



Agilent Intuvo 9000 Gascromatografo

Manuale operativo



Agilent Technologies

Avvisi

© Agilent Technologies, Inc. 2019

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

G4580-94003

Edizione

Sesta edizione, luglio 2019
Quinta edizione, marzo 2018
Quarta edizione, settembre 2017
Terza edizione, aprile 2017
Seconda edizione, marzo 2017
Prima edizione, settembre 2016

Stampato negli USA e in Cina

Agilent Technologies, Inc.
2850 Centerville Road
Wilmington, DE 19808-1610 USA

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

Garanzia

Le informazioni contenute in questo documento sono fornite allo stato corrente e sono soggette a modifiche senza preavviso nelle edizioni future. 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.

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 non rispettata, può provocare lesioni personali o morte. In presenza della dicitura **AVVERTENZA** interrompere l'attività finché le condizioni indicate non siano state perfettamente comprese e soddisfatte.

Sommario

1 Introduzione

Dove trovare informazioni supplementari	10
Aiuto e informazioni dal touch screen	11
Aiuto e informazioni - dal browser web	15
Aiuto e informazioni - dal sistema dati dello strumento	18
DVD <i>Agilent GC and GC/MS User Manuals & Tools</i>	19
Prima di usare il GC	20
Cromatografia con un GC	21
Controlli GC e collegamenti esterni	22

2 Principi operativi di base

Panoramica	26
Controllo della strumentazione	27
Usare l'UI browser per controllare il GC	27
Usare la guida web Intuvo	28
Procedura di avvio del GC	30
Procedura di spegnimento del GC per meno di una settimana	32
Procedura di spegnimento del GC per più di una settimana	33
Variazione della temperatura del chip di protezione	34
Correggere i problemi	35

3 Funzionamento touch screen

Navigazione	38
Vassoio di stato/controllo	40
Controlli analisi	40
Inserire i dati	42
Vista principale	44
Pagina Flow path	45
Pagina di stato	46
Pagina Plot	47
Vista Methods	49
Vista Diagnostics	50
Vista Maintenance	51
Vista Logs	52
Vista Settings	53

Funzioni del touch screen quando il GC è controllato dal sistema dati
Agilent 54

Stato del GC 55
Segnali d'avviso 55
Condizioni di errore 55

4 Metodi e sequenze

Che cos'è un metodo? 58
Che cosa viene salvato in un metodo? 59
Che cosa accade quando si carica un metodo? 60
Vedere o modificare il metodo attivo 61
Vedere il metodo attivo 61
Modificare un metodo 62
Segnali di uscita GC 63
Segnali analogici 64
Segnali digitali 67
Compensazione colonna 70
Tracciato di prova 71
Caricare un metodo 73
Creare un nuovo metodo 74
Eseguire un metodo dal touch screen 75
Iniezione manuale di un campione con una siringa e avvio di un'analisi 75
Per eseguire un metodo per elaborare un solo campione con ALS 75
Interruzione di un metodo 76
Che cos'è una sequenza? 77
Errori rimediabili 78

5 Diagnostica

Informazioni sulla diagnostica 80
Rapporto sulle condizioni del sistema 80
Test automatico 81
Utilizzare la vista diagnostica 82
Eseguire test diagnostici 84

6 Funzionalità EMF (Early Maintenance Feedback)

Funzionalità EMF (Early Maintenance Feedback) 88
Tipi di contatore 88
Soglie 88

Soglie predefinite	89
Contatori disponibili	90
Visualizzare i contatori di manutenzione	94
Attivazione, reset o modifica di un limite per un contatore EMF	95
Contatori EMF per campionatori automatici	97
Contatori per ALS 7693A e 7650 ALS con firmware EMF abilitato	97
Contatori per ALS con firmware di versioni precedenti	97
Contatori EMF per gli strumenti MS	98

7 Registri

Vista registri	100
----------------	-----

8 Impostazioni

Informazioni sulle impostazioni	104
Modo assistenza	105
Resettare elementi di sistema	107
Informazioni sul GC	109
Calibrazione	110
Calibrazione EPC —iniettore, rivelatori, PCM e AUX	111
Azzeramento di un sensore specifico di flusso o pressione	112
Impostazioni di sistema	113
Configurazione dell'indirizzo IP per il GC	113
Per impostare la data e l'ora del sistema	115
Modificare il sistema locale	116
Impostare la funzione di risparmio energetico del sistema	117
Accesso ai dati di analisi memorizzati	118
Controllo dell'accesso all'interfaccia del browser	119
Per modificare le impostazioni di avviso remoto	120
Per eseguire la routine di impostazione del sistema	123
Strumenti	125
Eseguire un'analisi di compensazione della colonna	126
Opzioni alimentazione	127

9 Configurazione

Informazioni sulla configurazione	130
Apportare modifiche di configurazione	131
Configurazione della valvola	133
Per configurare le valvole	133
Configurazione iniettore	135

Configurazione del tipo di iniettore gas	135
Comportamento di arresto	137
Rivelatore 1/Rilevatore 2 Configurazione	138
Configurazione del gas di makeup/riferimento	138
La configurazione per spazio e MSD	140
Configurazione MSD	140
Configurazione del campionatore per spazio di testa	141
Impostazioni varie	143

10 Risparmio delle risorse

Risparmio delle risorse	146
Metodi sleep	147
Metodi Wake e Condition	149
Impostazione del GC su risparmio delle risorse	151

11 Programmazione

Programmazione oraria	156
Utilizzo degli eventi orari	156
Aggiunta di eventi alla tabella oraria	156
Eliminazione degli eventi orari	157

12 Test cromatografico

Test cromatografico	160
Preparazione del test cromatografico	161
Verifica delle prestazioni del FID	162
Verifica delle prestazioni del TCD	167
Verifica delle prestazioni del NPD	172
Verifica delle prestazioni dell'ECD	176
Per controllare la prestazione del FPD ⁺ (campione 5188-5953)	181
Preparazione	181
Prestazioni del fosforo	182
Prestazioni dello zolfo	185
Per verificare le prestazioni del FPD ⁺ (campione 5188-5245, Giappone)	187
Preparazione	187
Prestazioni del fosforo	188
Prestazioni dello zolfo	192

13 Funzionalità Intelligent Instrument

Comunicazioni a livello di sistema	196
------------------------------------	-----

Sistemi GC/MS	197
Ventilazione del MS	197
Eventi di arresto del MS	197
Eventi di arresto pressione nel GC	198

14 Funzionamento dello split e degli accessori di inversione del flusso

Accessorio G7322A per inversione flusso colonna centrale a D1 con EPC	200
Introduzione	200
Funzionamento	201

Accessorio G7323A per inversione flusso colonna centrale a D2/MS con EPC	204
Introduzione	204
Funzionamento	205

Accessorio G7324A per inversione flusso post colonna a D1 con EPC	208
Introduzione	208
Funzionamento	210

Accessorio G7325A per inversione flusso post colonna a D2/MS con EPC	212
Introduzione	212
Funzionamento	214

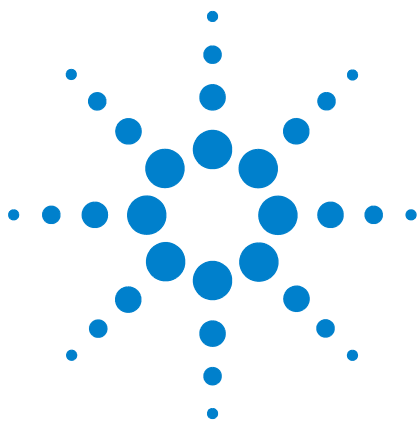
G7326A Split iniettore a colonna 2	216
Introduzione	216
Funzionamento	217

Accessorio G7329A Split rivelatore D1-MS 1:1	219
Principi di funzionamento	219

Accessorio G7328A Split rivelatore D1-D2 1:1	223
Introduzione	223
Funzionamento	224

15 Test di metrologia cinese

Fattori di conversione unità FPD+ e ECD	226
Fattori di conversione per FPD ⁺	227
Fattore di conversione per ECD	227
Utilizzare i fattori di conversione	228
Riferimenti	229



1 Introduzione

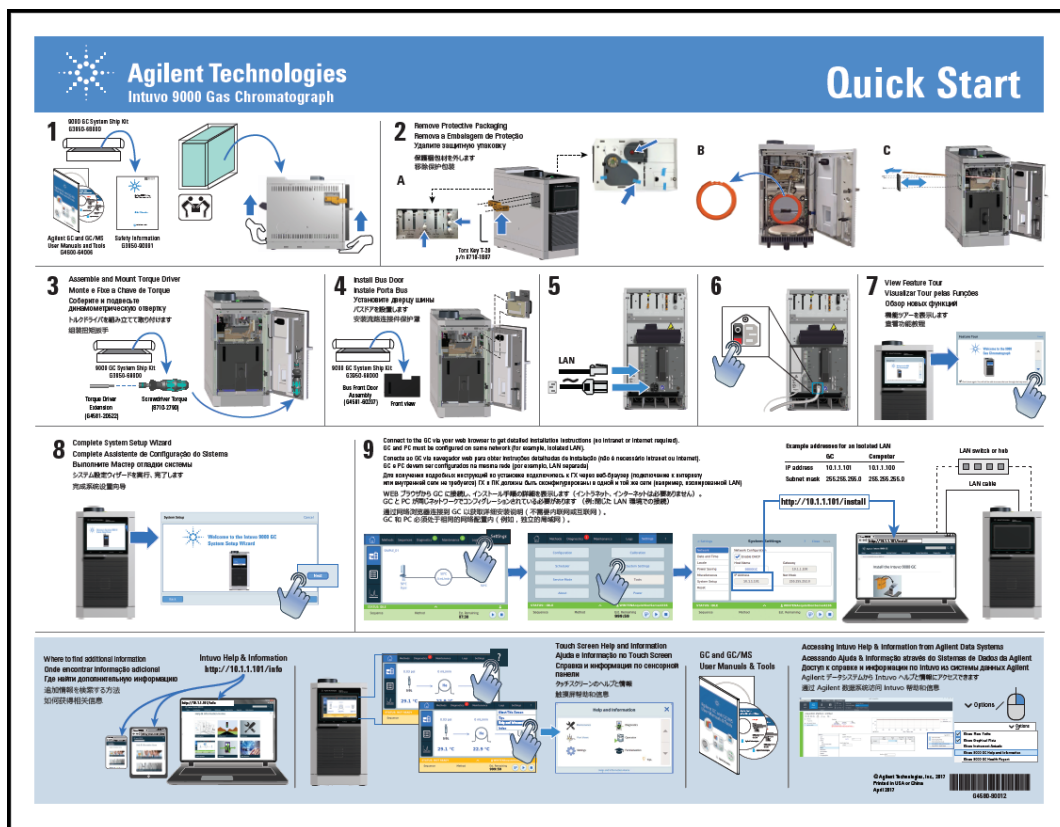
Dove trovare informazioni supplementari	10
Aiuto e informazioni dal touch screen	11
Aiuto e informazioni - dal browser web	15
Aiuto e informazioni - dal sistema dati dello strumento	18
DVD <i>Agilent GC and GC/MS User Manuals & Tools</i>	19
Prima di usare il GC	20
Cromatografia con un GC	21
Controlli GC e collegamenti esterni	22

Questo documento fornisce una panoramica del Gascromatografo Agilent Intuvo 9000 (GC) insieme a istruzioni di funzionamento dettagliate.

Dove trovare informazioni supplementari

Agilent fornisce tutta la documentazione necessaria per l'installazione, l'uso e la manutenzione del GC, direttamente su GCIntuvo 9000.

Quando si disimballa lo strumento, consultare il Quick Start Poster fornito in dotazione con il GC Intuvo 9000.



È possibile accedere a Guida e informazioni del GC Intuvo 9000 in diversi modi. La maggior parte delle domande sul GC Intuvo 9000 possono essere risolte consultando questa serie completa di informazioni.

- **“Aiuto e informazioni dal touch screen”**. Informazioni di contesto sono disponibili attraverso il touch screen del GC Intuvo.
- **“Aiuto e informazioni - dal browser web”**. La serie completa di informazioni per l'utente è anche disponibile direttamente sul GC, utilizzando un browser web connesso.

- “[Aiuto e informazioni - dal sistema dati dello strumento](#)”. La serie completa di informazioni utente è anche disponibile nel sistema dati dello strumento.
- “[DVD Agilent GC and GC/MS User Manuals & Tools](#)”. Informazioni sui GC, spettrofotometri di massa e campionatori Intuvo sono anche disponibili nei manuali utente e DVD degli strumenti dei GC e GC/MS Agilent.

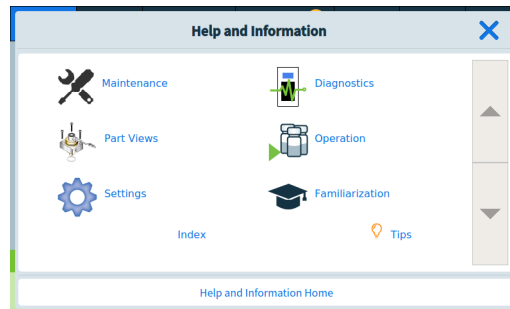
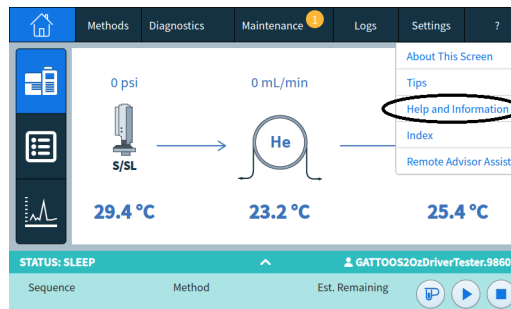
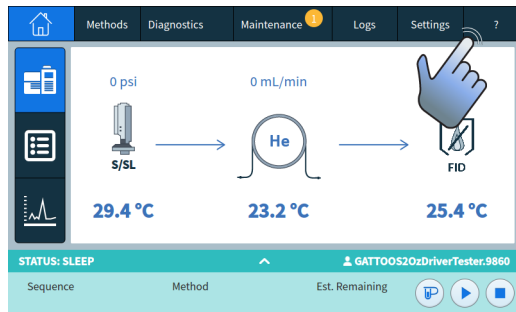
Aiuto e informazioni dal touch screen

È disponibile un'ampia gamma di documentazioni a portata di mano, integrate nel GC 9000 studiate per aiutare con argomenti come iniziare, esercitazioni, installazione, funzionamento, manutenzione, ricerca e risoluzione di guasti e altre informazioni utili.

Sono disponibili vari modi per accedere a queste informazioni, anche tramite il menu guida “?” del touchscreen. Qui, sono presenti informazioni contestuali e un elenco di suggerimenti per individuare velocemente le informazioni necessarie, nonché una suite Guida e Informazioni completa di argomenti su manutenzione, diagnostica, visuali delle parti, operazioni, impostazioni e approfondimenti.

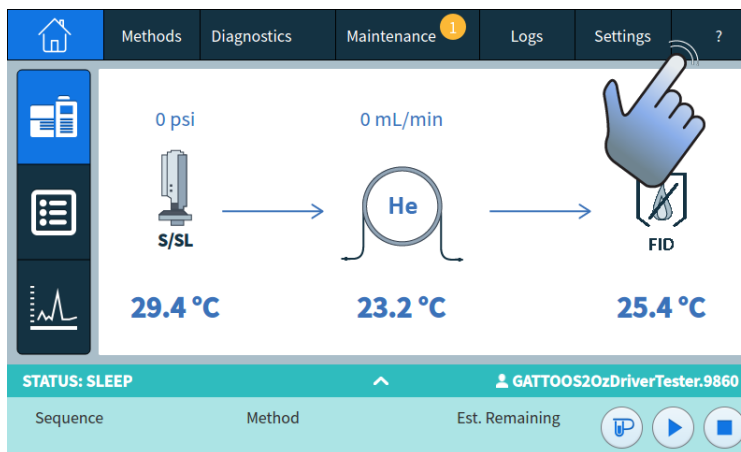
Vedere “[Aiuto touch Screen](#)” a pagina 12 per informazioni aggiuntive e caratteristiche disponibili nella guida del touch screen.

1 Introduzione

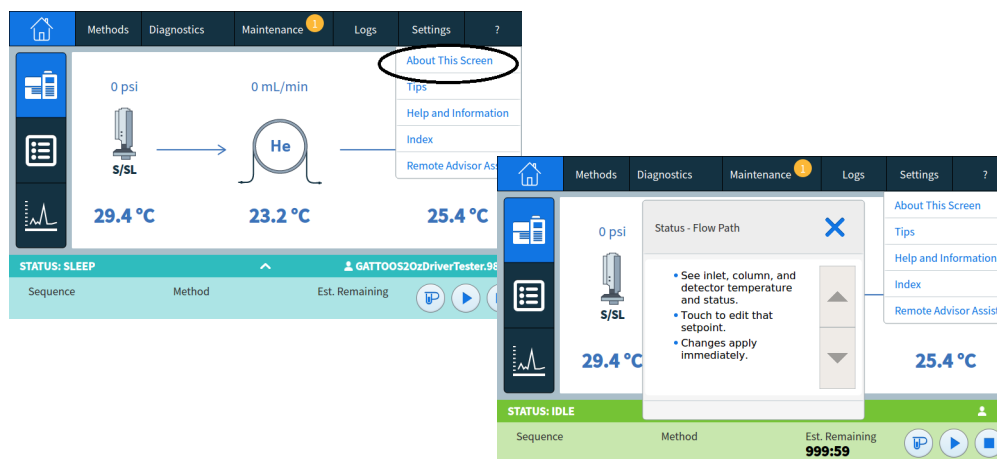


Aiuto touch Screen

Quando si utilizza il GC è disponibile un menu di aiuto premendo il punto interrogativo (?) in alto a destra del touch screen. Il menu guida fornisce accesso alla guida di contesto rispetto alla schermata che state visualizzando, accesso alla guida completa e a informazioni oltre che all'indice per aiutare a trovare le informazioni necessarie.

