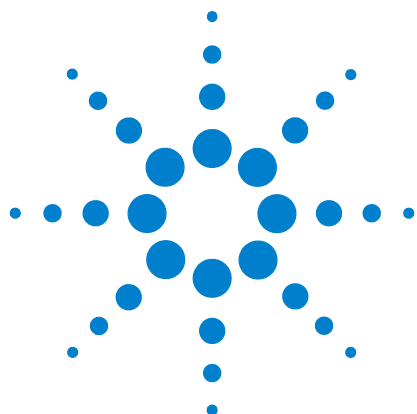




Agilent 7820A Gascromatografo

Guida operativa



Agilent Technologies

Informazioni sul documento

© Agilent Technologies, Inc. 2016

Nessuna parte di questo manuale può essere riprodotta in qualsiasi forma o mezzo (compresa la memorizzazione su supporti elettronici ed il recupero o la traduzione in lingua straniera) senza la preventiva autorizzazione scritta di Agilent Technologies, Inc. conformemente a quanto previsto dalle leggi in vigore negli Stati Uniti e da altre normative internazionali sul diritto d'autore.

Codice del manuale

G4350-94012

Edizione

Quinta edizione, agosto 2016
Quarta edizione, giugno 2015
Terza edizione, giugno 2011
Seconda edizione, ottobre 2009
Prima edizione, marzo 2009

Stampato in Cina

Agilent Technologies, Inc.
412 Ying Lun Road
Waigaoqiao Freed Trade Zone
Shanghai 200131 P.R.China

Riconoscimenti

Microsoft, Vista e Windows sono marchi di Microsoft Corporation registrati negli Stati Uniti.

Garanzia

Le informazioni contenute in questo documento sono fornite "come sono" e sono soggette a modifica senza preavviso nelle future edizioni. Inoltre, nei limiti massimi previsti dalla legge, Agilent non fornisce alcuna garanzia, esplicita o implicita, relativamente al presente manuale e alle informazioni in esso contenute, comprese, senza limitazione alcuna, le garanzie implicite di commerciabilità e di idoneità a un uso specifico. Agilent non sarà responsabile di errori o danni diretti o indiretti relativi alla fornitura, all'uso o alle prestazioni di questo documento o delle informazioni in esso contenute. In caso di separato accordo scritto fra Agilent e l'utente con diverse condizioni di garanzia relativamente al contenuto di questo documento in conflitto con le condizioni qui riportate, prevarranno le condizioni dell'accordo separato.

Licenze sulla tecnologia

I componenti hardware e/o software descritti in questo documento vengono forniti con licenza e possono essere utilizzati o copiati solo in conformità ai termini di tale licenza.

Limitazione dei diritti

Se il presente software deve essere utilizzato nell'ambito di appalti o subappalti per il governo degli Stati Uniti, il software viene fornito e concesso in licenza come "software per computer ad uso commerciale" ai sensi di DFAR 252.227-7014 (giugno 1995), come "articolo commerciale" ai sensi di FAR 2.101(a) oppure come "software per computer ad uso limitato" ai sensi di FAR 52.227-19 (giugno 1987) o di altre normative o clausole contrattuali equivalenti. L'utilizzo, la duplicazione o la divulgazione del software sono soggetti ai termini della licenza commerciale standard di Agilent Technologies e i Dipartimenti e le agenzie governativi degli Stati Uniti non DOD sono vincolati dai diritti limitati ai sensi di FAR 52.227-19(c)(1-2) (giugno 1987). Gli utenti del governo degli Stati Uniti riceveranno

unicamente "diritti limitati" come stabilito nelle norme (Giugno 1987) o DFAR 252.227-7015 (b)(2) (Novembre 1995).

Informazioni sulla sicurezza

ATTENZIONE

L'indicazione **ATTENZIONE** segnala un rischio. L'avviso richiama l'attenzione su una procedura operativa o una prassi che, se non eseguita correttamente o non rispettata, può provocare danni al prodotto o la perdita di dati importanti. In presenza della dicitura **ATTENZIONE** interrompere l'attività finché le condizioni indicate non siano state perfettamente comprese e soddisfatte.

AVVERTENZA

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

Sommario

1 Introduzione

Materiale informativo	10
Documentazione utente online	10
Portale Agilent	11
Cromatografia con un GC	12
Vista anteriore del GC Agilent 7820A	13
Vista posteriore del GC Agilent 7820A	14
Iniettori	15
Colonna e forno del GC	17
Rivelatori	18
Pannello dell'operatore	19
Display	19
Spie luminose	20
Segnali d'avviso	20
Tastiera	21

2 Principi operativi di base

Panoramica	24
Instrument Control	25
Procedura di avvio del GC	26
Procedura di spegnimento del GC per meno di una settimana	27
Procedura di spegnimento del GC per più di una settimana	28
Risoluzione dei problemi	29

3 Funzionamento della tastiera del software

Installazione della tastiera del software	32
Tastiera virtuale del software	33
Connessione a un GC	33
Disconnessione da un GC	34
Altre impostazioni di programma	34
Riduzione a icona o espansione della tastiera virtuale del software	35
Risoluzione dei problemi riguardanti una connessione	35
Come ottenere informazioni	36
Tasti di analisi	37
Tasti dei componenti del GC	38

Tasto Status	39
Tasto Info	40
Tasti di immissione di dati generali	41
Tasti di supporto	42
Tasti per l'automazione e la memorizzazione del metodo	43
Funzioni della tastiera quando il GC è controllato dal sistema dati Agilent	44
Tasto Service Mode	45
Informazioni sullo stato del GC nella tastiera virtuale del software	46
Indicatori	46
Condizioni di errore	46
Valore di regolazione lampeggiante	47
Log	48

4 Esecuzione di un metodo o di una sequenza tramite tastiera software

Caricamento, salvataggio ed esecuzione di metodi tramite tastiera software	50
Iniezione manuale di un campione con una siringa e avvio di un'analisi	50
Esecuzione di un metodo per elaborare un solo campione ALS	50
Interruzione di un metodo	50
Caricamento, salvataggio ed esecuzione di sequenze tramite tastiera software	51
Avvio di una sequenza	51
Sospensione di una sequenza in esecuzione	51
Ripresa di una sequenza messa in pausa	52
Arresto di una sequenza in esecuzione	52
Ripresa di una sequenza arrestata	52
Interruzione di una sequenza	52
Ripresa di una sequenza interrotta	52

5 Metodi e sequenze

Che cos'è un metodo?	54
Che cosa viene salvato in un metodo?	54
Che cosa accade quando si carica un metodo?	55
Creazione dei metodi	56
Caricamento di un metodo	57
Memorizzazione di un metodo	57
Che cos'è una sequenza?	59

Creazione delle sequenze 59

Automazione di analisi dei dati, sviluppo dei metodi e sviluppo di sequenze 63

Errori rimediabili 64

6 Test cromatografico

Test cromatografico 66

Preparazione del test cromatografico 67

Verifica delle prestazioni del FID 69

Per verificare le prestazioni del FID con iniettore colonna impaccata (PCI) 69

Per verificare le prestazioni del FIS con iniettore per colonna impaccata, split splitless o on column a freddo 73

Verifica delle prestazioni del TCD 77

Per verificare le prestazioni del TCD con iniettore colonna impaccata (PCI) 77

Per verificare le prestazioni del TCD con iniettore per colonna impaccata, split splitless o on column a freddo 81

Verifica delle prestazioni del NPD 85

Verifica delle prestazioni del uECD 89

Verifica delle prestazioni del FPD⁺ (campione 5188-5953) 93

Preparazione 93

Prestazioni del fosforo 94

Prestazioni dello zolfo 97

FPDVerifica delle prestazioni del FPD⁺ (campione 5188-5245, Giappone) 99

Preparazione 99

Prestazioni del fosforo 100

Prestazioni dello zolfo 103

Verifica delle prestazioni del FPD (campione 5188-5953) 105

Preparazione 105

Prestazioni del fosforo 106

Prestazioni dello zolfo 109

Verifica delle prestazioni del FPD (campione 5188-5245, Giappone) 111

Preparazione 111

Prestazioni del fosforo 112

Prestazioni dello zolfo 115

7 Configurazione

Informazioni sulla configurazione 118

Assegnazione delle risorse del GC ad un dispositivo	118
Impostazione delle proprietà di configurazione	119
Argomenti di carattere generale	120
Sblocco della configurazione GC	120
Ignore Ready =	120
Informazioni visualizzate	121
Unconfigured:	121
Forno	122
Iniettore anteriore/iniettore posteriore	123
Configurazione del tipo di gas	123
Column #	124
Visualizzazione di un riepilogo sui collegamenti della colonna	126
Informazioni sui riscaldatori	127
Rivelatore anteriore/rivelatore posteriore	128
Configurazione del gas di makeup/riferimento	128
Offset di accensione	128
Configurazione dei riscaldatori FPD o FPD+	128
Accenditore FID o FPD o FPD+ ignorato	129
Uscita analogica	130
Picchi rapidi	130
Comparto delle valvole	131
Fornitura dell'alimentazione GC al riscaldatore del comparto delle valvole	131
Zona termica ausiliaria	132
PCM A/PCM B	134
Stato	135
Time	136
Valvole #	137
Iniettore anteriore/posteriore	138
Strumento	139

8 Tasto Options

Tasto Options	142
Calibration	142
Azzeramento di un sensore specifico di flusso o pressione	144
Calibrazione della colonna	144
Menu Communication	149

Configurazione dell'indirizzo IP per il GC	149
Keyboard and Display	150

9 Attività di conFigurezione

Indirizzo IP del GC	154
Impostazione dell'indirizzo IP dal GC	155
Utilizzo del DHCP per indicare l'indirizzo IP del GC	156
Ripristino dell'indirizzo IP predefinito del GC	157
Riconfigurazione di un modulo EPC per un altro rivelatore	158



1

Introduzione

Materiale informativo	10
Cromatografia con un GC	12
Vista anteriore del GC Agilent7820A	13
Vista posteriore del GC Agilent 7820A	14
Iniettori	15
Colonna e forno del GC	17
Rivelatori	18
Pannello dell'operatore	19

Il presente documento offre una panoramica dei singoli componenti del gascromatografo Agilent 7820A (GC).



Materiale informativo

Oltre a questo documento, Agilent mette a disposizione del materiale didattico che illustra l'installazione, il funzionamento, la manutenzione e la risoluzione dei problemi del gascromatografo Agilent 7820A.

Prima di utilizzare il gascromatografo è necessario leggere le informazioni sulle normative e sulla sicurezza fornite incluse nel DVD GC and GC/MS User Manuals & Tools. I rischi più frequenti correlati all'utilizzo del GC sono:

- Ustioni causate dal contatto con aree surriscaldate sopra o dentro il gascromatografo
- Emissione di gas pressurizzati contenenti composti chimici pericolosi a seguito dell'apertura degli iniettori
- Tagli o graffi causati dalle estremità affilate della colonna capillare
- Utilizzo dell'idrogeno come gas di trasporto del gascromatografo

Documentazione utente online

Oggi la documentazione Agilent è tutta a portata di mano.



Il DVD Agilent GC and GC/MS User Manuals & Tools fornito insieme allo strumento offre un'ampia raccolta di informazioni online, video e testi sugli attuali gascromatografi, rivelatori a selezione di massa e campionatori GC di Agilent. Sono incluse le traduzioni delle informazioni di cui si ha maggiore necessità, quali:

- Documenti introduttivi agli strumenti
- Guida alla sicurezza e normativa

- Informazioni sulla preparazione per l'installazione
- Informazioni relative all'installazione
- Manuali operativi
- Informazioni relative alla manutenzione
- Informazioni dettagliate per la risoluzione dei problemi

Portale Agilent

Agilent offre inoltre informazioni personalizzati sui prodotti tramite un portale. Questa soluzione web propone numerosi servizi personalizzabili nonché informazioni direttamente correlate ai prodotti e agli ordini Agilent. Accedere al portale utilizzando l'indirizzo <http://www.agilent.com/chem>.

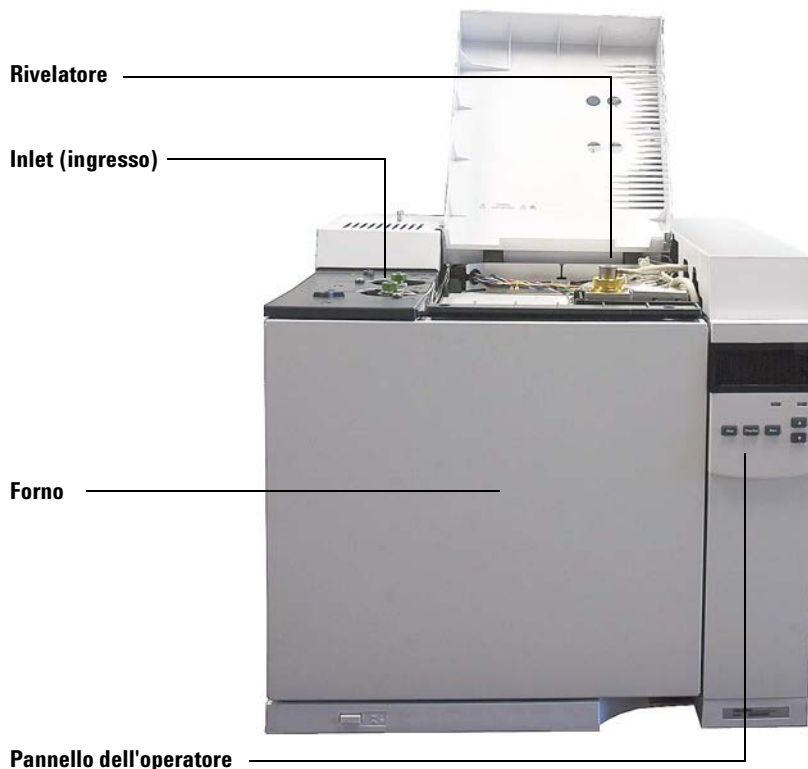
Cromatografia con un GC

La cromatografia è la separazione di una miscela di composti in singoli componenti.

La separazione e l'identificazione dei componenti di una miscela tramite il GC si suddivide in tre fasi principali:

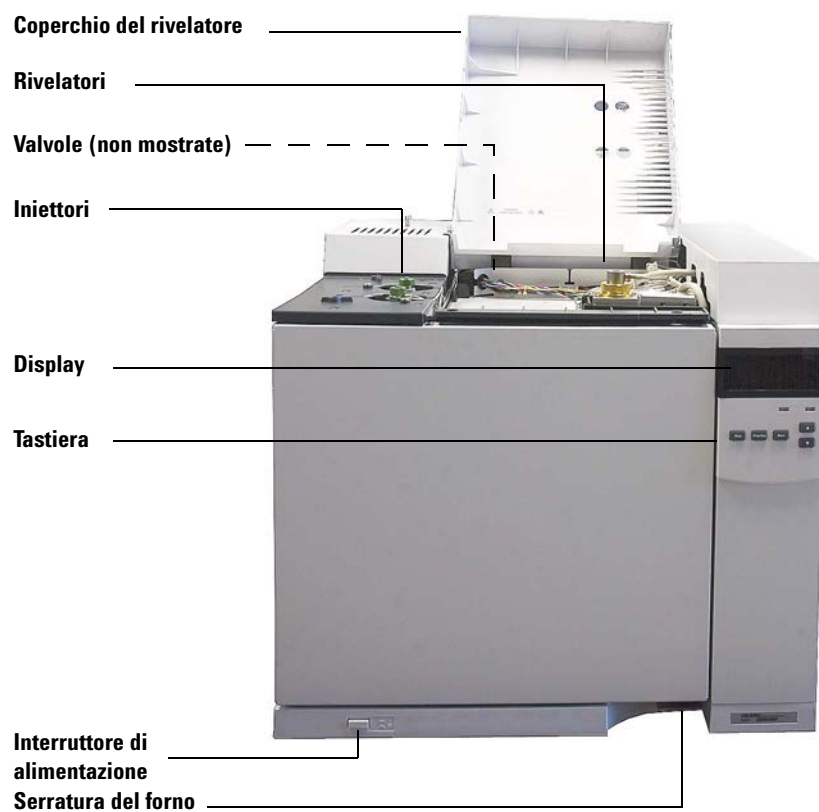
- 1 **Iniezione** di un campione nel GC (all'ingresso).
- 2 **Separazione** del campione in singoli componenti (nella colonna del forno).
- 3 **Identificazione** dei composti nel campione (nel rivelatore).

Durante questo processo sono visualizzati messaggi di stato del GC Agilent 7820A sul display. Gli utenti possono modificare le impostazioni dei parametri usando la tastiera virtuale del software.

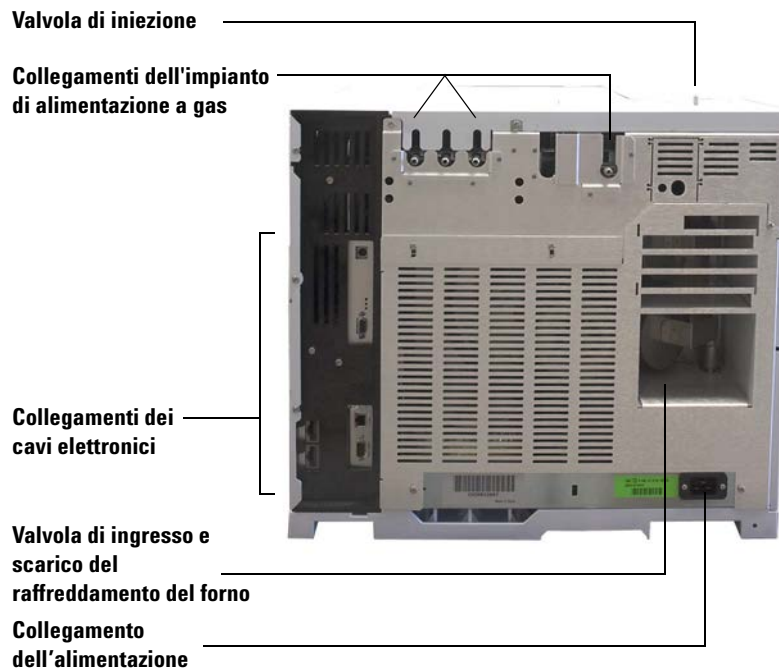


Nelle pagine seguenti del presente documento vengono descritte tutte le fasi del processo. Fare riferimento ai manuali [Advanced Operating](#) e [Getting Started](#) per ulteriori dettagli.

Vista anteriore del GC Agilent7820A



Vista posteriore del GC Agilent 7820A



Iniettori

Tramite gli iniettori i campioni vengono introdotti nel GC. Il GC Agilent 7820A può avere al massimo due iniettori, identificati come **Iniettore anteriore** e **Iniettore posteriore**.

Di seguito gli iniettori disponibili:

- Iniettore split/splitless
- Iniettore per impaccate
- Iniettore colonna impaccata
- Iniettore cool on-column

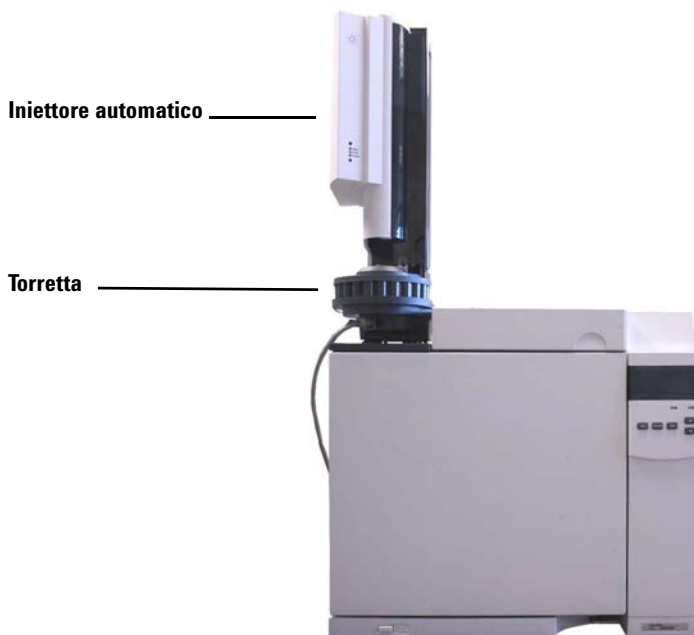
Il tipo di iniettore scelto dipende dal tipo di analisi da effettuare, dal tipo di campione da analizzare e dalla colonna da utilizzare.



I campioni possono essere introdotti negli iniettori manualmente con una siringa oppure per mezzo di un campionatore automatico (per esempio un campionatore automatico di liquidi Agilent oppure un campionatore per spazio di testa Agilent).

Iniettori automatici

Il GC Agilent 7820A può contenere fino a due iniettori automatici, identificati come **Iniettore anteriore** e **Iniettore posteriore**.



Valvole per il campionamento automatico dei gas

Le valvole di campionamento opzionali sono semplici dispositivi meccanici che introducono un campione di dimensioni fisse nel flusso di gas di trasporto. Le valvole solitamente vengono utilizzate per il campionamento di gas in flussi costanti.

Il gascromatografo Agilent 7820A può contenere un massimo di due valvole per il campionamento dei gas, identificate come **Valvola # 1** e **Valvola #2**.

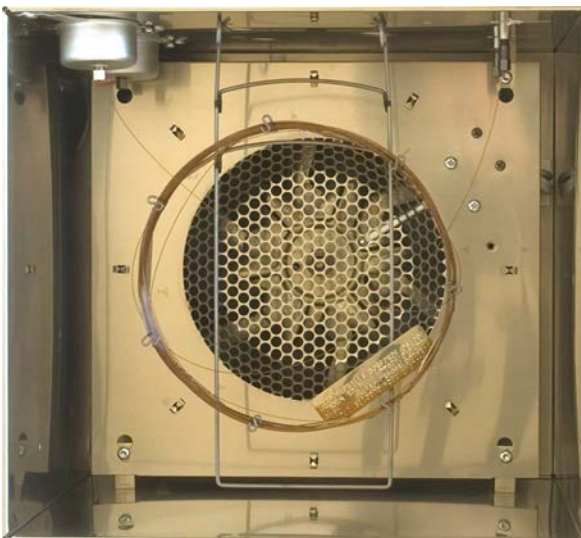
Le valvole si trovano all'interno del contenitore della valvola di campionamento del gas.

Colonna e forno del GC

Le colonne del GC sono poste in un forno a temperatura controllata. Solitamente un'estremità della colonna è collegata all'iniettore, mentre l'altra estremità è collegata al rivelatore.

La lunghezza, il diametro e il rivestimento interno delle colonne possono variare. Ogni colonna è appositamente realizzata per essere utilizzata con diversi composti.

Lo scopo della colonna e del forno è di scomporre il campione iniettato in singoli composti mentre attraversa la colonna. Per semplificare questo processo, il forno del GC può essere impostato in modo da accelerare il flusso del campione nella colonna.



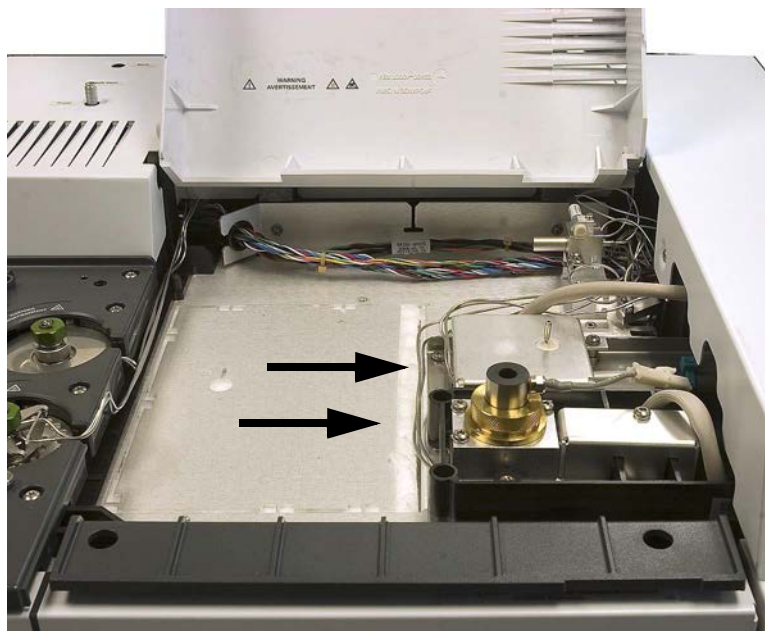
Rivelatori

I rivelatori identificano la presenza dei composti all'uscita dalla colonna.

Quando i composti entrano nel rivelatore, viene generato un segnale elettrico proporzionale alla quantità di composto rivelato. Il segnale viene inviato solitamente a un sistema di analisi dei dati, per esempio - Agilent OpenLAB CDS ChemStation edition-, in cui viene rappresentato come un picco nel cromatogramma.

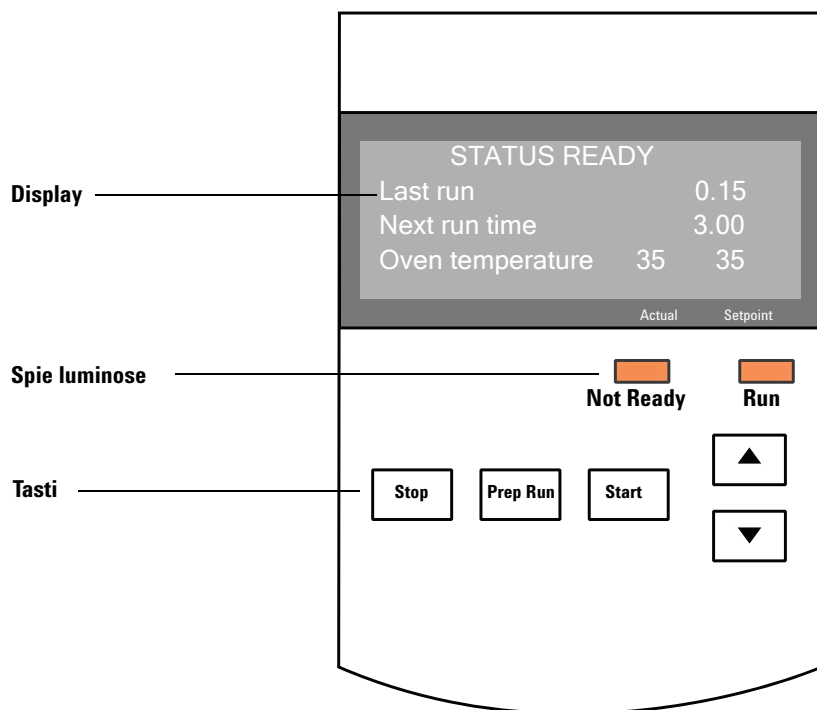
Il GC Agilent 7820A può contenere fino a due rivelatori, identificati **Rivelatore anteriore** e **Rivelatore posteriore**.

È disponibile una selezione completa di rivelatori (FID, TCD, NPD, FPD, FPD+, μ ECD e MSD). Il tipo di rivelatore selezionato dipende dal tipo di analisi da eseguire.



Pannello dell'operatore

Il pannello dell'operatore è composto da un display, da indicatori di stato e da una tastiera. Per informazioni più dettagliate, consultare “[Funzionamento della tastiera del software](#)” e il manuale [Advanced Operation](#), insieme alla suite completa di documenti sul DVD *Agilent GC and GC/MS User Manuals & Tools* fornito con il sistema.



Display

Il display mostra i dettagli relativi a quanto sta accadendo all'interno del gascromatografo Agilent 7820A.

Il cursore < indica la riga attiva corrente. Il display mostra le temperature, i flussi, le pressioni correnti nonché informazioni sulla disponibilità del GC. Utilizzare i tasti di scorrimento per selezionare una riga diversa sul display e visualizzare altre righe sul display.



Spie luminose

Il GC è provvisto di due indicatori di stato, **Not Ready** e **Run**.

Not Ready	Si <i>accende</i> quando il GC non è pronto ad elaborare un campione e <i>lampeggia</i> quando si verifica un errore. Scorrere per vedere quali parametri non sono pronti e quali guasti si sono verificati.
Run	Si <i>accende</i> quando lo strumento esegue un'analisi cromatografica. <i>Lampeggia in verde</i> in stato di pre-run, per esempio quando è in corso lo spurgo di un iniettore. split/splitless.

Quando il GC è pronto per iniziare un'analisi, sul display viene visualizzato il messaggio **STATUS Ready for Injection**. In alternativa, se un componente del GC non è pronto per iniziare l'analisi, si illuminano **Not Ready**. Scorrere per visualizzare un messaggio di spiegazione del motivo per cui il GC non è ancora pronto.

Segnali d'avviso

Prima che il GC si spenga viene emessa *una serie di segnali d'avviso*. Dopo breve, il componente con il problema si arresta, il GC emette un segnale acustico e viene visualizzato un messaggio numerato. Per esempio, se il flusso di gas dell'iniettore anteriore non raggiunge il valore di regolazione, viene emessa una serie di segnali acustici e viene visualizzato brevemente il messaggio **Front inlet flow shutdown**. Il flusso si interrompe dopo 2 minuti. Vedere ["Risoluzione dei problemi"](#).

Se il flusso di idrogeno viene interrotto oppure se si verifica un arresto termico, viene emesso un *segnale acustico continuo*.

AVVERTENZA

Prima di rimettere in funzione il GC, indagare e risolvere le cause dell'interruzione del flusso di idrogeno. Per maggiori dettagli consultare la sezione relativa all'[interruzione del flusso di idrogeno](#) nel manuale [Risoluzione dei problemi](#).

Un solo segnale acustico indica che sussiste un problema che tuttavia non impedisce al GC di completare l'analisi. In questo caso, viene emesso un segnale acustico e visualizzato un messaggio. Il GC è in grado di effettuare l'analisi e il messaggio d'avviso scompare quando questa ha inizio.

Gli altri messaggi d'errore indicano invece problemi hardware che richiedono l'intervento dell'utente. In base al tipo di errore, il GC può emettere un solo segnale acustico oppure nessuno.

Tastiera

Il GC comprende tre tasti operativi.

[Stop] Arresta immediatamente l'analisi. Se il gascromatografo sta effettuando un'analisi, è possibile che i dati relativi vadano perduti. Per informazioni relative a come riavviare il GC dopo aver premuto **[Stop]** consultare il manuale [Advanced Operation Manual](#).

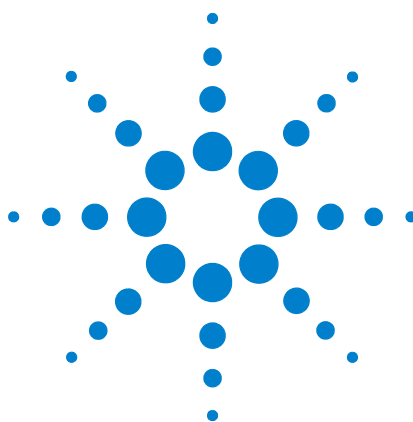
[Prep Run] Attiva i processi necessari per impostare il gascromatografo sulla condizione iniziale prevista dal metodo (per esempio disattivare il flusso di spurgo dell'iniettore per un'iniezione in modalità splitless oppure ripristinare il normale flusso alla fine della modalità di risparmio di gas).

