trascinare il cursore sull'ultimo file del gruppo.

In alternativa

Fare clic sul primo file da selezionare. Premere il tasto [Maiusc] e allo stesso tempo fare clic sull'ultimo file del gruppo.

Selezione di due o più elementi non in sequenza

Premere il tasto [Ctrl] e fare clic su ciascuno dei file.

Annullamento di una selezione

Premere il tasto [Ctrl] e fare clic sul file desiderato.

Per i report

I file di dati selezionati vengono stampati con il modello di report corrente. I report vengono stampati nello stesso ordine dei file elencati.

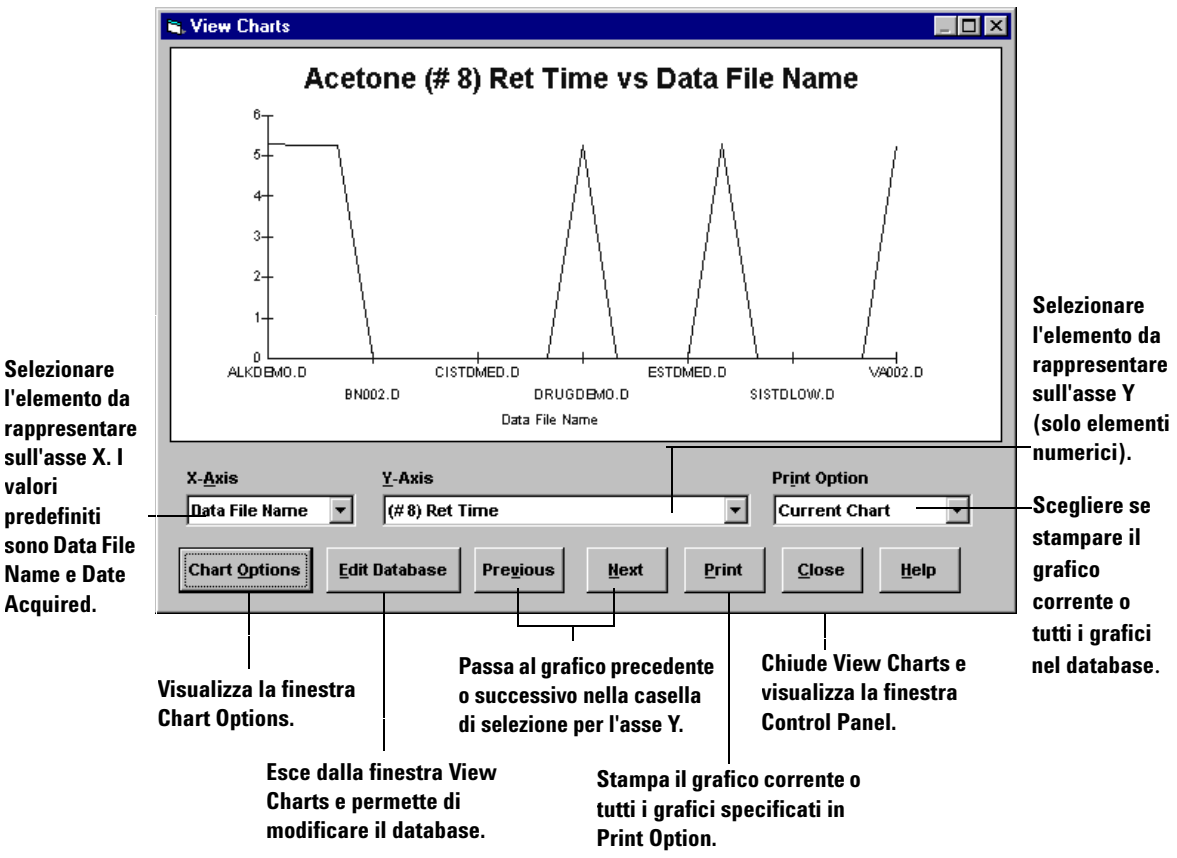
Per i database

I file di dati selezionati vengono caricati nel database corrente. I file vengono disposti automaticamente in ordine cronologico in base alla data in cui sono stati aggiunti al database.

Visualizzazione e stampa di grafici

Per visualizzare la finestra di dialogo mostrata sotto, fare clic su **Charts/Edit Method Database** nella finestra Control Panel e selezionare **Charts** dalla barra degli strumenti oppure selezionare **Charts/View Charts**. Questa finestra di dialogo permette di visualizzare e stampare i grafici dei dati in un database.

NOTA Fare clic sul grafico per visualizzare la finestra di dialogo **Individual Chart Options**.



Pulsanti della barra degli strumenti di Custom Reports


Visualizza la finestra Control Panel.


Apre un modello di report personalizzato (.crt) o un file di database (.crd).


Salva un report o un database e visualizza la finestra di dialogo Link With Method.


Stampa un report o database.


Applica (o rimuove) il grassetto al testo selezionato.


Applica (o rimuove) il corsivo al testo selezionato.


Applica (o rimuove) la sottolineatura al testo selezionato.


Allinea a sinistra i contenuti di una cella selezionata.


Allinea al centro i contenuti di una cella selezionata.


Allinea a destra i contenuti di una cella selezionata.


Inserisce una formula nella cella selezionata per sommare il contenuto delle celle sopra.


Visualizza la finestra Custom Format.


Visualizza la finestra di dialogo Edit Box: Drag & Drop.


Visualizza la finestra View Charts. Il pulsante è disponibile soltanto per i database.


Visualizza la pagina Contents della guida in linea.



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

Stampato negli USA, giugno 2006



G1701-94061