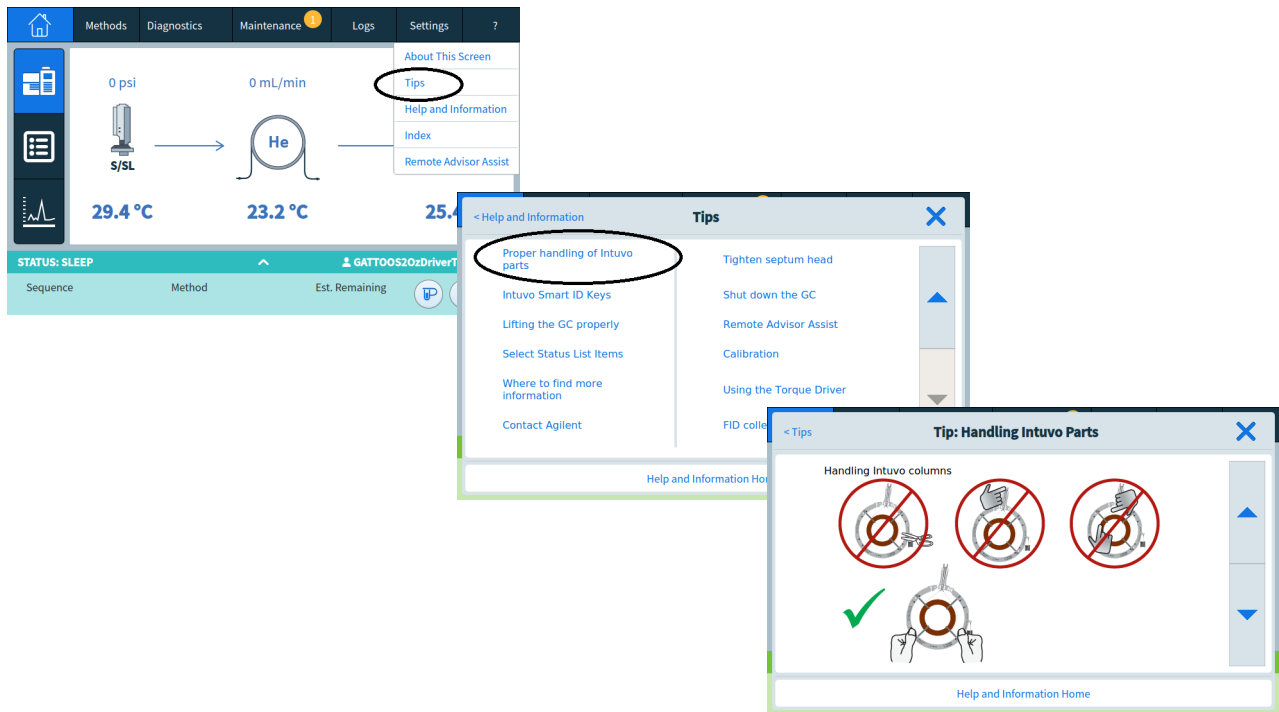


1 La guida di contesto fornisce dettagli specifici rispetto alla schermata attualmente visualizzata.

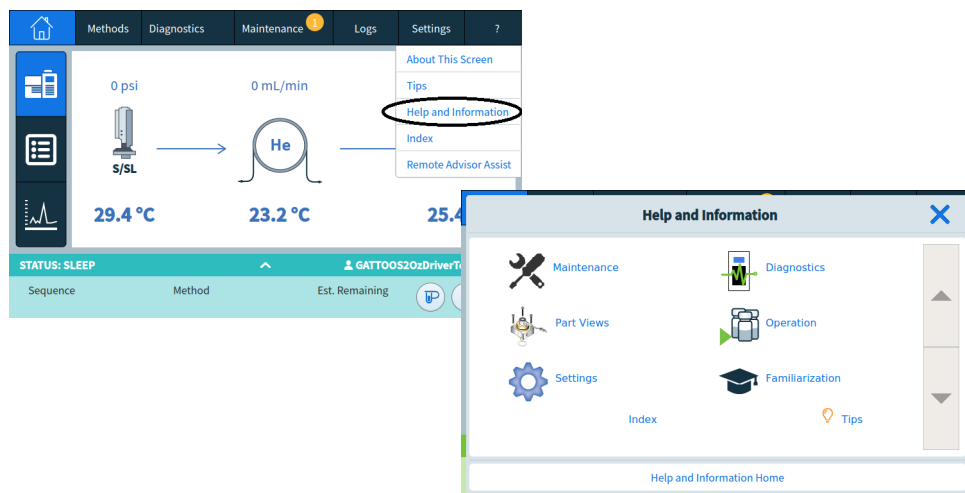


2 I consigli forniscono informazioni valide su come usare il GC. Vengono forniti singoli consigli che contengono risposte a domande frequenti e link alle procedure più frequentemente utilizzate.

1 Introduzione

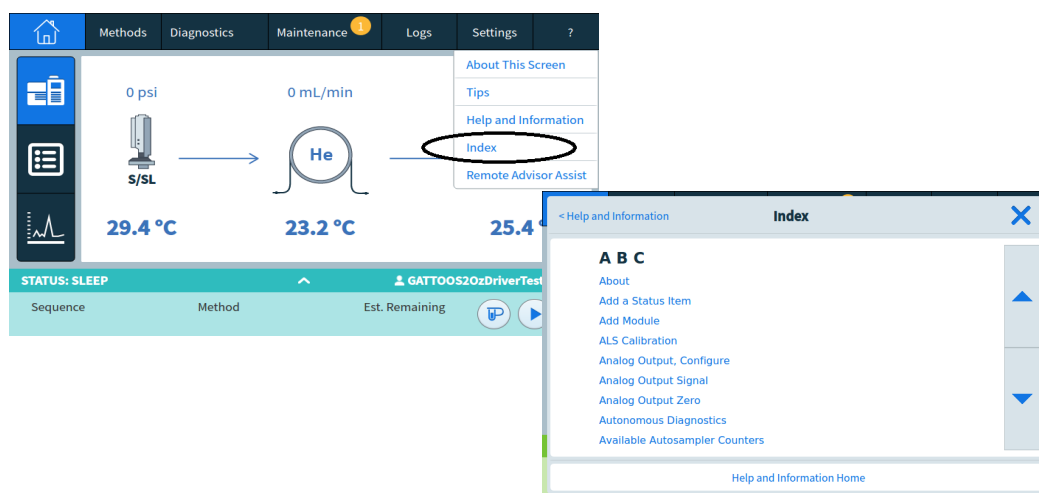


- 3 Guida e informazioni forniscono informazioni esaustive e approfondite relative a manutenzione, diagnostica, visualizzazioni del pezzo, funzionamento, impostazioni e altro.



- **Manutenzione:** Come curare iniettori, rivelatori e moduli disponibili su questo GC configurato.
- **Vista delle parti:** Le parti di consumo per iniettori, rivelatori e moduli configurati su questo GC.

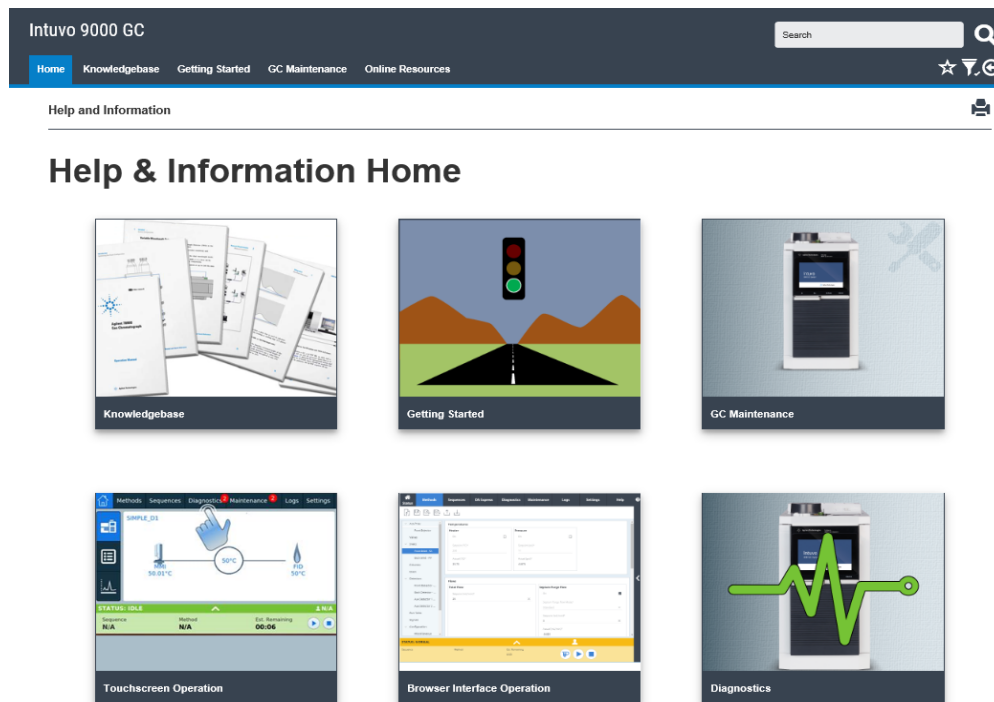
- **Impostazioni:** Configurazione e calibrazione di ogni modulo disponibile su questo GC. Include spiegazioni per la pianificazione dello strumento.
 - **Diagnostica:** Test manuali e automatici disponibili su questo GC.
 - **Funzionamento:** Come usare iniettori, rivelatori e moduli disponibili su questo GC configurato.
 - **Familiarizzazione:**
 - Dove trovare le informazioni sul GC.
 - Usare il display touch.
 - Come usare la configurazione guidata del sistema.
 - Accedere a una panoramica delle funzioni.
 - Panoramica delle parti del GC.
- 4 L'indice fornisce un elenco in ordine alfabetico contenuto nella guida sul touch screen.



Aiuto e informazioni - dal browser web

Una versione avanzata della Guida e informazioni può essere facilmente consultata dal GC Intuvo, immettendo il “numero dell'indirizzo IP” o il “nome Host” in un browser di un PC o tablet sulla stessa rete del GC. Non è necessaria una connessione a Internet per usare questa guida avanzata.

Esempio: <http://xxx.xx.xxx/info> dove 'xxx.xx.xxx' è l'indirizzo IP o il nome Host del GC.



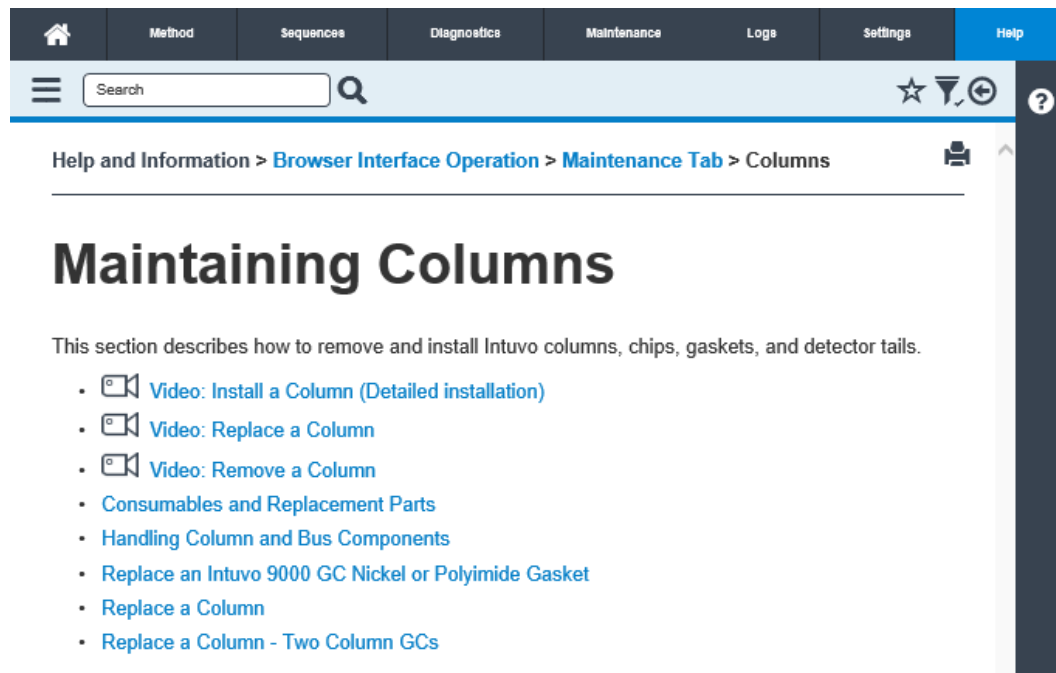
È possibile anche accedere a un elenco di link per le procedure di sostituzione dei chip, immettendo il “numero dell'indirizzo IP” o il “nome Host” seguiti da “/chips” nel browser di un PC o tablet della stessa rete del GC. Non è necessaria una connessione a Internet per usare questa guida avanzata.

Esempio: <http://xxx.xx.xxx/chips> dove 'xxx.xx.xxx' è l'indirizzo IP o il nome Host del GC.

The screenshot shows a web interface for the Intuvo 9000 GC Knowledgebase. At the top, there is a dark navigation bar with the text 'Intuvo 9000 GC' on the left, a search bar with the word 'Search' inside, and a magnifying glass icon on the right. Below this, a lighter navigation bar contains links for 'Home', 'Knowledgebase', 'Getting Started', 'GC Maintenance', and 'Online Resources', along with icons for a star, a printer, and a refresh symbol. The main content area has a title 'Maintaining Intuvo Chips' with a printer icon to its right. Below the title is a large heading 'Maintaining Intuvo Chips'. A paragraph states: 'This section describes how to replace Intuvo guard, inlet, and detector chips.' This is followed by a bulleted list of links, each preceded by a video camera icon: 'Video: Install the Guard Chip (Detailed installation)', 'Video: Remove the Guard Chip', 'Video: Install the Guard Chip', 'Consumables and Replacement Parts', 'Handling Column and Bus Components', 'Replace the Intuvo Guard Chip', 'Replace an Intuvo Inlet Chip', 'Replace an Intuvo Detector Chip', and 'Replace an Intuvo 9000 GC Nickel or Polyimide Gasket'.

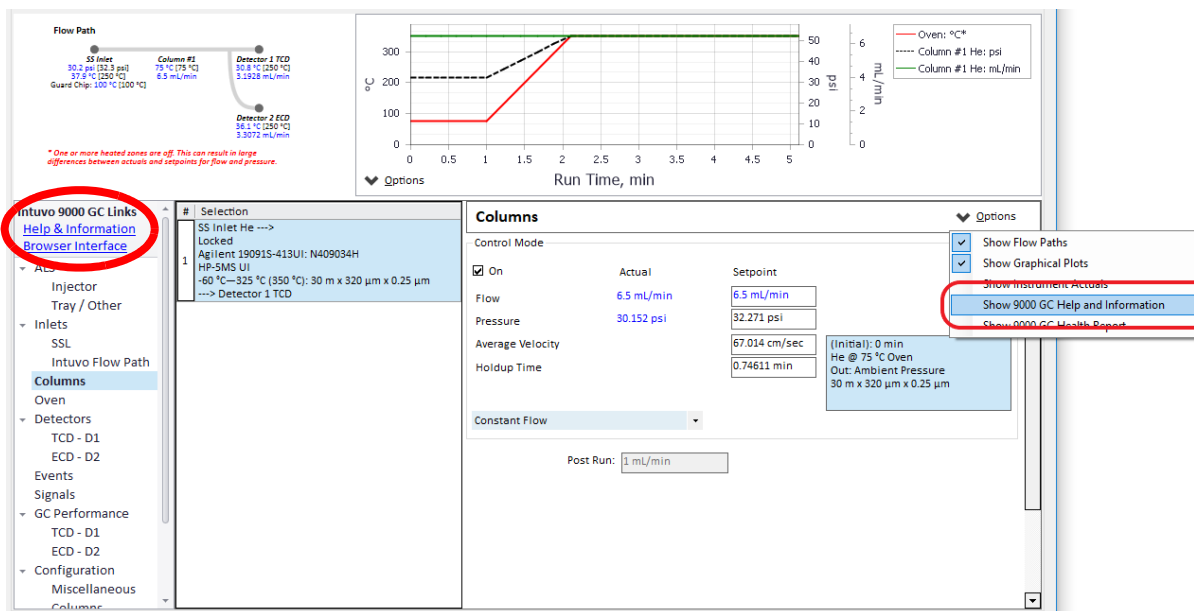
È possibile anche accedere a informazioni sull'installazione delle colonne, immettendo il "numero dell'indirizzo IP" o il "nome Host" seguiti da "/columns" nel browser di un PC o tablet sulla stessa rete del GC. Non è necessaria una connessione a Internet per usare questa guida avanzata.

Esempio: `http://xxx.xx.xxx/column` dove 'xxx.xx.xxx' è l'indirizzo IP o il nome Host del GC.



Aiuto e informazioni - dal sistema dati dello strumento

È anche possibile accedere alla Guida e informazioni dal menu a discesa opzioni della maggior parte delle pagine strumenti dei sistemi dati.



DVD Agilent GC and GC/MS User Manuals & Tools

Il DVD *Agilent GC and GC/MS User Manuals & Tools* fornito unitamente allo strumento offre un'ampia raccolta di informazioni online 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

Prima di usare il GC

Prima di utilizzare il GC, è necessario leggere le informazioni sulle normative e sulla sicurezza fornite incluse nel DVD *Agilent GC and GC/MS User Manuals & Tools*, l'interfaccia del browser o un browser Web connesso. 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

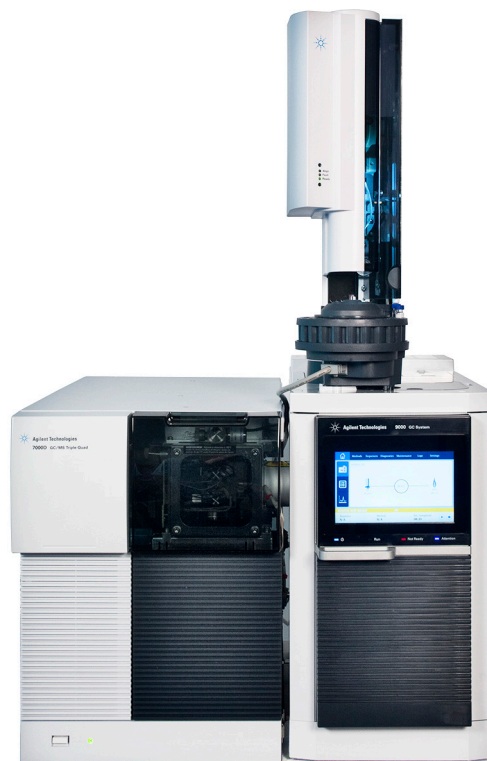
Cromatografia con un GC

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. (Ciò avviene nell'ingresso).
- 2 Separazione del campione in singoli componenti. (Ciò avviene all'interno della colonna).
- 3 Identificazione dei composti del campione (Ciò avviene nel rivelatore).

Durante questa procedura vengono visualizzati i messaggi di stato del GC e l'utente può modificare le impostazioni dei parametri tramite il pannello dell'operatore sul GC o tramite sistema dati.



Controlli GC e collegamenti esterni

Le figure seguenti mostrano la parte anteriore e posteriore del GC inclusi tutti i controlli e connettori. Vedere [Figura 1](#) e [Figura 2](#).

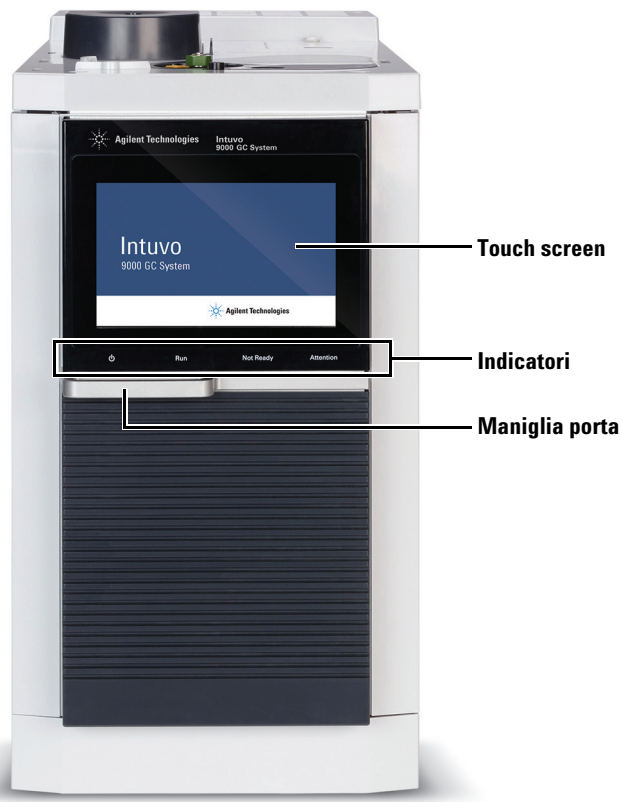


Figura 1 Agilent Intuvo 9000 GC Pannello frontale

La parte anteriore del GC include uno sportello che fornisce accesso al bus e alle colonne del GC. Lo sportello ospita il touch screen e gli indicatori del GC.

Touch screen: Il touch screen mostra lo stato del GC e le informazioni sull'attività e fornisce accesso alla regolazione di GC, segnali in tempo reale, impostazioni di configurazione e impostazioni di configurazione dello strumento. Per risparmiare energia e aumentare la durata del display, il touch screen si oscura dopo un periodo di inattività specificato dall'operatore. Sfiandolo, lo schermo si riattiva.

Indicatori: Il GC include diversi indicatori per fornire informazioni di stato rapide senza accedere al display:

- **⏻** (alimentazione.) - L'indicatore di alimentazione è acceso quando il GC è collegato all'alimentazione e si accende attraverso il tasto sul pannello posteriore.
- **Esecuzione** - L'indicatore esecuzione è acceso quando un'analisi è in atto.
- **Non pronto** - L'indicatore di non pronto è illuminato quando un componente del GC non è pronto ad iniziare un'analisi.
- **Attenzione** - L'indicatore di attenzione è illuminato in presenza di un problema con il GC che richiede l'intervento dell'operatore.

Il pannello posteriore del GC include i collegamenti del gas, i collegamenti di comunicazione con le ventole degli scarichi, i collegamenti di controllo del vassoio e dell'iniettore, il tasto di alimentazione on/off, il cavo di alimentazione e l'ingresso dell'aria.