[Start] Avvia un'analisi dopo aver iniettato manualmente un campione. Se si usa un campionatore automatico per liquidi o una valvola di campionamento del gas, l'analisi viene attivata automaticamente al momento opportuno.



Scorre sul display verso l'alto o verso il basso, una riga per volta. Serve per visualizzare:

- il tempo rimanente
- l'ora dell'analisi successiva
- i messaggi di stato correnti (cosa sta facendo il GC)
- le temperature, le pressioni e i flussi correnti
- lo stato della valvola
- la revisione del firmware del GC
- l'indirizzo IP del GC
- la data e ora del sistema



2 Principi operativi di base

Panoramica	24
Instrument Control	25
Procedura di avvio del GC	26
Procedura di spegnimento del GC per meno di una settimana	27
Procedura di spegnimento del GC per più di una settimana	28
Risoluzione dei problemi	29

In questa sezione vengono descritte alcune attività base svolte dagli operatori quando usano il GC Agilent 7820A.



Panoramica

L'utilizzo del GC comporta le seguenti attività:

- Installazione della tastiera software.
- Installazione del hardware del GC per un metodo analitico.
- Avvio del GC. Vedere [“Procedura di avvio del GC”](#).
- Preparazione del campionatore di liquidi automatico. Installare la siringa definita dal metodo; configurare l'utilizzo delle bottiglie di solvente e di scarico e le dimensioni della siringa; preparare e caricare le fiale di campione, solvente e scarico.
 - Per l'ALS 7693A, consultare il manuale [Installazione, funzionamento e manutenzione](#).
- Caricamento della sequenza o del metodo analitico nel sistema di controllo del GC.
 - Consultare la documentazione relativa al sistema dati Agilent.
 - Per il funzionamento indipendente del GC, vedere [“Caricamento di un metodo”](#) e [“Caricamento di una sequenza memorizzata”](#).
- Esecuzione di un metodo o di una sequenza.
 - Consultare la documentazione relativa al sistema dati Agilent.
 - Per il funzionamento indipendente del GC, vedere [“Iniezione manuale di un campione con una siringa e avvio di un'analisi”](#), [“Esecuzione di un metodo per elaborare un solo campione ALS”](#) e [“Avvio di una sequenza”](#).
- Controllo delle analisi dei campioni dal pannello di controllo del GC o dal programma del sistema dati Agilent. Vedere [“Informazioni sullo stato del GC nella tastiera virtuale del software”](#) o la documentazione relativa al sistema dati Agilent.
- Spegnimento del GC. Vedere [“Procedura di spegnimento del GC per meno di una settimana”](#) o [“Procedura di spegnimento del GC per più di una settimana”](#).

Il funzionamento richiede un PC dotato di tastiera software. Per maggiori informazioni, consultare [“Funzionamento della tastiera del software”](#).

Instrument Control

Il GC Agilent 7820A solitamente viene controllato da un sistema dati collegato, ad esempio Agilent OpenLAB CDS EZChrom Compact. In alternativa, il GC può essere controllato interamente dalla tastiera software: i dati vengono inviati a un integratore collegato per la generazione dei rapporti.

Utenti del sistema dati Agilent – Consultare la guida in linea fornita con il sistema dati Agilent per informazioni su come caricare, eseguire o creare metodi e sequenze con il sistema dati.

Utenti del GC senza sistema dati – Se si utilizza il GC senza nessun sistema dati collegato, per dettagli sul caricamento di metodi e sequenze dalla tastiera software, vedere:

- “Installazione della tastiera del software”
- “Caricamento di un metodo”
- “Caricamento di una sequenza memorizzata”

Per maggiori informazioni sull'analisi di metodi e sequenze dalla tastiera software, consultare:

- “Iniezione manuale di un campione con una siringa e avvio di un'analisi”
- “Esecuzione di un metodo per elaborare un solo campione ALS”
- “Avvio di una sequenza”

Per informazioni su come creare metodi e sequenze utilizzando la tastiera software, consultare [Advanced User Guide](#).

Procedura di avvio del GC

Un funzionamento corretto inizia con la corretta installazione e manutenzione del GC. I requisiti inerenti i gas, l'alimentatore, la ventilazione di sostanze chimiche pericolose e gli spazi operativi necessari sono illustrati dettagliatamente nella [Guida alla preparazione del laboratorio](#) Guida alla preparazione del laboratorio per GC, GC/MS e ALS.

- 1 Controllare la pressione delle bombole. Per informazioni sulle pressioni necessarie vedere la [Guida alla preparazione del laboratorio](#).
- 2 Attivare il gas di trasporto e del rivelatore alla fonte e aprire le valvole di intercettazione locali.
- 3 Attivare l'alimentazione del GC. Attendere che venga visualizzato il messaggio **Power on successful** (Accensione effettuata).
- 4 Installare la colonna
- 5 Controllare che i raccordi della colonna non presentino perdite. Consultare il manuale di [risoluzione dei problemi](#).
- 6 Caricare il metodo analitico. Vedere “[Caricamento di un metodo](#)”.
- 7 Attendere che il rivelatore si stabilizzi prima di procedere all'acquisizione dei dati. Il tempo impiegato dal rivelatore per stabilizzarsi dipende dall'eventuale disattivazione del rivelatore o dall'abbassamento della temperatura mentre il rivelatore era acceso.

Tabella 1 Tempi di stabilizzazione del rivelatore

Tipo di rivelatore	Tempo di stabilizzazione dall'abbassamento della temperatura (ore)	Tempo di stabilizzazione dallo spegnimento del rivelatore (ore)
FID	2	4
TCD	2	4
uECD	4	da 18 a 24
FPD	2	12
FPD+	2	12
NPD	4	da 18 a 24

Procedura di spegnimento del GC per meno di una settimana

- 1 Attendere la fine dell'analisi in corso.
- 2 Se il metodo attivo è stato modificato, salvare le modifiche.

AVVERTENZA

Non lasciare attivi i flussi di gas infiammabili nel GC se il GC non verrà sorvegliato. In caso di fuoriuscite, il gas può provocare rischi di incendio o di esplosione.

- 3 Disattivare alla fonte tutti i gas, tranne il gas di trasporto. (Il gas di trasporto deve rimanere attivo per proteggere la colonna dalla contaminazione atmosferica.)
- 4 Abbassare le temperature di rivelatore, iniettore e colonna a una temperatura tra 150 e 200 °C. È possibile spegnere il rivelatore. Consultare la tabella riportata di seguito per stabilire se convenga spegnere il rivelatore per un breve periodo. Il tempo di stabilizzazione del rivelatore è un fattore determinante. Vedere [Tabella 1](#).

Procedura di spegnimento del GC per più di una settimana

Consultare per la procedura di installazione delle colonne, dei consumabili, etc.

- 1 Caricare un [metodo di manutenzione del GC](#) e attendere che il GC sia pronto. Per maggiori informazioni relative alla creazione dei metodi di manutenzione, consultare il manuale [Manutenzione del gascromatografo](#). (Impostare tutte le zone riscaldate su 40 °C se non è disponibile un metodo di manutenzione).
- 2 Spegnerne l'interruttore.
- 3 Chiudere tutte le valvole del gas alla fonte.

AVVERTENZA

Attenzione! Il forno, l'iniettore e/o il rivelatore possono essere molto caldi e produrre ustioni. Se fossero caldi, indossare guanti resistenti al calore per proteggere le mani.

- 4 Quando il GC si è raffreddato, rimuovere la colonna dal forno e chiudere le estremità; non fare entrare contaminanti.
- 5 Chiudere i raccordi della colonna del rivelatore e dell'iniettore e tutti i raccordi esterni del GC.

Risoluzione dei problemi

Se il GC si arresta a causa di un guasto, controllare se sul display vengono visualizzati dei messaggi. Premere [**Status**] e scorrere per visualizzare altri eventuali messaggi.

- 1 Utilizzare la tastiera software o il sistema dati per arrestare il tono di allarme. Fare clic su [**Clear**] sulla tastiera software oppure spegnere il componente interessato nel sistema dati. (Per maggiori informazioni sulla tastiera software, consultare “[Funzionamento della tastiera del software](#)”).
- 2 Risolvere il problema, sostituendo ad esempio le bombole di gas o eliminando la perdita. Per informazioni dettagliate vedere la Guida [Risoluzione dei problemi](#).
- 3 Dopo aver corretto il problema, può essere necessario spegnere e riaccendere lo strumento oppure utilizzare la tastiera virtuale o il sistema dati per spegnere e riaccendere il componente problematico. Per gli errori di spegnimento sono necessarie entrambe le operazioni.



3 Funzionamento della tastiera del software

Installazione della tastiera del software	32
Tastiera virtuale del software	33
Tasti di analisi	37
Tasti dei componenti del GC	38
Tasto Status	39
Tasto Info	40
Tasti di immissione di dati generali	41
Tasti di supporto	42
Tasti per l'automazione e la memorizzazione del metodo	43
Funzioni della tastiera quando il GC è controllato dal sistema dati Agilent	44
Tasto Service Mode	45
Informazioni sullo stato del GC nella tastiera virtuale del software	46
Log	48

In questa sezione vengono descritte le funzioni di base del telecomando per gascromatografo Agilent 7820A (tastiera virtuale del software). Questo software offre un'interfaccia tastiera che consente di collegarsi al gascromatografo 7820A e controllarlo. Per maggiori informazioni relative alle funzionalità della tastiera, consultare il manuale [Advanced Operation](#).



Installazione della tastiera del software

Agilent offre un software per il telecomando 7820A GC sul DVD Agilent GC and GC/MS User Manuals & Tools. Per installare il software, inserire il DVD nell'unità corrispondente del PC, quindi seguire le istruzioni online per installare la documentazione del gascromatografo 7820A. Dopo l'installazione, è possibile aprire la tastiera virtuale del software da un'icona sul desktop oppure dal menu Start.

La tastiera virtuale del software necessita di una connessione LAN al GC.

Tastiera virtuale del software

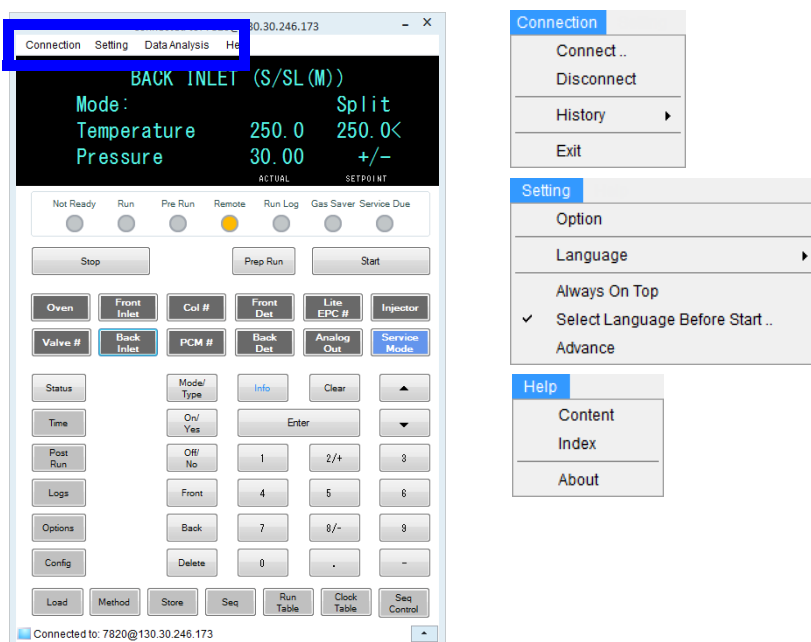
La tastiera virtuale del software viene utilizzata per:

- azionare il GC senza un sistema dati Agilent
- visualizzare le condizioni di errore dello strumento
- preparare il GC per la manutenzione
- risolvere le condizioni di guasto

La tastiera virtuale del software può controllare solo un gascromatografo della serie 7820A per volta. Può essere connessa a qualsiasi GC sulla rete del PC.

ATTENZIONE

Usare solo una tastiera virtuale del software per volta per la connessione a un dato GC.



Connessione a un GC

- 1 Selezionare **Connection > Connect**.
- 2 Selezionare **IP** per inserire/selezionare un indirizzo IP oppure **Name** per selezionare un GC utilizzando un nome precedentemente assegnato.
- 3 Dall'elenco **Target** inserire oppure selezionare il nome o l'indirizzo IP del gascromatografo.

4 Fare clic su **Connect**.

Il titolo della finestra della tastiera virtuale del software visualizza il nome o l'indirizzo IP del gascromatografo connesso. Questa informazione compare anche in fondo alla finestra.

È possibile attivare **AutoConnect** in modo che quando viene lanciata la tastiera virtuale del software venga sempre istituita la connessione al GC selezionato.

Disconnessione da un GC

Selezionare **Connection > Disconnect**.

Altre impostazioni di programma

Settings > Option > Connection

La scheda **Connection** offre opzioni per visualizzare nomi intuitivi per i GC e abilitare la connessione automatica a un GC durante il caricamento del software.

Abilitare **AutoConnect** per eseguire la connessione al GC predefinito all'avvio della tastiera virtuale del software. Questa funzione può essere impostata anche da **Connection > Connect**.

Utilizzare **Connection History** per assegnare il GC visualizzato nell'elenco **Connect**. La cronologia delle connessioni riporta tutti i GC con cui è stata effettuata una connessione.

Per attribuire un nome che apparirà nell'elenco **Connect** selezionare il GC, quindi fare clic su **Change Name**. Digitare il nome nel campo **Name** poi fare clic su **Save Name**.

Per fare in modo che un GC compaia come prima voce nell'elenco **Connect** selezionarlo nella cronologia e fare clic su **Set as Default**.

Per eliminare in maniera permanente tutti i nomi salvati e tutta la cronologia delle connessioni, fare clic su **Clear History**.

Settings > Option > ShortCuts

La scheda **ShortCuts** consente di attivare, disattivare e personalizzare le scelte rapide usabili con il software.

Per abilitare le scelte rapide da tastiera, selezionare **Enable shortcut on main panel**.

Dopo aver abilitato le scelte rapide, sarà possibile utilizzare le scelte rapide predefinite oppure selezionarle e modificarle come desiderato. Per modificare una scelta rapida, selezionarla e quindi fare clic su **Change**. Premere i tasti corrispondenti alla nuova scelta rapida, quindi fare clic su **Store** per salvarla e su **OK** per chiudere la finestra di dialogo **Option**. Le scelte rapide devono essere uniche. Fare clic su **Default** per ripristinare i valori di fabbrica.

Settings > Option > Log

Selezionare la scheda **Log** per visualizzare le voci di registro compilate dalla tastiera virtuale del software. Il software registra gli eventi di connessione, gli errori di comunicazione ed eventi simili.

Settings > Language

Usare **Settings > Language** per selezionare la lingua dell'interfaccia utente della tastiera virtuale del software. Dopo una breve pausa, l'IU viene ricaricata nella nuova lingua. Questa impostazione modifica solo la lingua della tastiera virtuale del software, non la lingua del GC.

È possibile disattivare la selezione della lingua durante l'avvio del programma deselectando **Settings > Select Language Before Startup**.

Riduzione a icona o espansione della tastiera virtuale del software

Fare clic su  o  nell'angolo in basso a destra della finestra per attivare/disattivare la visualizzazione della tastiera.

Risoluzione dei problemi riguardanti una connessione

Se la tastiera virtuale del software non riesce a connettersi al GC, verificare quanto segue:

- controllare che il GC sia attivo;
- verificare che i cavi della LAN siano correttamente connessi;
- verificare che l'indirizzo IP immesso sia corretto per il GC. Sul pannello anteriore del GC, premere  o  per scorrere alla voce **IP**. Questo è l'indirizzo IP corrente del GC.
- Verificare le comunicazioni di base con il GC utilizzando il comando **ping**. Consultare il manuale [Troubleshooting](#).
- Verificare che al momento nessun altro stia controllando il GC.

- Assicurarsi che il PC sia in grado di comunicare con il GC. L'indirizzo IP del PC deve essere impostato per una rete o una sottorete simile. Ad esempio se l'indirizzo IP del GC IP è 192.168.0.26 (valore di default), l'indirizzo IP del PC deve essere 192.168.0.xx, ove xx è qualsiasi numero da 0 a 25 o da 27 a 255. Se l'impostazione LAN del PC è diversa rispetto al GC, è necessario modificare l'indirizzo IP del PC. Per informazioni consultare la guida di Windows. Questo funzionamento può richiedere privilegi di amministratore sul PC.

Come ottenere informazioni

Per aprire la guida con informazioni sulla tastiera, andare a **Help > Contents**.

Tasti di analisi

Questi tasti permettono di avviare, interrompere e preparare l'analisi dei campioni nel gascromatografo.



[Prep Run]

Attiva i processi necessari per impostare il gascromatografo sulla condizione iniziale prevista dal metodo (per esempio disattivare il flusso di spurgo dell'iniettore per un'iniezione in modalità splitless oppure ripristinare il normale flusso alla fine della modalità di risparmio di gas). Consultare il manuale [Advanced Operation Manual](#) per i dettagli.

[Start]

Avvia un'analisi dopo aver iniettato manualmente un campione. Se si usa un campionatore automatico per liquidi o una valvola di campionamento del gas, l'analisi viene attivata automaticamente al momento opportuno.

[Stop]

Arresta immediatamente l'analisi. Se il gascromatografo sta effettuando un'analisi, è possibile che i dati relativi vadano perduti. Vedere anche [“Ripresa di una sequenza interrotta”](#) a pagina 52.

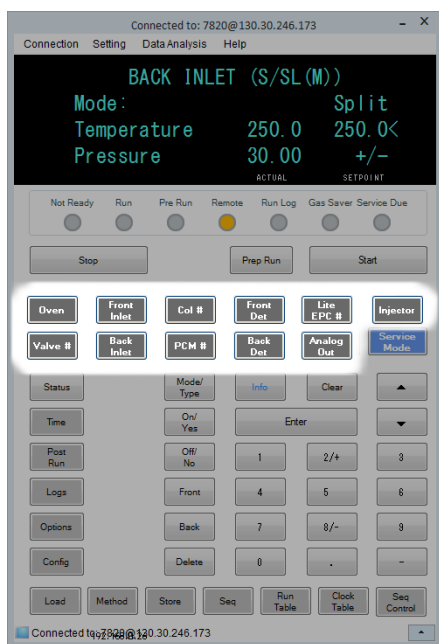
Tasti dei componenti del GC

Questi tasti consentono di impostare temperatura, pressione, flusso, velocità e altri parametri di funzionamento del metodo.

Per visualizzare le impostazioni correnti, premere uno di questi tasti. È possibile che siano disponibili più di tre righe di dati. Se necessario, usare i tasti di scorrimento per visualizzare più righe.

Per modificare le impostazioni scorrere fino alla riga interessata, inserire la modifica e premere **[Enter]**.

Per visualizzare la guida sensibile al contesto, premere **[Info]**. Per esempio, se si preme il tasto **[Info]** in corrispondenza di un valore di regolazione, verrà visualizzato un messaggio di questo tipo: *Enter a value between 0 and 350* (Inserire un valore tra 0 e 350).



[Oven]

Regola la temperatura del forno isothermico e la temperatura programmata.

[Front Inlet]

Controllano i parametri di funzionamento dell'iniettore.

[Back Inlet]

[Col #]

Regola la pressione, il flusso o la velocità della colonna. Consente di impostare rampe di flusso o pressione.

[PCM #]

Controlla la pressione della colonna, il flusso o la velocità per i moduli di controllo pneumatici accessori. Consente di impostare rampe di flusso o pressione.

[Front Det]

Controlla i parametri di funzionamento del rivelatore.

[Back Det]

[Lite EPC #]

Fornisce un controllo pneumatico a un iniettore, un rivelatore o altri dispositivi. Utile per configurare il rivelatore EPC per l'uso. Può essere utilizzato per programmare la pressione.

[Injector]

Modifica i parametri di controllo dell'iniettore, come i volumi di iniezione, i campioni e i lavaggi con il solvente.

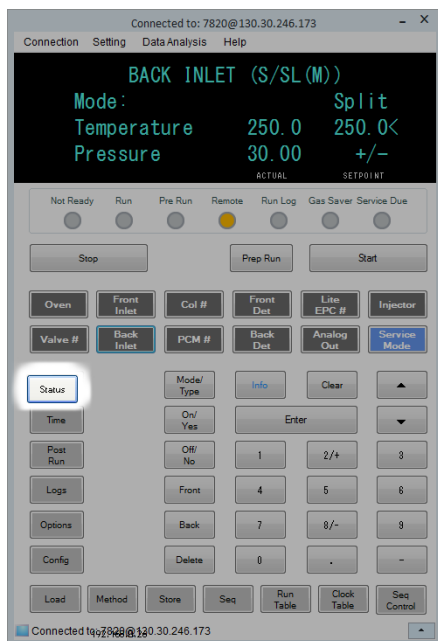
[Valve #]

Consente di gestire una valvola di campionamento e/o di selezionare una della valvole (on o off).

[Analog Out]

Assegna un segnale all'uscita analogica. L'uscita analogica si trova sul retro del GC.

Tasto Status



[Status]

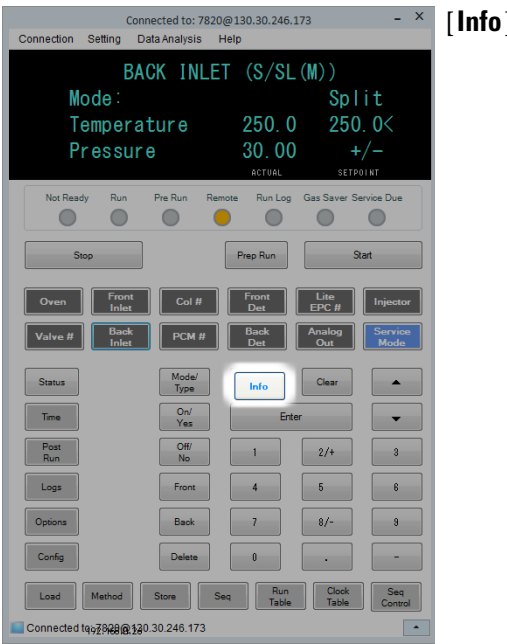
Visualizza informazioni sullo stato di pronto o non pronto e su eventuali guasti.

Quando la spia di stato **Not Ready lampeggia**, significa che si è verificato un guasto. Premere [Status] per vedere quali parametri non sono pronti e quale guasto si è verificato.

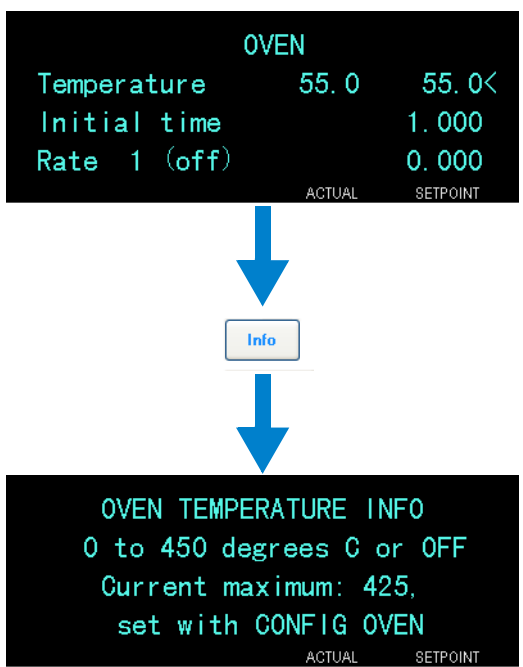
È possibile modificare l'ordine di visualizzazione degli elementi nella finestra di scorrimento di [Status]. Per esempio, si può decidere di visualizzare nelle prime tre righe gli elementi controllati più spesso, per non doverli cercare ogni volta. Per cambiare l'ordine nella finestra **Status**:

- 1 Premere [Config] [Status].
- 2 Individuare il valore di regolazione che si desidera visualizzare per primo e premere [Enter]. Il valore di regolazione verrà visualizzato all'inizio dell'elenco.
- 3 Individuare il valore di regolazione che si desidera visualizzare per secondo e premere [Enter]. Il valore diventerà il secondo nell'elenco.
- 4 Continuare fino ad aver impostato l'ordine desiderato.

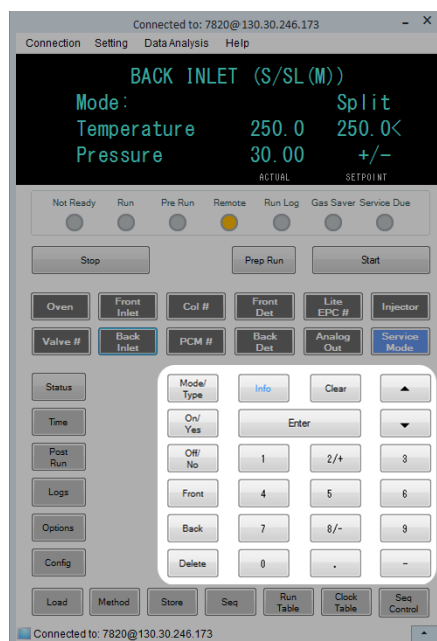
Tasto Info



Fornisce informazioni relative al parametro visualizzato. Ad esempio, se la riga attiva visualizzata è **Oven Temp** (indicata dal simbolo <), [Info] mostrerà l'intervallo valido di temperature del forno. In altri casi, [Info] visualizza le definizioni o le azioni da eseguire.



Tasti di immissione di dati generali



[Mode/Type] Accede a un elenco di possibili parametri associati alle impostazioni non numeriche di un componente. Per esempio, se il GC è configurato con un iniettore split/splitless e viene premuto il tasto **[Mode/Type]**, le opzioni elencate saranno split, splitless, split pulsato o splitless pulsato.

[Clear] Rimuove un valore di regolazione errato prima che venga premuto il tasto **[Enter]**. Permette inoltre di tornare alla prima riga di un display multiriga o al display precedente, di annullare una funzione durante una sequenza o un metodo oppure di annullare il caricamento o il salvataggio di sequenze e metodi.

[Enter] Accetta le modifiche inserite oppure seleziona una modalità alternativa.

 Scorre sul display verso l'alto o verso il basso, una riga per volta. Il simbolo < sul display indica la riga attiva.

 **Tasti numerici** Vengono usati per digitare le impostazioni i parametri del metodo. (Premere **[Enter]** dopo aver accettato le modifiche.)

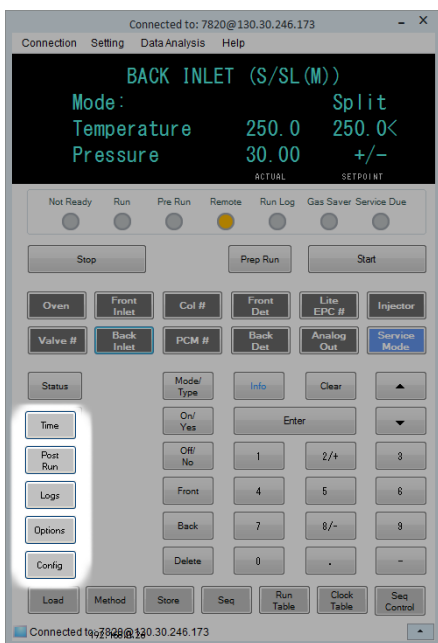
Per i GC allestiti con EPR (regolazione pneumatica elettronica), i tasti 2/+ e 8/- sono usati per regolare le impostazioni dei parametri rispettivamente verso l'alto o il basso.

[On/Yes] Vengono utilizzati per impostare i parametri, per esempio i segnali acustici d'avviso, di modifica del metodo e di pressione dei tasti, oppure per attivare o disattivare dispositivi come i rivelatori.

[Front] [Back] Di solito vengono configurati durante le operazioni di configurazione. Quando si configura una colonna, per esempio, questi tasti consentono di individuare l'iniettore e il rivelatore ai quali la colonna è collegata.

[Delete] Elimina i metodi, le sequenze, le voci nella tabella dell'analisi e le voci nella tabella degli orari. **[Delete]** interrompe inoltre il processo di regolazione dello scarto per i rivelatori di azoto/fosforo (NPD) senza interrompere gli altri parametri del rivelatore. Consultare il manuale [Advanced Operation](#) per ulteriori dettagli.

Tasti di supporto



[Time]

Mostra la data e l'ora corrente sulla prima riga.

Nelle due righe centrali vengono visualizzati l'intervallo tra le analisi, il tempo trascorso e il tempo residuo durante un'analisi, nonché l'ora dell'ultima analisi e il tempo successivo nella fase successiva all'analisi.

Nell'ultima riga viene sempre visualizzato un cronometro. Nella riga del cronometro, premere [Clear] per azzerare l'orologio e [Enter] per avviare o arrestare il cronometro.

[Post Run]

Programma il GC per effettuare altre operazioni dopo l'analisi, per esempio degassare una colonna o invertire il flusso. Consultare il manuale [Advanced Operation](#) per i dettagli.

[Logs]

Commuta fra due analisi: log dell'analisi, log di manutenzione e log degli eventi di sistema. Le informazioni contenute nei log permettono di supportare gli standard GLP (Good Laboratory Practices).

[Options]

Accede alle opzioni di impostazione dei parametri relativi agli strumenti, ad esempio tastiera e display. Scorrere fino alla riga desiderata e premere [Enter] per accedere alle voci associate. Vedere ["Tasto Options"](#) a pagina 141.

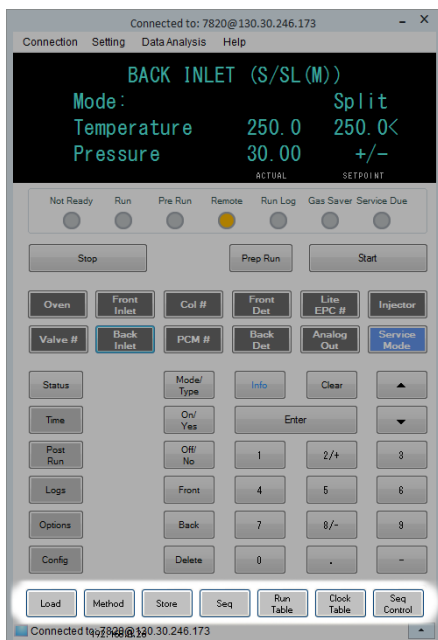
[Config]

Permette di impostare i componenti che non vengono rilevati automaticamente dal GC ma sono fondamentali per applicare un metodo, per esempio le dimensioni delle colonne, i tipi di gas del rivelatore e di trasporto, le configurazioni del gas di makeup e le tubazioni delle colonne verso gli iniettori e i rivelatori. Queste impostazioni sono memorizzate nel metodo e ne fanno parte.

Per visualizzare la configurazione corrente di un componente (ad esempio l'iniettore o il rivelatore), premere [Config], quindi premere il tasto relativo al componente desiderato. Ad esempio, [Config][Front Det] apre i parametri di configurazione del rivelatore.

Tasti per l'automazione e la memorizzazione del metodo

Questi tasti consentono di caricare e salvare in locale i metodi e le sequenze sul GC. Non consentono di accedere a metodi e sequenze salvati dal sistema dati Agilent.



[**Load**]
[**Method**]
[**Store**]
[**Seq**]

Questi tasti consentono insieme di caricare e salvare metodi e sequenze sul GC.