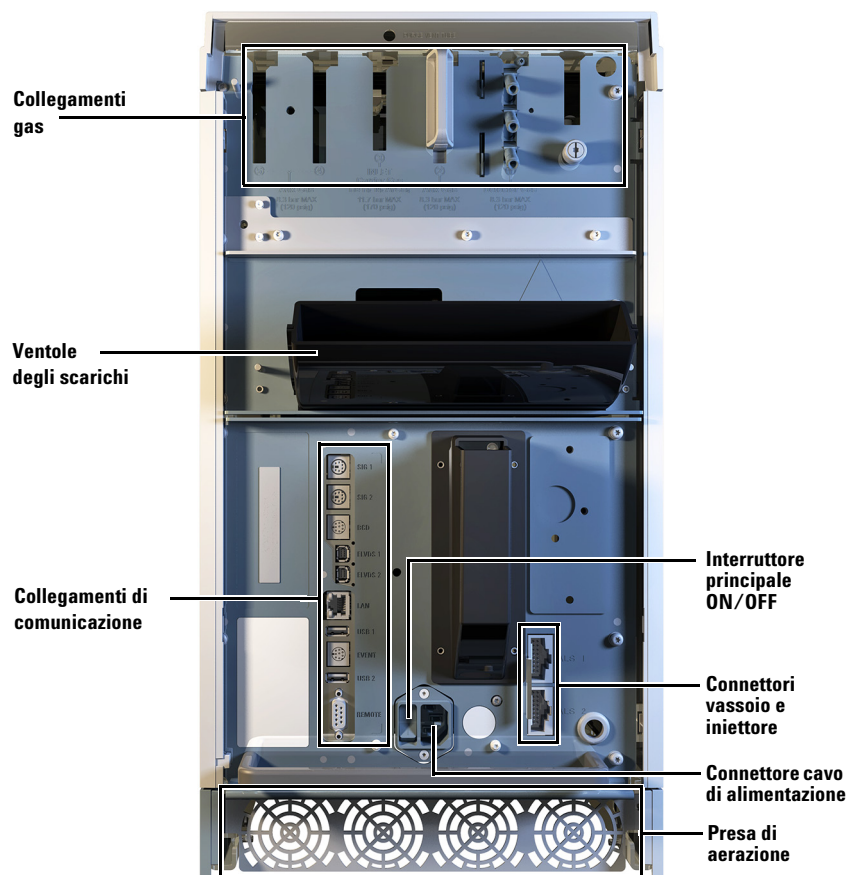
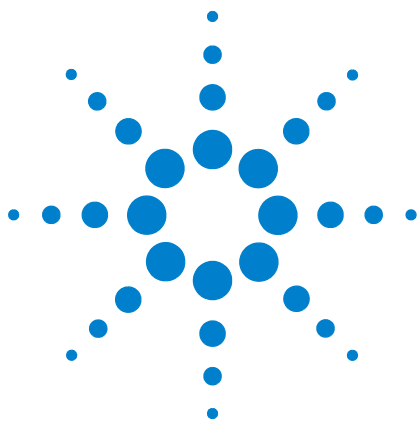


Figura 2 Pannello posteriore del GC

1 Introduzione



2 Principi operativi di base

Panoramica	26
Controllo della strumentazione	27
Usare l'UI browser per controllare il GC	27
Usare la guida web Intuvo	28
Procedura di avvio del GC	30
Procedura di spegnimento del GC per meno di una settimana	32
Procedura di spegnimento del GC per più di una settimana	33
Correggere i problemi	35

In questa sezione vengono descritte alcune attività base svolte dagli operatori quando usano il GC Agilent Intuvo 9000.

Panoramica

L'utilizzo del GC comporta le seguenti attività:

- Installazione del hardware del GC per un metodo analitico.
- Avvio del GC. Vedere [“Procedura di avvio del GC”](#) a pagina 30.
- Preparazione del campionatore di liquidi automatico, se usato. Ciò include 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.

Fare riferimento al manuale Installazione, funzionamento e manutenzione per gli ALS supportati:

- 7650 GC ALS
- 7693 GC ALS
- Caricare il metodo analitico o la sequenza. Il GC memorizza un metodo singolo e non memorizza le informazioni di sequenza. Il metodo esistente sul GC (indicato come metodo attivo) può essere modificato come desiderato. Caricare altri metodi o usare sequenze richiede un collegamento al sistema dati Agilent.
 - Fare riferimento alla documentazione del sistema dati Agilent per i dettagli sul caricamento dei metodi analitici o sull'uso delle sequenze con il sistema dati connesso.
 - Per il funzionamento indipendente del GC, vedere [“Caricare un metodo”](#) a pagina 73.
- Esecuzione di un metodo o di una sequenza.
 - Fare riferimento alla documentazione del sistema dati Agilent per informazioni sullo svolgimento dei metodi analitici o sull'uso delle sequenze con il sistema dati connesso.
 - Per il funzionamento indipendente del GC, vedere [“Iniezione manuale di un campione con una siringa e avvio di un'analisi”](#) a pagina 75 e [“Per eseguire un metodo per elaborare un solo campione con ALS”](#) a pagina 75.
- Controllo delle analisi dei campioni attraverso il touch screen del GC, l'UI browser o il sistema dati collegato.
- Spegnimento del GC. Vedere [“Procedura di spegnimento del GC per meno di una settimana”](#) a pagina 32 o [“Procedura di spegnimento del GC per più di una settimana”](#) a pagina 33.

Controllo della strumentazione

Il GC Intuvo 9000 Agilent può essere utilizzato attraverso un sistema dati, un PC o un dispositivo mobile con UI browser o può essere usato autonomamente.

- Il GC generalmente viene controllato da un sistema dati collegato, ad esempio Agilent OpenLAB CDS.

Usare le sequenze richiede un collegamento al sistema dati Agilent.

Fare riferimento alla guida in linea fornita con il sistema dati Agilent per informazioni su come caricare, eseguire o creare metodi e sequenze con il sistema dati.

- Il touch screen del GC fornisce feedback sullo stato dello strumento e consente la modifica del metodo attivo e dell'attuale configurazione del GC.
- È disponibile anche l'UI browser.

Usare l'UI browser per controllare il GC

È possibile usare un UI browser per eseguire molte funzioni del touch screen GC attraverso un collegamento di rete tra il dispositivo computer/tablet/portatile e il GC.

Se più di un browser si collega a un unico GC, il primo browser collegato avrà il controllo completo. Gli altri collegamenti browser potranno solamente monitorare lo stato del GC ed eseguire una serie limitata di attività.

Se un sistema dati è collegato al GC, tale sistema avrà il controllo completo di quel GC. Tutti i collegamenti delle interfacce browser potranno solamente monitorare lo stato ed eseguire una serie limitata di attività.

NOTA

Si consiglia di disabilitare il blocco pop-up associato al browser web in caso di controllo del GC attraverso l'UI browser. In caso contrario, alcune funzionalità potrebbero non essere disponibili.

Per utilizzare l'UI browser, procedere come segue:

- 1 Collegare il dispositivo al GC direttamente o attraverso il laboratorio interno o la rete aziendale. (Un collegamento Internet non è necessario).
- 2 Lanciare il browser Internet sul dispositivo.

- 3 Inserire l'indirizzo IP del GC nella barra dell'indirizzo del browser. Ad esempio: `http://10.1.1.100`
- 4 Premere Enter. L'UI browser lancia il browser. Consultare [Figura 3](#).

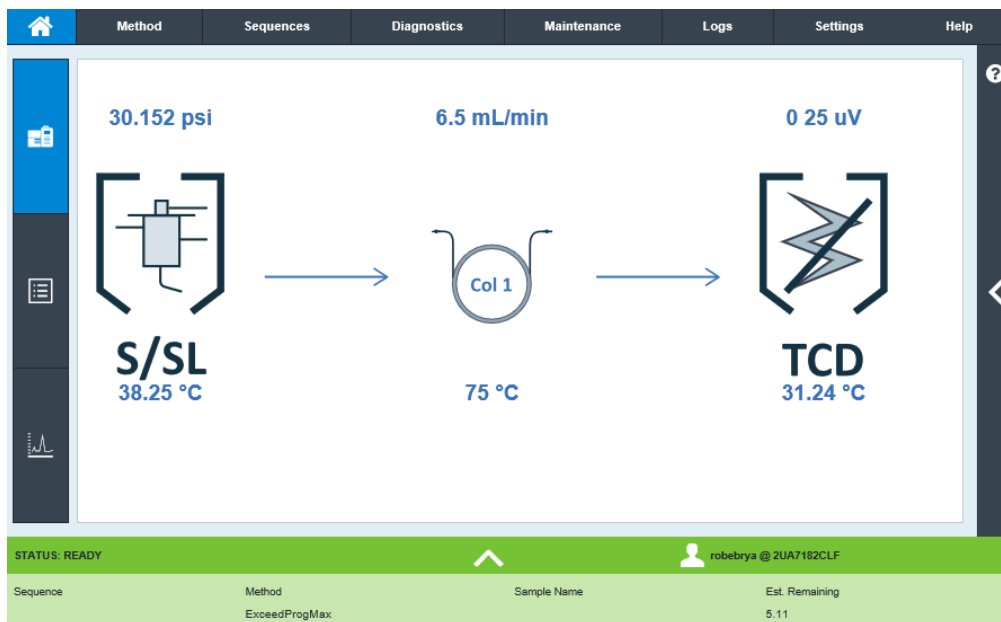


Figura 3 Home page UI browser

Usare la guida web Intuvo

E' possibile usare un browser web per accedere alle funzioni del GC attraverso un collegamento di rete tra il dispositivo computer/tablet/portatile e il GC.

Per utilizzare la Guida web Intuvo, procedere come descritto di seguito:

- 1 Collegare il dispositivo al GC direttamente o attraverso il laboratorio interno o la rete aziendale. (Un collegamento Internet non è necessario).
- 2 Lanciare il browser Internet sul dispositivo.
- 3 Inserire l'indirizzo IP del GC nella barra dell'indirizzo del browser. Ad esempio: `http://10.1.1.100/info`
- 4 Premere Enter. La guida web Intuvo lancia il browser: Consultare [Figura 4](#).

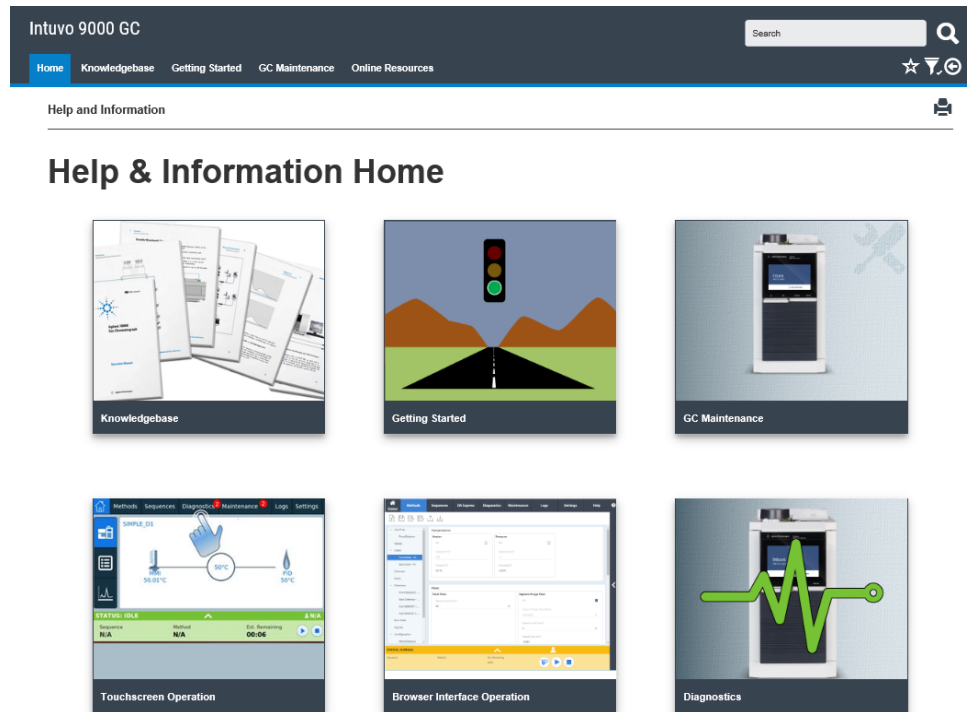


Figura 4 Intuvo Web Help - Help & Information Home

Procedura di avvio del GC

Un funzionamento corretto inizia con la corretta installazione e manutenzione del GC. I requisiti inerenti gas, alimentazione, ventilazione per l'eliminazione di sostanze chimiche pericolose e gli spazi operativi attorno al GC sono illustrati dettagliatamente nella *Guida alla preparazione del laboratorio Intuvo*.

- 1 Controllare la pressione delle sorgenti di gas. Per informazioni sulle pressioni necessarie, fare riferimento alla *Guida alla preparazione del laboratorio Intuvo*.
- 2 Attivare il gas di trasporto e del rivelatore alla fonte e aprire le valvole di intercettazione locali.
- 3 Con il GC collegato all'alimentazione, accendere il GC usando l'interruttore on/off sul pannello posteriore.
- 4 Attendere che si apre la vista sul touch screen
- 5 Installare la colonna e la trappola. Fare riferimento alla guida *Gascromatografo Agilent Intuvo 9000 Manutenzione del gascromatografo*.
- 6 Controllare che i raccordi della colonna non presentino perdite. Fare riferimento alla guida *Risoluzione dei problemi gascromatografo Agilent Intuvo 9000*.
- 7 Selezionare il metodo analitico da utilizzare.
 - Se collegato ad un sistema dati Agilent, caricare il metodo analitico usando il sistema dati.
 - Per il funzionamento autonomo del GC, modificare il metodo attivo come richiesto. Vedere [“Metodi e sequenze”](#) a pagina 57.
- 8 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. Vedere [Tabella 1](#).

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
ECD	4	da 18 a 24

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)
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 si è collegati ad un sistema dati Agilent e il metodo attivo è stato modificato, salvare le modifiche nel sistema dati.

AVVERTENZA

Non lasciare attivi i flussi di gas infiammabili nel GC se il GC non verrà sorvegliato. In caso di fuoriuscite, il gas può causare rischio di incendio.

- 3 Disattivare alla fonte tutti i gas, tranne il gas non infiammabile di trasporto. (Il gas di trasporto non infiammabile deve rimanere attivo per proteggere la colonna da contaminazione atmosferica.)
- 4 Se si utilizza un sistema criogenico, disattivarlo alla fonte.
- 5 Abbassare le temperature di rivelatore, iniettore e colonna a una temperatura tra 150° e 200 °C. È possibile spegnere il rivelatore. Vedere [Tabella 1](#) a pagina 30 stabilire se convenga spegnere il rivelatore per un breve periodo Il tempo di ripristino della stabilizzazione del rivelatore è un fattore determinante da considerare.

Procedura di spegnimento del GC per più di una settimana

Fare riferimento alla guida *Gas Cromatografo Agilent Intuvo 9000 Manutenzione del gascromatografo* per installare colonne, consumabili ecc.

- 1 Se il GC è collegato al sistema dati Agilent ed è disponibile un metodo di manutenzione, caricare il metodo di manutenzione del GC e attendere che quest'ultimo sia pronto. Fare riferimento alla guida inclusa nel sistema dati Agilent per informazioni su come caricare, eseguire o creare metodi e sequenze con il sistema dati.
- 2 Raffreddare tutte le zone riscaldate a 40 °C e impostare flussi di gas sicuri. Portare il GC in modalità di manutenzione generale. Sul touch screen del GC andare a **Maintenance > Instrument > Perform Maintenance > Maintenance Mode > Start Maintenance** e attendere che il GC sia pronto.
- 3 Spegnerne l'alimentazione con l'interruttore on/off sul pannello posteriore del GC.
- 4 Chiudere tutte le valvole del gas alla fonte.
- 5 Se si utilizza un sistema criogenico, chiudere la valvola alla fonte.

AVVERTENZA

Attenzione! Il compartimento colonna, il percorso di flusso in colonna, 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.


- 6 Quando il GC si è raffreddato, rimuovere la colonna e chiudere le estremità; non fare entrare contaminanti.
- 7 Coprire tutte le prese GC esterne.

Variazione della temperatura del chip di protezione

Quando è inattivo, il GC varia in modo dinamico la temperatura del chip di protezione per aumentarne la durata. Quando si esegue un'analisi, il GC ripristina la temperatura del chip di protezione per l'impostazione specificata nel metodo attivo.

Correggere i problemi

Se il GC si arresta a causa di un guasto, controllare se sul touch screen vengono visualizzati dei messaggi. Il GC include le funzioni diagnostiche per aiutare a determinare la causa di un guasto.

- 1 Utilizzare il touch screen, l'UI browser o il sistema dati per arrestare il tono di allarme. (vedere [“Vista principale”](#) a pagina 44 per dettagli).
- 2 Premere il tasto di arresto  sul touch screen o sull'UI browser oppure spegnere il componente interessato nel sistema dati.
- 3 Diagnosi del problema usando gli strumenti diagnostici integrati del GC. Vedere [“Diagnostica”](#) a pagina 79.
- 4 Risolvere il problema, per esempio sostituendo le bombole di gas o eliminando la perdita. Fare riferimento alla guida *Risoluzione dei problemi gascromatografo Agilent Intuvo 9000*.
- 5 Dopo aver corretto il problema, può essere necessario spegnere e riaccendere lo strumento oppure utilizzare il touch screen, l'UI browser o il sistema dati per spegnere e riaccendere il componente problematico. Per gli errori di spegnimento sono necessarie entrambe le operazioni.

2 Principi operativi di base



3 Funzionamento touch screen

Navigazione	38
Vassoio di stato/controllo	40
Controlli analisi	40
Inserire i dati	42
Vista principale	44
Pagina Flow path	45
Pagina di stato	46
Pagina Plot	47
Vista Methods	49
Vista Diagnostics	50
Vista Maintenance	51
Vista Logs	52
Vista Settings	53
Funzioni del touch screen quando il GC è controllato dal sistema dati Agilent	54
Stato del GC	55
Segnali d'avviso	55
Condizioni di errore	55

In questa sezione vengono descritte le funzioni di base del touch screen del GC Agilent Intuvo 9000.

Navigazione

Il touch screen fornisce accesso a tutte le impostazioni GC, controlli e informazioni. Sfiare un controllo per accedere a maggiori informazioni, per abilitare un'impostazione o un controllo o per inserire i dati usando un'interfaccia con tastiera tattile o interfaccia tastiera. Vedere [Figura 5](#).

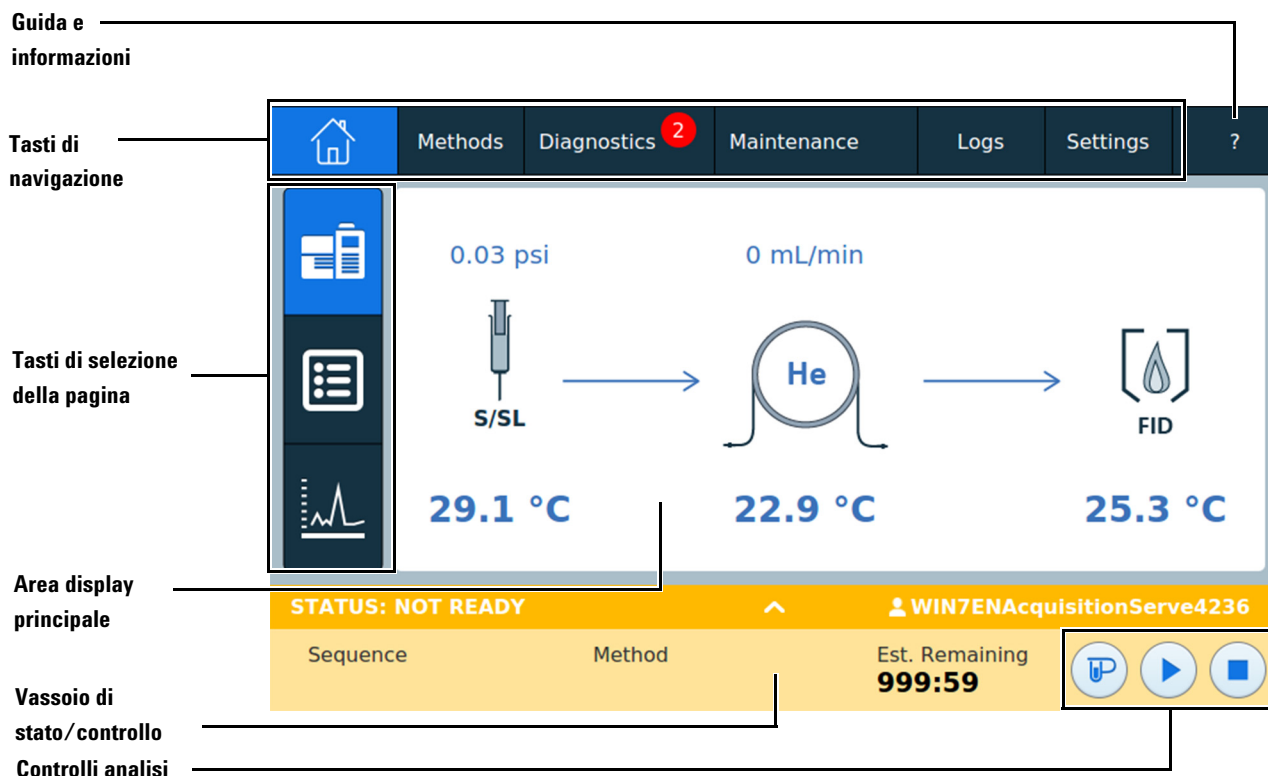


Figura 5 Home page touch screen

I tasti di navigazione in alto sul touch screen forniscono accesso a diverse aree funzionali. La pressione dei tasti apre la scheda corrispondente.

La pagina attualmente selezionata è evidenziata.

Premendo il tasto ? (guida e informazioni) si ha accesso alla guida in linea e alla documentazione del GC.

Nella home page, premendo uno dei tasti di selezione della pagina si carica la pagina corrispondente.

L'area display principale fornisce informazioni relative all'area/pagina funzionale selezionata. Questa area contiene display di stato, controlli, parametri impastabili ecc.

Secondo la pagina selezionata, possono apparire controlli aggiuntivi. Questi possono includere tasti di selezione della pagina, schede selezionabili, tasti indietro e successivo, tasti di scorrimento ecc. Vedere [Figura 6](#).

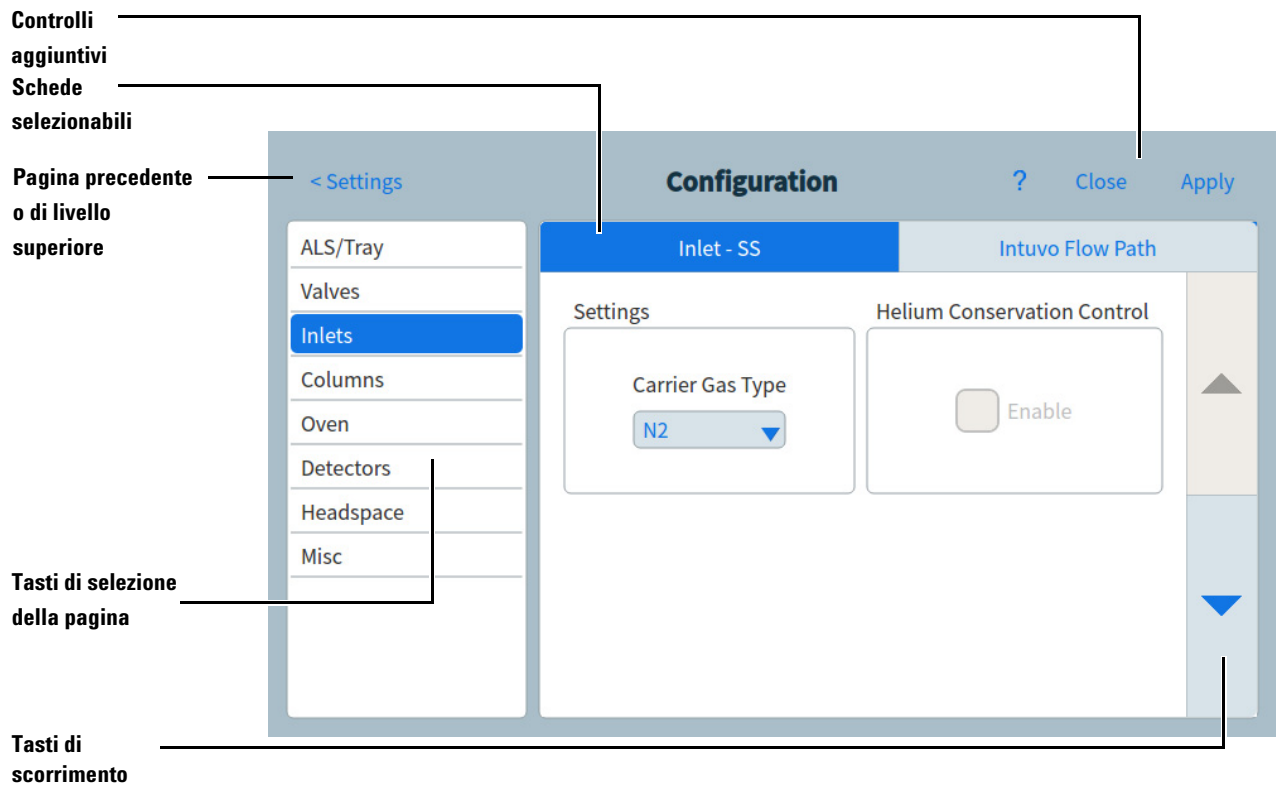


Figura 6 Controlli aggiuntivi

I tasti di scorrimento sono abilitati se sono disponibili informazioni aggiuntive attraverso lo scorrimento.

Vassoio di stato/controllo

Il vassoio di stato/controllo fornisce dettagli su stato attuale del GC, sequenza attuale e metodo (se collegato ad un sistema dati Agilent), tempo residuo per l'esecuzione dell'operazione attuale operazione da parte del GC, controlli di esecuzione, ecc.

Il vassoio di stato/controllo ha un codice a colori per riflettere lo stato di avvio o pronto del GC:

- Verde - OK
- Giallo - Non pronto
- Blu - Avvio in corso

Sono visualizzate anche le bandierine EMF (Early Maintenance Feedback). Vedere [“Funzionalità EMF \(Early Maintenance Feedback\)”](#) a pagina 87.

Il vassoio può essere espanso premendo la freccia sul vassoio. Vedere [Figura 7](#).

Guida e
informazioni

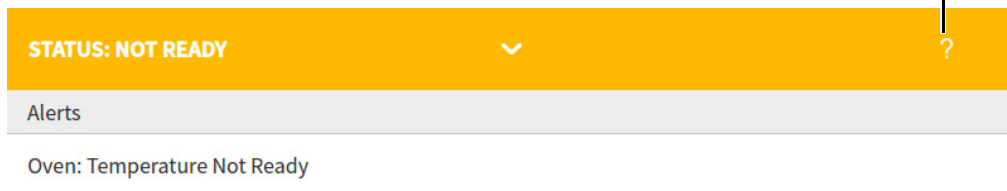


Figura 7 Vassoio di stato/controllo - espanso con avvisi pagina selezionati

Il vassoio può essere ridotto premendo la freccia sul vassoio.

Controlli analisi

I controlli analisi si trovano sul vassoio di stato/controllo. I controlli analisi permettono di avviare, interrompere e preparare l'analisi dei campioni nel gascromatografo.



Il controllo **Prep Run** attiva i processi necessari per portare il GC in condizione di partenza per un'esecuzione (come lo spegnimento del flusso di spurgo dell'iniettore per un'iniezione in modalità splitless). Ciò è necessario prima delle iniezioni manuali per uscire dalla modalità risparmio di gas e preparare i flussi dell'iniettore per l'iniezione.



Il controllo **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. Dopo aver premuto il comando **Start**, questo diventa **Pause**.



Il comando **Pause** mette in pausa l'analisi dopo che è stata avviata.



Il controllo **Stop** termina immediatamente l'analisi. Se il gascromatografo sta effettuando un'analisi, è possibile che i dati relativi vadano perduti.

Per i dettagli sui metodi di analisi, consultare [“Eseguire un metodo dal touch screen”](#) a pagina 75.

Inserire i dati

Quando si sfiora un campo di inserimento dati, compare una tastiera a sfioramento, o un keypad. Vedere [Figura 8](#).

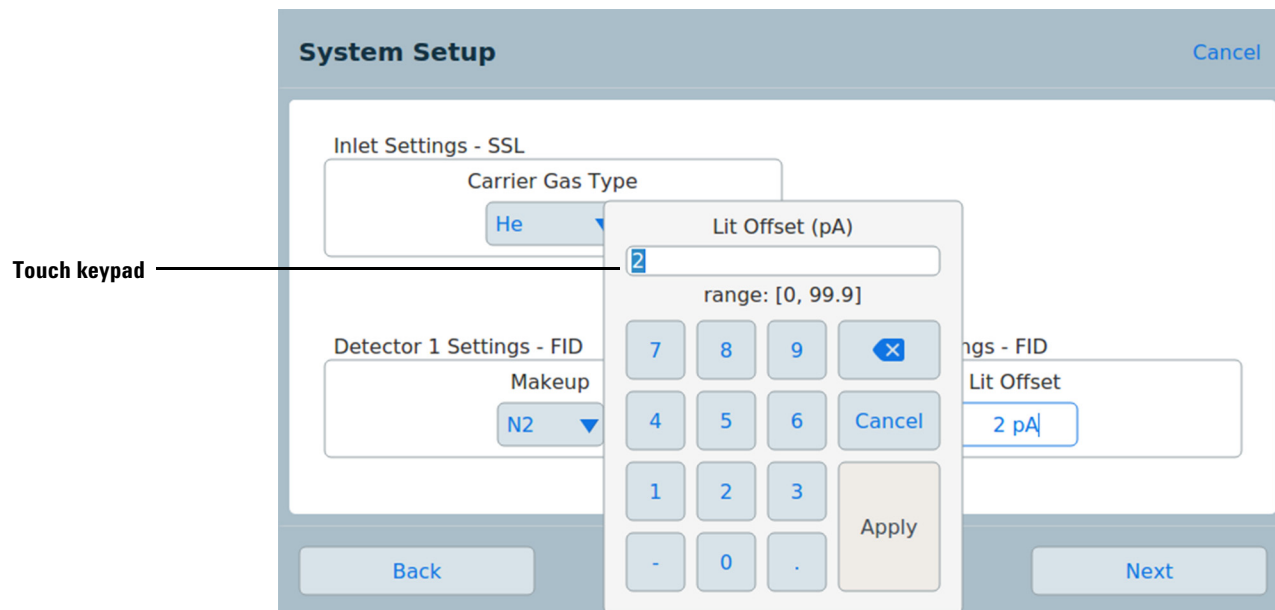


Figura 8 Tastiera tattile per inserimento dati

Se si inserisce un inserimento fuori intervallo, viene evidenziato di un colore diverso.

Se nel campo è presente una casella di un elenco a discesa (indicato da una freccia verso il basso a destra dei contenuti visualizzati del campo), premere per aprire l'elenco e poi premere l'inserimento per selezionarlo. Vedere [Figura 9](#).

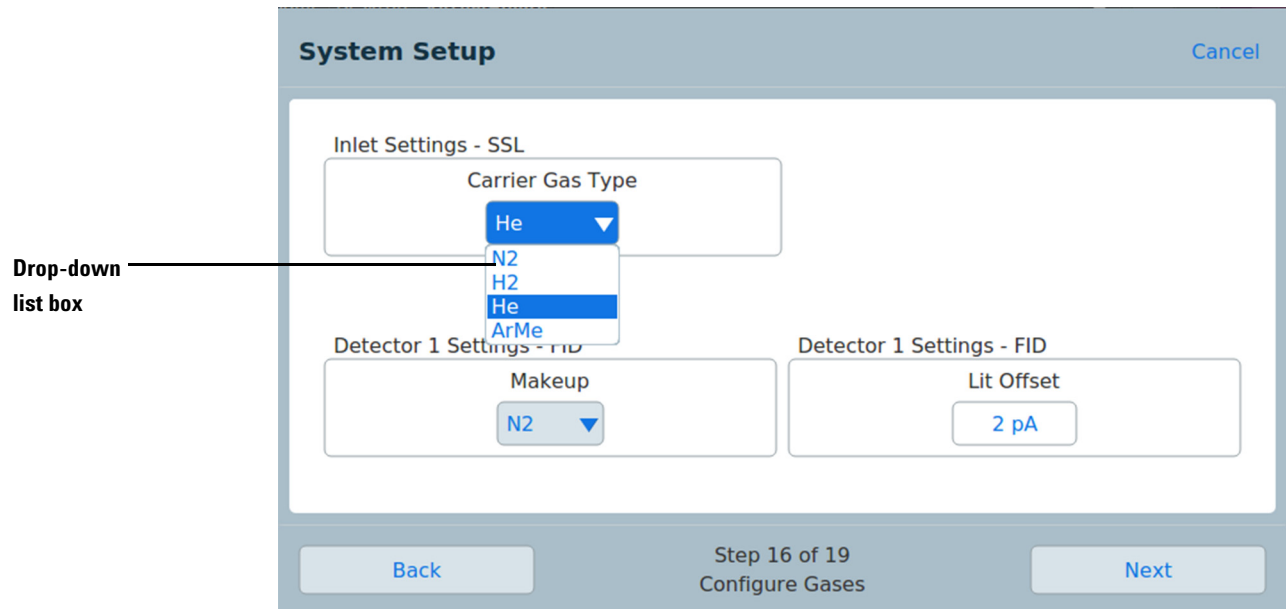


Figura 9 Casella dell'elenco a discesa per l'inserimento dei dati

Vista principale

La vista principale mostra il percorso del flusso (incluse le temperature attuali e le velocità di flusso), lo stato di esecuzione (inclusi gli elementi di stato selezionabili dall'utente), un plot in tempo reale dell'attuale cromatogramma e informazioni correlate. Vedere [Figura 10](#).

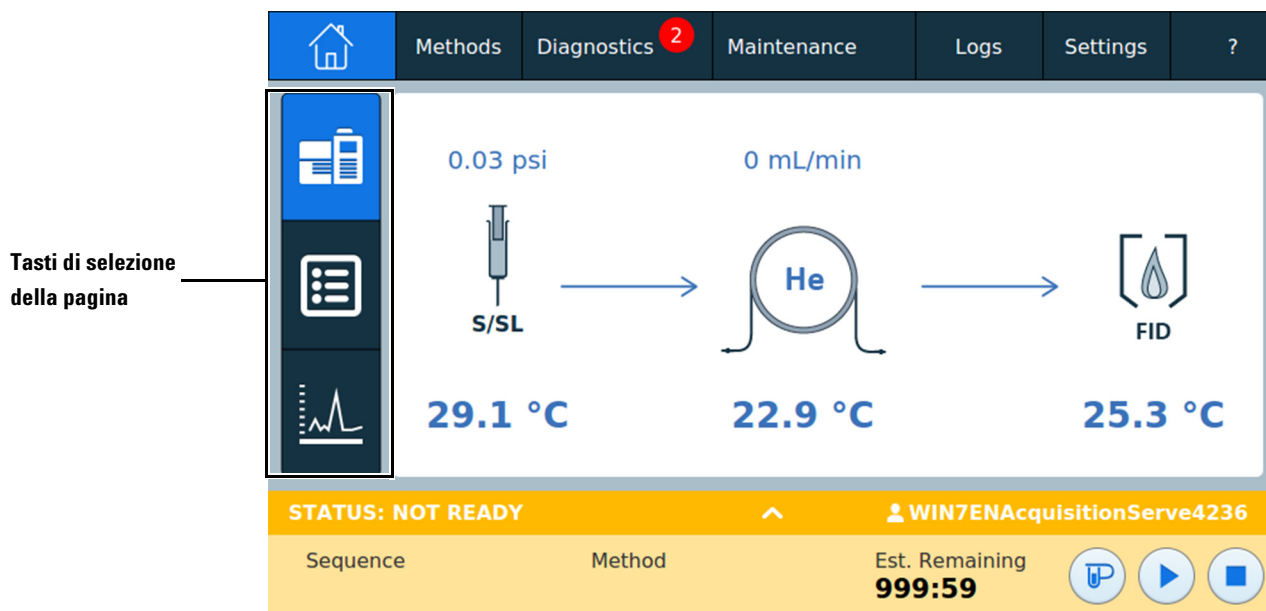


Figura 10 Vista principale

Nella home page sono disponibili tre pagine sono disponibili:

- Flow path
- Status
- Plot

La pagina visualizzata è selezionata premendo il tasto di selezione della pagina corrispondente a sinistra della vista principale

Ogni pagina viene descritta di seguito.

Pagina Flow path

La pagina del percorso del flusso fornisce dettagli sul flusso del campione attraverso il GC. Ciò include le indicazioni visive su installazione di un ALS sul GC, tipo di iniettore, impostazione colonna e tipo rivelatore lungo i punti corrispondenti. Vedere [Figura 11](#).

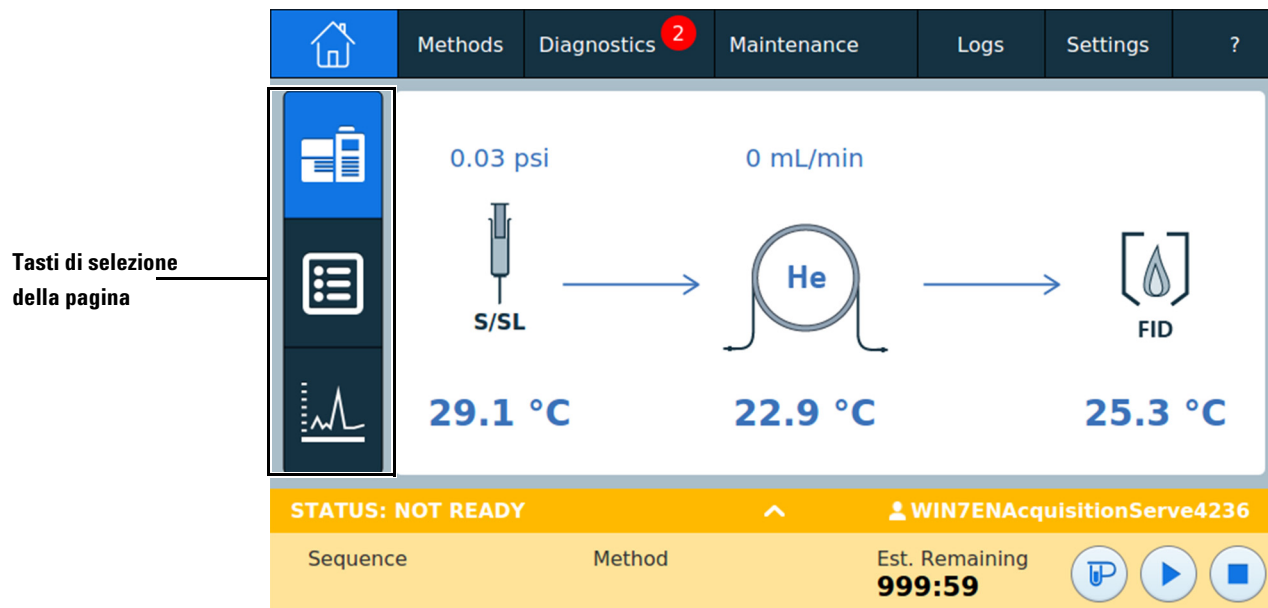


Figura 11 Visualizzazione principale - pagina percorso del flusso

Premendo un tasto di impostazione si apre l'editor del metodo con l'impostazione selezionata visualizzata. Se l'impostazione selezionata è abilitata, è visualizzata la tastiera tattile usata per impostare il valore .

La pressione di un componente o di un'impostazione che non è attualmente abilitata, apre l'editor del metodo con il componente visualizzato ma senza visualizzazione della tastiera. Vedere [“Metodi e sequenze”](#) a pagina 57.

Quando si modifica un metodo in questo modo, i cambiamenti sono applicati immediatamente quando un valore di parametro è modificato, senza la necessità di applicare le modifiche al GC. Ciò si chiama modifica In tempo reale. Consultare [“Modificare un metodo”](#) a pagina 62 per ulteriori informazioni.