Ad esempio, per caricare un metodo, premere [**Load**] [**Method**] e selezionare un metodo dall'elenco memorizzato nel GC. Vedere [“Caricamento di un metodo”](#) a pagina 57.

[**Run Table**]

Consente di programmare gli eventi speciali durante un'analisi. Per evento speciale si intende, per esempio, attivare una valvola. Consultare il manuale [Advanced Operation](#) per i dettagli.

[**Clock Table**]

Consente di programmare gli eventi perché si verifichino a un determinato orario, in contrapposizione con le analisi specifiche, e di accedere alla pianificazione dello strumento (Instrument Schedule). Ad esempio, gli eventi nella tabella degli orari possono essere utilizzati per avviare un'analisi finale tutti i giorni alle 17:00. Consultare il manuale [Advanced Operation Manual](#) per i dettagli.

[**Seq Control**]

Avvia, arresta, mette in pausa o riprende una sequenza, oppure mostra lo stato di una sequenza. Vedere [“Caricamento, salvataggio ed esecuzione di sequenze tramite tastiera software”](#) a pagina 51.

Funzioni della tastiera quando il GC è controllato dal sistema dati Agilent

Quando il GC è controllato dal sistema dati Agilent, il sistema dati definisce i valori di regolazione e analizza i campioni. L'indicatore **Remote** sulla tastiera virtuale del software si accende quando il sistema dati controlla il GC.

ATTENZIONE

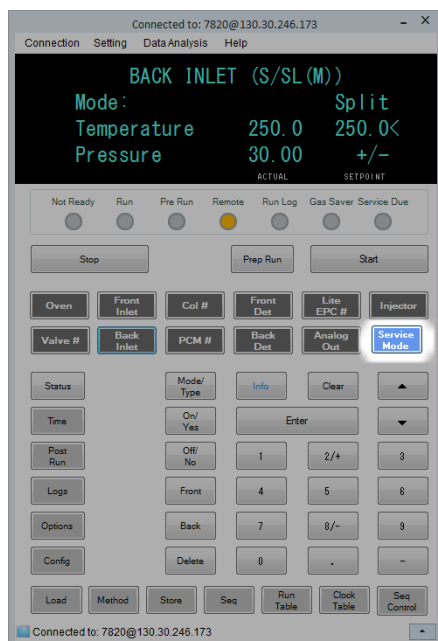
L'uso della tastiera virtuale per modificare i valori di regolazione quando un sistema dati controlla il GC può causare dati errati. Quando si utilizza la tastiera virtuale del software, il GC non comunica automaticamente le modifiche dei valori di regolazione al sistema dati connesso.

Quando un sistema dati Agilent controlla il GC, la tastiera virtuale del software deve essere utilizzata per:

- Visualizzare lo stato dell'analisi selezionando [**Status**]
- Visualizzare le impostazioni del metodo selezionando i tasti del componente GC
- Visualizzare gli orari dell'analisi successiva e dell'ultima analisi, il tempo rimanente e il tempo rimanente della fase successiva all'analisi selezionando ripetutamente [**Time**]
- Interrompere un'analisi selezionando [**Stop**]
- Individuare quale computer sta controllando il GC premendo [**Options**] > **Communication** e scorrendo. Il nome del computer che controlla il GC è indicato dopo l'impostazione **Enable DHCP** insieme al numero di host connessi al GC.

Se si preme [**Stop**] mentre è in corso un'analisi, il GC interrompe subito l'analisi. Il sistema dati conserva i dati già raccolti, ma non ne raccoglie altri da utilizzare per quel campione. A seconda del sistema dati e delle impostazioni sulla gestione degli errori, i sistemi dati Agilent possono avviare l'analisi successiva.

Tasto Service Mode

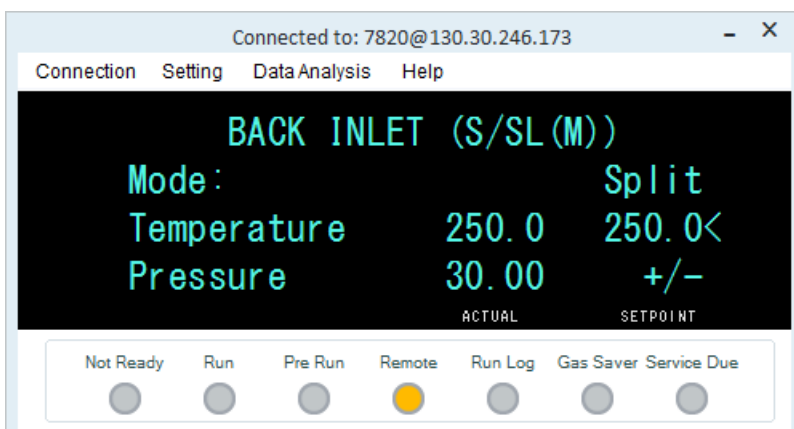


[Service Mode] Consente di accedere a funzioni di manutenzione, impostazioni, contatori e strumenti di diagnostica del GC. Consultare il manuale [Advanced Operation Manual](#) per i dettagli.

Informazioni sullo stato del GC nella tastiera virtuale del software

Quando il GC è pronto per iniziare un'analisi, sul display viene visualizzato il messaggio **STATUS Ready for Injection**. In alternativa, se un componente del GC non è pronto per iniziare l'analisi, l'indicatore **Not Ready** sulla tastiera virtuale del software è acceso. Premere [**Status**] per visualizzare un messaggio di spiegazione del motivo per cui il GC non è ancora pronto.

Indicatori



Un indicatore acceso significa:

- Lo stato di avanzamento di un'analisi (**Pre Run** o **Run**).
- Fattori che richiedono attenzione (**Not Ready**, **Service Due** e **Run Log**).
- Il gascromatografo è controllato da un sistema dati Agilent (**Remote**).
- Il gascromatografo è in modalità di risparmio di gas (**Gas Saver**).

Condizioni di errore

In presenza di un problema viene visualizzato un messaggio sullo stato. Se il messaggio indica che un hardware è danneggiato, è necessario avere maggiori informazioni. Premere il tasto del componente applicabile (per esempio, **Front Det**, **Oven** o **Front Inlet**).

Valore di regolazione lampeggiante

Se il sistema arresta un flusso di gas o il forno l'indicatore **Off** inizia a lampeggiare sulla riga in corrispondenza dei parametri del componente.

In caso di arresto del sistema pneumatico o di guasto in un'altra parte del rivelatore, la riga **On/Off** dell'elenco di parametri del componente lampeggerà.

Per i parametri sul flusso o sulla pressione oppure per la temperatura del forno, selezionare il parametro lampeggiante e premere [**Off/No**] per cancellare l'errore. Se possibile, risolvere il problema, e premere [**On/Yes**] sul parametro per riutilizzarlo. Se il problema non viene risolto, il guasto sarà nuovamente segnalato.

Se l'arresto implica problemi per la sicurezza (ad esempio nel caso dell'arresto dell'idrogeno come gas di trasporto), è necessario spegnere e riavviare il GC. Consultare il manuale di [Risoluzione dei problemi](#) per ulteriori informazioni.

Log

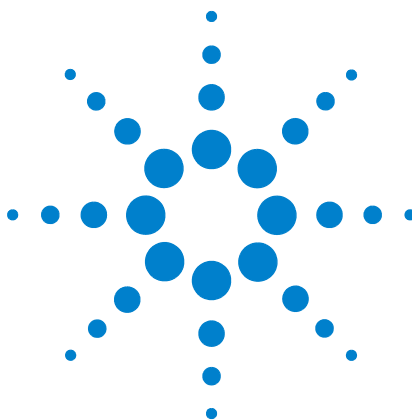
Dalla tastiera è possibile accedere a tre log: il log dell'analisi, il log di manutenzione e il log di eventi di sistema. Per accedere ai log, premere [**Logs**] quindi scorrere fino al log desiderato e premere [**Enter**]. Sul display verrà indicato il numero di voci contenute nel log. Scorrere l'elenco.

Log di analisi

Il log dell'analisi viene azzerato all'inizio di ogni analisi. Durante l'analisi, tutti gli scostamenti dal metodo pianificato (compresi gli interventi con la tastiera) vengono elencati nella tabella del log dell'analisi. Se il log dell'analisi contiene delle voci, l'indicatore **Run Log** si illumina.

Log di eventi di sistema

Nel log degli eventi di sistema vengono registrati gli eventi significativi che si sono verificati quando il GC era in funzione. Alcuni eventi vengono visualizzati anche nel log dell'analisi, se si verificano durante un'analisi.



4 Esecuzione di un metodo o di una sequenza tramite tastiera software

Caricamento, salvataggio ed esecuzione di metodi tramite tastiera software 50

Caricamento, salvataggio ed esecuzione di sequenze tramite tastiera software 51

In questa sezione viene spiegato come caricare, salvare ed eseguire un metodo o una sequenza con la tastiera software senza utilizzare un sistema dati Agilent. È possibile usare la tastiera per selezionare ed eseguire un metodo o una sequenza automatizzata salvata nel GC ed eseguirla. In questo caso, i dati generati dall'analisi vengono normalmente inviati a un integratore per i rapporti di analisi.

Per informazioni sulla creazione di un metodo o di una sequenza con la tastiera, vedere [Capitolo 5](#), “Metodi e sequenze.”



Caricamento, salvataggio ed esecuzione di metodi tramite tastiera software

Iniezione manuale di un campione con una siringa e avvio di un'analisi

- 1 Preparare per l'iniezione la siringa del campione.
- 2 Caricare il metodo desiderato. (vedere [“Caricamento di un metodo”](#)).
- 3 Premere **[Prep Run]**.
- 4 Attendere che venga visualizzato il messaggio **STATUS Ready for Injection**.
- 5 Inserire l'ago della siringa passando dal setto, fino all'iniettore.
- 6 Allo stesso tempo, abbassare lo stantuffo della siringa per iniettare il campione e premere **[Start]**.

Esecuzione di un metodo per elaborare un solo campione ALS

- 1 Preparare per l'iniezione il campione.
- 2 Caricare la fiala del campione nella posizione assegnata della torretta dell'ALS.
- 3 Caricare il metodo desiderato. (vedere [“Caricamento di un metodo”](#)).
- 4 Premere **[Start]** sulla tastiera del GC per avviare la pulizia della siringa dell'ALS, il caricamento del campione e il metodo di iniezione del campione. Il campione, dopo essere stato caricato nella siringa, viene automaticamente iniettato quando è pronto il GC.

Interruzione di un metodo

- 1 Premere **[Stop]**.
- 2 Quando si è pronti per riprendere l'analisi, caricare la sequenza o il metodo opportuno. (vedere [“Caricamento di un metodo”](#) o [“Caricamento di una sequenza memorizzata”](#)).

Caricamento, salvataggio ed esecuzione di sequenze tramite tastiera software

Una sequenza può indicare fino a cinque sottosequenze da eseguire, nonché le sequenze successive all'analisi, se definite. Ogni sequenza viene memorizzata con un numero da 1 a 9.

Avvio di una sequenza

- 1 Caricare la sequenza. (vedere [“Caricamento di una sequenza memorizzata”](#)).
- 2 Premere **[Seq Control]**.
- 3 Controllare lo stato della sequenza:
 - **Running**—è in corso l'analisi della sequenza
 - **Ready/wait**—lo strumento non è ancora pronto (causa la temperatura del forno, i tempi di equilibratura, ecc.)
 - **Paused**—la sequenza è messa in pausa
 - **Stopped**—passare al [fase 4](#)
 - **Aborted**—la sequenza è stata interrotta senza attendere la fine dell'analisi (vedere [“Interruzione di una sequenza”](#)).
 - **No sequence**—la sequenza non è attiva o non è definita
- 4 Scorrere fino alla riga **Start sequence** e premere **[Enter]** per impostare lo stato su **Running**.

Il led **Run** si illuminerà e resterà acceso fino al completamento della sequenza. La sequenza proseguirà fino all'esecuzione di tutte le sottosequenze o fino all'interruzione.

Ready wait

Se la sequenza è partita ma lo strumento non è ancora pronto (causa la temperatura del forno, i tempi di equilibratura, ecc.), la sequenza aspetterà che tutti i valori dello strumento siano pronti.

Sospensione di una sequenza in esecuzione

- 1 Premere **[Seq Control]**.
- 2 Scorrere fino a **Pause sequence** e premere **[Enter]**.

La sequenza si interromperà al termine dell'analisi del campione corrente. Lo stato della sequenza cambia in **paused**. Si ha la possibilità di riprendere o arrestare la sequenza messa in pausa.

Ripresa di una sequenza messa in pausa

- 1 Premere [**Seq Control**].
 - 2 Scorrere fino a **Resume sequence** e premere [**Enter**].
- La sequenza riprenderà con il campione successivo.

Arresto di una sequenza in esecuzione

- 1 Premere [**Seq Control**].
 - 2 Scorrere fino a **Stop sequence** e premere [**Enter**].
- La sequenza si arresta alla fine della sottosequenza in esecuzione a meno che [**Seq**] > **Repeat sequence** è impostato su **On**. Una sequenza arrestata può essere riavviata solo dall'inizio.

Ripresa di una sequenza arrestata

- 1 Premere [**Seq Control**].
 - 2 Scorrere fino a **Resume sequence** e premere [**Enter**].
- La sequenza ripartirà dall'inizio.

Interruzione di una sequenza

Quando una sequenza viene interrotta, si arresta immediatamente senza aspettare la fine dell'analisi corrente.

La sequenza si interrompe nei seguenti casi:

- Viene premuto il tasto [**Stop**].
- Si verifica un errore nel campionatore che genera un messaggio d'errore.
- Il GC rileva un'incongruenza di configurazione durante il caricamento di un metodo.
- Una sequenza in esecuzione cerca di caricare un metodo inesistente.
- Il campionatore è disattivato. È possibile correggere il problema e poi riprendere la sequenza. L'analisi del campione interrotta verrà ripetuta.

Ripresa di una sequenza interrotta

- 1 Correggere il problema. (vedere "[Interruzione di una sequenza](#)").
 - 2 Premere [**Seq Control**].
 - 3 Scorrere fino a **Resume sequence** e premere [**Enter**].
- L'analisi del campione interrotta verrà ripetuta.



5 Metodi e sequenze

Che cos'è un metodo?	54
Che cosa viene salvato in un metodo?	54
Che cosa accade quando si carica un metodo?	55
Creazione dei metodi	56
Programmazione di un metodo	56
Caricamento di un metodo	57
Memorizzazione di un metodo	57
Metodo incompatibile	57
Che cos'è una sequenza?	59
Creazione delle sequenze	59
Informazioni sulla sequenza prioritaria	60
Programmazione di una sequenza	60
Programmazione di una sequenza prioritaria	61
Programmare una sottosequenza ALS	61
Programmazione di una sottosequenza per valvole	62
Programmare le sequenze post analisi	62
Memorizzazione di una sequenza	62
Caricamento di una sequenza memorizzata	63
Determinazione dello stato di una sequenza	63
Automazione di analisi dei dati, sviluppo dei metodi e sviluppo di sequenze	63
Errori rimediabili	64



Che cos'è un metodo?

Un metodo è un gruppo di impostazioni necessarie per analizzare un campione specifico.

Visto che ogni tipo di campione reagisce diversamente nel GC (per alcuni occorre una temperatura del forno più elevata, per altri serve una pressione gassosa inferiore o un rivelatore diverso), occorre adottare un metodo diverso per ogni specifico tipo di analisi.

Che cosa viene salvato in un metodo?

Alcune delle impostazioni salvate in un metodo specificano in che modo debba essere elaborato un campione quando viene adottato il metodo corrispondente. Alcuni esempi di impostazioni di metodo comprendono:

NOTA

Nei GC allestiti con EPR (controllo pneumatico elettronico), rivelatore, colonna e flusso iniettore il salvataggio non avviene con il metodo.

- Il programma di temperatura del forno
- Il tipo di flusso e di gas di trasporto
- Il tipo di rivelatore e di flussi
- Il tipo di iniettore e di flussi
- Il tipo di colonna
- La durata dell'analisi del campione

Quando viene creato un metodo su un sistema dati Agilent, ad esempio Agilent OpenLAB CDS EZChrom Compact, vengono salvati nel metodo anche i parametri di analisi e di registrazione dei dati. I parametri indicano come interpretare il cromatogramma generato dal campione e quale tipo di rapporto stampare.

Per maggiori informazioni relative ai dati che possono essere inclusi in un metodo, consultare il [Advanced Operation Manual](#).

Che cosa accade quando si carica un metodo?

Esistono due tipi di metodi:

- **Il metodo attivo**—a volte indicato come il metodo corrente. Le impostazioni definite in questo metodo corrispondono alle impostazioni che sta utilizzando il gascromatografo.
- **Metodi memorizzati**—possono essere salvati fino a 9 metodi nel GC, insieme a un metodo di default.

Nei GC con EPC (controllo pneumatico elettronico), **quando viene caricato un metodo** dal GC o dal sistema dati Agilent, i valori di regolazione del metodo attivo vengono sostituiti immediatamente dai valori di regolazione del metodo caricato.

Nei GC con EPR (regolazione pneumatica elettronica), **quando viene caricato un metodo** dal GC o dal sistema dati Agilent, i parametri impostati manualmente **non** vengono sostituiti immediatamente dai valori di regolazione del metodo caricato.

- Il metodo caricato diventa il metodo attivo (corrente).
- L'indicatore **Not Ready** rimane acceso fino a quando il GC raggiunge tutte le impostazioni specificate dal metodo caricato.

Consultare la sezione [“Esecuzione di un metodo o di una sequenza tramite tastiera software”](#) per informazioni relative all'uso della tastiera per caricare, modificare e salvare i metodi.

Creazione dei metodi

Un metodo è un insieme di valori richiesti per analizzare un singolo campione sul GC: impostazioni per la temperatura del forno, la pressione, la temperatura dell'iniettore, il campionatore, ecc. Un metodo viene creato salvando un insieme di valori come metodo numerato utilizzando il tasto **[Store]**.

I componenti per i quali è possibile memorizzare dei valori di regolazioni sono indicati nella [Tabella 2](#).

Tabella 2 Componenti e valori di regolazione

Componente	Componente
Forno	Uscita analogica
Valvola 1-2	Iniettore anteriore e posteriore (consultare il manuale d'uso di ALS)
Ingresso anteriore e posteriore	Aux temp
Colonne 1-4	Post run
Rivelatore anteriore e posteriore	Run table

Il GC salva anche i valori di regolazione dell'ALS.

- Vedere il manuale [Installazione, funzionamento e manutenzione 7693A](#) per i dettagli sui valori di regolazione corrispondenti.
- Vedere il manuale [Installazione, funzionamento e manutenzione 7650](#) per i dettagli sui valori di regolazione corrispondenti.

I valori di regolazione vengono salvati allo spegnimento del GC e caricati a nuovo riavvio dello strumento.

Programmazione di un metodo

- 1 Selezionare singolarmente ogni componente e i relativi valori appropriati per il metodo (Vedere [Tabella 2](#)).
- 2 Controllare i valori attuali e, se necessario, modificare. Ripetere l'operazione per ciascun componente.
- 3 Controllare i valori attuali dell'ALS e, se necessario, modificarli.
- 4 Salvare i valori come metodo memorizzato (vedere [“Memorizzazione di un metodo”](#) a pagina 57).

Caricamento di un metodo

- 1 Premere [**Load**].
- 2 Premere [**Method**].
- 3 Inserire il numero del metodo da caricare (da 1 a 9).
- 4 Premere [**On/Yes**] per caricare il metodo e sostituire il metodo attivo. In alternativa, premere [**Off/No**] per tornare all'elenco dei metodi salvati senza caricare il metodo.

Memorizzazione di un metodo

- 1 Verificare che siano impostati i parametri corretti.
- 2 Premere [**Method**].
- 3 Scorrere fino al metodo da memorizzare e premere [**Enter**].
- 4 Premere [**On/Yes**] per salvare il metodo e sostituire il metodo attivo. In alternativa, premere [**Off/No**] per tornare all'elenco dei metodi salvati senza salvare il metodo.

Metodo incompatibile

Questa sezione è valida *solo* nel caso di un GC standalone, ossia non collegato ad un sistema dati. Quando un sistema dati, come LAB CDS o MassHunter, gestisce il GC, i metodi vengono memorizzati nel sistema dati e da qui possono essere modificati. Per maggiori informazioni consultare la documentazione del proprio sistema dati.

Supponiamo che il GC standalone sia provvisto di un solo FID che siano stati creati e salvati dei metodi che utilizzano questo rivelatore. Ora, rimuoviamo il FID e al suo posto installiamo un TCD. Durante il caricamento di uno dei metodi memorizzati, verrà visualizzato un messaggio di errore a indicare che il metodo e l'hardware non sono compatibili.

Il problema è che l'hardware effettivo non corrisponde più alla configurazione salvata nel metodo. Il metodo non può essere utilizzato perché non è in grado di far funzionare il TCD aggiunto.

Controllando il metodo, si noterà che i parametri sul rivelatore sono stati reimposti sui valori predefiniti.

Si assiste a incompatibilità del metodo solo nel caso di dispositivi elettronici nel GC, come iniettori, rivelatori e moduli EPC. Il GC genera un'incompatibilità per consumabili tipo colonne, liner e siringhe.

Correzione di un metodo incompatibile su un GC standalone

In caso di modifica del hardware (compresa una semplice sostituzione di una scheda difettosa del rivelatore), è possibile evitare questo problema seguendo la procedura descritta:

- 1 Prima di modificare un hardware, premere **[Config][hardware module]**, dove **[hardware module]** sta per il dispositivo da sostituire, ad esempio, **[Config][Front Detector]**.
- 2 Premere **[Mode/Type]**. Selezionare **Remove module** e premere **[Enter]**. A questo punto il modulo risulta **Unconfigured**.
- 3 Spegnerne il GC.
- 4 Modificare l'hardware (in questo esempio, rimuovere il FID e il modulo del flusso, e sostituire con il TCD e il suo modulo).
- 5 Accendere il GC. Premere **[Config][hardware module]**, ad esempio **[Config][Front Detector]**
- 6 Premere **[Mode/Type]**. Selezionare **Install module** e premere **[Enter]**. Il GC installerà il nuovo hardware che andrà a correggere il metodo attivo (non quello memorizzato!).
- 7 Salvare il metodo corretto utilizzando lo stesso numero (che va a sovrascrivere il metodo memorizzato) o un numero nuovo (che lascia invariato il metodo originale).

Che cos'è una sequenza?

Una sequenza corrisponde a un elenco di campioni da analizzare e a un metodo da utilizzare per ogni analisi.

Consultare [“Esecuzione di un metodo o di una sequenza tramite tastiera software”](#) e [“Creazione delle sequenze”](#) per informazioni su come creare, caricare, modificare e salvare le sequenze tramite tastiera.

Creazione delle sequenze

Una sequenza specifica i campioni da analizzare e il metodo memorizzato da utilizzare per ciascun campione. Una sequenza si suddivide in sequenza prioritaria (Priority sequence, solo ALS), sottosequenze (Subsequences) (ognuna delle quali utilizza un singolo metodo) e sequenze post analisi (Post sequence).

- **Priority sequence** – consente di interrompere l'ALS in analisi o una sequenza di valvole per analizzare dei campioni urgenti (vedere [“Informazioni sulla sequenza prioritaria”](#) a pagina 60).
- **Subsequences** – contengono il numero del metodo memorizzato e le informazioni che definiscono una serie di fiale (o di posizioni di valvole) da analizzare con un metodo specifico. Le sottosequenze di campionatori e/o valvole possono essere utilizzate nella stessa sequenza.
- **Post sequence** – denomina un metodo da caricare ed eseguire dopo l'ultima analisi dell'ultima sottosequenza. Specifica se la sequenza deve essere ripetuta a tempo indeterminato oppure arrestata dopo l'ultima sottosequenza.

I campioni in ciascuna sottosequenza sono specificati indicando la posizione ALS o la posizione della valvola di campionamento (valvole di campionamento di gas).

È possibile memorizzare un massimo di nove sequenze con due sottosequenze ciascuna.

Informazioni sulla sequenza prioritaria

La sequenza prioritaria è costituita da una sequenza per campionate e per valvole e uno speciale parametro **Use priority** che può essere attivato in qualsiasi momento anche durante l'esecuzione di una sequenza. Questa funzionalità consente di interrompere una sequenza in esecuzione senza doverla modificare.

Se il parametro **Use priority** è su **On**:

- 1 Il GC e l'ALS completano l'analisi in corso e mettono in pausa la sequenza.
- 2 Il GC analizza la sequenza prioritaria.
- 3 Il GC reimposta il parametro **Use priority** su **Off**.
- 4 La sequenza principale riprende dopo essere stata messa in pausa.

Programmazione di una sequenza

- 1 Premere **[Seq]**. Se necessario, premere di nuovo per visualizzare le informazioni sulla sottosequenza.
- 2 Creare una sequenza prioritaria se necessario (vedere [“Programmazione di una sequenza prioritaria”](#) a pagina 61). Se si intende utilizzare una sequenza prioritaria, è necessario programmarla in questo momento. Una volta avviata la sequenza, non è più possibile modificarla senza arrestarla.
- 3 Scorrere fino alla riga **Method #** di **Subseq 1** e inserire il numero di un metodo. Utilizzare i numeri da **1 a 9** per i metodi memorizzati, **0** per l'attuale metodo attivo o **[Off/No]** per terminare la sequenza.
- 4 Premere **[Mode/Type]** per selezionare una valvola o un tipo di iniettore (vedere [“Programmazione di una sottosequenza per valvole”](#) a pagina 62 o [“Programmare una sottosequenza ALS”](#) a pagina 61).
- 5 Creare la sottosequenza successiva o scorrere fino a **Post Sequence** (vedere [“Programmare le sequenze post analisi”](#) a pagina 62).
- 6 Salvare la sequenza completa (vedere [“Memorizzazione di una sequenza”](#) a pagina 62).

Programmazione di una sequenza prioritaria

- 1 Premere **[Seq]**. Se necessario, premere di nuovo per visualizzare le informazioni sulla sottosequenza.
- 2 Scorrere fino a **Priority Method #** e inserire il numero di un metodo. Utilizzare i numeri da **1** a **9** per i metodi memorizzati, **0** per l'attuale metodo attivo o **[Off/No]** per terminare la sequenza. Premere **[Enter]**.
Il metodo attivo (contraddistinto da 0) cambierà durante la sequenza se le sottosequenze utilizzano i metodi memorizzati. Pertanto, si consiglia di scegliere il metodo 0 per la sequenza prioritaria solo nel caso in cui tutte le sottosequenze utilizzano il metodo 0.
- 3 Premere **[Mode/Type]** e selezionare il tipo di iniettore.
- 4 Programmare la sottosequenza ALS (vedere [“Programmare una sottosequenza ALS”](#) a pagina 61).
- 5 Memorizzare la sequenza completa (vedere [“Memorizzazione di una sequenza”](#) a pagina 62).

Una volta che esiste una sottosequenza prioritaria in una sequenza, è possibile attivarla nel momento in cui i campioni urgenti sono pronti per essere analizzati:

- 1 Premere **[Seq]**. Se necessario, premere di nuovo per visualizzare le informazioni sulla sottosequenza.
- 2 Scorrere fino a **Use Priority** e premere **[On/Yes]**.

Una volta completati i campioni prioritari, la sequenza normale riprende.

Programmare una sottosequenza ALS

- 1 Vedere da [fase 1](#) a [fase 3](#) di [“Programmazione di una sequenza”](#) a pagina 60.
- 2 Premere **[Mode/Type]** e selezionare il tipo di iniettore.
- 3 Inserire i parametri della sequenza dell'iniettore:
 - **Number of Injections/vial**—numero della analisi ripetute da ciascuna fiala. Inserire **0** se nessun campione viene iniettato. Ad esempio, è possibile inserire **0** per eseguire un'analisi senza iniezione al fine di pulire il sistema dopo l'analisi di un campione sporco.
 - **Samples**—la serie di fiale di campione da analizzare (dalla prima all'ultima).
- 4 Continuare con il [fase 5](#) di [“Programmazione di una sequenza”](#) a pagina 60.

Programmazione di una sottosequenza per valvole

- 1 Vedere da [fase 1](#) a [fase 3](#) di “Programmazione di una sequenza” a pagina 60.
- 2 Premere [**Mode/Type**] e selezionare **Valve**.
- 3 Inserire i parametri della sequenza di valvole:
 - **#inj/position**—numero di iniezioni in ciascuna posizione (0-99)
 - **Position rng**—posizioni della valvola dalla prima all'ultima, rispetto al campione (1-32)
 - **Times thru range**—numero di ripetizioni della serie (1--99)
 - **# injections**—numero di iniezioni per ciascun campione
- 4 Continuare con il [fase 5](#) di “Programmazione di una sequenza” a pagina 60.

Programmare le sequenze post analisi

- 1 Vedere da [fase 1](#) a [fase 4](#) di “Programmazione di una sequenza” a pagina 60.
- 2 Scorrere fino alla riga **Method #** di **Post Sequence** e inserire il numero di un metodo. Utilizzare i numeri da **1** a **9** per i metodi memorizzati, o **0** se nessun metodo deve essere caricato (lasciare caricato il metodo attivo).
- 3 Premere [**On/Yes**] in **Repeat sequence** per ripetere la sequenza (utile nel caso di sequenze per valvole). Altrimenti, premere [**Off/No**] per arrestare la sequenza al termine delle sottosequenze.

Memorizzazione di una sequenza

- 1 Premere [**Store**][**Seq**].
- 2 Inserire un numero identificativo per la sequenza (1-9).
- 3 Premere [**On/Yes**] per memorizzare la sequenza. Oppure, premere [**Off/No**] per annullarla.

Se è già presente una sequenza a cui è assegnata il numero selezionato, viene visualizzato un messaggio.

- Premere [**On/Yes**] per sostituire la sequenza esistente o [**Off/No**] per annullare.

Le sequenze possono essere memorizzate anche dall'elenco delle sequenze memorizzate ([**Seq**]) selezionando il numero di sequenza e premendo il tasto [**Store**].

Caricamento di una sequenza memorizzata

- 1 Premere [**Load**][**Seq**].
- 2 Inserire il numero della sequenza da caricare (1–9).
- 3 Premere [**On/Yes**] per caricare la sequenza o [**Off/No**] per annullare il caricamento.

Se il numero di sequenza specificato non è stato memorizzato, viene visualizzato un messaggio d'errore.

Determinazione dello stato di una sequenza

Premere [**Seq Control**] per visualizzare lo stato corrente della sequenza attiva. È possibile tra sei stati:

- Start/running
- Ready wait
- Paused/resume
- Stopped
- Aborted
- No sequence

Automazione di analisi dei dati, sviluppo dei metodi e sviluppo di sequenze

I risultati dei rivelatori vengono digitalizzati e possono essere inviati a un sistema di analisi dei dati automatizzato (per esempio Agilent OpenLAB CDS), in cui i dati vengono analizzati e riepilogati nei rapporti.

Il sistema dati Agilent consente inoltre di creare e salvare metodi e sequenze inviati al GC da una rete.