Pagina di stato

La pagina di stato mostra un elenco di parametri selezionabili dall'utente insieme alle loro impostazioni e ai valori reali. Vedere [Figura 12](#).

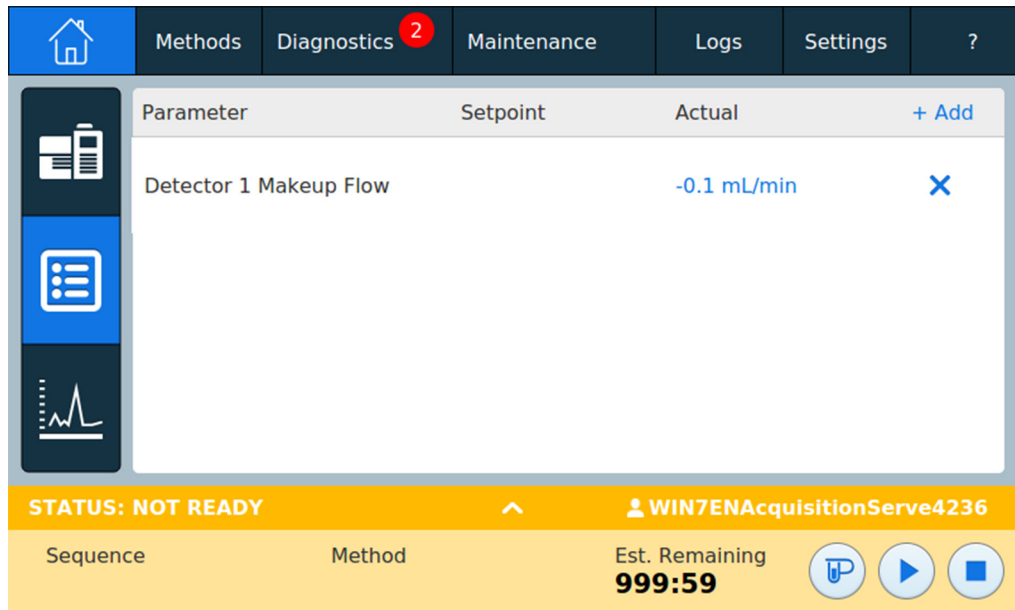


Figura 12 Visualizzazione principale - pagina di stato

La pressione del tasto **+ Add** apre una finestra di dialogo che consente di selezionare un parametro da aggiungere all'elenco visualizzato. Vedere [Figura 13](#).

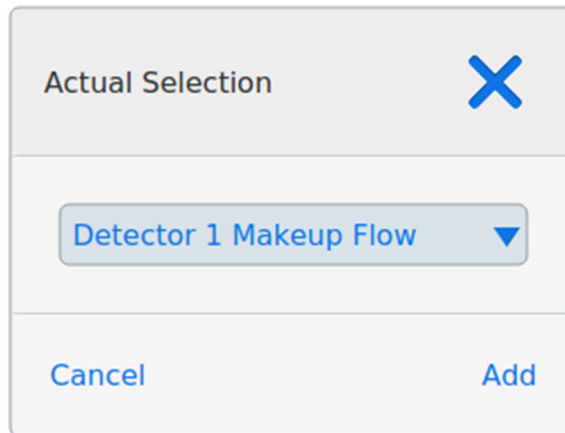


Figura 13 La finestra di dialogo della pagina di stato per i parametri di aggiunta

La pressione del tasto **X** a destra di un inserimento parametro apre una finestra di dialogo di conferma che consente di rimuovere i parametri corrispondenti dalla pagina.

Pagina Plot

La pagina di plot mostra un plot del segnale attualmente selezionato. Vedere [Figura 14](#).

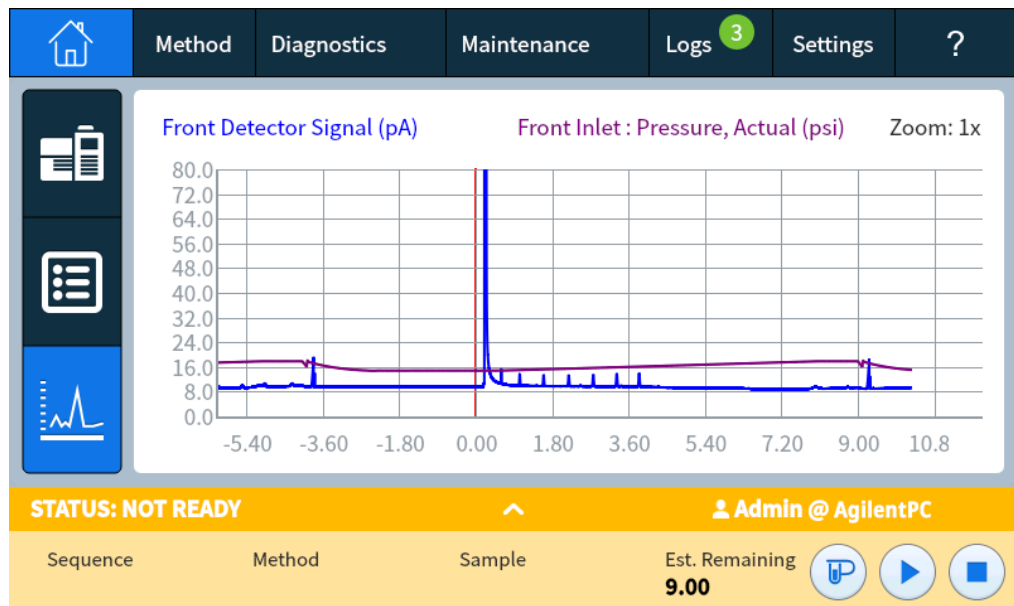


Figura 14 Visualizzazione principale - pagina di plot

La pressione di plot modifica lo zoom visualizzato tra **1x**, **2x**, e **4x** al punto in cui si preme il plot.

La pressione del nome segnale visualizzato apre una finestra di dialogo Opzioni plot. Ciò consente di selezionare il segnale da visualizzare. Vedere [Figura 15](#).

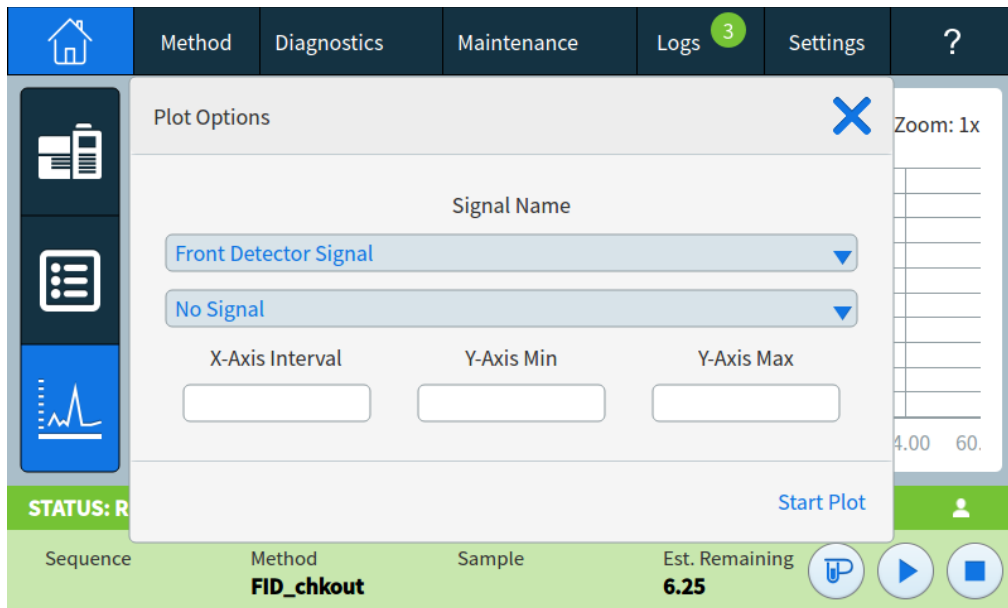


Figura 15 Finestra di dialogo Opzioni plot

Utilizzare l'elenco a discesa **Nome del segnale** per selezionare quale parametro visualizzare sul plot.

L'intervallo **X-Axis** visualizzato è da 1 a 60 minuti. L' **Intervallo asse Y** va da 0 a infinito. Premendo il campo si arriva ad una tastiera tattile che consente di impostare il valore corrispondente.

Se il plot non è in esecuzione, premere **Start Plot** per avviarla. Se il plot è in esecuzione, premere **Stop Plot** per interrompere la raccolta e la visualizzazione dei dati. (Quando si modifica il nome del segnale, può essere necessario premere **Stop Plot** e poi **Start Plot** per ottenere il segnale da visualizzare.)

Vista Methods

La vista Metodi fornisce accesso al metodo memorizzato localmente (Metodo attivo). Utilizzare questa vista mostrata in [Figura 16](#) per modificare il metodo attivo.

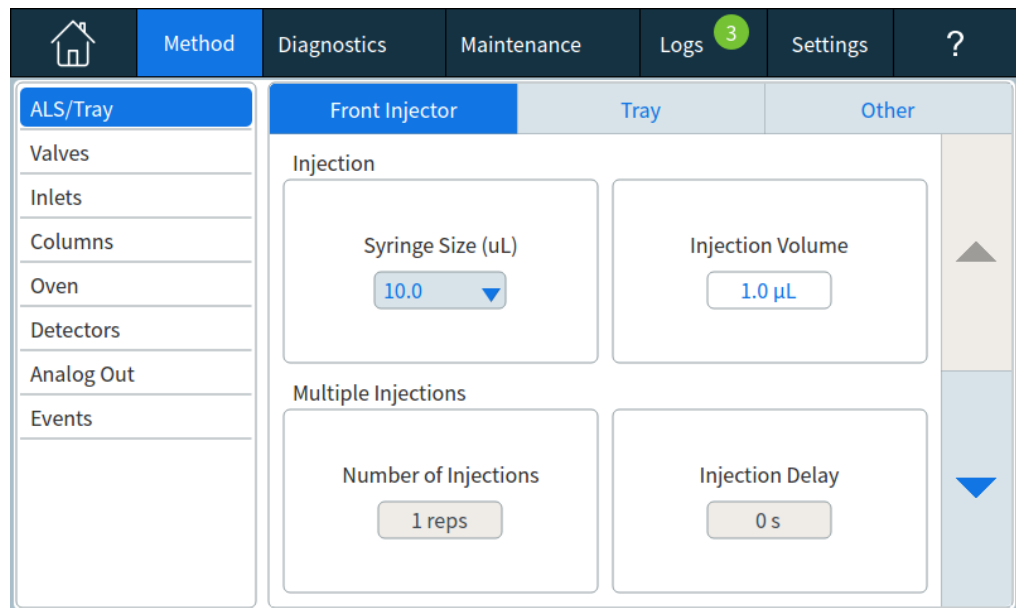


Figura 16 Vista metodi

Vista Diagnostics

La vista diagnostica fornisce accesso ai test diagnostici per gli iniettori e rivelatori installati. Vedere [Figura 17](#).

Inoltre, la vista fornisce un elenco di tutti gli avvisi attuali.

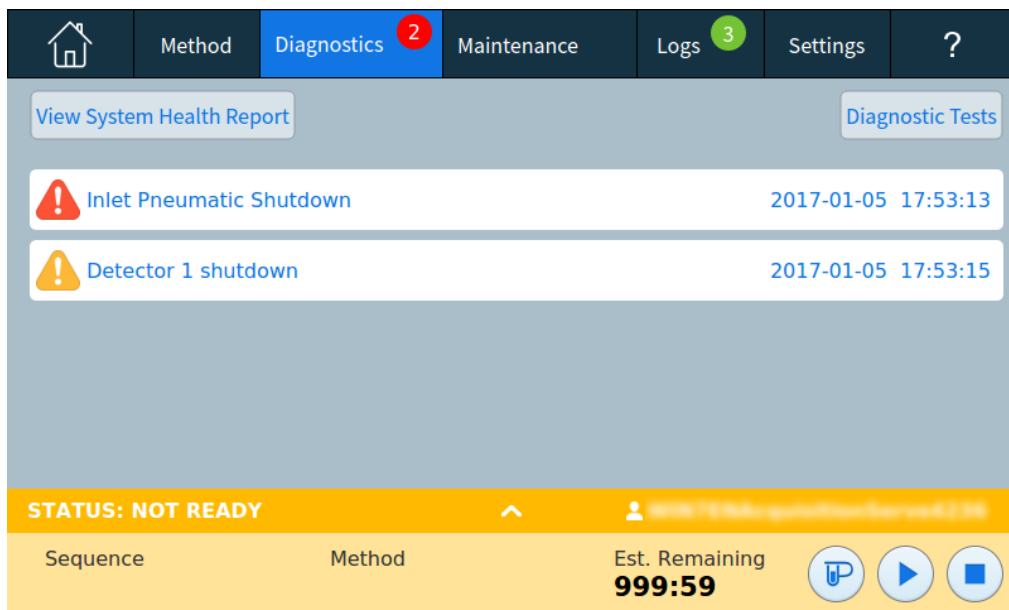


Figura 17 Vista diagnostica

Per maggiori dettagli consultare “[Diagnostica](#)” a pagina 79.

Vista Maintenance

La vista Maintenance fornisce accesso alle funzioni della funzionalità EMF del GC Agilent Intuvo 9000. Vedere [Figura 18](#).

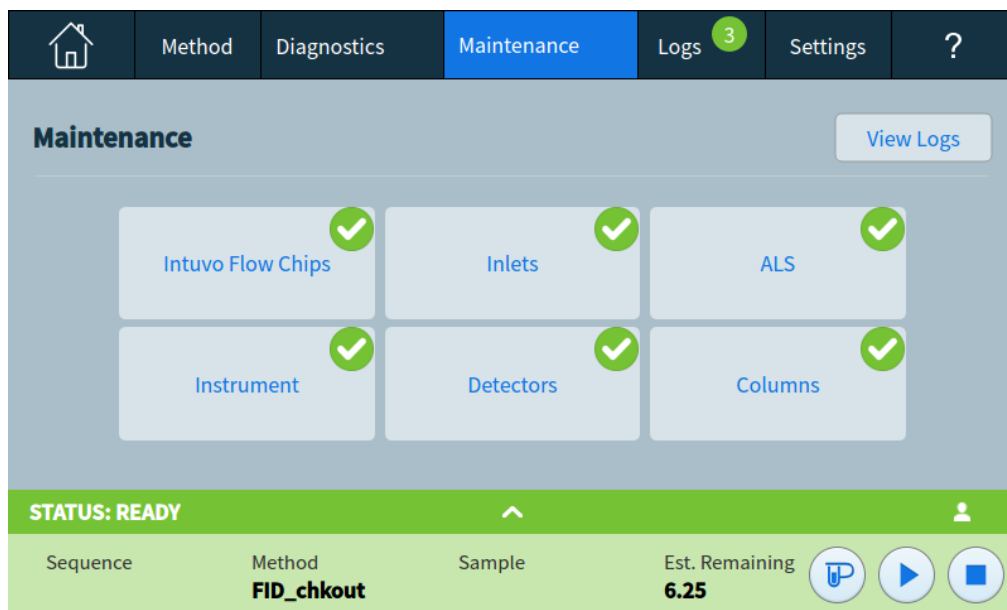


Figura 18 Vista Maintenance

L'EMF fornisce contatori basati su iniezione, analisi e tempo per varie parti di consumo e di manutenzione e per lo strumento stesso. Usare questi contatori per tracciare l'uso dei componenti del GC. Sostituire o rigenerare gli elementi prima che il potenziale degrado comprometta i risultati cromatografici.

La vista Maintenance fornisce le indicazioni visive dello stato di manutenzione ed è usata per tracciare i compiti di manutenzione. Per maggiori dettagli consultare “[Funzionalità EMF \(Early Maintenance Feedback\)](#)” a pagina 88.

Il tasto **View Logs** porta al registro di manutenzione dalla vista dei registri. Vedere “[Vista Logs](#)” a pagina 52.

Vista Logs

La vista registri fornisce un elenco di eventi del GC inclusi eventi di manutenzione, eventi di elaborazione, sequenze ed eventi di sistema ordinati per data/ora. Vedere [Figura 19](#).

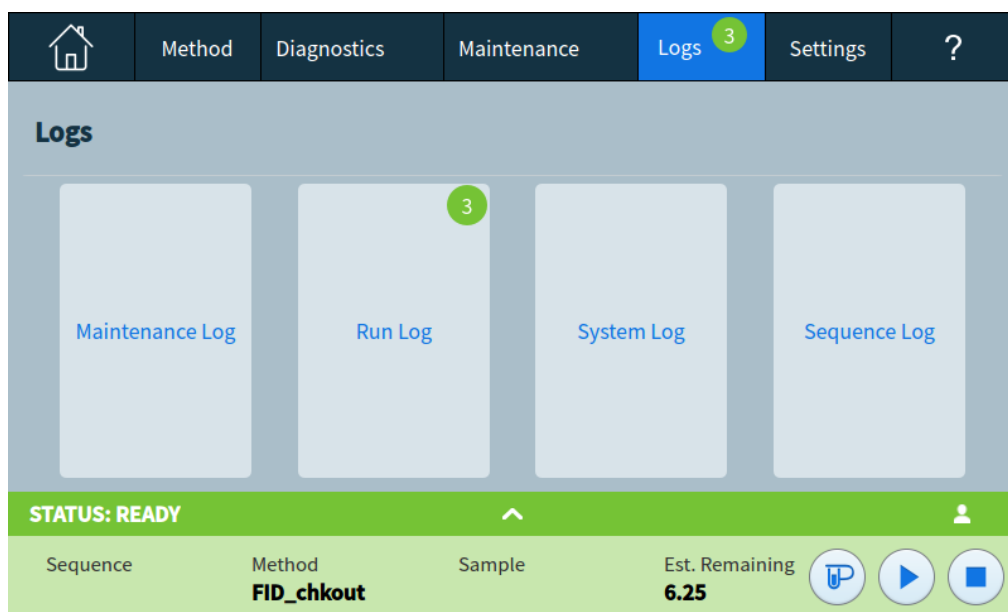


Figura 19 Vista Logs

Per ulteriori dettagli, vedere [“Registri”](#) a pagina 99.

Vista Settings

La vista Impostazioni fornisce accesso a funzioni di configurazione dello strumento, funzioni programmatore, impostazioni modalità assistenza, impostazioni di calibrazione, impostazioni di sistema, strumenti di sistema, controllo alimentazione (riavvio o chiusura) e dettagli sistema. Vedere [Figura 20](#).

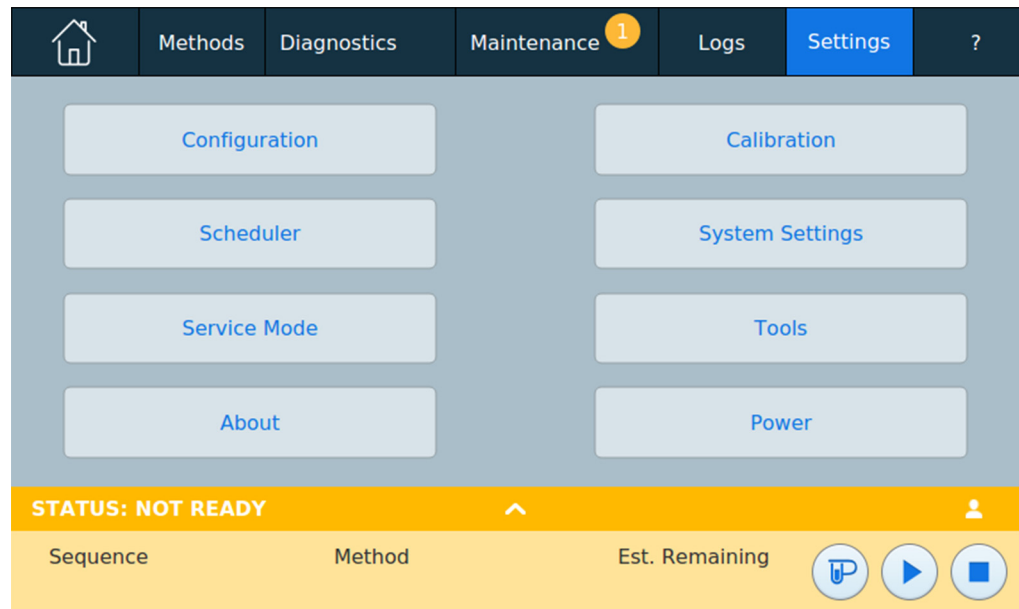


Figura 20 Vista impostazioni

Per ulteriori dettagli, vedere “Risparmio delle risorse” a pagina 146.

Funzioni del touch screen quando il GC è controllato dal sistema dati Agilent

Quando si usa un sistema dati Agilent per controllare il GC, il sistema dati definisce i valori di regolazione e analizza i campioni.

NOTA

Tenere presente che quando si utilizza un sistema dati Agilent o l'UI browser, il touch screen del GC non è bloccato. Il touch screen e il sistema dati o l'UI browser collegati vengono aggiornati dopo un'interazione in qualsiasi sorgente.

Quando un sistema dati Agilent controlla il GC, il touch screen può essere utilizzato per:

- Visualizzare lo stato dell'analisi selezionando **Home**
- Visualizzare le impostazioni del metodo usando la vista **Method**
- Visualizzare gli orari dell'analisi successiva e dell'ultima analisi, il tempo rimanente e il tempo rimanente della fase successiva all'analisi
- Interruzione di un'analisi

L'interruzione di un'analisi utilizzando il touch screen termina immediatamente termina 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.

Stato del GC

Quando il GC è pronto per iniziare un'analisi, sul touch screen viene visualizzato il messaggio **STATUS: READY**. In alternativa, quando un componente del GC è pronto per iniziare un'analisi, sul touch screen viene visualizzato il messaggio **STATUS: NOT READY** e l'indicatore **Not Ready** è acceso sul pannello frontale del GC. Premendo la scheda **Diagnostics** si visualizzano le indicazioni del motivo a causa del quale il GC non è pronto.

Segnali d'avviso

Il GC fornisce informazioni emettendo dei beep.

Prima che il GC si spenga viene emessa una *serie di segnali d'avviso*. Il GC inizia con un segnale acustico. Se il problema persiste, il GC continua ad emettere suoni. Dopo breve, il componente con il problema si arresta, il GC emette un segnale acustico e viene visualizzato un breve messaggio. Per esempio, se il flusso di gas dell'iniettore non raggiunge il valore di regolazione, viene emessa una serie di segnali acustici. Il messaggio **Front inlet flow shutdown** viene mostrato brevemente. Il flusso si interrompe dopo 2 minuti.

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.

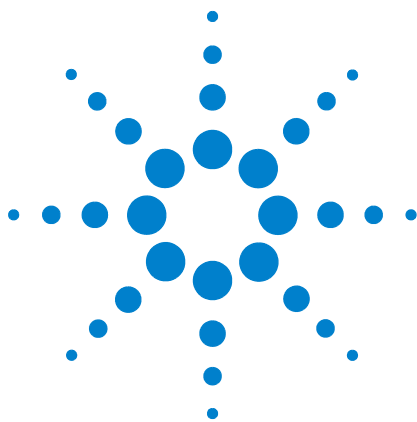
Un solo segnale acustico indica che sussiste un problema che tuttavia non impedisce al GC di completare l'analisi. In questo caso, viene emesso un segnale acustico e visualizzato un messaggio. Il GC è in grado di effettuare l'analisi e il messaggio d'avviso scompare quando questa ha inizio.

I 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.

Condizioni di errore

In presenza di un problema viene visualizzato un messaggio di stato. Se il messaggio indica che un hardware è danneggiato, è necessario avere maggiori informazioni.

3 Funzionamento touch screen



4 Metodi e sequenze

- Che cos'è un metodo? 58
- Che cosa viene salvato in un metodo? 59
- Che cosa accade quando si carica un metodo? 60
- Vedere o modificare il metodo attivo 61
 - Vedere il metodo attivo 61
 - Modificare un metodo 62
- Segnali di uscita GC 63
 - Segnali analogici 64
 - Segnali digitali 67
 - Compensazione colonna 70
 - Tracciato di prova 71
- Caricare un metodo 73
- Creare un nuovo metodo 74
- Eeguire un metodo dal touch screen 75
 - Iniezione manuale di un campione con una siringa e avvio di un'analisi 75
 - Per eseguire un metodo per elaborare un solo campione con ALS 75
 - Interruzione di un metodo 76
- Che cos'è una sequenza? 77
- Errori rimediabili 78

Che cos'è un metodo?

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

Ogni tipo di campione reagisce diversamente nel GC (per alcuni occorre una temperatura della colonna più elevata, per altri serve una pressione del gas inferiore o un rivelatore diverso), pertanto occorre adottare un metodo diverso per ogni specifico tipo di analisi.

Il touch screen del GC Agilent Intuvo 9000 fornisce accesso a un metodo singolo, indicato come *Metodo attivo*.

Questo metodo può essere modificato sul GC usando il touch screen.

Metodi aggiuntivi possono essere creati e modificati usando un sistema dati collegato. Il sistema dati collegato può essere usato per modificare il metodo attivo sul GC. I metodi creati con un sistema dati collegato sono memorizzati nel sistema dati.

NOTA

Il sistema dati può essere usato per creare metodi attività e inattività, che vengono memorizzati nel GC. Sebbene questi metodi non vengono visualizzati visivamente sul GC dopo il download sul GC dal sistema dati collegato, possono essere usati dalla funzionalità programmatore del GC. Vedere "[Risparmio delle risorse](#)" a pagina 146.

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:

- Il programma di temperatura del percorso di flusso
- 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 OpenLAB CDS o MassHunter, 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. Il GC non memorizza l'analisi dei dati e le impostazioni dei rapporti.

Il metodo GC include anche i valori di regolazione dell'ALS. Fare riferimento al manuale *Installazione del 7693 ALS per Intuvo 9000 GC* per i dettagli sui punti di regolazione dell'ALS supportato:

- 7650 GC ALS
- 7693 GC ALS

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

Che cosa accade quando si carica un metodo?

Il GC Agilent Intuvo 9000 GC può memorizzare molteplici metodi. Dal touch screen è possibile accedere a un solo metodo, chiamato metodo attivo. (Questo a volte è indicato come metodo corrente.) Le impostazioni definite in questo metodo corrispondono alle impostazioni che sta utilizzando il gascromatografo.

Quando si imposta il metodo attivo attraverso il sistema dati o quando il metodo attivo è modificato sul GC, i valori di regolazione del metodo attivo vengono sostituiti immediatamente dai valori di regolazione del metodo caricato.

- Il metodo selezionato diventa il metodo attivo.
- L'indicatore Not Ready sul pannello frontale del GC si illumina e rimane acceso fino a quando il GC raggiunge tutte le impostazioni specificate dal metodo appena diventato il metodo attivo.

Vedere o modificare il metodo attivo

È possibile visualizzare e modificare il metodo attivo sul touch screen del GC.

Vedere il metodo attivo

Per vedere i punti di impostazione del metodo attivo:

Sul touch screen, sfiorare **Methods**. Appare la vista Methods. Consultare [Figura 21](#).

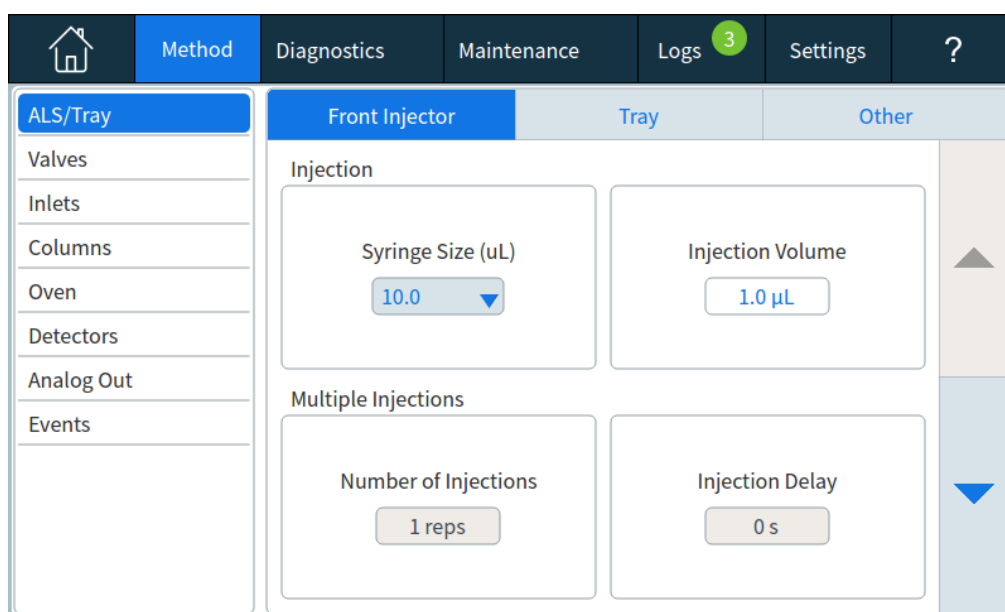


Figura 21 Vista metodi

Il pannello sinistro elenca i tipi di parametri, come rappresentato in [Figura 21](#). Il pannello di destra mostra i parametri del tipo selezionato. Notare che i parametri mostrati dipendono dalla configurazione attuale e altre impostazioni di metodo. I parametri compaiono basati dinamicamente su altre impostazioni. Ad esempio, se si usa un iniettore in modalità splitless, non si vedrà l'impostazione rapporto di splittaggio.

- **Valvole:** Mostra un elenco di possibili posizioni delle valvole insieme a tipo, posizione, ora di carico, ora di iniezione e se sono abilitate. La selezione valvole è sempre visualizzata a prescindere dalle valvole installate sul GC.
- **ALS:** Mostra i dettagli per il campionatore installato, incluse le impostazioni disponibili.

- **Iniettori:** Mostra i dettagli dell'iniettore installato, incluse le impostazioni disponibili e le impostazioni per il riscaldatore del chip di protezione e il riscaldatore del bus.
- **Colonne:** Mostra i dettagli di modalità flusso colonna, tempo di equilibrio, pressione, impostazioni di flusso e di rampa.
- **Forno:** Mostra i dettagli del forno, inclusa temperatura della fase successiva all'analisi, impostazioni rampa, durata equilibratura e durata dopo l'analisi.
- **Rivelatori:** Mostra le impostazioni per ii/i rivelatore(i) installato/i, inclusi i punti di impostazione del riscaldatore, flussi di gas, impostazioni di correzione del flusso di gas e impostazioni specifiche del rivelatore
- **Uscita analogica:** Mostra le impostazioni di uscita analogica, inclusi i tipi di segnale, intervalli, impostazioni zero e punti impostazione
- **Eventi:** Mostra gli eventi programmati durante l'esecuzione, come la commutazione delle valvole o le variazioni del segnale.

Per apportare modifiche o vedere i parametri, sfiorare il tipo di parametro sul pannello a sinistra poi vedere o modificare le impostazioni nel pannello a destra.

Per tornare alla vista precedente.

- Premere **Apply** per salvare i cambiamenti apportati al Metodo attivo nel GC.
- Premere **Close** per tornare alla vista precedente senza applicare le modifiche al GC.

Se si usa un sistema dati Agilent e si vuole mantenere i cambiamenti, usare i dati di sistema per caricare queste modifiche nel metodo dati del sistema e salvarle se necessario.

Modificare un metodo

Il GC consente di modificare i metodi in due modi:

- Modifica standard
- Modifica in tempo reale

La modifica standard apporta le modifiche desiderate al Metodo attivo e poi applica i cambiamenti al GC. Ciò avviene come descritto in [“Vedere il metodo attivo”](#) a pagina 61.

I cambiamenti sono applicati immediatamente quando un valore di parametro è modificato, senza la necessità di applicare le modifiche al GC. La modifica in tempo reale è disponibile quando si accede al parametro del metodo dalla pagina percorso di flusso della vista principale. Vedere “[Pagina Flow path](#)” a pagina 45.

Segnali di uscita GC

Il segnale è l'uscita del GC su un dispositivo di gestione dati, analogico o digitale. Può essere un'uscita rilevatore oppure l'uscita da sensori di flusso, temperatura o pressione. Sono forniti due canali di uscita segnale.

L'uscita di segnale può essere analogica o digitale, a seconda del dispositivo di gestione dei dati. L'uscita digitale è disponibile su ciascuna delle due velocità, adatta ai picchi con larghezze minime di 0,004 minuti (velocità dati rapida) o 0,01 minuti (velocità normale). Gli intervalli di uscita analogica sono compresi tra 0 e 1 V e tra 0 e 10 V.

Per modificare le impostazioni di uscita analogica, toccare **Method > Analog Out** (Metodo > Uscita analogica).

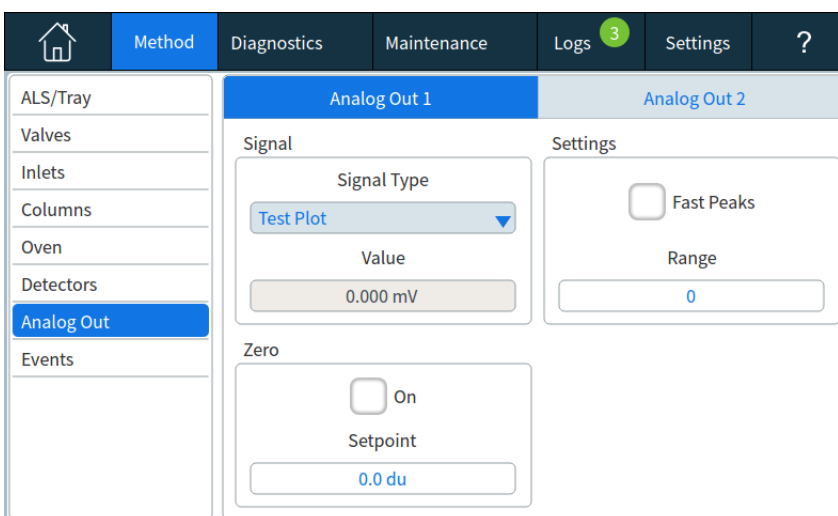


Figura 22 Impostazione del metodo di uscita analogica

Le velocità di uscita digitale sono impostate dal sistema dati Agilent, come OpenLAB CDS o MassHunter Workstation.

Vedere [Tabella 2](#) per le conversioni da unità mostrate sul display GC alle unità mostrate negli integratori e nei sistemi dati Agilent.

Tabella 2 Conversioni di segnale

Tipo di segnale	1 unità di visualizzazione equivale a:
Rivelatore:	
FID, NPD	1,0 pA (1,0 ' 10-12 A)
FPD+	150 pA (150 ' 10-12 A)
TCD	25 uV (2,5 ' 10-5 V)
ECD	1 Hz
Quadro di entrata analogico (usare per collegare il GC a un rivelatore non Agilent)	15 µV
Non derivante dal rivelatore:	
Termico	1 °C
Pneumatico:	
Flusso	1 mL/min
Pressione	1 unità di pressione (psi, bar o kPa)
Diagnostico	Miste, alcune non dimensionate

Quando estrae un segnale di pressione colonna, il GC riporta la pressione in unità assolute. Ad esempio, una pressione dell'iniettore di 68,9 kpa viene riportata come 170,2 kpa.

Segnali analogici

Se si utilizza un registratore analogico, è possibile che sia necessario regolare il segnale per renderlo più utilizzabile. A tale scopo, selezionare **Zero** e **Range** nell'elenco dei parametri del segnale.

Zero analogico

Zero Sottrae il valore immesso nella linea di base. Selezionare **On** per impostare zero al valore del segnale corrente, oppure inserire un numero tra -500.000 e +500.000 come valore di regolazione da sottrarre dalla linea di base.

The screenshot shows the 'Analog Out 1' configuration page. On the left is a sidebar menu with options: ALS/Tray, Valves, Inlets, Columns, Oven, Detectors, Analog Out (highlighted), and Events. The main content area is split into two columns: 'Signal' and 'Settings'.
 - In the 'Signal' column: 'Signal Type' is a dropdown menu set to 'Test Plot'; 'Value' is a text input field containing '0.000 mV'.
 - In the 'Settings' column: 'Fast Peaks' is a checkbox that is unchecked; 'Range' is a text input field containing '0'.
 - Below these is a 'Zero' section with an 'On' checkbox that is checked, and a 'Setpoint' text input field containing '0.0 du'.

Tale selezione deve essere effettuata per correggere l'elevazione o gli offset della linea di base. Un rimedio comune consiste nel correggere uno spostamento di linea di base che si verifica in seguito a un'operazione sulle valvole. Dopo aver azzerato, il segnale di uscita analogico corrisponde al linea **Value** dell'elenco dei parametri meno il punto di regolazione **Zero**. **Zero** può essere programmato come evento di analisi.

Portata analogica

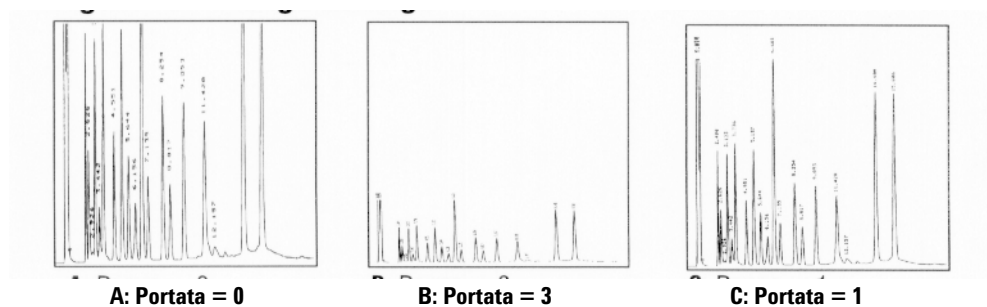
Intervallo Scala i dati provenienti dal rivelatore

Tale valore viene definito anche guadagno, scala o di dimensionamento. Dimensiona i dati provenienti dal rivelatore nei circuiti di segnale analogico per evitare il sovraccarico dei circuiti (blocco). **Range** dimensiona tutti i segnali analogici.

Se un cromatogramma appare come A o B nell'immagine seguente, i dati devono essere dimensionati (come in C) in modo che tutti i picchi siano visibili sul foglio.

I punti di regolazione validi sono compresi tra 0 e 13 e rappresentano valori da 20 (=1) a 213 (=8192). La modifica di un punto di regolazione di 1 comporta la modifica dell'altezza del cromatogramma di un fattore di 2. Nei seguenti

cromatogrammi viene illustrato quanto detto. Utilizzare il valore più piccolo possibile per ridurre al minimo gli errori di integrazione.



Sono presenti dei limiti alle impostazioni utilizzabili del range per alcuni rilevatori. Nella tabella sono elencati i punti di regolazione range validi per rilevatore.

Tabella 3 Limiti range

Rivelatore	Impostazioni range utilizzabili (2x)
FID	Da 0 a 13
NPD	Da 0 a 13
FPD+	Da 0 a 13
TCD	Da 0 a 6
ECD	Da 0 a 6
Ingresso analogico	Da 0 a 7

L'intervallo (range) può essere programmato in base all'orario dell'analisi.

Velocità dati analogici

L'integratore o registratore deve essere abbastanza veloce da elaborare i dati provenienti dal GC. Se non riesce a stare al passo con il GC, i dati possono essere danneggiati. Questo solitamente compare come picco allargato e perdite di risoluzione.

La velocità è misurata in termini di larghezza di banda. Il registratore o integratore deve avere una larghezza di banda due volte quella in corso di misurazione.

Il GC consente di operare a due velocità. La velocità più rapida consente ampiezze di picco minime di 0,004 minuti (8 Hz di larghezza di banda) mentre la velocità standard consente ampiezze di picco minime di 0,01 minuti (1,6 Hz larghezza di banda).

Se si utilizza la funzione picchi rapidi, l'integratore deve operare a circa 15 Hz.

Selezione dei picchi rapidi (uscita analogica)

- 1 Selezionare **Settings > Configuration**.
- 2 Selezionare **Analog Out**.
- 3 Selezionare la casella di controllo accanto a **Fast Peaks** (Picchi rapidi).

Agilent sconsiglia di usare i picchi rapidi, **Fast peaks**, con un rivelatore TCD. Poiché i flussi di gas cambiano a 5 Hz, il guadagno in ampiezza di picco è corretto dal rumore aumentato.