Errori rimediabili

Alcuni tipi di errore, come ad esempio una fiala mancante nell'ALS oppure una fiala per campionatore per spazio di testa di dimensione non corretta, non giustificano sempre l'arresto di un'intera sequenza. Questi errori vengono detti *errori rimediabili*, perché possono essere risolti ed è possibile continuare ad analizzare la sequenza. I sistemi dati Agilent offrono funzioni che consentono di controllare la reazione del sistema a questo tipo di errore. Se si utilizza un sistema dati Agilent, il sistema deciderà se interrompere la sequenza, annullarla definitivamente, passare al campione successivo, a seconda del tipo di errore rimediabile riscontrato.

È bene ricordare che il sistema dati stabilisce l'azione per l'analisi *successiva* della sequenza, e non per quella *corrente*, eccetto se determina di annullare l'analisi immediatamente. In questo caso, solitamente il sistema dati annulla l'analisi e la sequenza correnti.

Premendo ad esempio [**Stop**] sul GC, si arresta sempre l'analisi corrente. Il sistema dati dà tuttavia la possibilità di scegliere se proseguire con l'analisi successiva, interromperla oppure annullare l'intera sequenza.

Per i dettagli sull'utilizzo di tale funzionalità nel sistema dati, consultare la guida e la documentazione specifiche.



6 Test cromatografico

Test cromatografico	66
Preparazione del test cromatografico	67
Verifica delle prestazioni del FID	69
Verifica delle prestazioni del TCD	77
Verifica delle prestazioni del NPD	85
Verifica delle prestazioni del uECD	89
Verifica delle prestazioni del FPD ⁺ (campione 5188-5953)	93
FPDVerifica delle prestazioni del FPD ⁺ (campione 5188-5245, Giappone)	99
Verifica delle prestazioni del FPD (campione 5188-5953)	105
Verifica delle prestazioni del FPD (campione 5188-5245, Giappone)	111

In questa sezione viene descritta la procedura generale per verificare le prestazioni sulla base degli standard originali di fabbrica. Il test descritto qui presuppone che il GC sia già in uso da tempo. La procedura chiederà quindi all'operatore di effettuare degassamenti, sostituire l'hardware dei consumabili, installare la colonna di prova, e altro ancora. Per installare un nuovo GC, consultare il manuale [Installazione e primo avvio](#) per conoscere i passi che è possibile saltare in questo caso.



Test cromatografico

I test descritti in questa sezione servono a confermare che le prestazioni del GC e del rivelatore siano paragonabili a quelle di fabbrica. Tuttavia i rivelatori e altri componenti del GC invecchiano; pertanto le prestazioni possono differire. I risultati qui presentati si riferiscono a condizioni tipiche di funzionamento. Non sono specifiche.

I test presuppongono:

- L'utilizzo di un campionatore automatico per liquidi. Se non è disponibile, utilizzare una siringa manuale adatta al posto della siringa indicata.
- L'utilizzo di una siringa da 10µL nella maggior parte delle situazioni. In alternativa è possibile utilizzare una siringa da 5µL.
- L'utilizzo di un setto e di altri accessori (liner, ugelli, adattatori, ecc.) descritti. In presenza di altri accessori, le prestazioni possono divergere.

Preparazione del test cromatografico

Poiché le prestazioni cromatografiche variano a seconda dei consumabili utilizzati, Agilent consiglia di impiegare i prodotti qui elencati per eseguire i test. Si consiglia inoltre di installare consumabili nuovi se la qualità di quelli installati è incerta. Ad esempio, se si installano liner e setto nuovi, i risultati non saranno contaminati.

Un GC appena spedito è composto da consumabili nuovi che non necessitano di essere sostituiti.

NOTA

Nel caso in cui il GC sia nuovo, verificare il liner dell'iniettore installato. Il liner fornito con l'iniettore potrebbe non essere quello consigliato per il test.

- 1 Verificare gli indicatori/le date della trappola di erogazione del gas. Sostituire/ricondizionare le trappole esaurite.
- 2 Installare i nuovi consumabili dell'iniettore e preparare la siringa corretta per l'iniettore (anche l'ago se necessario).

Tabella 3 Parti consigliate per il test in base al tipo di iniettore

Parte consigliata per il test	Codice
Iniettore split/splitless	
Siringa, 10µL	5181-1267
Guarnizione O-ring	5188-5365
Setto	5183-4757
Liner	5062-3587 o 5181-3316
Iniettore colonna impaccata	
Siringa, 10µL	5181-1267
Guarnizione O-ring	5080-8898
Setto	5183-4757
Iniettore colonna impaccata	
Siringa, 10µL	5181-1267
Guarnizione O-ring	5080-8898
Setto	5183-4757

Tabella 3 Parti consigliate per il test in base al tipo di iniettore (continua)

Parte consigliata per il test	Codice
Iniettore COC (Cool on-column)	
Setto	5183-4758
Dado del setto	19245-80521
Siringa, 5µL on-column	5182-0836
Ago da 0,32 mm per siringa da 5µL	5182-0831
ALS 7693A: Inserito supporto ago, COC	G4513-40529
Inserito in silice fusa, 0,32 mm id	19245-20525

Verifica delle prestazioni del FID

Le prestazioni del FID si verificano in modo diverso in base all'iniettore usato. Per GC allestiti con un iniettore colonna impaccata (PCI) usare [“Per verificare le prestazioni del FID con iniettore colonna impaccata \(PCI\)”](#). Per tutti gli altri tipi usare [“Per verificare le prestazioni del FIS con iniettore per colonna impaccata, split splitless o on column a freddo”](#) a pagina 73.

Per verificare le prestazioni del FID con iniettore colonna impaccata (PCI)

- 1 Predisporre i seguenti elementi:
 - Colonna di valutazione, 10% OV-101, 5 ft, DE 1/8, DI 2 mm (G3591-81093)
 - FID campione MDL (5188-5953)
 - Isottano di grado cromatografico
 - Bottiglie di solvente e di scarico da 4-mL o equivalente per iniezione automatica
 - Fiale campione da 2-mL o equivalente per campione
 - Attrezzatura per ingresso e iniettore (vedere [“Preparazione del test cromatografico”](#)).
- 2 Verificare quanto segue:
 - L'ugello della colonna impaccata è ancora installato. Diversamente, [selezionare](#) e [installare](#) un ugello della colonna impaccata.
 - L'adattatore della colonna impaccata è installato (per FID adattabile) Diversamente, [installarlo](#).
 - I gas di grado cromatografico introdotti e configurati: elio per gas di trasporto, azoto, idrogeno e aria.
 - Le fiale vuote di scarico sono caricate nella torretta del campione.
 - La fiala di solvente da 4-mL con tappo per diffusione è riempita di isottano e inserita in posizione Solvente A dell'iniettore.
- 3 Se necessario per il test, sostituire le parti dei consumabili (liner, setto, trappole, ecc.). Vedere [“Preparazione del test cromatografico.”](#)
- 4 Installare la colonna di valutazione (Vedere procedura per [PCI](#) nel manuale Maintenance manual.)
 - Degassare la colonna di valutazione per almeno 30 min a 180°C (vedere la procedura per [PCI](#) nel manuale Maintenance manual.)

- Controllare che la colonna sia stata configurata.
- 5** Controllare l'uscita della linea di base del FID. L'uscita deve essere tra 5 pA e 20 pA e deve essere relativamente stabile (se si utilizza un generatore di gas o un gas purissimo, il segnale può stabilizzarsi sotto 5 pA). Se l'uscita non è compresa in questi valori o non è stabile, risolvere il problema prima di continuare.
- 6** Se l'uscita è troppo bassa:
- Verificare che l'elettrometro sia acceso.
 - Controllare che la fiamma sia accesa.
 - Controllare che il segnale sia impostato sul rivelatore corretto.
- 7** Creare o caricare un metodo con i parametri elencati nella [Tabella 4](#).

Tabella 4 Condizioni per test del FID - iniettore colonna impaccata

Colonna e campione	
Tipo	OV-101, 5 ft, DE 1/8, DI 2 mm (G3591-81093)
Campione	FID campione MDL (5188-5953)
Flusso colonna	20 mL/min
Modalità colonna	Modalità flusso
Iniettore colonna impaccata	
Temperatura	250 °C
Rivelatore	
Temperatura	300 °C
Flusso H ₂	30 mL/min
Flusso d'aria	400 mL/min
Flusso makeup (N ₂)	OFF
Mode	Flusso makeup costante OFF
Fiamma	On
Offset di accensione	2 pA (tipico)
Forno	
Temperatura costante	180 °C
Time	15 min
Impostazioni ALS (se installato)	

Tabella 4 Condizioni per test del FID (continua)- iniettore colonna

Lavaggi campione	2
Pompe campione	6
Volume lavaggio campione	8 µL
Volume di iniezione	1 µL
Dimensioni siringa	10 µL
Pre-lavaggi solvente A	2
Post-lavaggi solvente A	2
Volume lavaggio solvente A	8 µL
Modalità iniezione (7693A)	Normale
Volume intercapedine d'aria (7693A)	0,20
Ritardo viscosità	0
Velocità di dispensa dell'iniezione (7693A)	6000
Velocità stantuffo (7683)	veloce
Pausa pre iniezione	0
Pausa post iniezione	0
Iniezione manuale	
Volume di iniezione	1 µL
Sistema dati	
Velocità dati	5 Hz

- 8** Se si utilizza un sistema dati, prepararlo perché possa eseguire un'analisi utilizzando il metodo di prova caricato. Controllare che il sistema dati possa creare un cromatogramma.

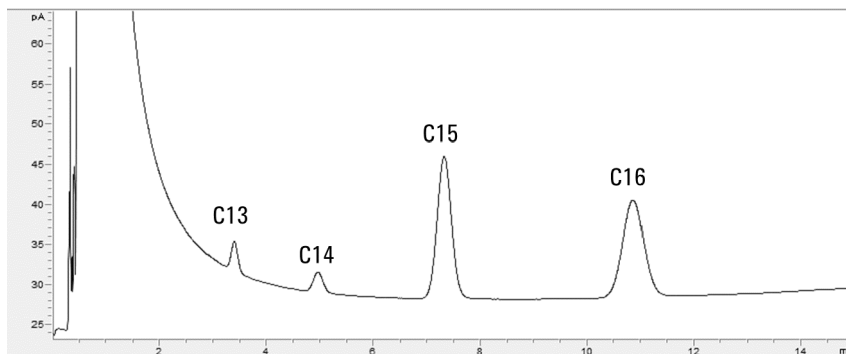
Se non si utilizza un sistema dati, creare una sequenza di campionamento utilizzando la tastiera del GC.

- 9** Avviare l'analisi.

Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o premere **[Start]** sul GC.

Se l'iniezione è manuale (con o senza un sistema dati):

- a Premere **[Prep Run]** per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.
- b Quando il GC è pronto, iniettare 1µL di campione di prova e premere **[Start]** sul GC.
- c Il cromatogramma sotto illustra i risultati tipici ottenuti con un rivelatore nuovo, con consumabili nuovi e azoto come gas di makeup.



Per verificare le prestazioni del FIS con iniettore per colonna impaccata, split splitless o on column a freddo

- 1 Predisporre i seguenti elementi:
 - Colonna di valutazione, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
 - Campione (prova) di valutazione delle prestazioni del FID (5188-5372)
 - Isottano di grado cromatografico
 - Bottiglie di solvente e di scarico da 4-mL o equivalente per iniezione automatica
 - Fiale campione da 2-mL o equivalente per campione
 - Attrezzatura per ingresso e iniettore (vedere [“Preparazione del test cromatografico”](#)).
- 2 Verificare quanto segue:
 - L'ugello della colonna capillare è ancora installato. Se così non fosse, [selezionare](#) e [installare](#) un ugello della colonna capillare.
 - L'adattatore della colonna capillare è installato (per FID adattabile) Se così non fosse, [installarlo](#).
 - I gas di grado cromatografico introdotti e configurati: elio per gas di trasporto, azoto, idrogeno e aria.
 - Le fiale vuote di scarico sono caricate nella torretta del campione.
 - La fiala di solvente da 4-mL con tappo per diffusione è riempita di isottano e inserita in posizione Solvente A dell'iniettore.
- 3 Se necessario per il test, sostituire le parti dei consumabili (liner, setto, trappole, ecc.). Vedere [“Preparazione del test cromatografico.”](#)
- 4 Installare la colonna di valutazione (Vedere la procedura per [SS](#), [PP](#), o [COC](#) nel manuale Maintenance manual.)
 - Degassare la colonna di valutazione per almeno 30 min a 180°C (vedere la procedura per [SS](#), [PP](#), o [COC](#) nel manuale Maintenance manual.)
 - Controllare che la colonna sia stata configurata.
- 5 [Controllare l'uscita della linea di base del rivelatore a ionizzazione di fiamma](#). L'uscita deve essere tra 5 pA e 20 pA e deve essere relativamente stabile (se si utilizza un generatore di gas o un gas purissimo, il segnale può stabilizzarsi sotto 5 pA). Se l'uscita non è compresa in questi

valori o non è stabile, risolvere il problema prima di continuare.

6 Se l'uscita è troppo bassa:

- Verificare che l'elettrometro sia acceso.
- Controllare che la fiamma sia accesa.
- Controllare che il segnale sia impostato sul rivelatore corretto.

7 Creare o caricare un metodo con i parametri elencati nella [Tabella 5](#).

Tabella 5 Condizioni per test del FID

Colonna e campione	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
Campione	Test FID 5188-5372
Flusso colonna	6.5 mL/min
Modalità colonna	Flusso costante per GC con EPC. Modalità pressione costante (30 psi) per GC con EPR.
Iniettore split/splitless	
Temperatura	250 °C
Modalità	Splitless
Flusso di spurgo	40 mL/min
Tempo spurgo	0,5 min
Risparmio gas	Off
Iniettore colonna impaccata	
Temperatura	250 °C
Iniettore COC (Cool on-column)	
Temperatura	Funzione Oven Track
Spurgo setto	15 mL/min
Rivelatore	
Temperatura	300 °C
Flusso H2	30 mL/min
Flusso d'aria	400 mL/min
Flusso makeup (N2)	25 mL/min

Tabella 5 Condizioni per test del FID (continua)

Offset di accensione	2 pA (tipico)
Forno	
Temp. iniziale	75 °C
Tempo iniziale	0,5 min
Velocità 1	20 °C/min
Temp. finale	190 °C
Tempo finale	0 min
Impostazioni ALS (se installato)	
Lavaggi campione	2
Pompe campione	6
Volume lavaggio campione	8 (max)
Volume di iniezione	1 µL
Dimensioni siringa	10 µL
Pre-lavaggi solvente A	2
Post-lavaggi solvente A	2
Volume lavaggio solvente A	8
Pre-lavaggi solvente B	0
Post-lavaggi solvente B	0
Volume lavaggio solvente B	0
Modalità iniezione (7693A)	Normale
Volume intercapedine d'aria (7693A)	0,20
Ritardo viscosità	0
Velocità di dispensa dell'iniezione (7693A)	6000
Pausa pre iniezione	0
Pausa post iniezione	0
Iniezione manuale	
Volume di iniezione	1 µL
Sistema dati	
Velocità dati	5 Hz

- 8 Se si utilizza un sistema dati, prepararlo perché possa eseguire un'analisi utilizzando il metodo di prova caricato.

Controllare che il sistema dati possa creare un cromatogramma.

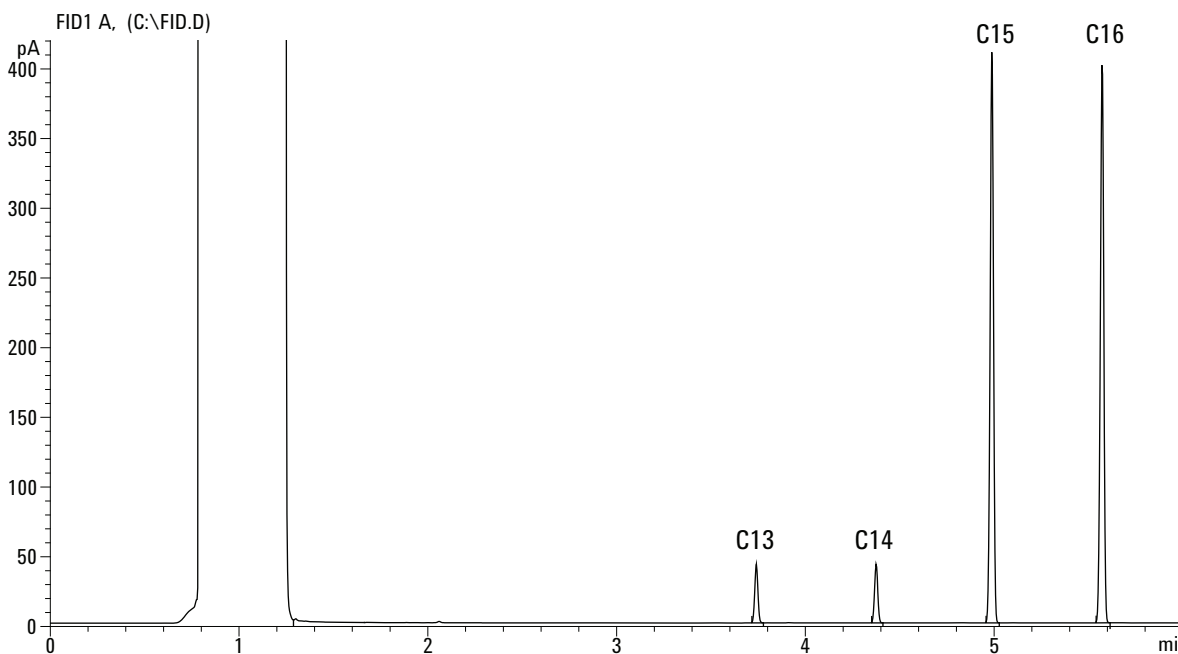
Se non si utilizza un sistema dati, creare una sequenza di campionamento utilizzando la tastiera del GC.

9 Avviare l'analisi.

Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o premere **[Start]** sul GC.

Se l'iniezione è manuale (con o senza un sistema dati):

- a Premere **[Prep Run]** per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.
- b Quando il GC è pronto, iniettare 1 μL di campione di prova e premere **[Start]** sul GC.
- c Il cromatogramma sotto illustra i risultati tipici ottenuti con un rivelatore nuovo, con consumabili nuovi e azoto come gas di makeup.



Verifica delle prestazioni del TCD

Le prestazioni del TCD si verificano in modo diverso in base all'iniettore usato. Per GC allestiti con un iniettore colonna impaccata (PCI) usare [“Per verificare le prestazioni del TCD con iniettore colonna impaccata \(PCI\)”](#). Per tutti gli altri tipi usare [“Per verificare le prestazioni del TCD con iniettore per colonna impaccata, split splitless o on column a freddo”](#) a pagina 81.

Per verificare le prestazioni del TCD con iniettore colonna impaccata (PCI)

- 1 Predisporre i seguenti elementi:
 - Colonna di valutazione, 10% OV-101, 5 ft, DE 1/8, DI 2 mm (G3591-81093)
 - Campione (prova) di valutazione delle prestazioni del FID/TCD (18710-60170)
 - Bottiglie di solvente e di scarico da 4-mL o equivalente per iniezione automatica
 - Esano di grado cromatografico
 - Fiale campione da 2-mL o equivalente per campione
 - Elio di grado cromatografico come gas di trasporto, makeup e riferimento
 - Attrezzatura per ingresso e iniettore (vedere [“Preparazione del test cromatografico”](#)).
- 2 Verificare quanto segue:
 - I gas di grado cromatografico introdotti e configurati: elio per gas di trasporto e gas di trasferimento.
 - Le fiale vuote di scarico sono caricate nella torretta del campione.
 - La fiala di solvente da 4-mL con tappo per diffusione è riempita di esano e inserita in posizione Solvente A dell'iniettore.
- 3 Se necessario per il test, sostituire le parti dei consumabili (liner, setto, trappole, ecc.). Vedere [“Preparazione del test cromatografico.”](#)
- 4 Installare la colonna di valutazione (Vedere procedura per [PCI](#) nel manuale Maintenance manual.)
 - Degassare la colonna di valutazione per almeno 30 min a 180°C (vedere la procedura per [PCI](#) nel manuale Maintenance manual.)

- Configurare la colonna
- 5 Creare o caricare un metodo con i parametri elencati nella [Tabella 6](#).

Tabella 6 Condizioni per test del TCD - iniettore colonna impaccata

Colonna e campione	
Tipo	OV-101, 5 ft, DE 1/8, DI 2 mm (G3591-81093)
Campione	Test del FID/TCD 18710-60170
Flusso colonna	20 mL/min
Modalità colonna	Modalità flusso
Iniettore colonna impaccata	
Temperatura	250 °C
Rivelatore	
Temperatura	300 °C
Flusso di riferimento (He)	20 mL/min
Flusso makeup (He)	OFF
Uscita linea di base	< 30 conteggi visualizzati su Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition (< 750 μ V)
Forno	
Temp. costante	180 °C
Time	15 min
Impostazioni ALS (se installato)	
Lavaggi campione	2
Pompe campione	6
Volume lavaggio campione	8 μ L
Volume di iniezione	1 μ L
Dimensioni siringa	10 μ L
Pre-lavaggi solvente A	2
Post-lavaggi solvente A	2
Volume lavaggio solvente A	8 μ L
Modalità iniezione (7693A)	Normale
Volume intercapedine d'aria (7693A)	0,20

Tabella 6 Condizioni per test del TCD (continua)- iniettore colonna

Ritardo viscosità	0
Velocità di dispensa dell'iniezione (7693A)	6000
Velocità stantuffo (7683)	veloce
Pausa pre iniezione	0
Pausa post iniezione	0
Iniezione manuale	
Volume di iniezione	2 µL
Sistema dati	
Velocità dati	5 Hz

6 Visualizzare l'uscita del segnale. È ammessa un'uscita stabile compresa tra 12,5 e 750 µV (inclusi).

- Se l'uscita della linea di base è < 0,5 unità visualizzate (< 12,5 µV), controllare che il filamento del rivelatore sia attivo. Se l'offset rimane su < 0,5 unità visualizzate (< 12,5 µV), è necessario sottoporre il rivelatore a manutenzione.
- Se l'uscita della linea di base è > 30 unità visualizzate (> 750 µV), è possibile che il segnale sia stato chimicamente contaminato. [Degassare il TCD](#). Se il segnale non migliora dopo ripetute pulizie, controllare la purezza del gas. Utilizzare gas più puri e/o installare delle trappole.

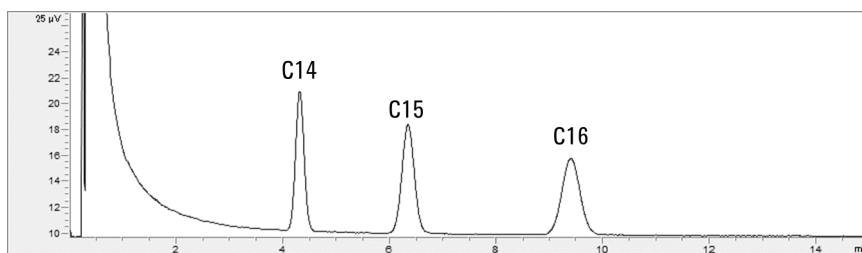
7 Se si utilizza un sistema dati, prepararlo perché possa eseguire un'analisi utilizzando il metodo di prova caricato. Controllare che il sistema dati possa creare un cromatogramma.

8 Avviare l'analisi.

Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o premere [**Start**] sul GC.

Se l'iniezione è manuale (con o senza un sistema dati):

- a Premere **[Prep Run]** per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.
- b Quando il GC è pronto, iniettare 1µL di campione di prova e premere **[Start]** sul GC.
- c Il cromatogramma sotto illustra i risultati tipici ottenuti con un rivelatore nuovo, con consumabili nuovi installati.



Per verificare le prestazioni del TCD con iniettore per colonna impaccata, split splitless o on column a freddo

- 1 Predisporre i seguenti elementi:
 - Colonna di valutazione, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
 - Campione (prova) di valutazione delle prestazioni del FID/TCD (18710-60170)
 - Bottiglie di solvente e di scarico da 4-mL o equivalente per iniezione automatica
 - Esano di grado cromatografico
 - Fiale campione da 2-mL o equivalente per campione
 - Elio di grado cromatografico come gas di trasporto, makeup e riferimento
 - Attrezzatura per ingresso e iniettore (vedere [“Preparazione del test cromatografico”](#)).
- 2 Verificare quanto segue:
 - I gas di grado cromatografico introdotti e configurati: elio per gas di trasporto e gas di trasferimento.
 - Le fiale vuote di scarico sono caricate nella torretta del campione.
 - La fiala di solvente da 4-mL con tappo per diffusione è riempita di esano e inserita in posizione Solvente A dell'iniettore.
- 3 Se necessario per il test, sostituire le parti dei consumabili (liner, setto, trappole, ecc.). Vedere [“Preparazione del test cromatografico.”](#)
- 4 Installare la colonna di valutazione (Vedere la procedura per [SS](#), [PP](#), o [COC](#) nel manuale Manutenzione.)
 - Degassare la colonna di valutazione per almeno 30 min a 180 °C (vedere la procedura per [SS](#), [PP](#) o [COC](#) nel manuale Manutenzione).
 - Configurare la colonna
- 5 Creare o caricare un metodo con i parametri elencati nella [Tabella 7](#).

Tabella 7 Condizioni per test del TCD

Colonna e campione	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)

Tabella 7 Condizioni per test del TCD (continua)

Campione	Test del FID/TCD 18710-60170
Flusso colonna	6.5 mL/min
Modalità colonna	Flusso costante per GC con EPC. Modalità pressione costante (30 psi) per GC con EPR.
Iniettore split/splitless	
Temperatura	250 °C
Modalità	Splitless
Flusso di spurgo	60 mL/min
Tempo spurgo	0,75 min
Iniettore colonna impaccata	
Temperatura	250 °C
Iniettore COC (Cool on-column)	
Temperatura	Funzione Oven Track
Spurgo setto	15 mL/min
Rivelatore	
Temperatura	300 °C
Flusso di riferimento (He)	20 mL/min
Flusso makeup (He)	2 mL/min
Uscita linea di base	< 30 conteggi visualizzati su Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition (< 750 μ V)
Forno	
Temp. iniziale	40 °C
Tempo iniziale	0 min
Velocità 1	20 °C/min
Temp. finale	90 °C
Tempo finale	0 min
Velocità 2	15 °C/min
Temp. finale	170 °C
Tempo finale	0 min
Impostazioni ALS (se installato)	
Lavaggi campione	2

Tabella 7 Condizioni per test del TCD (continua)

Pompe campione	6
Volume lavaggio campione	8 (max)
Volume di iniezione	1 µL
Dimensioni siringa	10 µL
Pre-lavaggi solvente A	2
Post-lavaggi solvente A	2
Volume lavaggio solvente A	8
Pre-lavaggi solvente B	0
Post-lavaggi solvente B	0
Volume lavaggio solvente B	0
Modalità iniezione (7693A)	Normale
Volume intercapedine d'aria (7693A)	0,20
Ritardo viscosità	0
Velocità di dispensa dell'iniezione (7693A)	6000
Pausa pre iniezione	0
Pausa post iniezione	0
Iniezione manuale	
Volume di iniezione	1 µL
Sistema dati	
Velocità dati	5 Hz

- 6** Visualizzare l'uscita del segnale. È ammessa un'uscita stabile compresa tra 12,5 e 750 µV (inclusi).
- Se l'uscita della linea di base è < 0,5 unità visualizzate (< 12,5 µV), controllare che il filamento del rivelatore sia attivo. Se l'offset rimane su < 0,5 unità visualizzate (< 12,5 µV), è necessario sottoporre il rivelatore a manutenzione.
 - Se l'uscita della linea di base è > 30 unità visualizzate (> 750 µV), è possibile che il segnale sia stato chimicamente contaminato. [Degassare il TCD](#). Se il segnale non migliora dopo ripetute pulizie, controllare la purezza del gas. Utilizzare gas più puri e/o installare delle trappole.

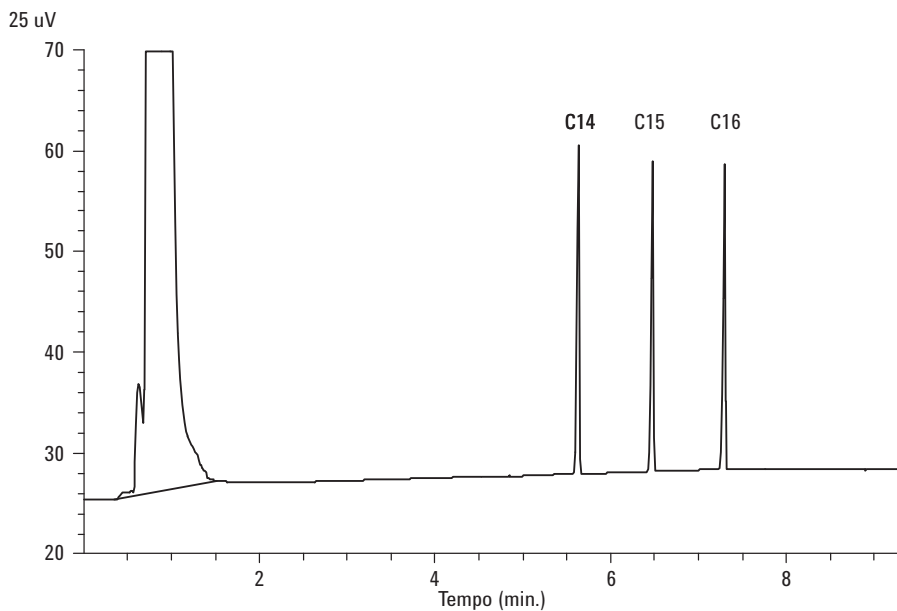
7 Se si utilizza un sistema dati, prepararlo perché possa eseguire un'analisi utilizzando il metodo di prova caricato. Controllare che il sistema dati possa creare un cromatogramma.

8 Avviare l'analisi.

Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o premere **[Start]** sul GC.

Se l'iniezione è manuale (con o senza un sistema dati):

- a** Premere **[Prep Run]** per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.
- b** Quando il GC è pronto, iniettare 1 μL di campione di prova e premere **[Start]** sul GC.
- c** Il cromatogramma sotto illustra i risultati tipici ottenuti con un rivelatore nuovo, con consumabili nuovi installati.



Verifica delle prestazioni del NPD

- 1 Predisporre i seguenti elementi:
 - Colonna di valutazione, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
 - Campione (prova) di valutazione delle prestazioni del NPD (18789-60060)
 - Bottiglie di solvente e di scarico da 4-mL o equivalente per iniezione automatica.
 - Isottano di grado cromatografico
 - Fiale campione da 2-mL o equivalente per campione.
 - Attrezzatura per ingresso e iniettore (vedere [“Preparazione del test cromatografico”](#)).
- 2 Verificare quanto segue:
 - L'ugello della colonna capillare è ancora installato. Se così non fosse, [selezionare](#) e [installare](#) un ugello della colonna capillare.
 - Adattatore per colonna capillare. Se così non fosse, [installarlo](#).
 - I gas di grado cromatografico introdotti e configurati: elio per gas di trasporto, azoto, idrogeno e aria.
 - Le fiale vuote di scarico sono caricate nella torretta del campione.
 - La fiala da 4-mL con tappo per diffusione è riempita di isottano e inserita in posizione Solvente A dell'iniettore.
- 3 Se necessario per il test, sostituire le parti dei consumabili (liner, setto, trappole, ecc.). Vedere [“Preparazione del test cromatografico.”](#)
- 4 Se presenti, rimuovere i tappi di protezione dalle ventole principali dell'iniettore.
- 5 Installare la colonna di valutazione (Vedere la procedura per [SS](#), [PP](#), o [COC](#) nel manuale Manutenzione.)
 - Degassare la colonna di valutazione per almeno 30 min a 180 °C (vedere la procedura per [SS](#), [PP](#) o [COC](#) nel manuale Manutenzione).
 - Controllare che la colonna sia stata configurata
- 6 Creare o caricare un metodo con i parametri elencati nella [Tabella 8](#).

Tabella 8 Condizioni per test del NPD

Colonna e campione	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
Campione	Test NPD 18789-60060
Modalità colonna	Flusso costante
Flusso colonna	6,5 mL/min (helium)
Iniettore split/splitless	
Temperatura	200 °C
Modalità	Splitless
Flusso di spurgo	60 mL/min
Tempo spurgo	0,75 min
Iniettore colonna impaccata	
Temperatura	200 °C
Iniettore COC (Cool on-column)	
Temperatura	Funzione Oven Track
Spurgo setto	15 mL/min
Rivelatore	
Temperatura	300 °C
Flusso H2	3 mL/min
Flusso d'aria	60 mL/min
Flusso makeup (N2)	Makeup + colonna = 10 mL/min
Uscita	30 unità visualizzate (30 pA)
Forno	
Temp. iniziale	60 °C
Tempo iniziale	0 min
Velocità 1	20 °C/min
Temp. finale	200 °C
Tempo finale	3 min
Impostazioni ALS (se installato)	
Lavaggi campione	2
Pompe campione	6

Tabella 8 Condizioni per test del NPD (continua)

Volume lavaggio campione	8 (max)
Volume di iniezione	1 µL
Dimensioni siringa	10 µL
Pre-lavaggi solvente A	2
Post-lavaggi solvente A	2
Volume lavaggio solvente A	8
Pre-lavaggi solvente B	0
Post-lavaggi solvente B	0
Volume lavaggio solvente B	0
Modalità iniezione (7693A)	Normale
Volume intercapedine d'aria (7693A)	0,20
Ritardo viscosità	0
Velocità di dispensa dell'iniezione (7693A)	6000
Pausa pre iniezione	0
Pausa post iniezione	0
Iniezione manuale	
Volume di iniezione	1 µL
Sistema dati	
Velocità dati	5 Hz

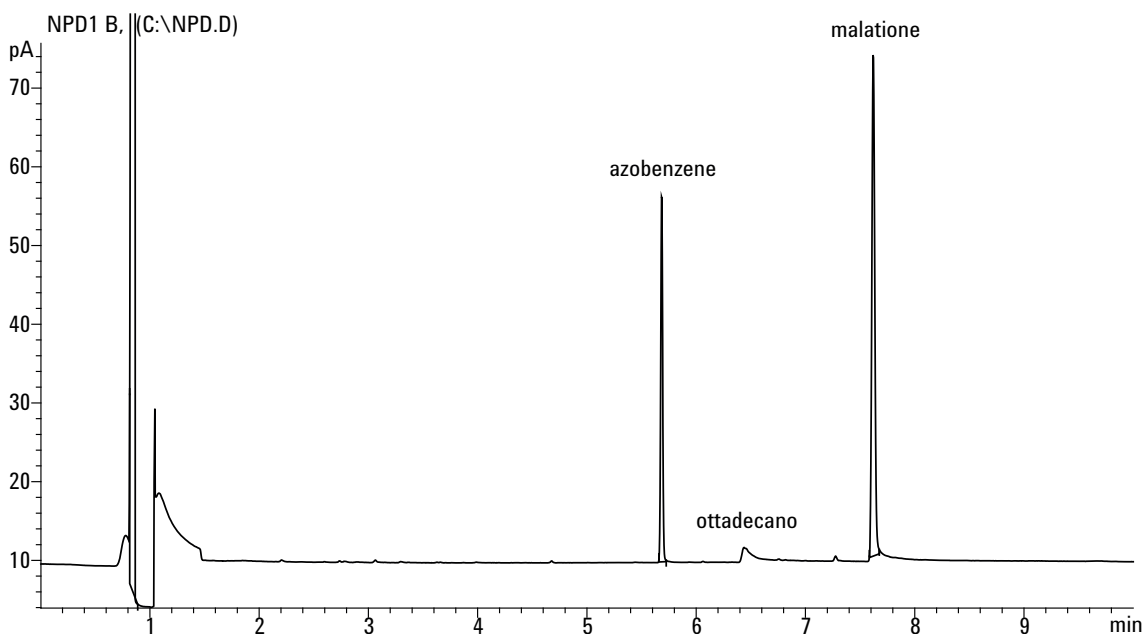
7 Se si utilizza un sistema dati, prepararlo perché possa eseguire un'analisi utilizzando il metodo di prova caricato. Controllare che il sistema dati possa creare un cromatogramma.

8 Avviare l'analisi.

Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati, o creare una sequenza di campionamento e premere **[Start]** sul GC.

Se l'iniezione è manuale (con o senza un sistema dati):

- a** Premere **[Prep Run]** per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.
- b** Quando il GC è pronto, iniettare 1 μ L di campione di prova e premere **[Start]** sul GC.
- c** Il cromatogramma sotto illustra i risultati tipici ottenuti con un rivelatore nuovo, con consumabili nuovi installati.



Verifica delle prestazioni del uECD

- 1 Predisporre i seguenti elementi:
 - Colonna di valutazione, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
 - Campione (prova) di valutazione delle prestazioni del uECD (18713-60040, Giappone: 5183-0379)
 - Bottiglie di solvente e di scarico da 4-mL o equivalente per iniezione automatica.
 - Isottano di grado cromatografico
 - Fiale campione da 2-mL o equivalente per campione.
 - Attrezzatura per ingresso e iniettore (vedere [“Preparazione del test cromatografico”](#)).
- 2 Verificare quanto segue:
 - Il liner di miscelazione con rientranza in silice fusa pulito è installato. Se così non fosse, [installarlo](#).
 - I gas di grado cromatografico introdotti e configurati: elio per gas di trasporto, azoto per makeup.
 - Le fiale vuote di scarico sono caricate nella torretta del campione.
 - La fiala da 4-mL con tappo per diffusione è riempita di esano e inserita in posizione Solvente A dell'iniettore.
- 3 Se necessario per il test, sostituire le parti dei consumabili (liner, setto, trappole, ecc.). Vedere [“Preparazione del test cromatografico.”](#)
- 4 Installare la colonna di valutazione (Vedere la procedura per [SS](#), [PP](#), o [COC](#) nel manuale Manutenzione.)
 - Degassare la colonna di valutazione per almeno 30 minuti a 180 °C (vedere la procedura per [SS](#), [PP](#) o [COC](#) nel manuale Manutenzione).
 - Controllare che la colonna sia stata configurata.
- 5 Visualizzare l'uscita del segnale per determinare l'uscita della linea di base. L'uscita di una linea di base stabile è accettabile se i valori sono compresi tra 0,5 e 1000 Hz (unità visualizzate da OpenLAB CDS ChemStation Edition).
 - Se l'uscita della linea di base è < 0,5Hz, verificare che l'elettrometro sia acceso. Se l'offset rimane su < 0,5Hz, è necessario sottoporre il rivelatore a manutenzione.

- Se l'uscita della linea di base è > 1000Hz, è possibile che il segnale sia stato chimicamente contaminato. [Degassare l'uECD](#). Se il segnale non migliora dopo ripetute pulizie, controllare la purezza del gas. Utilizzare gas più puri e/o installare delle trappole.

- 6 Creare o caricare un metodo con i parametri elencati nella [Tabella 9](#).

Tabella 9 Condizioni per test del uECD

Colonna e campione	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
Campione	Test uECD (18713-60040 o Giappone: 5183-0379)
Modalità colonna	Flusso costante
Flusso colonna	6,5 mL/min (helium)
Iniettore split/splitless	
Temperatura	200 °C
Modalità	Splitless
Flusso di spurgo	60 mL/min
Tempo spurgo	0,75 min
Iniettore colonna impaccata	
Temperatura	200 °C
Iniettore COC (Cool on-column)	
Temperatura	Funzione Oven Track
Spurgo setto	15 mL/min
Rivelatore	
Temperatura	300 °C
Flusso makeup (N2)	30 mL/min (costante + makeup)
Uscita linea di base	Deve essere < 1000 conteggi visualizzati. Su Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition (< 1000 Hz)
Forno	
Temp. iniziale	80 °C
Tempo iniziale	0 min
Velocità 1	15 °C/min

Tabella 9 Condizioni per test del uECD (continua)

Temp. finale	180 °C
Tempo finale	10 min
Impostazioni ALS (se installato)	
Lavaggi campione	2
Pompe campione	6
Volume lavaggio campione	8 (max)
Volume di iniezione	1 µL
Dimensioni siringa	10 µL
Pre-lavaggi solvente A	2
Post-lavaggi solvente A	2
Volume lavaggio solvente A	8
Pre-lavaggi solvente B	0
Post-lavaggi solvente B	0
Volume lavaggio solvente B	0
Modalità iniezione (7693A)	Normale
Volume intercapedine d'aria (7693A)	0,20
Ritardo viscosità	0
Velocità di dispensa dell'iniezione (7693A)	6000
Pausa pre iniezione	0
Pausa post iniezione	0
Iniezione manuale	
Volume di iniezione	1 µL
Sistema dati	
Velocità dati	5 Hz

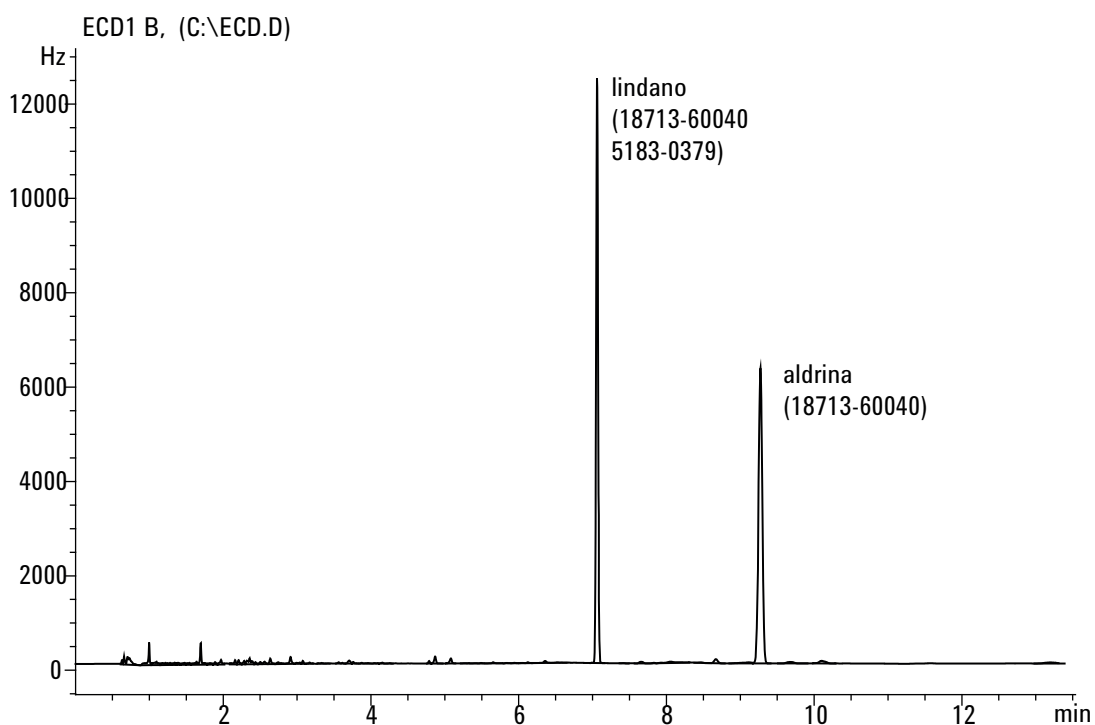
7 Se si utilizza un sistema dati, prepararlo perché possa eseguire un'analisi utilizzando il metodo di prova caricato. Controllare che il sistema dati possa creare un cromatogramma.

8 Avviare l'analisi.

Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o premere **[Start]** sul GC.

Se l'iniezione è manuale (con o senza un sistema dati):

- a Premere **[Prep Run]** per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.
 - b Quando il GC è pronto, iniettare 1 µL di campione di prova e premere **[Start]** sul GC.
- 9 Il cromatogramma sotto illustra i risultati tipici ottenuti con un rivelatore nuovo, con consumabili nuovi installati. Il picco di aldrina manca se si utilizza il campione giapponese 5183-0379.



Verifica delle prestazioni del FPD⁺ (campione 5188-5953)

Per verificare le prestazioni del FPD⁺, controllare innanzitutto il fosforo e poi lo zolfo.

Preparazione

- 1 Predisporre i seguenti elementi:
 - Colonna di valutazione, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
 - Campione (prova) di valutazione delle prestazioni del FPD (5188-5953), 2,5 mg/L (± 0,5%) parathion metile in isottano
 - Filtro al fosforo
 - Filtro allo zolfo e distanziatore per filtro
 - Bottiglie di solvente e di scarico da 4-mL o equivalente per iniezione automatica.
 - Fiale campione da 2-mL o equivalente per campione.
 - Isottano di grado cromatografico per solvente per lavaggio siringa.
 - Attrezzatura per ingresso e iniettore (vedere [“Preparazione del test cromatografico”](#)).
- 2 Verificare quanto segue:
 - Adattatore per colonna capillare. Se così non fosse, [installarlo](#).
 - I gas di grado cromatografico introdotti e configurati: elio per gas di trasporto, azoto, idrogeno e aria.
 - Le fiale vuote di scarico sono caricate nella torretta del campione.
 - La fiala da 4-mL con tappo per diffusione è riempita di isottano e inserita in posizione Solvente A dell'iniettore.
- 3 Se necessario per il test, sostituire le parti dei consumabili (liner, setto, trappole, ecc.). Vedere [“Preparazione del test cromatografico.”](#)
- 4 Verificare che **Lit Offset** sia impostato in modo adeguato. Di norma deve essere ca. 2,0 pA per il metodo di prova.
- 5 Installare la colonna di valutazione (Vedere la procedura per [SS](#), [PP](#), o [COC](#) nel manuale Manutenzione.)

- Impostare il forno, l'iniettore e il rivelatore a 250 °C e degassare almeno 15 minuti. (Vedere la procedura per [SS](#), [PP](#), o [COC](#) nel manuale Manutenzione.) Controllare che la colonna sia stata configurata.

Prestazioni del fosforo

- 1 Se non ancora installato, installare il [filtro per il fosforo](#).
- 2 Creare o caricare un metodo con i parametri elencati nella [Tabella 10](#).

Tabella 10 Condizioni per test FDP⁺ (P)

Colonna e campione	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
Campione	Test FPD (5188-5953)
Modalità colonna	Pressione costante
Pressione colonna	25 psi
Iniettore split/splitless	
Temperatura	200 °C Split/splitless
Modalità	Splitless
Flusso di spurgo	60 mL/min
Tempo spurgo	0,75 min
Iniettore colonna impaccata	
Temperatura	200 °C
Iniettore COC (Cool on-column)	
Temperatura	Funzione Oven Track
Spurgo setto	15 mL/min
Rivelatore	
Temperatura	200 °C (On)
Flusso di idrogeno	60 mL/min (On)
Flusso aria (ossidante)	60 mL/min (On)
Modalità	Flusso makeup costante OFF
Flusso makeup	60 mL/min (On)
Tipo gas makeup	Azoto
Fiamma	On

Tabella 10 Condizioni per test FDP⁺ (continua)(P)

Offset di accensione	2 pA (tipico)
Tensione PMT	On
Blocco emissioni	125 °C
Forno	
Temp. iniziale	70 °C
Tempo iniziale	0 min
Velocità 1	25 °C/min
Temp. finale 1	150 °C
Tempo finale 1	0 min
Velocità 2	5 °C/min
Temp. finale 2	190 °C
Tempo finale 2	4 min
Impostazioni ALS (se installato)	
Lavaggi campione	2
Pompe campione	6
Volume lavaggio campione	8 (max)
Volume di iniezione	1 µL
Dimensioni siringa	10 µL
Pre-lavaggi solvente A	2
Post-lavaggi solvente A	2
Volume lavaggio solvente A	8
Pre-lavaggi solvente B	0
Post-lavaggi solvente B	0
Volume lavaggio solvente B	0
Modalità iniezione (7693A)	Normale
Volume intercapedine d'aria (7693A)	0,20
Ritardo viscosità	0
Velocità di dispensa dell'iniezione (7693A)	6000
Pausa pre iniezione	0
Pausa post iniezione	0
Iniezione manuale	

Tabella 10 Condizioni per test FDP⁺ (continua)(P)

Volume di iniezione	1 µL
Sistema dati	
Velocità dati	5 Hz

- 3 Accendere la fiamma del FPD se è spenta.
- 4 Visualizzare l'uscita del segnale e registrare. In genere l'uscita è compresa tra 40 e 55 ma può anche raggiungere 70. Attendere che l'uscita sia stabile. Ci vorrà ca. 1 ora.

Se l'uscita della linea di base è troppo alta:

- Verificare l'installazione della colonna. Se è installata troppo in alto, la fase stazionaria brucia nella fiamma e incrementa l'uscita misurata.
- Verificare la presenza di fuoriuscite.
- Degassare il rivelatore e la colonna a 250 °C.
- Controllare che i flussi impostati per il filtro installato siano corretti.

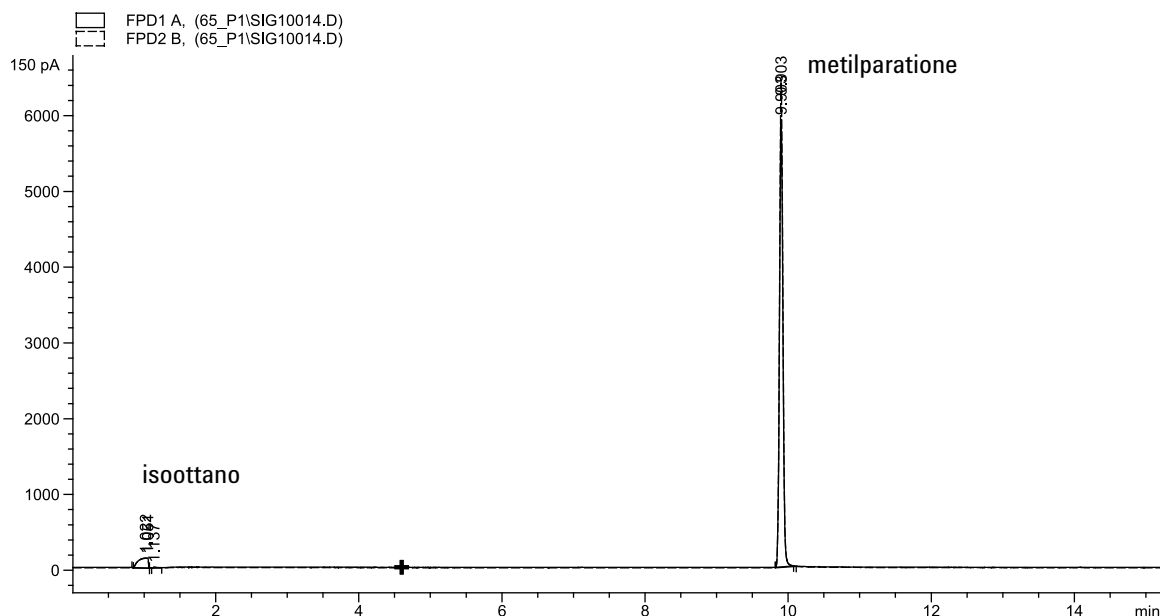
Se l'uscita della linea di base è zero, controllare che l'elettrometro e la fiamma siano accesi.

- 5 Se si utilizza un sistema dati, prepararlo perché possa eseguire un'analisi utilizzando il metodo di prova caricato. Controllare che il sistema dati possa creare un cromatogramma.
- 6 Avviare l'analisi.

Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o premere **[Start]** sul GC.

Se l'iniezione è manuale (con o senza un sistema dati):

- a Premere **[Prep Run]** per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.
- b Quando il GC è pronto, iniettare 1 µL di campione di prova e premere **[Start]** sul GC.
- c Il cromatogramma sotto illustra i risultati tipici ottenuti con un rivelatore nuovo, con consumabili nuovi installati.



Prestazioni dello zolfo

- 1 Installare il [filtro per lo zolfo](#) e il [distanziatore per filtro](#).
- 2 Accendere la fiamma del FPD se è spenta.
- 3 Visualizzare l'uscita del segnale e registrare. In genere l'uscita è compresa tra 50 e 60 ma può anche raggiungere 70. Attendere che l'uscita sia stabile. Ci vorrà ca. 1 ora.

Se l'uscita della linea di base è troppo alta:

- Verificare l'installazione della colonna. Se è installata troppo in alto, la fase stazionaria brucia nella fiamma e incrementa l'uscita misurata.
- Verificare la presenza di fuoriuscite.
- Degassare il rivelatore e la colonna a 250 °C.
- Controllare che i flussi impostati per il filtro installato siano corretti.

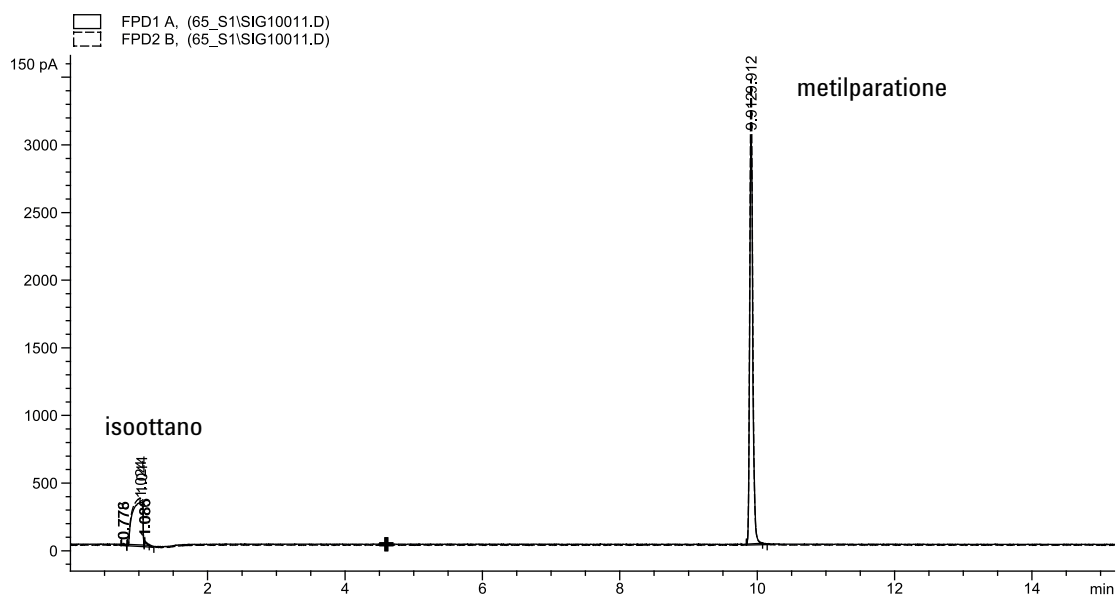
Se l'uscita della linea di base è zero, controllare che l'elettrometro e la fiamma siano accesi.

- 4 Se si utilizza un sistema dati, prepararlo perché possa eseguire un'analisi utilizzando il metodo di prova caricato. Controllare che il sistema dati possa creare un cromatogramma.
- 5 Avviare l'analisi.

Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o premere **[Start]** sul GC.

Se l'iniezione è manuale (con o senza un sistema dati):

- a Premere **[Prep Run]** per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.
 - b Quando il GC è pronto, iniettare 1 µL di campione di prova e premere **[Start]** sul GC.
- 6 Il cromatogramma sotto illustra i risultati tipici ottenuti con un rivelatore nuovo, con consumabili nuovi installati.



FPD Verifica delle prestazioni del FPD⁺ (campione 5188-5245, Giappone)

Per verificare le prestazioni del FPD⁺, controllare innanzitutto il fosforo e poi lo zolfo.

Preparazione

1 Predisporre i seguenti elementi:

- Colonna di valutazione, DB5 15 m × 0,32 mm × 1,0 μm (123-5513)
- Campione (prova) di valutazione delle prestazioni del FPD (5188-5245, Giappone), composizione: n-dodecano 7499 mg/L (± 5%), dodecantiolo 2,0 mg/L (± 5%), tributilfosfato 2,0 mg/L (± 5%), solfuro di ter-butile 1,0 mg/L (± 5%), in isottano come solvente
- Filtro al fosforo
- Filtro allo zolfo e distanziatore per filtro
- Bottiglie di solvente e di scarico da 4-mL o equivalente per iniezione automatica.
- Fiale campione da 2-mL o equivalente per campione.
- Isottano di grado cromatografico per solvente per lavaggio siringa.
- Attrezzatura per ingresso e iniettore (vedere [“Preparazione del test cromatografico”](#)).

2 Verificare quanto segue:

- Adattatore per colonna capillare. Se così non fosse, [installarlo](#).
- I gas di grado cromatografico introdotti e configurati: elio per gas di trasporto, azoto, idrogeno e aria.
- Le fiale vuote di scarico sono caricate nella torretta del campione.
- La fiala da 4-mL con tappo per diffusione è riempita di isottano e inserita in posizione Solvente A dell'iniettore.

3 Se necessario per il test, sostituire le parti dei consumabili (liner, setto, trappole, ecc.). Vedere [“Preparazione del test cromatografico.”](#)

4 Verificare che Lit offset sia impostato in modo adeguato. Di norma deve essere ca. 2,0 pA per il metodo di prova.

5 Installare la colonna di valutazione (Vedere la procedura per [SS](#), [PP](#), o [COC](#) nel manuale Manutenzione.)

- Impostare il forno, l'iniettore e il rivelatore a 250 °C e degassare almeno 15 minuti. (Vedere la procedura per [SS](#), [PP](#), o [COC](#) nel manuale Manutenzione.)
- Configurare la colonna.

Prestazioni del fosforo

- 1 Se non ancora installato, installare il [filtro per il fosforo](#).
- 2 Creare o caricare un metodo con i parametri elencati nella [Tabella 11](#).

Tabella 11 Condizioni per test del fosforo per FPD⁺

Colonna e campione	
Tipo	DB-5MS, 15 m × 0,32 mm × 1,0 µm (123-5513)
Campione	Test FPD (5188-5245)
Modalità colonna	Flusso costante
Flusso colonna	7,5 mL/min
Iniettore split/splitless	
Temperatura	250 °C
Modalità	Splitless
Flusso totale di spurgo	69,5 mL/min
Flusso di spurgo	60 mL/min
Tempo spurgo	0,75 min
Iniettore colonna impaccata	
Temperatura	250 °C
Iniettore COC (Cool on-column)	
Temperatura	Funzione Oven Track
Spurgo setto	15 mL/min
Rivelatore	
Temperatura	200 °C (On)
Flusso di idrogeno	60,0 mL/min (On)
Flusso aria (ossidante)	60,0 mL/min (On)
Modalità	Flusso makeup costante Off
Flusso makeup	60,0 mL/min (On)

Tabella 11 Condizioni per test del fosforo per FPD⁺ (continua)

Tipo gas makeup	Azoto
Fiamma	On
Offset di accensione	2 pA (tipico)
Tensione PMT	On
Blocco emissioni	125 °C
Forno	
Temp. iniziale	70 °C
Tempo iniziale	0 min
Velocità 1	10 °C/min
Temp. finale	105 °C
Tempo finale	0 min
Velocità 2	20 °C/min
Temp. finale 2	190 °C
Tempo finale 2	7,25 min per zolfo 12,25 min per fosforo
Impostazioni ALS (se installato)	
Lavaggi campione	2
Pompe campione	6
Volume lavaggio campione	8 (max)
Volume di iniezione	1 µL
Dimensioni siringa	10 µL
Pre-lavaggi solvente A	2
Post-lavaggi solvente A	2
Volume lavaggio solvente A	8
Pre-lavaggi solvente B	0
Post-lavaggi solvente B	0
Volume lavaggio solvente B	0
Modalità iniezione (7693A)	Normale
Volume intercapedine d'aria (7693A)	0,20
Ritardo viscosità	0
Velocità di dispensa dell'iniezione (7693A)	6000

Tabella 11 Condizioni per test del fosforo per FPD⁺ (continua)

Pausa pre iniezione	0
Pausa post iniezione	0
Iniezione manuale	
Volume di iniezione	1 µL
Sistema dati	
Velocità dati	5 Hz

- 3 Accendere la fiamma del FPD se è spenta.
- 4 Visualizzare l'uscita del segnale e registrare. In genere l'uscita è compresa tra 40 e 55 ma può anche raggiungere 70. Attendere che l'uscita sia stabile. Ci vorrà ca. 1 ora.

Se l'uscita della linea di base è troppo alta:

- Verificare l'installazione della colonna. Se è installata troppo in alto, la fase stazionaria brucia nella fiamma e incrementa l'uscita misurata.
- Verificare la presenza di fuoriuscite.
- Degassare il rivelatore e la colonna a 250 °C.
- Controllare che i flussi impostati per il filtro installato siano corretti

Se l'uscita della linea di base è zero, controllare che l'elettrometro e la fiamma siano accesi.

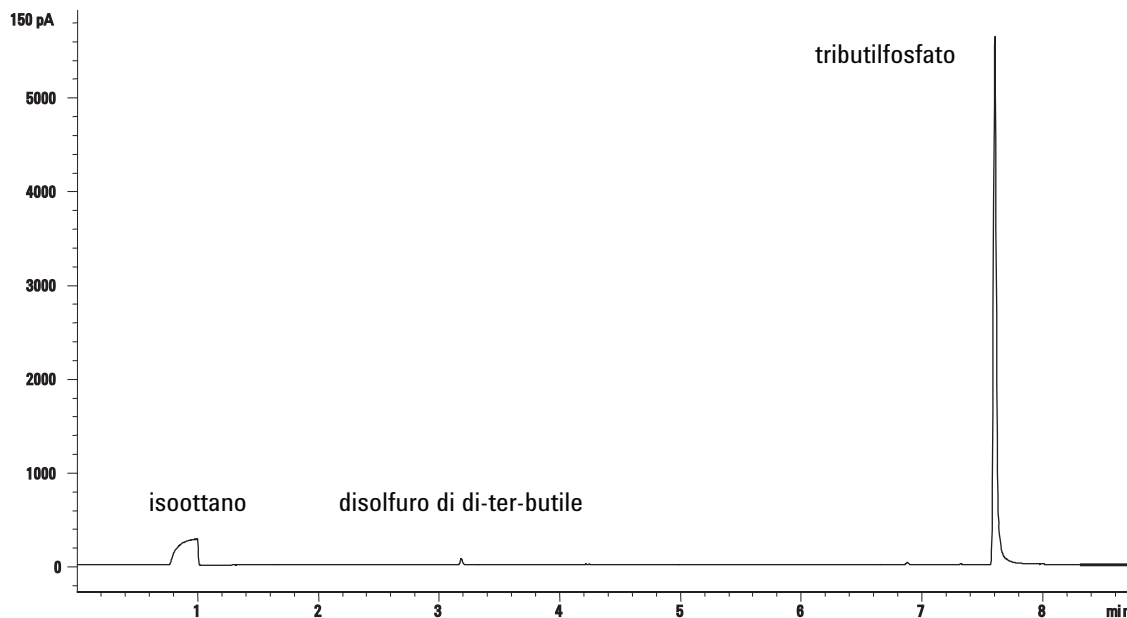
- 5 Se si utilizza un sistema dati, prepararlo perché possa eseguire un'analisi utilizzando il metodo di prova caricato. Controllare che il sistema dati possa creare un cromatogramma.
- 6 Avviare l'analisi.

Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o premere **[Start]** sul GC.

Se l'iniezione è manuale (con o senza un sistema dati):

- a Premere **[Prep Run]** per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.
- b Quando il GC è pronto, iniettare 1 µL di campione di prova e premere **[Start]** sul GC.

- 7 Il cromatogramma sotto illustra i risultati tipici ottenuti con un rivelatore nuovo, con consumabili nuovi installati.



Prestazioni dello zolfo

- 1 Installare il [filtro per lo zolfo](#).
- 2 Accendere la fiamma del FPD se è spenta.
- 3 Visualizzare l'uscita del segnale e registrare. In genere l'uscita è compresa tra 50 e 60 ma può anche raggiungere 70. Attendere che l'uscita sia stabile. Ci vorranno ca. 2 ore.

Se l'uscita della linea di base è troppo alta:

- Verificare l'installazione della colonna. Se è installata troppo in alto, la fase stazionaria brucia nella fiamma e incrementa l'uscita misurata.
- Verificare la presenza di fuoriuscite.
- Degassare il rivelatore e la colonna a 250 °C.
- Controllare che i flussi impostati per il filtro installato siano corretti

Se l'uscita della linea di base è zero, controllare che l'elettrometro e la fiamma siano accesi.

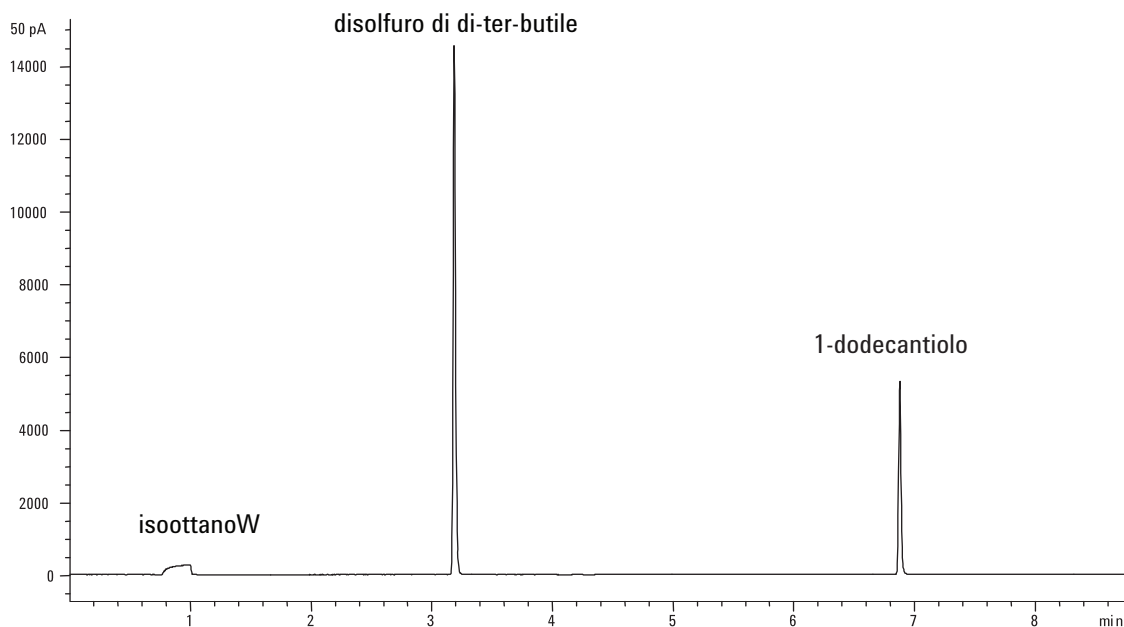
- 4 Se si utilizza un sistema dati, prepararlo perché possa eseguire un'analisi utilizzando il metodo di prova caricato. Controllare che il sistema dati possa creare un cromatogramma.

5 Avviare l'analisi.

Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o premere **[Start]** sul GC.

Se l'iniezione è manuale (con o senza un sistema dati):

- a** Premere **[Prep Run]** per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.
 - b** Quando il GC è pronto, iniettare 1 µL di campione di prova e premere **[Start]** sul GC.
- 6** Il cromatogramma sotto illustra i risultati tipici ottenuti con un rivelatore nuovo, con consumabili nuovi installati.



Verifica delle prestazioni del FPD (campione 5188-5953)

Per verificare le prestazioni del FPD, controllare innanzitutto il fosforo e poi lo zolfo.

Preparazione

- 1 Predisporre i seguenti elementi:
 - Colonna di valutazione, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
 - Campione (prova) di valutazione delle prestazioni del FPD (5188-5953), 2,5 mg/L (± 0,5%) parathion metile in isottano
 - Filtro al fosforo
 - Filtro allo zolfo e distanziatore per filtro
 - Bottiglie di solvente e di scarico da 4-mL o equivalente per iniezione automatica.
 - Fiale campione da 2-mL o equivalente per campione.
 - Isottano di grado cromatografico per solvente per lavaggio siringa.
 - Attrezzatura per ingresso e iniettore (vedere [“Preparazione del test cromatografico”](#)).
- 2 Verificare quanto segue:
 - Adattatore per colonna capillare. Se così non fosse, [installarlo](#).
 - I gas di grado cromatografico introdotti e configurati: elio per gas di trasporto, azoto, idrogeno e aria.
 - Le fiale vuote di scarico sono caricate nella torretta del campione.
 - La fiala da 4-mL con tappo per diffusione è riempita di isottano e inserita in posizione Solvente A dell'iniettore.
- 3 Se necessario per il test, sostituire le parti dei consumabili (liner, setto, trappole, ecc.). Vedere [“Preparazione del test cromatografico.”](#)
- 4 Verificare che **Lit Offset** sia impostato in modo adeguato. Di norma deve essere ca. 2,0 pA per il metodo di prova.
- 5 Installare la colonna di valutazione (Vedere la procedura per [SS](#), [PP](#), o [COC](#) nel manuale Manutenzione.)

- Impostare il forno, l'iniettore e il rivelatore a 250 °C e degassare almeno 15 minuti. (Vedere la procedura per [SS](#), [PP](#), o [COC](#) nel manuale Manutenzione.)
- Controllare che la colonna sia stata configurata.

Prestazioni del fosforo

- 1 Se non ancora installato, installare il [filtro per il fosforo](#).
- 2 Creare o caricare un metodo con i parametri elencati nella [Tabella 12](#).

Tabella 12 Condizioni per test FDP (P)

Colonna e campione	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
Campione	Test FPD (5188-5953)
Modalità colonna	Pressione costante
Pressione colonna	25 psi
Iniettore split/splitless	
Temperatura	200 °C Split/splitless
Modalità	Splitless
Flusso di spurgo	60 mL/min
Tempo spurgo	0,75 min
Iniettore colonna impaccata	
Temperatura	200 °C
Iniettore COC (Cool on-column)	
Temperatura	Funzione Oven Track
Spurgo setto	15 mL/min
Rivelatore	
Temperatura	200 °C (On)
Flusso di idrogeno	75 mL/min (On)
Flusso aria (ossidante)	100 mL/min (On)
Modalità	Flusso makeup costante OFF
Flusso makeup	60 mL/min (On)
Tipo gas makeup	Azoto

Tabella 12 Condizioni per test FDP (continua)(P)

Fiamma	On
Offset di accensione	2 pA (tipico)
Tensione PMT	On
Forno	
Temp. iniziale	70 °C
Tempo iniziale	0 min
Velocità 1	25 °C/min
Temp. finale 1	150 °C
Tempo finale 1	0 min
Velocità 2	5 °C/min
Temp. finale 2	190 °C
Tempo finale 2	4 min
Impostazioni ALS (se installato)	
Lavaggi campione	2
Pompe campione	6
Volume lavaggio campione	8 (max)
Volume di iniezione	1 µL
Dimensioni siringa	10 µL
Pre-lavaggi solvente A	2
Post-lavaggi solvente A	2
Volume lavaggio solvente A	8
Pre-lavaggi solvente B	0
Post-lavaggi solvente B	0
Volume lavaggio solvente B	0
Modalità iniezione (7693A)	Normale
Volume intercapedine d'aria (7693A)	0,20
Ritardo viscosità	0
Velocità di dispensa dell'iniezione (7693A)	6000
Pausa pre iniezione	0
Pausa post iniezione	0
Iniezione manuale	

Tabella 12 Condizioni per test FDP (continua)(P)

Volume di iniezione	1 µL
Sistema dati	
Velocità dati	5 Hz

- 3 Accendere la fiamma del FPD se è spenta.
- 4 Visualizzare l'uscita del segnale e registrare. In genere l'uscita è compresa tra 40 e 55 ma può anche raggiungere 70. Attendere che l'uscita sia stabile. Ci vorrà ca. 1 ora.

Se l'uscita della linea di base è troppo alta:

- Verificare l'installazione della colonna. Se è installata troppo in alto, la fase stazionaria brucia nella fiamma e incrementa l'uscita misurata.
- Verificare la presenza di fuoriuscite.
- Degassare il rivelatore e la colonna a 250 °C.
- Controllare che i flussi impostati per il filtro installato siano corretti.

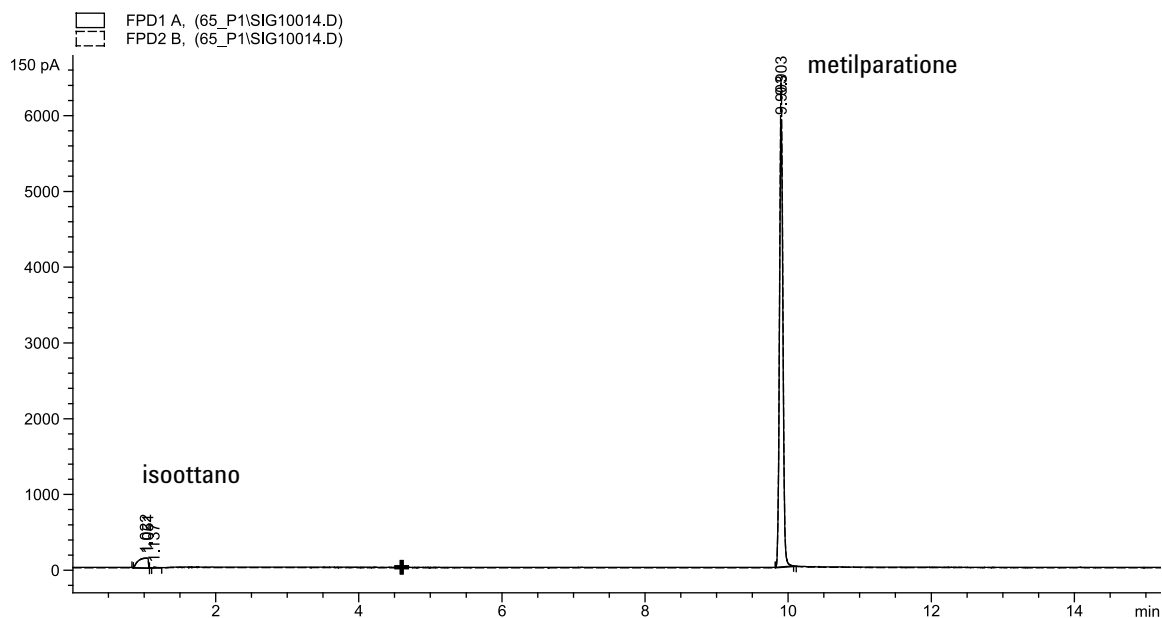
Se l'uscita della linea di base è zero, controllare che l'elettrometro e la fiamma siano accesi.

- 5 Se si utilizza un sistema dati, prepararlo perché possa eseguire un'analisi utilizzando il metodo di prova caricato. Controllare che il sistema dati possa creare un cromatogramma.
- 6 Avviare l'analisi.

Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o premere **[Start]** sul GC.

Se l'iniezione è manuale (con o senza un sistema dati):

- a Premere **[Prep Run]** per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.
- b Quando il GC è pronto, iniettare 1 µL di campione di prova e premere **[Start]** sul GC.
- c Il cromatogramma sotto illustra i risultati tipici ottenuti con un rivelatore nuovo, con consumabili nuovi installati.



Prestazioni dello zolfo

- 1 Installare il [filtro per lo zolfo](#) e il [distanziatore per filtro](#).
- 2 Apportare le seguenti modifiche ai parametri del metodo.

Tabella 13 Parametri del metodo con zolfo (S)

Parametro	Valore (mL/min)
Flusso H2	50
Flusso d'aria	60

- 3 Accendere la fiamma del FPD se è spenta.
- 4 Visualizzare l'uscita del segnale e registrare. In genere l'uscita è compresa tra 50 e 60 ma può anche raggiungere 70. Attendere che l'uscita sia stabile. Ci vorrà ca. 1 ora.

Se l'uscita della linea di base è troppo alta:

- Verificare l'installazione della colonna. Se è installata troppo in alto, la fase stazionaria brucia nella fiamma e incrementa l'uscita misurata.
- Verificare la presenza di fuoriuscite.
- Degassare il rivelatore e la colonna a 250 °C.

- Controllare che i flussi impostati per il filtro installato siano corretti.

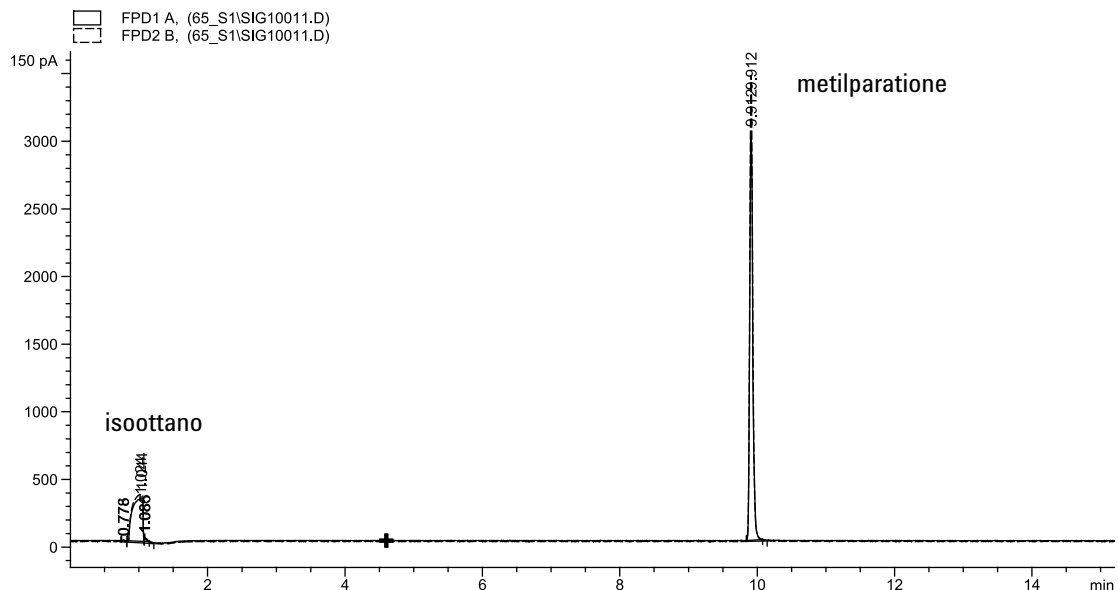
Se l'uscita della linea di base è zero, controllare che l'elettrometro e la fiamma siano accesi.

- 5 Se si utilizza un sistema dati, prepararlo perché possa eseguire un'analisi utilizzando il metodo di prova caricato. Controllare che il sistema dati possa creare un cromatogramma.
- 6 Avviare l'analisi.

Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o premere **[Start]** sul GC.

Se l'iniezione è manuale (con o senza un sistema dati):

- a Premere **[Prep Run]** per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.
 - b Quando il GC è pronto, iniettare 1 µL di campione di prova e premere **[Start]** sul GC.
- 7 Il cromatogramma sotto illustra i risultati tipici ottenuti con un rivelatore nuovo, con consumabili nuovi installati.



Verifica delle prestazioni del FPD (campione 5188-5245, Giappone)

Per verificare le prestazioni del FPD, controllare innanzitutto il fosforo e poi lo zolfo.

Preparazione

1 Predisporre i seguenti elementi:

- Colonna di valutazione, DB5 15 m × 0,32 mm × 1,0 µm (123-5513)
- Campione (prova) di valutazione delle prestazioni del FPD (5188-5245, Giappone), composizione: n-dodecano 7499 mg/L (± 5%), dodecantiolo 2,0 mg/L (± 5%), tributilfosfato 2,0 mg/L (± 5%), solfuro di ter-butile 1,0 mg/L (± 5%), in isottano come solvente
- Filtro al fosforo
- Filtro allo zolfo e distanziatore per filtro
- Bottiglie di solvente e di scarico da 4-mL o equivalente per iniezione automatica.
- Fiale campione da 2-mL o equivalente per campione.
- Isottano di grado cromatografico per solvente per lavaggio siringa.
- Attrezzatura per ingresso e iniettore (vedere [“Preparazione del test cromatografico”](#)).

2 Verificare quanto segue:

- Adattatore per colonna capillare. Se così non fosse, [installarlo](#).
- I gas di grado cromatografico introdotti e configurati: elio per gas di trasporto, azoto, idrogeno e aria.
- Le fiale vuote di scarico sono caricate nella torretta del campione.
- La fiala da 4-mL con tappo per diffusione è riempita di isottano e inserita in posizione Solvente A dell'iniettore.

3 Se necessario per il test, sostituire le parti dei consumabili (liner, setto, trappole, ecc.). Vedere [“Preparazione del test cromatografico.”](#)

4 Verificare che Lit offset sia impostato in modo adeguato. Di norma deve essere ca. 2,0 pA per il metodo di prova.

- 5 Installare la colonna di valutazione (Vedere la procedura per [SS](#), [PP](#), o [COC](#) nel manuale Manutenzione.)
 - Impostare il forno, l'iniettore e il rivelatore a 250 °C e degassare almeno 15 minuti. (Vedere la procedura per [SS](#), [PP](#), o [COC](#) nel manuale Manutenzione.)
 - Configurare la colonna.

Prestazioni del fosforo

- 1 Se non ancora installato, installare il [filtro per il fosforo](#).
- 2 Creare o caricare un metodo con i parametri elencati nella [Tabella 14](#).

Tabella 14 Condizioni per test del fosforo per FPD

Colonna e campione	
Tipo	DB-5MS, 15 m × 0,32 mm × 1,0 µm (123-5513)
Campione	Test FPD (5188-5245)
Modalità colonna	Flusso costante
Flusso colonna	7,5 mL/min
Iniettore split/splitless	
Temperatura	250 °C
Modalità	Splitless
Flusso totale di spurgo	69,5 mL/min
Flusso di spurgo	60 mL/min
Tempo spurgo	0,75 min
Iniettore colonna impaccata	
Temperatura	250 °C
Iniettore COC (Cool on-column)	
Temperatura	Funzione Oven Track
Spurgo setto	15 mL/min
Rivelatore	
Temperatura	200 °C (On)
Flusso di idrogeno	75,0 mL/min (On)
Flusso aria (ossidante)	100,0 mL/min (On)
Modalità	Flusso makeup costante OFF

Tabella 14 Condizioni per test del fosforo per FPD (continua)

Flusso makeup	60,0 mL/min (On)
Tipo gas makeup	Azoto
Fiamma	On
Offset di accensione	2 pA (tipico)
Tensione PMT	On
Blocco emissioni	125 °C
Forno	
Temp. iniziale	70 °C
Tempo iniziale	0 min
Velocità 1	10 °C/min
Temp. finale	105 °C
Tempo finale	0 min
Velocità 2	20 °C/min
Temp. finale 2	190 °C
Tempo finale 2	7,25 min per zolfo 12,25 min per fosforo
Impostazioni ALS (se installato)	
Lavaggi campione	2
Pompe campione	6
Volume lavaggio campione	8 (max)
Volume di iniezione	1 µL
Dimensioni siringa	10 µL
Pre-lavaggi solvente A	2
Post-lavaggi solvente A	2
Volume lavaggio solvente A	8
Pre-lavaggi solvente B	0
Post-lavaggi solvente B	0
Volume lavaggio solvente B	0
Modalità iniezione (7693A)	Normale
Volume intercapedine d'aria (7693A)	0,20
Ritardo viscosità	0

Tabella 14 Condizioni per test del fosforo per FPD (continua)

Velocità di dispensa dell'iniezione (7693A)	6000
Pausa pre iniezione	0
Pausa post iniezione	0
Iniezione manuale	
Volume di iniezione	1 µL
Sistema dati	
Velocità dati	5 Hz

- 3 Accendere la fiamma del FPD se è spenta.
- 4 Visualizzare l'uscita del segnale e registrare. In genere l'uscita è compresa tra 40 e 55 ma può anche raggiungere 70. Attendere che l'uscita sia stabile. Ci vorrà ca. 1 ora.

Se l'uscita della linea di base è troppo alta:

- Verificare l'installazione della colonna. Se è installata troppo in alto, la fase stazionaria brucia nella fiamma e incrementa l'uscita misurata.
- Verificare la presenza di fuoriuscite.
- Degassare il rivelatore e la colonna a 250 °C.
- Controllare che i flussi impostati per il filtro installato siano corretti

Se l'uscita della linea di base è zero, controllare che l'elettrometro e la fiamma siano accesi.

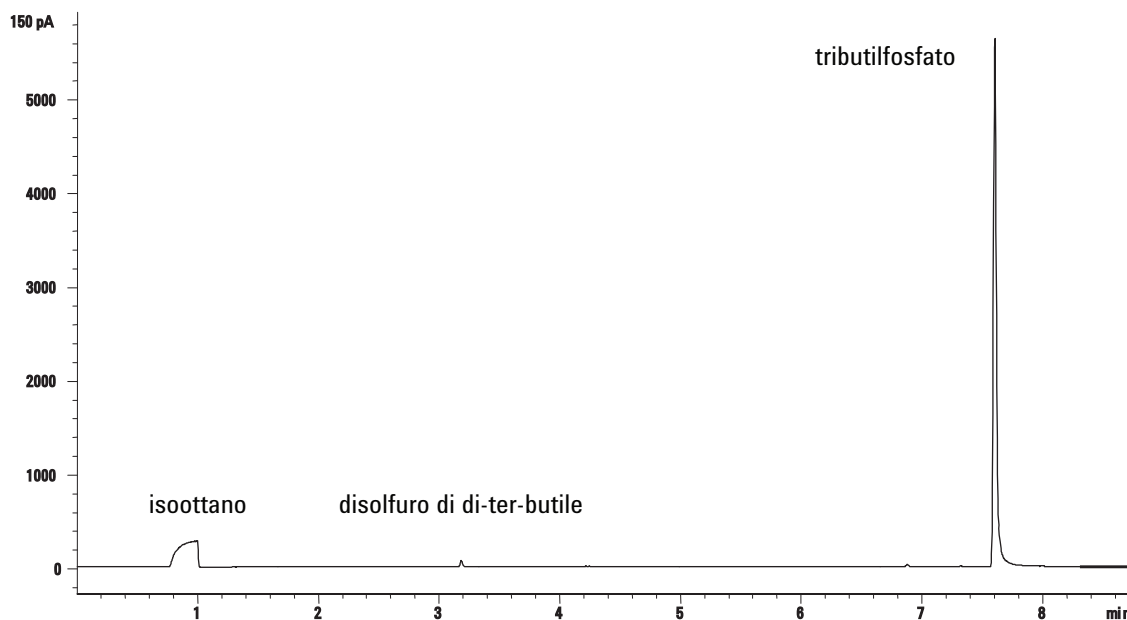
- 5 Se si utilizza un sistema dati, prepararlo perché possa eseguire un'analisi utilizzando il metodo di prova caricato. Controllare che il sistema dati possa creare un cromatogramma.
- 6 Avviare l'analisi.

Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o premere **[Start]** sul GC.

Se l'iniezione è manuale (con o senza un sistema dati):

- a Premere **[Prep Run]** per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.
- b Quando il GC è pronto, iniettare 1 µL di campione di prova e premere **[Start]** sul GC.

- 7 Il cromatogramma sotto illustra i risultati tipici ottenuti con un rivelatore nuovo, con consumabili nuovi installati.



Prestazioni dello zolfo

- 1 Installare il [filtro per lo zolfo](#).
- 2 Apportare le seguenti modifiche ai parametri del metodo.

Tabella 15 Parametri del metodo con zolfo

Parametro	Valore (mL/min)
Flusso H2	50
Flusso d'aria	60

- 3 Accendere la fiamma del FPD se è spenta.
- 4 Visualizzare l'uscita del segnale e registrare. In genere l'uscita è compresa tra 50 e 60 ma può anche raggiungere 70. Attendere che l'uscita sia stabile. Ci vorranno ca. 2 ore.

Se l'uscita della linea di base è troppo alta:

- Verificare l'installazione della colonna. Se è installata troppo in alto, la fase stazionaria brucia nella fiamma e incrementa l'uscita misurata.
- Verificare la presenza di fuoriuscite.
- Degassare il rivelatore e la colonna a 250 °C.

- Controllare che i flussi impostati per il filtro installato siano corretti

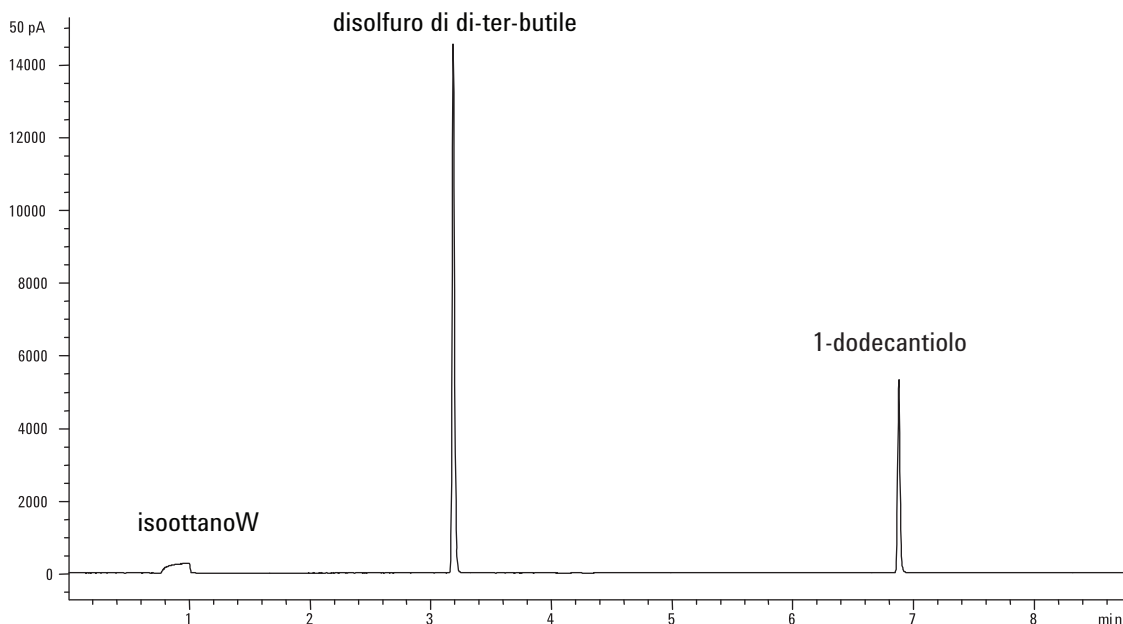
Se l'uscita della linea di base è zero, controllare che l'elettrometro e la fiamma siano accesi.

- 5 Se si utilizza un sistema dati, prepararlo perché possa eseguire un'analisi utilizzando il metodo di prova caricato. Controllare che il sistema dati possa creare un cromatogramma.
- 6 Avviare l'analisi.

Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o premere **[Start]** sul GC.

Se l'iniezione è manuale (con o senza un sistema dati):

- a Premere **[Prep Run]** per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.
 - b Quando il GC è pronto, iniettare 1 μ L di campione di prova e premere **[Start]** sul GC.
- 7 Il cromatogramma sotto illustra i risultati tipici ottenuti con un rivelatore nuovo, con consumabili nuovi installati.





7 Configurazione

Informazioni sulla configurazione	118
Assegnazione delle risorse del GC ad un dispositivo	118
Argomenti di carattere generale	120
Sblocco della configurazione GC	120
Ignore Ready =	120
Informazioni visualizzate	121
Unconfigured:	121
Forno	122
Iniettore anteriore/iniettore posteriore	123
Column #	124
Configurazione di una singola colonna	124
Rivelatore anteriore/rivelatore posteriore	128
Uscita analogica	130
Picchi rapidi	130
Comparto delle valvole	131
Zona termica ausiliaria	132
Fornitura dell'alimentazione GC ad una zona termica ausiliaria	132
Configurazione del riscaldatore di una linea di trasferimento MSD	133
Configurazione di un riscaldatore con catalizzatore al nickel	133
PCM A/PCM B	134
Stato	135
Time	136
Valvole #	137
Iniettore anteriore/posteriore	138
Strumento	139



Informazioni sulla configurazione

La configurazione è un processo a due fasi che riguarda la maggior parte degli accessori del GC che devono essere alimentati e devono comunicare con il GC. La prima parte del processo di configurazione prevede l'assegnazione di una risorsa di alimentazione e/o comunicazione al dispositivo. Nella seconda parte della configurazione, vengono impostate le proprietà di impostazione del dispositivo.

Assegnazione delle risorse del GC ad un dispositivo

Ad un dispositivo hardware che necessita di risorse GC ma che non ne ha assegnate viene attribuito lo stato **Unconfigured** dal GC. Dopo aver assegnato le risorse GC al dispositivo, il GC attribuisce lo stato di **Configured**. A questo punto è possibile accedere alle altre impostazioni della periferica (ove disponibili).

Per assegnare le risorse GC ad un dispositivo con stato **Unconfigured**:

- 1 Sbloccare la configurazione GC. Premere [**Options**], selezionare **Keyboard & Display** e premere [**Enter**]. Scorrere fino a **Hard Configuration Lock** e premere [**Off/No**].
- 2 Premere [**Config**] sulla tastiera del GC per selezionare un dispositivo dall'elenco, quindi premere [**Enter**].

Il tasto [**Config**] apre un menu simile a quello seguente:

Oven
 Front inlet
 Back Inlet
 Column #
 Front detector
 Back detector
 Analog out
 Valve Box
 Thermal Aux 1
 PCM A
 PCM B
 Status
 Time
 Valve #
 Injector
 Instrument

In molti casi è possibile spostarsi direttamente sulla voce che interessa premendo [**Config**][*device*].