Segnali digitali

Il GC emette segnali digitali solo a un sistema dati Agilent. Le seguenti discussioni descrivono le funzioni che influiscono sui dati inviati ai sistemi dati, non i dati analogici disponibili sugli integratori. Accedere a queste funzioni dal sistema dati. Queste funzioni non sono accessibili dal touchscreen del GC o dall'interfaccia del browser.

Segnale zero

Disponibili solo tramite un sistema dati Agilent.

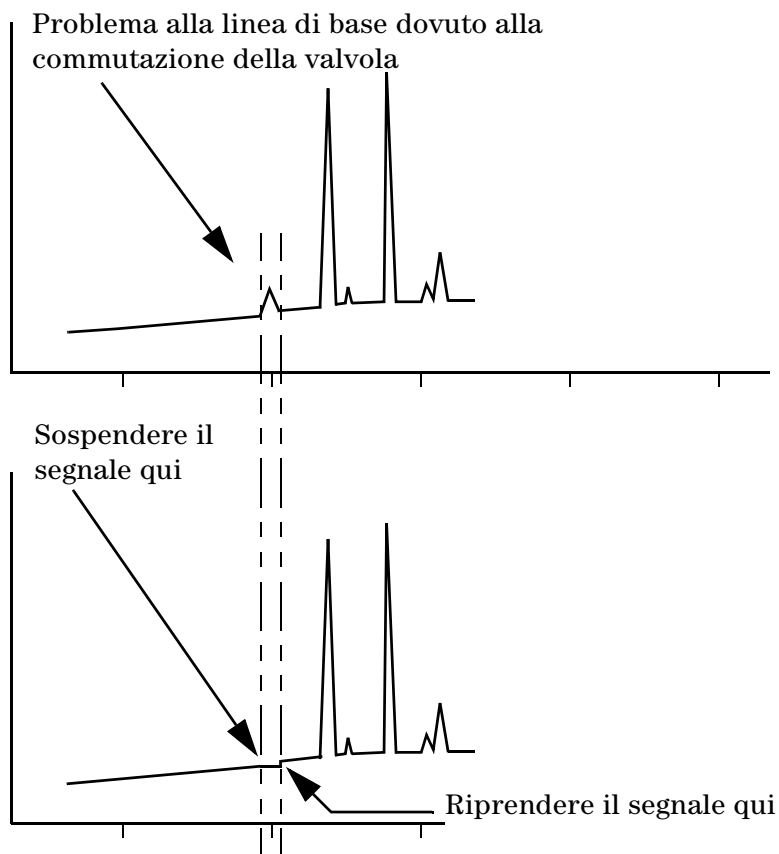
Le uscite del segnale digitale rispondono a un comando zero sottraendo il livello di segnale al momento del comando da tutti i valori futuri.

Blocco e ripresa del segnale

Disponibili solo tramite un sistema dati Agilent.

Alcune operazioni di analisi, come la modifica delle assegnazioni di segnale o la commutazione di una valvola, possono causare problemi alla linea di base. Anche altri fattori possono causare problemi alla linea di base. Il GC può compensare queste situazioni sospendendo (bloccando) il segnale su un particolare valore, utilizzando il valore del segnale per una specifica durata, quindi riprendendo la normale uscita di segnale.

Considerare un sistema che utilizzi una valvola di commutazione. Quando la valvola cambia, si verifica un'anomalia nella linea di base. Bloccando e riprendendo il segnale, l'anomalia può essere rimossa in modo da consentire al software di identificazione e integrazione del picco di operare correttamente.



Velocità dati con sistemi dati Agilent

Il GC consente di elaborare i dati a varie velocità dati, ciascuna corrispondente a una larghezza di picco minima. Nella tabella è mostrato l'effetto della selezione della velocità dei dati.

Tabella 4 Elaborazione dati del sistema dati Agilent

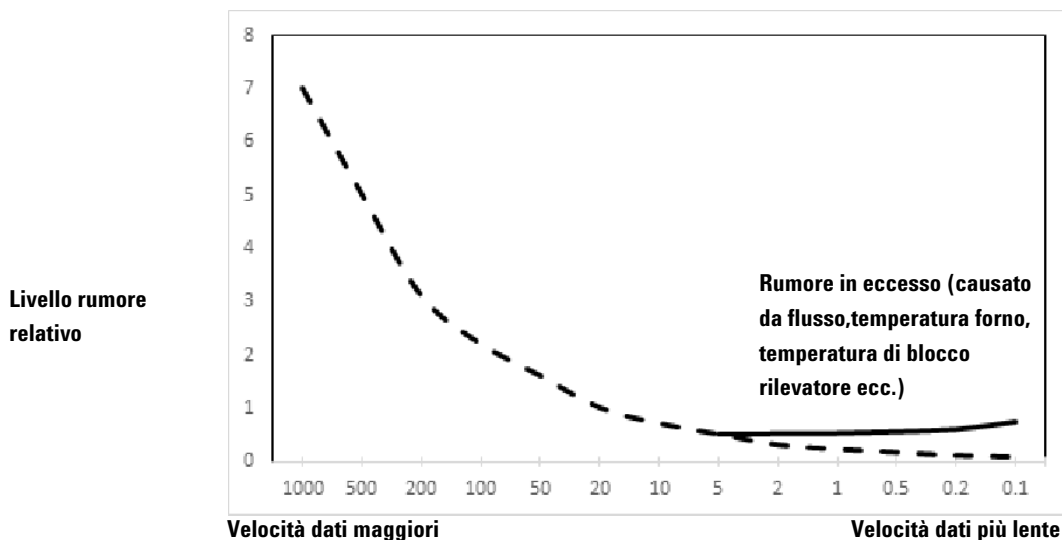
Velocità dati, Hz	Larghezza picco minimo, minuti	Rumore relativo	Rivelatore	Tipo di colonna
1000	0,0002	6,96	FID/NPD	Diametro piccolo, 0,05 mm
500	0,0004	5	FID/NPD	Diametro piccolo, 0,05 mm
200	0,001	3,1	FID/FPD+/NPD	Diametro piccolo, 0,05 mm
100	0,002	2,2	FID/FPD+/NPD	Capillare
50	0,004	1,6	ECD/FID/FPD+/NPD	↓
20	0,01	1	ECD/FID/FPD+/NPD	
10	0,02	0,7	ECD/FID/FPD+/NPD	
5	0,04	0,5	ECD/FID/FPD+/NPD/TCD	
2	0,1	0,3	ECD	↓
1	0,2	0,22	ECD	
0,5	0,4	0,16	ECD	
0,2	1,0	0,10	ECD	
0,1	2,0	0,07	ECD	

Non è possibile modificare la velocità dati durante un'analisi.

A velocità di campionamento maggiori si riscontrerà un rumore relativo più alto. Raddoppiando la velocità dati è possibile raddoppiare l'altezza picco mentre il rumore relativo aumenta del 40%. Sebbene il rumore aumenti, il rapporto segnale-rumore è migliore a velocità più elevate.

Questo vantaggio si verifica solo se la velocità originale era troppo bassa, causando un ampliamento del picco e una risoluzione ridotta. Si consiglia di scegliere velocità che consentano di ottenere il prodotto della velocità dati per la larghezza del picco in secondi compreso tra 10 e 20.

Nella figura è mostrata la relazione tra il rumore relativo e le velocità dati. Il rumore diminuisce quando la velocità dati si riduce fino a quando si raggiungono velocità dati di circa 5 Hz. Quando la velocità di campionamento rallenta, altri fattori come il rumore termico aumentano i livelli di rumore.

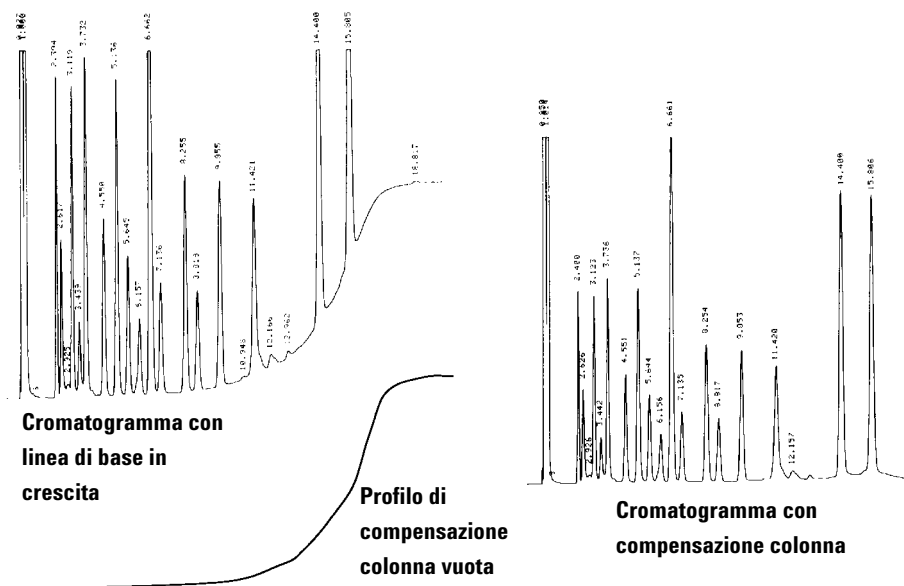


Compensazione colonna

Nell'analisi programmata della temperatura, l'uscita dalla colonna aumenta man mano che la temperatura del forno sale. Ciò causa un aumento della linea di base che rende il rilevamento del picco e l'integrazione più difficile. Una compensazione della colonna corregge l'aumento della linea di base.

Un'analisi di compensazione della colonna è creata senza campione iniettato. Il GC raccoglie una serie di punti di dati da tutti e i rivelatori, che siano installati, spenti o in funzione. Se un rivelatore non viene installato o viene spento, quella parte della serie è riempita con zeri.

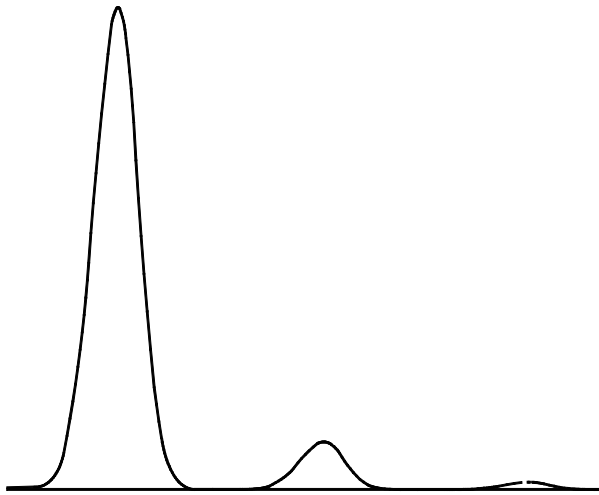
Ogni serie definisce una serie di curve, una per ogni rivelatore, che può essere sottratta all'analisi reale per produrre una linea di base piana. Nella prossima figura viene illustrato questo concetto.



Tutte le condizioni devono essere identiche all'analisi di compensazione della colonna e all'analisi reale. Lo stesso rivelatore e la colonna devono essere usati con temperatura e condizioni di flusso del gas uguali.

Tracciato di prova

Il tracciato di prova, **Test plot**, è un “cromatogramma” generato internamente che può essere assegnato a un canale di uscita segnale. È composto da tre picchi ripetitivi risolti a livello di linea di base, L'area del più grande è di circa 1 Volt-sec, quella media è pari a 0,1 la più grande, mentre la più piccola è pari a 0,01 volte la più grande.



Il tracciato di prova, **Test plot**, può essere usato per verificare il funzionamento dei dispositivi di elaborazione dati esterni, senza dovere eseguire continue analisi cromatografiche. Può essere usato anche come segnale stabile per confrontare i risultati di diversi dispositivi di elaborazione dati.

Il tracciato di prova è la scelta predefinita per le uscite analogiche. Il tracciato di prova può essere selezionato anche come segnale digitale utilizzando l'interfaccia del browser o un sistema dati.

Caricare un metodo

Il metodo attivo può essere modificato usando il touch screen del GC. Vedere [“Modificare un metodo”](#) a pagina 62.

Metodi aggiuntivi possono essere creati e modificati in un sistema dati collegato.

È possibile usare il sistema dati collegato per impostare il metodo attivo sul GC.

Fare riferimento alla documentazione del sistema dati per i dettagli sull'impostazione del metodo attivo dal sistema dati connesso.



Creare un nuovo metodo

Non è possibile creare nuovi metodi dal touch screen del GC, ma il metodo attivo può essere modificato.


È possibile creare metodi aggiuntivi e modificarli su un sistema dati collegato o nell'interfaccia del browser.

Eeguire un metodo dal touch screen


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

- 1 Preparare per l'iniezione la siringa del campione.
- 2 Impostare il metodo desiderato.
 - Se collegato a un sistema dati, è possibile caricare il metodo desiderato sul GC. Vedere [“Caricare un metodo”](#) a pagina 73.
 - Se si usa il GC autonomamente, è possibile modificare il metodo attivo come desiderato. Vedere [“Modificare un metodo”](#) a pagina 62.
- 3 Passare alla vista **Home** e premere **Prep Run** . Consultare [“Controlli analisi”](#) a pagina 40 per ulteriori informazioni.
- 4 Attendere che venga visualizzato il messaggio **Ready**.
- 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** .

Per eseguire un metodo per elaborare un solo campione con ALS

- 1 Preparare per l'iniezione il campione.
- 2 Caricare la fiala del campione nella posizione assegnata nel vassoio dell'ALS o nella torretta.
- 3 Impostare il metodo desiderato.
 - Se collegato a un sistema dati, è possibile caricare il metodo desiderato sul GC. Vedere [“Caricare un metodo”](#) a pagina 73.
 - Se si usa il GC autonomamente, è possibile modificare il metodo attivo come desiderato. Vedere [“Modificare un metodo”](#) a pagina 62.
- 4 Passare alla schermata **Home** e premere **Start**  **per avviare la pulizia ALS della siringa, 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. Consultare [“Controlli analisi”](#) a pagina 40 per ulteriori informazioni.

Interruzione di un metodo

- 1 Sfiocare **Stop** .
- 2 Quando si è pronti per riprendere l'analisi, impostare il metodo opportuno:
 - Se collegato a un sistema dati, è possibile caricare il metodo desiderato sul GC. Vedere “[Caricare un metodo](#)” a pagina 73.
 - Se si usa il GC autonomamente, è possibile modificare il metodo attivo come desiderato. Vedere “[Modificare un metodo](#)” a pagina 62.

Che cos'è una sequenza?

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


Sequenze possono essere create e modificate usando un sistema dati collegato o l'interfaccia del browser.

Errori rimediabili

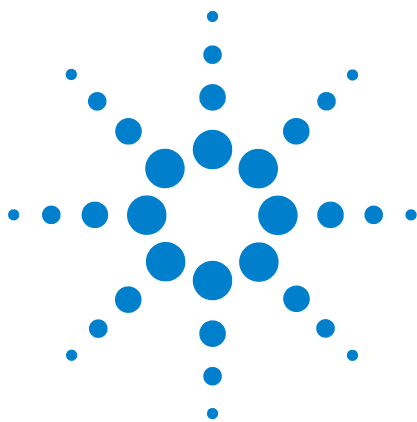
Alcuni tipi di errore, come ad esempio una fiala mancante nell'ALS oppure una fiala per campionatore per spazio di testa di dimensione non corretta, non giustificano sempre l'arresto di un'intera sequenza. Questi errori vengono detti *errori rimediabili*, perché possono essere risolti ed è possibile continuare ad analizzare la sequenza.

Se si usa un sistema dati Agilent collegato, è possibile controllare come il GC reagisce a questi tipi di errore. La pausa della sequenza, l'annullamento completo, la prosecuzione con il campione successivo, ecc. sono impostazioni configurate nella sequenza di ogni tipo di errore rimediabile.

È bene ricordare che il sistema dati specifica solo l'azione per l'analisi *successiva* della sequenza e non per quella *corrente*, eccetto quando impostato per annullare l'analisi immediatamente. (In tal caso l'analisi e la sequenza correnti vengono solitamente annullate).

Ad esempio, premendo il tasto  sul touch screen del GC, si arresta sempre l'analisi corrente. Tuttavia, la sequenza può essere impostata per 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.



5 Diagnostica

Informazioni sulla diagnostica	80
Rapporto sulle condizioni del sistema	80
Test automatico	81
Utilizzare la vista diagnostica	82
Eseguire test diagnostici	84

Informazioni sulla diagnostica

Il GC fornisce funzioni diagnostiche per iniettori, rivelatori e altri componenti installati. Questo include test che sono eseguiti da operatori e test automatici che sono eseguiti dal GC senza intervento dell'operatore.

La vista Diagnostica fornisce accesso ai test diagnostici avviati dall'operatore.

Inoltre, la vista fornisce un elenco di tutti gli avvisi attuali e il rapporto sulle condizioni del sistema. Vedere [Figura 23](#).

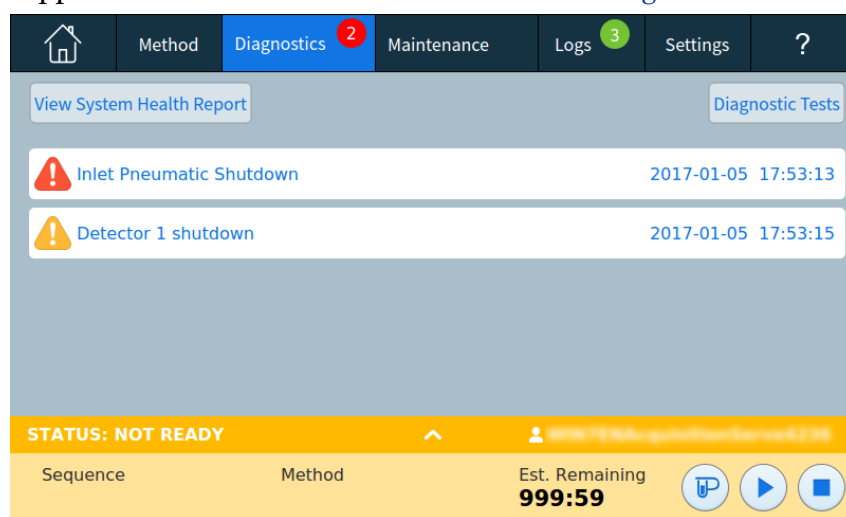


Figura 23 Vista diagnostica

Rapporto sulle condizioni del sistema

Per accedere al rapporto sulle condizioni del sistema:

- 1 Premere **Settings** (Impostazioni).
- 2 Premere **About**.
- 3 Premere **View System Health Report** (Visualizza rapporto sulle condizioni del sistema).
Appare il rapporto sulle condizioni del sistema.

Il rapporto sulle condizioni del sistema include i seguenti tipi di informazione:

- Informazioni sul sistema
- Dettagli di configurazione del sistema
- Condizioni dello strumento attivo
- Dettagli della colonna

- Dettagli Early Maintenance Feedback (EMF)
- Risultati dei test diagnostici
- Informazioni di rete
- Informazioni istantanee sullo stato

Test automatico

Il GC esegue test continui, automatici dei seguenti elementi. Se si verifica un guasto, compare un allarme sul GC, che verrà inserito nel registro appropriato.