- 3 Quando si apre la finestra Configure Device Display, il cursore dovrebbe trovarsi sul campo **Unconfigured**. Premere **[Mode/Type]** e seguire i messaggi del GC per assegnare le risorse al dispositivo.
- 4 Dopo aver assegnato le risorse, è necessario spegnere e riaccendere il GC. Spegnerne il GC e poi riaccenderlo.

Una volta acceso il GC, selezionare il dispositivo appena assegnato alle risorse del GC per impostare altri parametri (ove necessario). Una volta selezionato il dispositivo, lo stato deve indicare **Configured** e altre proprietà vengono visualizzate.

Impostazione delle proprietà di configurazione

Le proprietà di configurazione di un dispositivo sono le medesime della configurazione hardware dello strumento, diversamente dalle impostazioni del metodo, che invece possono variare da un'analisi all'altra del campione. Due esempi di configurazione sono il flusso del tipo di gas in un dispositivo pneumatico e il limite di temperatura di un dispositivo.

Per modificare le proprietà di configurazione di un dispositivo con stato **Configured**:

- 1 Premere **[Config]** sulla tastiera del GC per selezionare un dispositivo dall'elenco, quindi premere **[Enter]**.

In molti casi è possibile spostarsi direttamente sulla voce che interessa premendo **[Config][device]**.

- 2 Scorrere le impostazioni del dispositivo per modificare la proprietà. Selezionare anche da un elenco utilizzando **[Mode/Type]**, **[On/Yes]** o **[Off/No]**, oppure inserendo un valore numerico. Premere **[Info]** per informazioni sulla modifica di valori numerici, oppure consultare la sezione di questo documento dedicata alla configurazione specifica di un dispositivo.

Argomenti di carattere generale

Sblocco della configurazione GC

Gli accessori come iniettori, rivelatori, i dispositivi di controllo della pressione (PCM) e i loop di controllo della temperatura (Thermal AUX) dispongono di collegamenti elettrici ad un bus di alimentazione e/o comunicazione del GC. Prima di poter utilizzare questi accessori è necessario che siano assegnati al GC. Prima di assegnare le risorse ad un dispositivo, sbloccare la configurazione del GC. Se si cerca di configurare un dispositivo con stato **Unconfigured** senza aver sbloccato prima la configurazione del GC, viene visualizzato il messaggio **CONFIGURATION IS LOCKED Go to Keyboard options to unlock**.

È necessario sbloccare la configurazione GC anche se si vuole rimuovere le risorse GC da un dispositivo con stato **Configured**. In questo modo lo stato del dispositivo torna su **Unconfigured**.

Per sbloccare la configurazione GC:

- 1 Premere [**Options**], selezionare **Keyboard & Display** e premere [**Enter**].
- 2 Scorrere fino a **Hard Configuration Lock** e premere [**Off/No**].

La configurazione del GC rimane sbloccata finché il GC non viene spento e poi riaccessato.

Ignore Ready =

Lo stato dei vari elementi hardware influisce, insieme ad altri fattori, sullo stato di Pronto del GC durante l'analisi.

In tali casi non importa che alcuni elementi specifici siano pronti per determinare lo stato di pronto del GC. Questo parametro consente di scegliere a seconda dei casi. È possibile ignorare lo stato di pronto dei seguenti elementi: iniettori, rivelatori, forno, PCM e moduli EPC ausiliari.

Supponiamo ad esempio che il riscaldatore di un iniettore sia difettoso ma che non si intenda utilizzarlo oggi. Impostando **Ignore Ready = TRUE** per quell'iniettore, è possibile utilizzare comunque tutti gli altri componenti del GC. Una volta riparato il riscaldatore, impostare **Ignore Ready = FALSE**. Diversamente l'analisi potrebbe iniziare prima che le condizioni dell'iniettore siano pronte.

Per ignorare lo stato di pronto di un elemento, premere **[Config]**, quindi selezionare l'elemento. Scorrere fino a **Ignore Ready** e premere **[On/Yes]** per impostare il valore **True**.

Per considerare lo stato di pronto di un elemento, premere **[Config]**, quindi selezionare l'elemento. Scorrere fino a **Ignore Ready** e premere **[Off/No]** per impostare il valore **False**.

Informazioni visualizzate

Ecco alcuni esempi di configurazione:

[EPC1] = (INLET) (SS) EPC #1 è utilizzato per un iniettore di tipo split/splitless. Non è disponibile per altri utilizzi.

[EPC3] = (DET-EPC) (FID) EPC #3 controlla i gas del rivelatore verso un FID.

FINLET (OK) 68 watt 21,7 Questo riscaldatore è collegato all'iniettore anteriore. Status = OK, indica che è pronto per essere utilizzato. Al momento dell'accensione del GC, il riscaldatore richiedeva 68 watt e la temperatura dell'iniettore era pari a 21,7 °C.

[F-DET] = (SIGNAL) (FID) La scheda di segnale del rivelatore anteriore è di tipo FID.

Unconfigured:

Prima di essere utilizzati, gli accessori che richiedono alimentazione e comunicazione devono essere assegnati alle risorse del GC. Per poter utilizzare l'hardware, leggere innanzitutto [“Sblocco della configurazione GC”](#) a pagina 120 quindi passare al parametro **Unconfigured** e premere **[Mode/Type]** per iniziare l'installazione. Se per l'hardware che si sta configurando è necessario selezionare altri parametri, il GC chiederà di selezionarli. Se non sono necessari altri parametri, premere **[Enter]** quando il GC lo domanda in fase di installazione dell'accessorio. Per completare la configurazione, spegnere e riaccendere il GC.

Dopo aver riavviato il GC, viene visualizzato un messaggio che ricorda la modifica e il suo effetto sul metodo predefinito. Se necessario, modificare i metodi per adattarli al nuovo hardware.

Forno

Vedere “Unconfigured:” a pagina 121 e “Ignore Ready =” a pagina 120.

Maximum temperature Imposta un limite massimo per la temperatura del forno. Serve per evitare danni accidentali alle colonne. L'intervallo è tra 70 e 425 °C. Controllare anche i valori consigliati dal produttore.

Equilibration time Il tempo richiesto dal forno per avvicinarsi al valore di regolazione prima di considerare il forno **Pronto**. L'intervallo è tra 0 e 999,99 minuti. Serve per controllare che il contenuto del forno si stabilizzi prima che sia avviata un'altra analisi.

Limit ballistic power Riduce la potenza del forno se riscaldato alla massima velocità al fine di limitare la corrente che arriva dalla linea.

Configurazione del forno

- 1 Premere **[Config][Oven]**.
- 2 Scorrere fino a **Maximum temperature**. Inserire un valore e premere **[Enter]**.
- 3 Scorrere fino a **Equilibration time**. Inserire un valore e premere **[Enter]**.

Iniettore anteriore/iniettore posteriore

Vedere “Unconfigured:” a pagina 121 e “Ignore Ready =” a pagina 120.

Configurazione del tipo di gas

Il GC deve essere a conoscenza del tipo di gas di trasporto utilizzato.

- 1 Premere [**Config**][**Front Inlet**] o [**Config**][**Back Inlet**].
- 2 Scorrere fino a **Gas type** e premere [**Mode/Type**] .
- 3 Scorrere fino al gas che sarà utilizzato. Premere [**Enter**].

In questo modo viene completata la configurazione del gas di trasporto.

Column

Length La lunghezza (in metri) di una colonna capillare. Inserire **0** in caso di colonna impaccata o se la lunghezza non è nota.

Diameter Il diametro interno (in millimetri) di una colonna capillare. Inserire **0** in caso di colonna impaccata.

Film thickness Lo spessore (in micron) della fase stazionaria per colonne capillari.

Inlet (ingresso) Identifica la sorgente del gas per la colonna.

Outlet (uscita) Identifica l'accessorio in cui scorre l'effluente della colonna.

Thermal zone (zona termica) Identifica l'accessorio che controlla la temperatura della colonna.

Configurazione di una singola colonna

Una colonna capillare viene definita inserendo la lunghezza, il diametro e lo spessore della pellicola. Dopo di che vengono inseriti l'accessorio che controlla la pressione in entrata (alla fine della colonna), l'accessorio che controlla la pressione in uscita della colonna e la zona termica che controlla la temperatura.

Con queste informazioni lo strumento è in grado di calcolare il flusso nella colonna. Se si utilizzano le colonne capillari, i vantaggi sono enormi. È possibile:

- Inserire i rapporti di splittaggio e lasciare che sia lo strumento a calcolare e impostare le velocità di flusso appropriate.
- Inserire la velocità di flusso o la velocità lineare media. Lo strumento calcola la pressione necessaria a raggiungere la velocità di flusso, la imposta e rivela i tre valori (solo Iniettore split/splitless).
- Effettuare iniezioni splitless senza dover misurare i flussi di gas.
- Scegliere una qualsiasi modalità per la colonna. Se la colonna non è definita, la scelta è limitata.

Eccellenza fatta per le configurazioni più semplici, come una colonna collegata ad un rivelatore e iniettore specifico, si consiglia di disegnare una bozza di come la colonna sarà collegata prima di iniziare.

Per configurare una colonna:

- 1 Premere [**Config**][**Col #**] quindi inserire il numero della colonna da configurare.
- 2 Scorrere fino a **Length**, digitare la lunghezza della colonna in metri, e premere [**Enter**].
- 3 Scorrere fino a **Diameter**, digitare il diametro interno della colonna in micron e premere [**Enter**].
- 4 Scorrere fino a **Film thickness**, digitare lo spessore della pellicola in micron e premere [**Enter**]. A questo punto la colonna è stata *definita*.

Se non si conoscono le dimensioni della colonna (in genere sono fornite con la colonna) oppure non si vuole utilizzare le funzionalità di calcolo del GC, inserire **0** in **Length** o **Diameter**. La colonna *non sarà definita*.

- 5 Scorrere fino a **Inlet**. Premere [**Mode/Type**] e selezionare l'accessorio per il controllo della pressione del gas alla fine di questa colonna. È possibile scegliere tra gli iniettori GC installati e i canali PCM installati.

Selezionare l'accessorio adatto per controllare la pressione del gas e premere [**Enter**].

- 6 Scorrere fino a **Outlet**. Premere [**Mode/Type**] e selezionare l'accessorio per il controllo della pressione del gas alla fine di questa colonna.

Selezionare l'accessorio adatto per controllare la pressione del gas e premere [**Enter**].

- Quando si seleziona un rivelatore, il sistema controlla che il terminale di uscita della colonna sia a 0 psig per FID, TCD, FPD, FPD+, NPD e uECD oppure sia impostato sull'aspirazione per MSD.
- Se si seleziona **Other** viene attivato il valore di regolazione **Outlet pressure**. Se la colonna scarica in un rivelatore o in un ambiente non comune (né pressione ambiente né vuoto completo), selezionare **Other** e inserire la pressione di uscita.

- 7 Scorrere fino a **Thermal zone**. Premere [**Mode/Type**] per visualizzare le possibili scelte. Nella maggior parte dei casi, ci sarà **GC oven**. Tuttavia è possibile che la linea di trasferimento dell'MSD sia riscaldata da una zona ausiliaria, da valvole di un gruppo riscaldate separatamente o da altri tipi di configurazione.

Selezionare l'opzione corretta in **Thermal zone** e premere [**Enter**].

- 8 Scorrere fino a **Column ID lock**. Se si utilizza un lettore opzionale di codici a barre, il valore sarà impostato su **On** dal sistema dati. Se non si utilizza un lettore opzionale di codici a barre, invece, il valore impostato è solitamente **Off**.

In questo modo viene completata la configurazione di una colonna capillare singola.

Altre indicazioni sulla configurazione della colonna

Le colonne impaccate devono essere configurate come colonne non definite. Inserire quindi **0** come valore per la lunghezza della colonna o per il suo diametro.

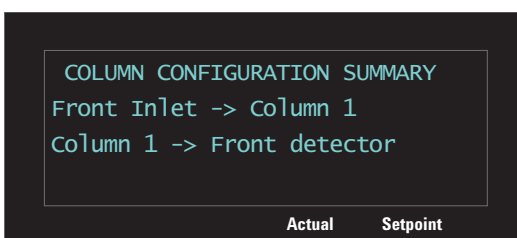
Controllare la configurazione di tutte le colonne e assicurarsi che sia specificato l'accessorio corretto per il controllo della pressione ad ogni estremità. Il GC utilizza tali informazioni per determinare il percorso del flusso del gas di trasporto. Configurare soltanto le colonne in uso nel percorso del flusso del gas di trasporto nel GC. Le colonne inutilizzate ma configurate con lo stesso accessorio utilizzato dalle colonne nel percorso del flusso per controllare la pressione sono responsabili di risultati di flusso non corretti.

A volte, è possibile e corretto, configurare entrambe le colonne installate sullo stesso iniettore.

Alcuni valori pneumatici cambiano insieme alla temperatura del forno al variare della resistenza della colonna e della viscosità del gas. Questo potrebbe confondere l'operatore che noterà una variazione dei punti di regolazione dei componenti pneumatici insieme alla variazione della temperatura del forno. Tuttavia, la condizione del flusso nella colonna non cambia rispetto a quanto indicato nella modalità della colonna (flusso o pressione costante, flusso o pressione incrementati) e dai valori di regolazione iniziali.

Visualizzazione di un riepilogo sui collegamenti della colonna

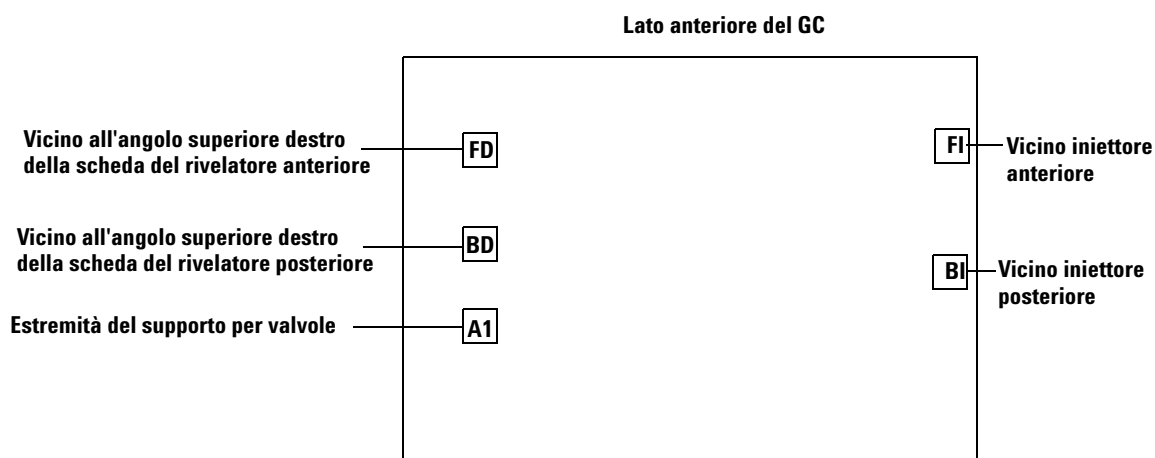
Per visualizzare un riepilogo sui collegamenti della colonna, premere [**Config**][**Col #**], quindi premere [**Enter**]. Il GC elenca i collegamenti della colonna, ad esempio:



Informazioni sui riscaldatori

Gli iniettori, i rivelatori, i comparti delle valvole sono componenti riscaldati. Durante la configurazione di un dispositivo, è talvolta necessario conoscere il connettore utilizzato dal riscaldatore di tale dispositivo. Utilizzare le informazioni fornite in questa sezione per configurare il dispositivo.

L'unità principale del GC dispone di cinque connettori per riscaldatore:



Tutti i connettori per riscaldatore sono quadrati e a 4 conduttori, montati su supporti. Ricordare che, per accedere al rivelatore e ai connettori di valvole, è solitamente necessario rimuovere i pannelli del GC. Rivolgersi pertanto a personale Agilent qualificato.

La [Tabella 16](#) descrive le posizioni sul riscaldatore, disponibili per ciascun modulo.

Tabella 16 Possibili connessioni del riscaldatore a seconda del modulo

Modulo	Possibili connessioni del riscaldatore
Ingresso anteriore	FI o nessuno
Ingresso posteriore	BI o nessuno
Rivelatore anteriore	FD
Rivelatore posteriore	BD
Comparto delle valvole	A1
Riscaldatore ausiliario 1	A1

Un FPD o FPD+ anteriore utilizza connettori FD e A1. Un FPD o FPD+ posteriore utilizza connettori BD e A1.

Rivelatore anteriore/rivelatore posteriore

Vedere [Ignore Ready](#) = e “Unconfigured:” a pagina 121.

Configurazione del gas di makeup/riferimento

Il condotto del gas di makeup nell'elenco dei parametri del rivelatore varia a seconda della configurazione dello strumento.

- 1 Se l'iniettore ha una *colonna non definita*, il flusso di makeup è costante. Se la *colonna è definita*, è possibile scegliere tra due modalità di gas di makeup. Premere **[Config][device]**, dove *[device]* sta per uno dei seguenti dispositivi:
 - **[Front Det]**
 - **[Back Det]**
- 2 Scorrere fino a **Makeup gas type** (o **Makeup/reference gas type**) e premere **[Mode/Type]**.
- 3 Scorrere fino al gas corretto e premere **[Enter]**.

Offset di accensione

Il GC rileva la differenze tra l'uscita del rivelatore con fiamma accesa e l'uscita con fiamma spenta. Se la differenza è inferiore al valore di regolazione, il GC presuppone che la fiamma sia spenta e tenta di riaccenderla. Consultare il manuale *Advanced Operation* per i dettagli su come impostare il valore **Lit Offset**:

[FID](#)

[FPD](#)

[FPD+](#)

Se il valore è troppo alto, l'uscita della linea di base del rivelatore di accensione può essere inferiore al valore **Lit Offset** e il GC tenterà erroneamente di riaccendere la fiamma.

Configurazione dei riscaldatori FPD o FPD+

Il rivelatore fotometrico a fiamma (FPD e FPD+) utilizza due riscaldatori, uno nella linea di trasferimento a fianco della base del rivelatore e uno vicino alla camera di combustione. Durante la configurazione dei riscaldatori FPD o FPD+, selezionare **Install Detector 2 htr** al posto dell'opzione predefinita **Install Detector (FPD o FPD+)**. Questa configurazione a due riscaldatori regola il rivelatore utilizzando la zona riscaldata e la linea di

trasferimento utilizzando l'opzione Thermal Aux 1 per un rivelatore anteriore e o l'opzione Thermal Aux 2 per un rivelatore posteriore.

Accenditore FID o FPD o FPD+ ignorato

AVVERTENZA

In genere si consiglia di non ignorare l'accenditore durante il normale funzionamento. Ignorando l'accenditore si disattiva anche l'opzione Lit Offset e le funzioni di accensione automatica, che insieme arrestano il rivelatore nel caso in cui la fiamma si spenga. Se la fiamma si spegne durante l'accensione manuale, il GC continua a fornire idrogeno combustibile al rivelatore al laboratorio.

Utilizzare questa funzione soltanto se l'accenditore è danneggiato e finché non viene riparato.

Se si utilizza un FID, FPD o un FPD+, la fiamma può essere accesa manualmente e impostare il GC perché ignori l'accenditore.

- 1 Premere **[Config][Front Det]** o **[Config][Back Det]**.
- 2 Scorrere fino a **Ignore Ignitor**.
- 3 Premere **[On/Yes]** per ignorare l'accenditore (o **[Off/No]** per attivare l'accenditore).

Impostando **Ignore Ignitor** su **True**, il GC non tenta di accendere la fiamma utilizzando l'accenditore. Il GC ignora completamente anche il valore in **Lit Offset** e non tenta di accendere la fiamma automaticamente. Il GC non è pertanto in grado di determinare se la fiamma è accesa e non arresterà quindi il gas di combustione.

Uscita analogica

Picchi rapidi

Il GC consente di produrre dati analogici a due velocità. L'opzione più rapida (da usare solo con FID, FPD, FPD+ e NPD) consente ampiezze di picco minime di 0,004 minuti (8 Hz di larghezza di banda), mentre la velocità standard (da utilizzare con tutti i rivelatori) ammette ampiezze di picco minime di 0,01 minuti (3,0 Hz di larghezza di banda).

Per utilizzare picchi rapidi:

- 1 Premere [**Config**][**Analog Out**].
- 2 Scorrere fino a **Fast peaks** e premere [**On/Yes**].

I *picchi rapidi* non sono applicabili all'uscita digitale.

Se si utilizzano i *picchi rapidi*, è necessario che l'integratore sia sufficientemente rapido per elaborare i dati inviati dal GC. La larghezza di banda dell'integratore deve essere almeno di 15 Hz.

Comparto delle valvole

Vedere “Unconfigured:” a pagina 121 e “Ignore Ready =” a pagina 120.

Il comparto delle valvole è montato sulla parte superiore del forno della colonna. Può contenere fino a due valvole montate su blocchi del riscaldatore. Ciascun blocco può contenere due valvole.

Le posizioni delle valvole sui blocchi sono numerate. Si consiglia di installare le valvole nei blocchi in sequenza numerica.

Tutte le valvole riscaldate nel comparto sono regolate dallo stesso valore di temperatura.

Fornitura dell'alimentazione GC al riscaldatore del comparto delle valvole

- 1 Sbloccare la configurazione GC, premere [**Options**], selezionare **Keyboard & Display** e premere [**Enter**]. Scorrere fino a **Hard Configuration Lock** e premere [**Off/No**].
- 2 Premere [**Config**], scorrere fino a **Valve Box** e premere [**Enter**].
- 3 Selezionare **Unconfigured** e premere [**Mode/type**], quindi scegliere una delle opzioni seguenti e premere [**Enter**].
 - **Install heater A1** - per un comparto di valvole che contiene un solo riscaldatore collegato al connettore A1 del supporto valvole.
 - **Install heater A2** - per un comparto di valvole che contiene un solo riscaldatore collegato al connettore A2 del supporto valvole.

Il supporto che blocca il comparto delle valvole si trova sul lato destro della scatola elettrica del GC, in alto a destra.

- 4 Alla richiesta del GC, spegnere e riaccendere lo strumento.

In questo modo viene completata la configurazione del comparto delle valvole. Per impostare la temperatura del comparto delle valvole per il metodo, premere il tasto [**Valve #**] e scorrere fino a **Valve Box**.

Zona termica ausiliaria

Vedere “Unconfigured:” a pagina 121 e “Ignore Ready =” a pagina 120.

Il GC è dotato di un canale aggiuntivo per il controllo della temperatura, Thermal Aux 1.

Fornitura dell'alimentazione GC ad una zona termica ausiliaria

I comparti delle valvole e le linee di trasferimento dispongono di riscaldatori che possono essere collegati ad uno dei vari connettori del GC. Prima di utilizzare tali dispositivi, è necessario configurarli, in modo tale che il GC possa riconoscere il tipo di dispositivo collegato al connettore (riscaldatore dell'iniettore, riscaldatore del rivelatore, riscaldatore della linea di trasferimento, ecc.) e lo possa gestire.

Con questa procedura si trasporta l'alimentazione del riscaldatore dal tappo A1 alla zona di controllo termico Thermal Aux 1.

- 1 Sbloccare la configurazione GC. Premere [**Options**], selezionare **Keyboard & Display** e premere [**Enter**]. Scorrere fino a **Hard Configuration Lock** e premere [**Off/No**].
- 2 Premere [**Config**] e scorrere fino a **Thermal Aux 1**.
- 3 Selezionare **Unconfigured** e premere [**Mode/Type**], quindi selezionare:
 - **Install Heater A1** per configurare il riscaldatore delle valvole collegato al connettore A1 sul supporto valvole.
- 4 Premere [**Enter**] dopo aver selezionato.
- 5 Nel caso di comparti di valvole, iniettore o rivelatore, la configurazione è completa. Alla richiesta del GC, spegnere e riaccendere lo strumento. Ignorare i passi restanti di questa procedura.

Nel caso di altri dispositivi, è necessario configurare il tipo specifico di dispositivo: Premere [**Clear**] per ignorare il messaggio di riavvio dello strumento.

- 6 Premere [**Config**] e scorrere fino a **Thermal Aux 1** o **Back inlet** in base all'ubicazione del riscaldatore MSD, quindi premere [**Enter**].

- 7 Scorrere fino a **Auxiliary type**, premere **[Mode/Type]**, scorrere fino al tipo di dispositivo necessario e selezionarlo, quindi premere **[Enter]**. I tipi possibili sono:
 - **Nickel catalyst**
 - **MSD transfer line**
- 8 Alla richiesta del sistema, riavviare il GC per implementare le modifiche.

Configurazione del riscaldatore di una linea di trasferimento MSD

- 1 Controllare che il riscaldatore MSD abbia una sorgente di alimentazione assegnata. Vedere [“Fornitura dell'alimentazione GC ad una zona termica ausiliaria”](#) a pagina 132.
- 2 Premere **[Config]** e scorrere fino a **Thermal Aux 1** o **Back inlet** in base all'ubicazione del riscaldatore MSD, quindi premere **[Enter]**.
 - Per GC a canale singolo, selezionare **Back inlet**.
 - Per GC a canale doppio, selezionare **Thermal Aux 1**.
- 3 Scorrere fino a **Auxiliary type**, premere **[Mode/Type]**, scorrere e selezionare **MSD transfer line**, quindi premere **[Enter]**.

Configurazione di un riscaldatore con catalizzatore al nickel

- 1 Controllare che il riscaldatore con catalizzatore al nickel abbia una sorgente di alimentazione assegnata. Vedere [“Fornitura dell'alimentazione GC ad una zona termica ausiliaria”](#) a pagina 132.
- 2 Premere **[Config]** e scorrere fino a **Back inlet**, quindi premere **[Enter]**.
- 3 Scorrere fino a **Auxiliary type**, premere **[Mode/Type]**, scorrere e selezionare **Nickel catalyst**, quindi premere **[Enter]**.

PCM A/PCM B

Vedere “[Unconfigured:](#)” a pagina 121 e “[Ignore Ready =](#)” a pagina 120.

Il PCM, modulo per il controllo della pressione, fornisce un canale per la regolazione del gas.

Questo canale è un semplice regolatore della pressione che mantiene la pressione in uscita costante. Grazie ad un limitatore fisso a valle, il flusso risulta costante.

Assegnazione di una fonte di comunicazione GC ad un PCM

- 1 Sbloccare la configurazione GC, premere [**Options**], selezionare **Keyboard & Display** e premere [**Enter**]. Scorrere fino a **Hard Configuration Lock** e premere [**Off/No**].
- 2 Premere [**Config**], scorrere fino a **PCMx** e premere [**Enter**].
- 3 Selezionare **Unconfigured** e premere [**Mode/Type**], quindi selezionare **Install EPCx** e premere [**Enter**].
- 4 Alla richiesta del GC, spegnere e riaccendere lo strumento.

Per configurare gli altri parametri del PCM, vedere [Configurazione di un PCM](#).

Configurazione di un PCM

- 1 Premere [**Config**], scorrere fino a **PCMx** e premere [**Enter**].
- 2 Scorrere fino a **Gas type**, premere [**Mode/Type**], selezionare e premere [**Enter**].

Impostare la modalità di controllo della pressione premendo [**PCM #**]. Selezionare **Mode** e premere [**Mode/Type**], scegliere la modalità e premere [**Enter**].

Stato

Il tasto **[Status]** è associato a due tabelle. Premendo il tasto si passa da una tabella all'altra.

Tabella di stato Ready/Not Ready

In questa tabella sono elencati i parametri *Not Ready* oppure i valori *Ready for Injection*. In caso di *guasti*, *avvertimenti* o *metodi incompatibili*, tutte le indicazioni vengono visualizzate in questa tabella.

Tabella di stato dei valori di regolazione

In questa tabella sono elencati i valori di regolazione rilevati dagli elenchi dei parametri attivi sullo strumento. È un modo veloce per visualizzare i valori attivi durante un'analisi senza dover aprire vari elenchi.

Configurazione della tabella di stato dei valori di regolazione

L'ordine nell'elenco può essere modificato. Può essere infatti necessario dare priorità ai tre valori di regolazione più importanti, in modo che siano visualizzati non appena viene aperta la tabella.

- 1 Premere **[Config][Status]**.
- 2 Individuare il valore di regolazione che si desidera visualizzare per primo e premere **[Enter]**. Il valore di regolazione verrà visualizzato all'inizio dell'elenco.
- 3 Individuare il valore di regolazione che si desidera visualizzare per secondo e premere **[Enter]**. Il valore diventerà il secondo nell'elenco.
- 4 E così via, fino a creare un elenco nell'ordine desiderato.

Time

Premere **[Time]** per aprire questa funzione. Nella prima riga vengono visualizzate sempre la data e l'ora correnti; nell'ultima compare sempre un cronometro. Le due righe intermedie variano:

Between runs Mostra l'ultima data/ora di analisi (calcolata) e la successiva.

During a run Mostra il tempo trascorso e il tempo residuo dell'analisi.

During Post Run Mostra la data/ora dell'ultima analisi e il tempo residuo Post Run.

Impostazione di ora e data

- 1 Premere **[Config][Time]**.
- 2 Selezionare **Time zone (hhmm)** e inserire l'ora locale calcolata in base all'orario GMT, utilizzando un formato a 24 ore.
- 3 Selezionare **Time (hhmm)** e inserire l'ora locale.
- 4 Selezionare **Date (ddmmyy)** e inserire la data.

Utilizzo del cronometro

- 1 Premere **[Time]**.
- 2 Scorrere fino alla riga **time=**.
- 3 Per iniziare a cronometrare, premere **[Enter]**.
- 4 Per arrestare il cronometro, premere **[Enter]**.
- 5 Premere **[Clear]** per reimpostare il cronometro.

Valvole

All'interno di un comparto di valvole con controllo della temperatura, è possibile montare un massimo di 2 valvole.

Configurazione di una valvola

- 1 Premere **[Config][Valve #]** e inserire il numero della valvola da configurare. Viene visualizzata la valvola corrente.
- 2 Per modificare il tipo di valvola, premere **[Mode/Type]**, selezionare il nuovo tipo e premere **[Enter]**.

Tipi di valvole

- **Sampling** Valvola a due posizioni (caricamento e iniezione). Nella posizione di caricamento, un flusso di campione esterno scorre in un loop collegato (campionamento del gas) o interno (campionamento del liquido) e poi scarica. Nella posizione di iniezione, il loop di campionamento pieno viene inserito nel flusso del gas di trasporto. Quando la valvola passa dal caricamento all'iniezione, se non è già in corso, viene avviata un'analisi. Consultare il manuale [Advanced Operation](#) per i dettagli.
- **Not installed** Non installato.

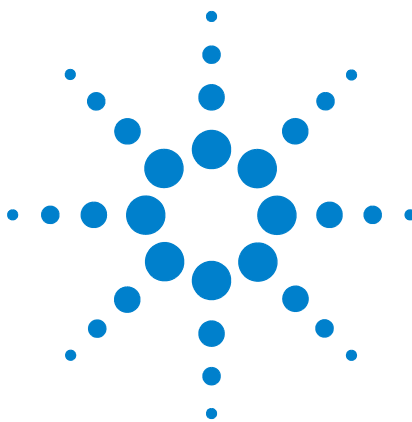
Iniettore anteriore/posteriore

Solitamente, gli iniettori vengono collegati alla **Porta ALS Anteriore** del GC, se devono essere utilizzati per iniezioni nell'iniettore anteriore, mentre alla **Porta ALS Posteriore** del GC, se devono essere utilizzati per iniezioni nell'iniettore posteriore. Tuttavia, il GC rileva in automatico la posizione dell'iniettore (iniettore anteriore o posteriore), quindi i connettori funzionano su entrambi gli iniettori.

Per configurare il campionatore 7693A, vedere il manuale [Installazione, funzionamento e manutenzione 7693A](#). Per configurare il campionatore 7650A, vedere il manuale [Installazione, funzionamento e manutenzione 7650A](#).

Strumento

- 1 Premere **[Config]**. Scorrere fino a **Instrument** e premere **[Enter]**.
- 2 Scorrere fino a **Serial #**. Inserire un numero di serie e premere **[Enter]**. Questa funzione può essere eseguita solo da tecnici Agilent.
- 3 Scorrere fino a **Auto prep run**. Premere **[On/Yes]** per attivare la funzione **Auto prep run**, **[Off/No]** per disattivarla. Consultare il manuale [Advanced Operation](#) per i dettagli.
- 4 Scorrere fino a **Zero Init Data Files**.
 - Premere **[On/Yes]** per attivare la funzione. Se attiva, il GC inizia immediatamente a sottrarre l'attuale uscita del rivelatore da tutti i valori successivi. Tale operazione è valida solo per l'uscita digitale ed è utile se il sistema dati non-Agilent presenta dei problemi con i dati della linea di base diversi da zero.
 - Premere **[Off/No]** per disattivarla. È adatta per tutti i sistemi dati Agilent.
- 5 Scorrere fino a **Require Host Connection**. Impostare **On** per determinare se l'host remoto è pronto e considerarlo tra i dispositivi con stato di pronto del GC.
- 6 Premere **[Clear]** per tornare al menu **Config** o terminare qualsiasi altra funzione.



8 Tasto Options

Tasto Options [142](#)

Calibration [142](#)

Manutenzione EPC e calibrazione EPR—iniettori, rivelatori e PCM [142](#)

Azzeramento automatico del flusso [143](#)

Condizioni di azzeramento [143](#)

Intervalli di azzeramento [144](#)

Azzeramento di un sensore specifico di flusso o pressione [144](#)

Calibrazione della colonna [144](#)

Menu Communication [149](#)

Configurazione dell'indirizzo IP per il GC [149](#)

Keyboard and Display [150](#)



Tasto Options

Il tasto **[Options]** raggruppa una serie di funzioni utilizzate generalmente in fase di installazione e modificate poi solo di rado. Consente di accedere a questo menu:

Calibration
Communication
Keyboard and Display

Calibration

Premere **[Calibration]** per visualizzare l'elenco dei parametri che possono essere calibrati. Essi includono:

- Iniettori
- Rivelatori
- ALS
- Colonne
- Forno
- Pressione atmosferica

In genere, è necessario calibrare solo i moduli EPC o EPR e le colonne capillari. La calibrazione di ALS, forno e pressione atmosferica viene eseguita solo da personale qualificato.

Le visualizzazioni della calibrazione sono illustrate nel manuale Agilent 7820A Service Manual.

Manutenzione EPC e calibrazione EPR—iniettori, rivelatori e PCM

I moduli EPC and EPR per il controllo del gas dispongono di sensori per la regolazione del flusso e/o della pressioni. In genere vengono calibrati in fabbrica. Il valore della sensibilità (la pendenza della curva) è abbastanza stabile, la correzione di zero (zero offset) richiede invece un aggiornamento periodico.

Sensori di flusso

I moduli per iniettore split/splitless, colonne impaccate utilizzano dei sensori di flusso. Se la funzione **Auto flow zero** è attiva (vedere [pagina 143](#)), vengono azzerati automaticamente al termine di ogni analisi. Questa procedura è consigliata. È possibile effettuare l'azzeramento anche manualmente—vedere [“Azzeramento di un sensore specifico di flusso o pressione”](#).

Sensori di pressione

Tutti i moduli di controllo EPC e EPR (ad eccezione dell'iniettore per colonna impaccata con EPR) usano sensori di pressione. Devono essere azzerati individualmente. Non esiste un azzeramento automatico per i sensori di pressione.

Azzeramento automatico del flusso

Un'opzione di calibrazione utile è **Auto flow zero**. Se impostata su **On**, al termine di ogni analisi, il GC arresta il flusso dei gas all'iniettore, attende che il flusso sia azzerato, misura e memorizza l'uscita del sensore di flusso e riattiva il gas. Tale operazione dura due secondi. L'opzione Zero offset invece viene utilizzata per correggere le misurazioni di flussi successive.

Per attivarla, selezionare **Calibration** nel menu **Options**, scegliere **Front inlet** o **Back inlet**, premere **[Enter]**, e attivare **Auto flow zero**.

Condizioni di azzeramento

I sensori di flusso vengono azzerati lasciando il gas di trasporto collegato e con flusso.

I sensori di pressione vengono azzerati scollegando il tubo del gas dal modulo di controllo del gas.

Intervalli di azzeramento

Tabella 17 Intervalli di azzeramento per sensori di flusso e pressione

Tipo di sensore	Tipo di modulo	Intervallo di azzeramento
Flusso	Tutte	Utilizzare Auto flow zero e/o Auto zero septum purge
Pressione	Iniettori	
	Colonne impaccate	Ogni 12 mesi
	Colonne capillari piccole (id 0,32 mm o meno)	Ogni 12 mesi
	Colonne capillari grandi (id > 0,32 mm)	A 3 mesi, a 6 mesi, poi ogni 12 mesi
	Canali ausiliari	Ogni 12 mesi
	Gas del rivelatore	Ogni 12 mesi

Azzeramento di un sensore specifico di flusso o pressione

- 1 Premere **[Options]**, scorrere fino a **Calibration**, e premere **[Enter]**.
- 2 Selezionare il modulo da azzerare e premere **[Enter]**.
- 3 Impostare il flusso o la pressione:

Sensori di flusso. Controllare che il gas sia collegato e stia scorrendo (attivato).

Sensori di pressione. Scollegare la linea di alimentazione del gas sul retro del GC. Non è corretto disattivarla, perché la valvola potrebbe perdere.

- 4 Scorrere fino alla riga da azzerare.
- 5 Premere **[On/Yes]** per azzerare o **[Clear]** per annullare.
- 6 Ricollegare i tubi del gas scollegati in [fase 3](#) e ripristinare i flussi operativi

Calibrazione della colonna

Man mano che si utilizza una colonna capillare, può succedere occasionalmente di doverne tagliare delle parti, andando così a modificare la lunghezza della colonna. Se non è possibile misurare la lunghezza attuale e se si sta utilizzando un EPC o EPR con una colonna definita, è possibile eseguire una calibrazione interna di routine per stimare la lunghezza attuale

della colonna. Analogamente, se non si conosce il diametro interno della colonna o si ritiene che non sia preciso, è possibile farne una stima dalle misure collegate.

Prima di calibrare la colonna, verificare che:

- Sia in uso una colonna capillare
- La colonna sia definita
- Non siano presenti rampe del forno
- La sorgente del gas alla colonna (solitamente l'iniettore) sia impostata su **On** e che non sia zero

Notare inoltre che non è possibile calibrare la colonna se la correzione della lunghezza della colonna calcolata è ≥ 5 m, o la correzione del diametro calcolato è ≥ 20 μm .

Modalità di calibrazione

Esistono tre modi per calibrare la lunghezza e/o il diametro della colonna:

- Utilizzare un'attuale velocità di flusso della colonna misurata
- Utilizzare un tempo di picco non trattenuto (tempo di eluizione)
- Calibrare sia la lunghezza che il diametro utilizzando la velocità di flusso e il tempo di eluizione

ATTENZIONE

Quando si misura la velocità di flusso della colonna, assicurarsi di convertire la misura nella temperatura e nella pressione normali se il dispositivo di misurazione non riporta i dati nel NTP. Se si inseriscono dati non corretti, la calibrazione non andrà a buon fine.

Stima della lunghezza e del diametro effettivi di una colonna da un tempo di eluizione

- 1 Impostare la rampa del forno 1 su 0,00, quindi verificare che la colonna sia definita.
- 2 Eseguire un'analisi utilizzando un composto non trattenuto e registrare il tempo di eluizione.
- 3 Premere [**Options**], scorrere fino a **Calibration** e premere [**Enter**].
- 4 Dall'elenco di calibrazione, selezionare la colonna e premere [**Enter**]. Il GC visualizza l'attuale modalità di calibrazione della colonna.

- 5 Per ricalibrare o modificare la modalità di calibrazione, premere **[Mode/Type]** e visualizzare il menu con le modalità di calibrazione della colonna.
- 6 Scorrere fino a **Length** o **Diameter** e premere **[Enter]**. Vengono visualizzate le seguenti opzioni:
 - **Mode**
 - **Measured flow**
 - **Unretained peak**
 - **Calculated length** o **Calculated diameter**
 - **Not calibrated**
- 7 Scorrere fino a **Unretained peak** e inserire l'attuale tempo di eluizione dall'analisi eseguita precedentemente.
- 8 Dopo aver premuto **[Enter]**, il GC stima la lunghezza e il diametro della colonna sulla base del tempo di eluizione indicato e usa tali dati per tutti i calcoli.

Stima della lunghezza e del diametro effettivi di una colonna da una velocità di flusso misurata

- 1 Impostare la rampa del forno 1 su 0,00, quindi verificare che la colonna sia definita.
- 2 Impostare la temperatura di forno, iniettore e rivelatori su 35 °C e lasciarli raffreddare a temperatura ambiente.
- 3 Togliere la colonna dal rivelatore.

ATTENZIONE

Quando si misura la velocità di flusso della colonna, assicurarsi di convertire la misura nella temperatura e nella pressione normali se il dispositivo di misurazione non riporta i dati nel NTP. Se si inseriscono dati non corretti, la calibrazione non andrà a buon fine.

- 4 Misurare l'attuale velocità di flusso nella colonna utilizzando un flussimetro calibrato. Registrare il valore. Installare nuovamente la colonna.
- 5 Premere **[Options]**, scorrere fino a **Calibration** e premere **[Enter]**.
- 6 Dall'elenco di calibrazione, selezionare la colonna e premere **[Enter]**. Il GC visualizza l'attuale modalità di calibrazione della colonna.
- 7 Per ricalibrare o modificare la modalità di calibrazione, premere **[Mode/Type]** e visualizzare il menu con le modalità di calibrazione della colonna.

- 8 Scorrere fino a **Length** o **Diameter** e premere [**Enter**]. Vengono visualizzate le seguenti opzioni:
 - **Mode**
 - **Measured flow**
 - **Unretained peak**
 - **Calculated length** o **Calculated diameter**
 - **Not calibrated**
- 9 Scorrere fino a **Measured flow** e inserire la corretta velocità di flusso nella colonna (in mL/min) dall'analisi eseguita precedentemente.
- 10 Dopo aver premuto [**Enter**], il GC stima la lunghezza e il diametro della colonna sulla base del tempo di eluizione indicato e usa tali dati per tutti i calcoli.

Stima della lunghezza e del diametro attuali della colonna

- 1 Impostare la rampa del forno 1 su 0,00, quindi verificare che la colonna sia definita.
- 2 Eseguire un'analisi utilizzando un composto non trattenuto e registrare il tempo di eluizione.
- 3 Impostare la temperatura di forno, iniettore e rivelatori su 35 °C e lasciarli raffreddare a temperatura ambiente.
- 4 Togliere la colonna dal rivelatore.

ATTENZIONE

Quando si misura la velocità di flusso della colonna, assicurarsi di convertire la misura nella temperatura e nella pressione normali se il dispositivo di misurazione non riporta i dati nel NTP. Se si inseriscono dati non corretti, la calibrazione non andrà a buon fine.

- 5 Misurare l'attuale velocità di flusso nella colonna utilizzando un flussimetro calibrato. Registrare il valore. Installare nuovamente la colonna.
- 6 Premere [**Options**], scorrere fino a **Calibration** e premere [**Enter**].
- 7 Dall'elenco di calibrazione, selezionare la colonna e premere [**Enter**]. Il GC visualizza l'attuale modalità di calibrazione della colonna.
- 8 Per ricalibrare o modificare la modalità di calibrazione, premere [**Mode/Type**] e visualizzare il menu con le modalità di calibrazione della colonna.

- 9 Scorrere fino a **Length & diameter** e premere **[Enter]**. Vengono visualizzate le seguenti opzioni:
 - **Mode**
 - **Measured flow**
 - **Unretained peak**
 - **Calculated length**
 - **Calculated diameter**
 - **Not calibrated**
- 10 Scorrere fino a **Measured flow** e inserire la corretta velocità di flusso nella colonna (in mL/min) dall'analisi eseguita precedentemente.
- 11 Scorrere fino a **Unretained peak** e inserire l'attuale tempo di eluizione dall'analisi eseguita precedentemente.
- 12 Dopo aver premuto **[Enter]**, il GC stima la lunghezza e il diametro della colonna sulla base del tempo di eluizione indicato e usa tali dati per tutti i calcoli.

Menu Communication

Configurazione dell'indirizzo IP per il GC

Per utilizzare una rete (LAN), il GC ha bisogno di un indirizzo IP. È possibile rilevarlo dal server DHCP oppure può essere inserito direttamente dalla tastiera. In ciascun caso, contattare l'amministratore LAN.

Utilizzo di un server DHCP

- 1 Premere [**Options**]. Scorrere fino a **Communications** e premere [**Enter**].
- 2 Scorrere fino a **Enable DHCP** e premere [**On/Yes**]. Alla richiesta del sistema, spegnere il GC e poi riaccenderlo.

Impostazione dell'indirizzo LAN dalla tastiera

- 1 Premere [**Options**]. Scorrere fino a **Communications** e premere [**Enter**].
- 2 Passare a **Enable DHCP** e, se necessario, premere [**Off/No**]. Scorrere fino a **Reboot GC**. Premere [**On/Yes**] e [**On/Yes**].
- 3 Premere [**Options**]. Scorrere fino a **Communications** e premere [**Enter**].
- 4 Scorrere fino a **IP**. Immettere i numeri di indirizzi IP del GC, separato da punti, e premere [**Enter**]. Un messaggio comunica di spegnere e riaccendere lo strumento. *Non* eseguire subito lo spegnimento e la riaccensione. Premere [**Clear**].
- 5 Scorrere fino a **GW**. Immettere il numero di gateway e premere [**Enter**]. Un messaggio comunica di spegnere e riaccendere lo strumento. *Non* eseguire subito lo spegnimento e la riaccensione. Premere [**Clear**].
- 6 Scorrere fino a **SM** e premere [**Mode/Type**]. Scorrere fino alla subnet mask appropriata nell'elenco e premere [**Enter**]. Un messaggio comunica di spegnere e riaccendere lo strumento. *Non* eseguire subito lo spegnimento e la riaccensione. Premere [**Clear**].
- 7 Scorrere fino a **Reboot GC**. Premere [**On/Yes**] e [**On/Yes**] per spegnere e riaccendere lo strumento e applicare i valori di regolazione LAN.

Keyboard and Display

Premere [**Options**] e scorrere fino a **Keyboard and Display**. Premere [**Mode/Type**].

I seguenti parametri vengono attivati e disattivati premendo i tasti [**On/Yes**] o [**Off/No**].

Keyboard lock Questi tasti e funzioni funzionano quando il blocco tastiera è attivo:

[**Start**], [**Stop**], e [**Prep Run**]

[**Load**][**Method**] e [**Load**][**Seq**]

[**Seq**]*—*per modificare le sequenze esistenti

[**Seq Control**]*—*per avviare o arrestare le sequenze.

Se l'opzione **Keyboard lock** è attiva, gli altri tasti e le altre funzioni non funzionano. Notare che il sistema dati Agilent può bloccare indipendentemente la tastiera del GC. Per modificare i valori di regolazione del GC utilizzando la tastiera GC, disattivare il blocco tastiera del GC e del sistema dati.

Hard configuration lock **On** impedisce di modificare la configurazione con la tastiera; **Off** rimuove il blocco.

Key click Suono clic alla pressione dei tasti.

Warning beep Emette segnali acustici d'avviso.

Warning beep mode È possibile selezionare fino a 9 diversi suoni di avviso. In questo modo è possibile dare al GC "voci" differenti. Si consiglia di provare.

Method modified beep Attiva il segnale acustico con tono alto se il valore di regolazione del metodo viene modificato.

Premere [**Mode/Type**] per modificare le unità della pressione e il tipo di radice.

Pressure units psi—libbre per pollice quadrato, lb/in²

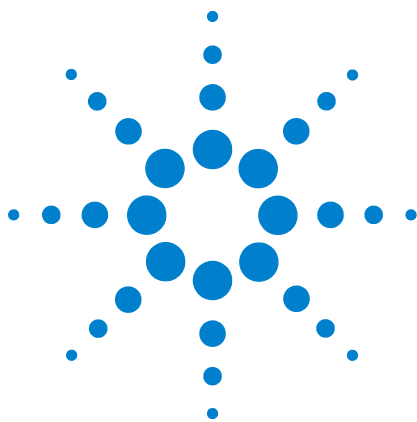
bar—unità di pressione assoluta cgs, dyne/cm²

kPa—unità di pressione mks, 10³ N/m²

Language Selezionare inglese, cinese o giapponese.

Radix type Determina il tipo di separatore numerico—1.00 or 1,00

Display saver Se impostato su **On**, riduce la luminosità del display dopo un periodo di inattività. Se impostato su **Off**, è disattivato.



9

Attività di conFigurezione

Indirizzo IP del GC [154](#)

Impostazione dell'indirizzo IP dal GC [155](#)

Utilizzo del DHCP per indicare l'indirizzo IP del GC [156](#)

Ripristino dell'indirizzo IP predefinito del GC [157](#)

Riconfigurazione di un modulo EPC per un altro rivelatore [158](#)

In questa sezione vengono descritte alcune attività di conFigurezione necessarie per il normale funzionamento.



Indirizzo IP del GC

Di fabbrica, il GC è impostato su:

Indirizzo IP	192.168.0.26
Maschera di sottorete	255.255.255.0
Gateway	192.168.0.1

Le procedure di installazione partono del presupposto che verrà utilizzato questo indirizzo per collegarsi al GC. Tuttavia, al termine dell'installazione è possibile modificare l'indirizzo IP del GC oppure utilizzare il protocollo DHCP.

Impostazione dell'indirizzo IP dal GC

- 1 Avviare la tastiera software. Dal menu Start di Windows®, **Agilent > Tutti i programmi > Agilent Technologies > Controller remoto GC 7820A**.
- 2 Collegare il GC. Selezionare **Connection > Connect....** Nel campo **Target**, inserire l'indirizzo IP corrente del GC.

Se non viene stabilito il collegamento, vedere [“Risoluzione dei problemi riguardanti una connessione”](#).

- 3 Fare clic su **[Options]**. Scorrere fino a **Communications** e premere **[Enter]**.
- 4 Verificare che l'opzione DHCP sia disattivata. Scorrere fino a **Enable DHCP**. Se **Enable DHCP** è **disattivato**, passare all'azione successiva.

Se **Enable DHCP** è **attivato**, disattivarlo selezionando **[Off/No]**. Scorrere fino a **Reboot GC**. Selezionare **[On/Yes]** e **[On/Yes]**. Dopo il riavvio, fare clic su **[Options]**. Scorrere fino a **Communications** e premere **[Enter]**.

- 5 Scorrere fino a **IP**. Con il tastierino numerico, immettere i numeri dell'indirizzo IP del GC, separati da punti, e premere **[Enter]**. Un messaggio comunica di spegnere e riaccendere lo strumento. Non eseguire subito lo spegnimento e la riaccensione. Selezionare **[Clear]**.
- 6 Scorrere fino a **GW**. Immettere il numero del gateway e selezionare **[Enter]**. Un messaggio comunica di spegnere e riaccendere lo strumento. Non eseguire subito lo spegnimento e la riaccensione. Selezionare **[Clear]**.
- 7 Scorrere fino a **SM** e selezionare **[Mode/Type]**. Scorrere fino alla maschera di sottorete appropriata nell'elenco e selezionare **[Enter]**. Un messaggio comunica di spegnere e riaccendere lo strumento. Non eseguire subito lo spegnimento e la riaccensione. Selezionare **[Clear]**.
- 8 Scorrere fino a **Reboot GC**. Selezionare **[On/Yes]** e **[On/Yes]** per spegnere e riaccendere lo strumento e applicare i valori di regolazione LAN.
- 9 Eseguire il ping del GC utilizzando l'indirizzo IP sopra digitato. Consultare il manuale [Risoluzione dei problemi](#) per informazioni dettagliate o se il GC non risponde.

Utilizzo del DHCP per indicare l'indirizzo IP del GC

Impostazione del GC per l'utilizzo del protocollo DHCP:

- 1 Spegnere il GC.
- 2 Tenendo premuto **[Prep Run]** e **[Stop]** sulla tastiera del GC, accendere il GC. In questo modo il GC utilizzerà la modalità DHCP per ottenere un indirizzo IP.
- 3 Eseguire il ping del GC utilizzando l'indirizzo IP statico o il nome del host assegnato al GC dall'amministratore di rete. Consultare il manuale [Risoluzione dei problemi](#) per informazioni dettagliate o se il GC non risponde.

È possibile anche utilizzare la tastiera software per impostare il GC affinché utilizzi il protocollo DHCP.

- 1 Fare clic su **[Options]**. Scorrere fino a **Communications** e premere **[Enter]**.
- 2 Impostare **Enable DHCP** su **On** (premere **[On/Yes]**).
- 3 Riavviare il GC.

Ripristino dell'indirizzo IP predefinito del GC

Durante l'installazione, e talvolta durante il funzionamento, può essere necessario reimpostare l'indirizzo IP del GC o modificarlo.

Per ripristinare l'indirizzo IP predefinito, tenere premuto il tasto **[Prep Run]** durante lo spegnimento/accensione del GC. Al riavvio, l'indirizzo IP del GC sarà di nuovo il seguente:

Indirizzo IP	192.168.0.26
Maschera di sottorete	255.255.255.0
Gateway	192.168.0.1

Riconfigurazione di un modulo EPC per un altro rivelatore

Il GC può includere moduli flusso EPC (controllo pneumatico elettronico), moduli flusso EPR (regolazione pneumatica elettronica) o un una varietà di entrambi. Inoltre, moduli di controllo pneumatico elettronico universali (UEPC) Agilent, prodotti in precedenza. I moduli UEPC sono moduli di flusso configurabili che erogano flussi di gas ai rivelatori installati nel GC.

Il 7820A GC è uno strumento a canale singolo. Se il GC include solo un modulo a flusso singolo, può fornire gas ad un solo rivelatore per volta.

Se si dispone di un unico modulo di flusso del rivelatore e due rivelatori e si desidera sostituire il rivelatore utilizzato, è possibile riconfigurare il modulo di flusso come descritto di seguito.

Se si dispone invece di due rivelatori e due moduli, non è necessario seguire tale procedura.

Riconfigurare il GC perché utilizzi il modulo di flusso con un altro rivelatore:

- 1 Determinare i tipi di gas per il nuovo rivelatore. Potrebbe essere necessario modificare i tubi di erogazione del gas del nuovo rivelatore.
- 2 Preparare i tubi e i gas prima di iniziare. Consultare la [Guida all'installazione](#) per informazioni dettagliate sui collegamenti idraulici e la [Guida alla preparazione del laboratorio](#) per i requisiti di erogazione dei gas.
- 3 Collegare il GC utilizzando la tastiera software.
- 4 Raffreddare il rivelatore in uso. Il rivelatore deve essere freddo per evitare che venga danneggiato durante il cambio.
- 5 Se si modifica il gas di trasporto oppure occorre disconnettere o arrestare l'erogazione del gas di trasporto per sostituire i gas del rivelatore, lasciare raffreddare l'iniettore e il forno.
- 6 Disattivare i flussi del rivelatore. Se si modificano i tipi di gas del rivelatore, disattivare anche i gas del rivelatore.
- 7 Chiudere tutte le sessioni del sistema dati del GC.
- 8 Rimuovere il pannello del rivelatore.
- 9 Rimuovere il pannello dei componenti pneumatici per accedere ai moduli di flusso del rivelatore. Vedere [Figure 1](#) e [Figure 2](#).

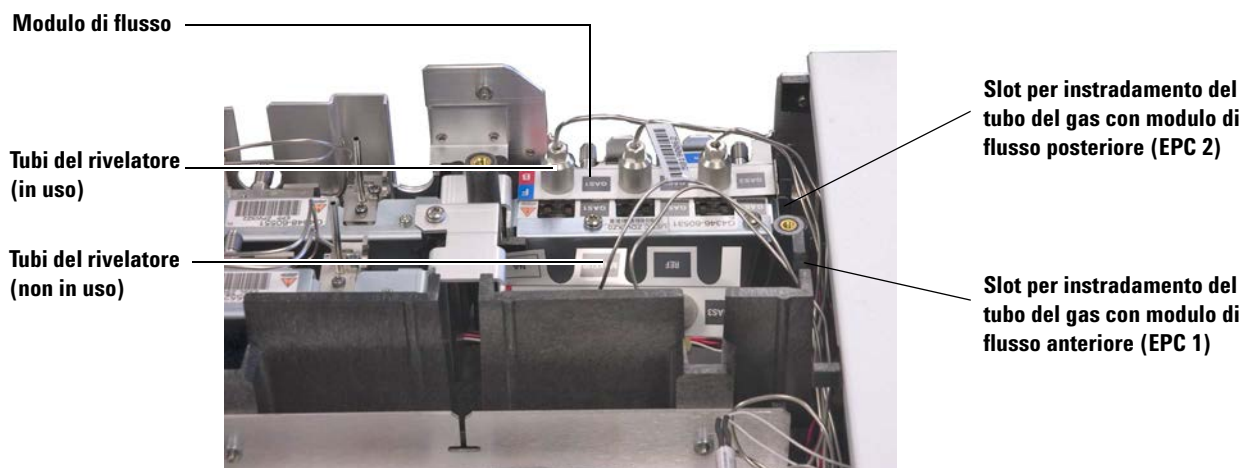


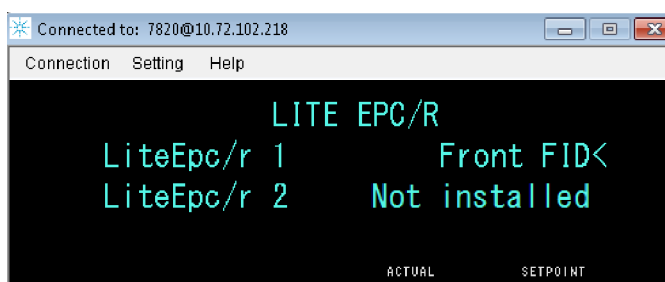
Figure 1 Esempio di modulo di flusso UEPC del rivelatore posteriore con applicata tubazione FID



Figure 2 Esempio di modulo di flusso EPC del rivelatore posteriore con applicata tubazione FID

10 Fare clic su **[Config][Lite EPC#]**.

11 Scorrere fino al modulo EPC da riconfigurare.



12 Selezionare **[Mode/Type]**.

13 Scorrere fino al rivelatore che si vuole utilizzare, quindi premere **[Enter]**. Le possibilità sono:

- Rivelatore anteriore
- Rivelatore posteriore
- Non installato (non usare il modulo di flusso per un rivelatore)

14 Seguire i messaggi visualizzati sulla tastiera software. Se richiesto, selezionare **[Enter]** per proseguire. Comparirà il messaggio di chiusura di tutte le sessioni di dati online. Riavviare il GC.

Dopo aver riavviato il GC, la tastiera software perderà temporaneamente la comunicazione con il GC. Al riavvio completo del GC, selezionare **Reconnect**, o attendere qualche minuto.

15 Disattivare il nuovo rivelatore e i relativi flussi del gas. Spegnendo il rivelatore e disattivandone i flussi, si protegge il rivelatore, evitando arresti imprevisti durante il collegamento di nuovi gas.

ATTENZIONE

Evitare di piegare ad angolo retto i tubi dei flussi del rivelatore.

16 Per i GP allestiti con modulo UEPC:

- a** Allentare le viti ad alette che fissano il tubo rivelatore vecchio al modulo del flusso.
- b** Sollevare il tubo del rivelatore vecchio dal modulo del flusso. Vedere [Figure 1](#).

ATTENZIONE

Non spanare i dadi zigrinati dei raccordi.

- c** Individuare i tubi del nuovo rivelatore.
- d** Sistemare i nuovi tubi nei raccordi per collettore, quindi stringere attentamente le viti ad alette.
- e** Controllare che l'etichetta del tipo di gas sia ben visibile.

17 Per i GP allestiti con modulo EPC o EPR:

- a** Rimuovere le viti Torx, fissando le saldature del tubo del rivelatore al modulo del flusso.
- b** Sollevare il tubo del rivelatore vecchio dal modulo del flusso. Vedere [Figure 2](#).

- c Individuare i tubi del nuovo rivelatore.
 - d Posizionare le saldature del nuovo tubo sopra ai raccordi del collettore del flusso, in modo che siano allineate con i pin guida corrispondenti del modulo del flusso.
 - e Inserire le viti Torx e serrarle a mano.
- 18 Posizionare correttamente i tubi del nuovo rivelatore, in modo che siano ben alloggiati. Vedere [Figure 1](#).
 - 19 Indirizzare il tubo del rivelatore non utilizzato verso l'altro alloggiamento, quindi spingere delicatamente i raccordi nello spazio del collettore. Vedere [Figure 1](#).
 - 20 Se i gas del nuovo rivelatore e quelli del vecchio sono differenti, collegare i nuovi gas al modulo di flusso del rivelatore.
 - Leggere l'etichetta sul tubo del rivelatore per conoscere il tipo di gas previsto per ciascun raccordo del modulo.
 - Attivare i gas e controllare che i raccordi non perdano.
 - Impostare le pressioni dei gas alla sorgente. [Solitamente elio, idrogeno e azoto vengono impostati su 400 kPa (60 psi), e l'aria del rivelatore su 550 kPa (80 psi).]
 - 21 Selezionare [**Lite EPC#**]. Il nuovo rivelatore compare in elenco come titolare del modulo di flusso.
 - 22 Utilizzare la tastiera software per configurare nuovi gas (trasporto o rivelatore). Ad esempio, selezionare [**Config**][**Back Det**], e scorrere fino a **Makeup gas type**.
 - 23 Attivare i flussi di gas del rivelatore utilizzando la tastiera software.
 - 24 Reinstallare i pannelli.

Dopo aver riconfigurato il modulo di flusso, sarà necessario aggiornare le impostazioni nel sistema dati Agilent. Risolvere inoltre il metodo per utilizzare i valori del nuovo metodo e della colonna, o creare un metodo nuovo.

NOTA

Se si utilizza EZChrom Elite Compact, potrebbe essere necessario creare un nuovo strumento per il GC dopo essere stato configurato per il secondo rivelatore.



Agilent Technologies, Inc.

Stampato negli USA, agosto 2016



G4350-94012