Rivelatore:

- Tensione di alimentazione:
- Riferimenti ADC (convertitore da analogico a digitale)
- Fiamma FID
- Elemento attivo NPD aperto/corto
- Accenditore aperto/corto
- Collettore corto

EPC (Controllo pneumatico elettronico)

Riferimenti ADC (convertitore da analogico a digitale)

Movimenti attuatore

Termico:

- Sensore aperto/corto
- Riscaldatore mancante
- Riscaldatore errato
- Attuale riscaldatore:
 - Quiescente
 - Perdite

Mancata configurazione

Utilizzare la vista diagnostica

Per usare la vista diagnostica:

- 1 Sul touch screen, premere **Diagnostica**. Si apre la vista diagnostica. Vedere [Figura 23](#). La vista fornisce un elenco di tutti gli avvisi attuali.
- 2 Premere **Test diagnostico**. Si apre la pagina test diagnostica

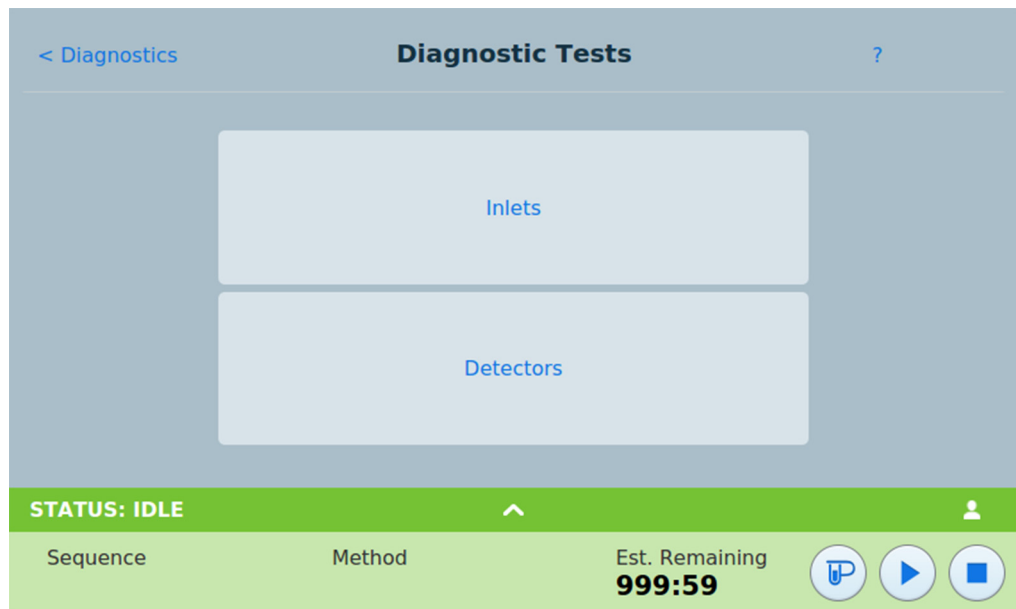


Figura 24 Pagina dei test diagnostici

- 3 Premere **Iniettori** o **Rivelatori**, come desiderato. Apparirà la pagina corrispondente. Ad esempio, premendo **Iniettori** si apre la pagina test diagnostici iniettore. Vedere [Figura 25](#).

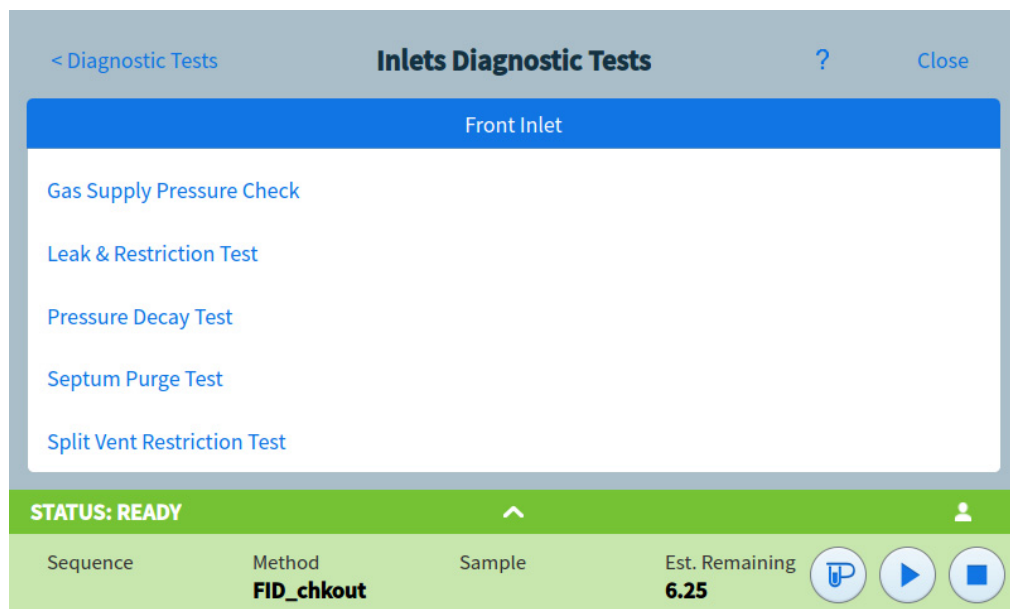


Figura 25 Pagina di test diagnostici dell'iniettore

Eeguire test diagnostici

Per eseguire test di diagnostica:

- 1 accedere al test desiderato dalla vista diagnostica. Vedere [“Utilizzare la vista diagnostica”](#) a pagina 82.
- 2 Premere il test desiderato. La pagina di test corrispondente si apre. La pagina test include una descrizione del test e un'indicazione del parametro testato. Vedere [Figura 26](#).

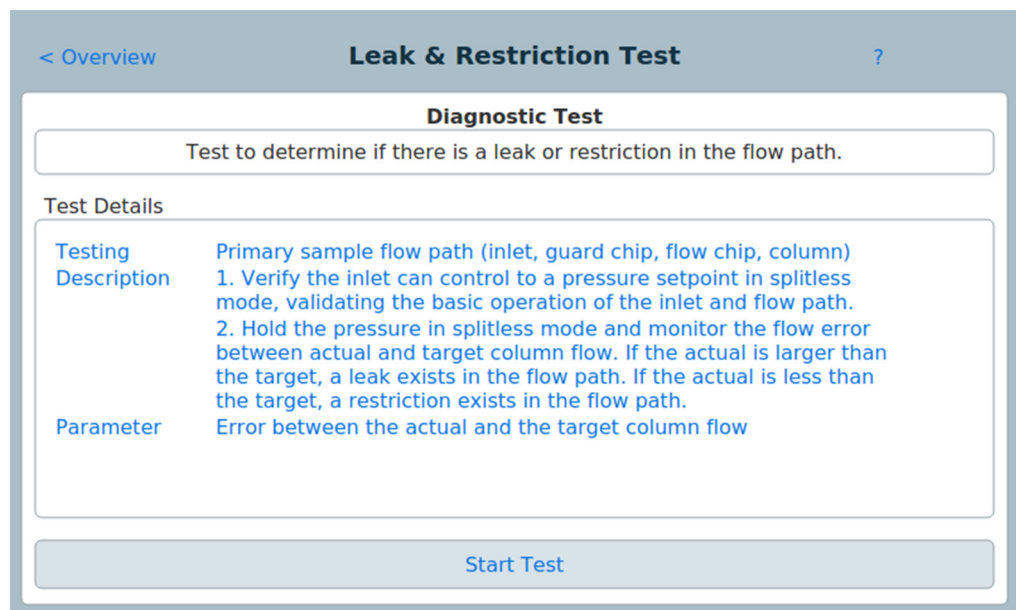


Figura 26 Pagina test perdite e restrizione.

- 3 Premere **Avviare test**. Il test viene avviato. I dettagli del test sono visualizzati con i risultati del test. Vedere [Figura 27](#).

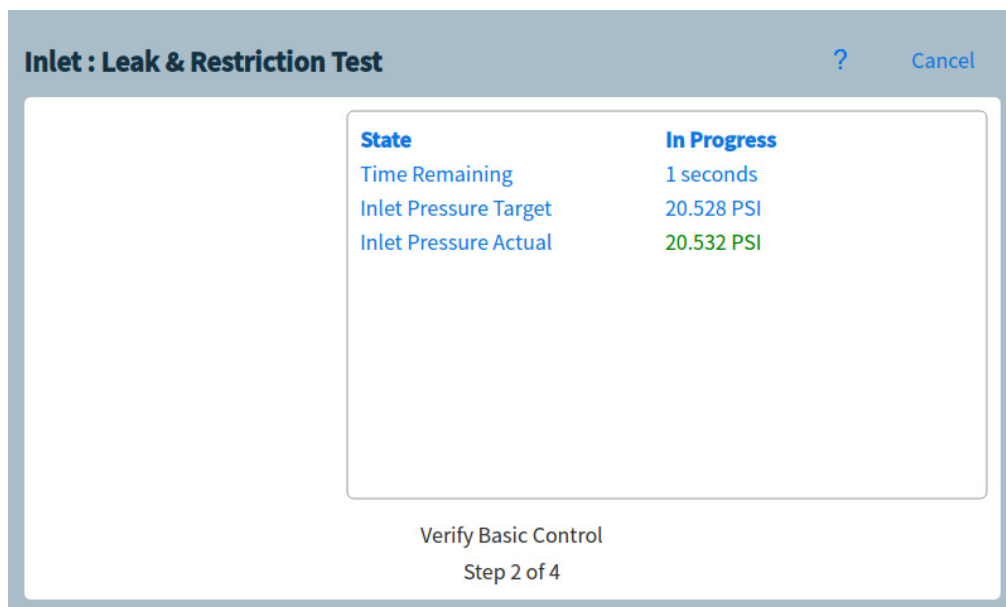


Figura 27 Pagina di test perdite e restrizione.

Il test attualmente in esecuzione può essere interrotto premendo **Annulla**. Questo apre una finestra di dialogo che consente di confermare che si desidera annullare il test. Vedere [Figura 28](#).

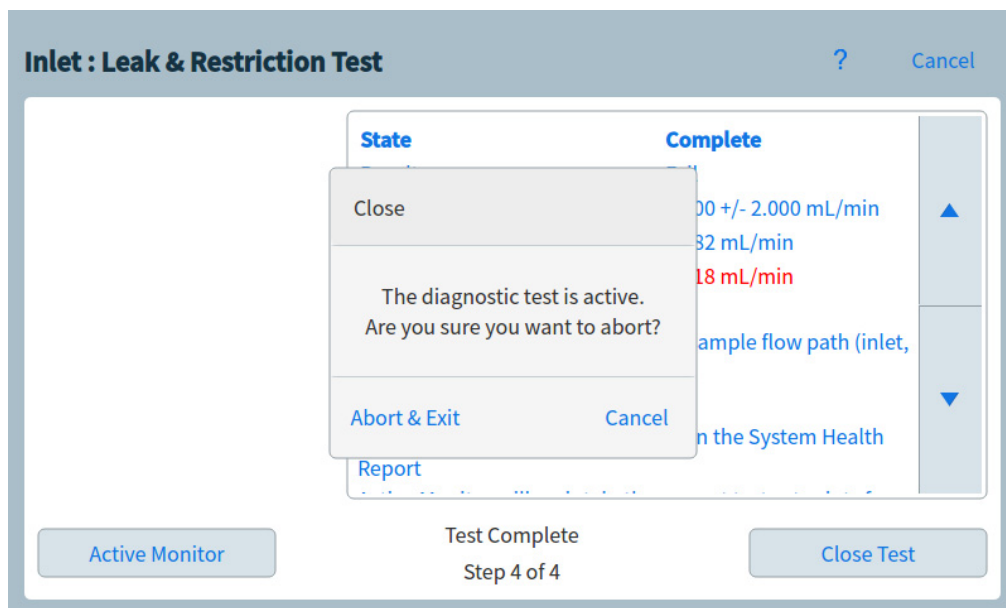
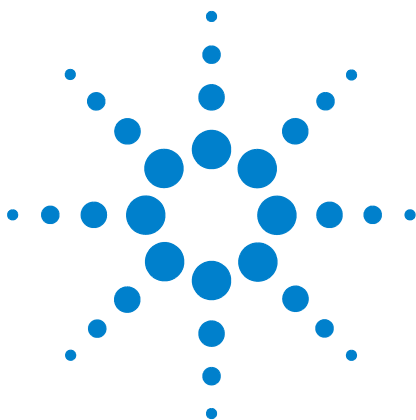


Figura 28 Chiudere la finestra di dialogo



6 Funzionalità EMF (Early Maintenance Feedback)

Funzionalità EMF (Early Maintenance Feedback)	88
Tipi di contatore	88
Soglie	88
Soglie predefinite	89
Contatori disponibili	90
Visualizzare i contatori di manutenzione	94
Attivazione, reset o modifica di un limite per un contatore EMF	95
Contatori EMF per campionatori automatici	97
Contatori per ALS 7693A e 7650 ALS con firmware EMF abilitato	97
Contatori per ALS con firmware di versioni precedenti	97
Contatori EMF per gli strumenti MS	98

In questa sezione viene descritta la funzionalità Early Maintenance Feedback disponibile sul GC Agilent Intuvo 9000.

Funzionalità EMF (Early Maintenance Feedback)

Il GC fornisce contatori basati su iniezione, esecuzione e tempo per varie parti di consumo e manutenzione e per lo strumento stesso. Utilizzare tali contatori per monitorare l'utilizzo in modo che le voci siano sostituite o rigenerate prima che il potenziale deterioramento possa compromettere i risultati cromatografici.

Se si utilizza un sistema dati Agilent, è possibile impostare e azzerare i contatori direttamente nel sistema dati.

Tipi di contatore

I contatori sono forniti per iniezioni, avvii e tempo. Ogni tipo viene descritto di seguito.

I contatori **basati sulle iniezioni** incrementano ogni qual volta viene effettuata un'iniezione sul GC tramite un iniettore ALS, un campionatore per spazio di testa o una valvola di campionamento. Le iniezioni manuali non contribuiscono ad incrementare i contatori. Il GC aumenta solamente contatori associati al percorso del flusso di iniezione.

I contatori delle **analisi** incrementano secondo il numero di analisi eseguite sul GC.

I contatori **temporali** incrementano sulla base dell'orologio del GC. Se si modifica l'orologio del GC si varia l'età dei consumabili registrati.

Soglie

La funzionalità EMF offre due soglie d'avvertimento: **Service Due** e **Service Warning**. Quando la soglia è stata superata, compare un'indicazione sul tasto **Manutenzione** sulla barra di controllo del touch screen del GC.

Premendo il tasto **Maintenance** si apre alla schermata Manutenzione. Vedere [Figura 29](#).

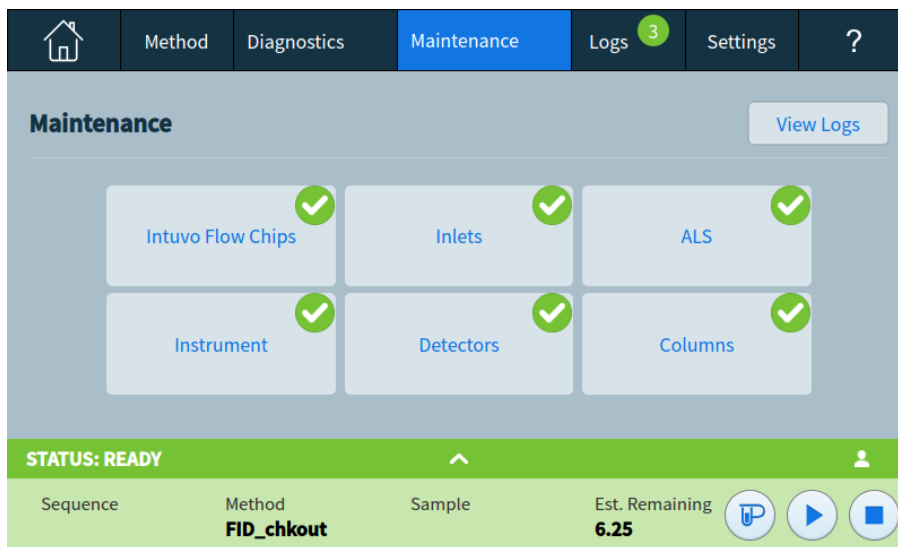


Figura 29 Vista manutenzione

Le selezioni sono disponibili per qualsiasi componente installato.

Due soglie sono impostabili per un qualsiasi elemento:

- **Service Due:** Se il contatore supera questo numero di iniezioni, esecuzioni o di giorni, appare un'icona di avvertenza rossa sul tasto corrispondente e il valore è riportato nel **Maintenance Log**.
- **Service Warning:** Se il contatore supera questo numero di iniezioni, esecuzioni o giorni, appare un'icona di avvertenza arancione sul tasto corrispondente indicando che il componente necessita di immediata manutenzione.

Le due soglie vengono impostate indipendentemente per ciascun contatore. È possibile abilitarne una o entrambe, a piacere. Il valore **Service Due** deve essere maggiore del limite in **Service Warning**.

Soglie predefinite

I contatori disponibili prevedono delle soglie predefinite da usare come indicazione iniziale.

Se si desidera modificare un limite predefinito, inserire un limite contenuto sulla base della propria esperienza. Utilizzare le avvertenze per essere avvisati in caso di prossima assistenza, registrare le prestazioni per determinare se la soglia **Service Due** è troppo alta o troppo bassa.

Su tutti i contatori EMF è possibile regolare i valori soglia sulle esigenze applicative.

Contatori disponibili

Tabella 5 elenca i contatori disponibili più comuni disponibili I contatori disponibili possono variare in base alle opzioni e ai consumabili del GC.

Tabella 5 Contatori EMF comuni

Componente GC	Parti con contatore	Tipo	Valore predefinito Service Warning	Valore predefinito Service Due
Iniettori				
SSL	Setto	N. di iniezioni	160	200
	Liner	N. di iniezioni	160	200
	O-ring del liner	N. di iniezioni	800	1000
	Trappola di scarico split	N. di iniezioni	8.000	10.000
	O-ring di sigillatura superiore	N. di iniezioni	8.000	10.000
	Liner	Data installazione	24 giorni	30 giorni
	Guarnizione O-ring	Data installazione	48 giorni	60 giorni
	Trappola di scarico split	Data installazione	148 giorni	185 giorni
	Inserto O-ring di sigillatura superiore	Data installazione	48 giorni	60 giorni
	Chip guardia	N. di iniezioni	80	100
	Chip guardia	Data installazione	72 giorni	90 giorni
	MMI	Liner	N. di iniezioni	
Liner		Data installazione		30 giorni
O-ring del liner		N. di iniezioni		1000
O-ring del liner		Data installazione		60 giorni
Setto		N. di iniezioni		200
Trappola di scarico split		N. di iniezioni		10.000
Trappola di scarico split		Data installazione		6 mesi
Cicli di raffreddamento		N. di iniezioni		
Guarnizione base pulita	N. di iniezioni		1000	
Colonne				
	Iniezioni su colonna	N. di iniezioni	200.000	250.000

Tabella 5 Contatori EMF comuni (segue)

Componente GC	Parti con contatore	Tipo	Valore predefinito Service Warning	Valore predefinito Service Due
	Contatore analisi	Numero di analisi	200.000	250.000
	Tempo su max programmato	Data installazione	20 giorni	25 giorni
	Tempo su temperatura massima	Data installazione	20 giorni	25 giorni
	Temperatura massima applicata	Gradi C	360	450
	Tempo utilizzo effettivo	Data installazione	388,2 giorni	485,25 giorni
	Attuazioni	Cicli	200.000	250.000
Chip flusso Intuvio (bus)				
	Iniezioni	N. di iniezioni	200.000	250.000
	Contatore analisi	Numero di analisi	200.000	250.000
	Tempo su temperatura massima	Data installazione	20 giorni	25 giorni
	Temperatura massima applicata	Gradi C	360	450
	Tempo utilizzo effettivo	Data installazione	388,2 giorni	485,25 giorni
Rivelatori				
FID	Gruppo del collettore	N. di iniezioni	200.000	250.000
	Ugello	N. di iniezioni	200.000	250.000
	Accensioni accenditore	N. tentativi di accensione	200.000	250.000
	Coda rivelatore	N. di iniezioni	200.000	250.000
	Coda rivelatore	Data installazione	148 giorni	185 giorni
TCD	Solenioide a commutazione	Tempo utilizzo effettivo		
	Filamento temporale	Tempo utilizzo effettivo		
	Coda rivelatore	N. di iniezioni	200.000	250.000
	Coda rivelatore	Data installazione	148 giorni	185 giorni
ECD	Tempo dal test di pulizia	Tempo utilizzo effettivo		6 mesi
	Coda rivelatore	N. di iniezioni	200.000	250.000
	Coda rivelatore	Data installazione	148 giorni	185 giorni

Tabella 5 Contatori EMF comuni (segue)

Componente GC	Parti con contatore	Tipo	Valore predefinito Service Warning	Valore predefinito Service Due
NPD	Elemento attivo	N. di iniezioni		
	Ceramica	N. di iniezioni		
	Offset linea base/elemento attivo	Valore pA		
	Corrente elemento attivo applicato	Amp		
	Integrale corrente elemento attivo	Valore pA-sec		
	Elemento attivo temporale	Tempo utilizzo effettivo		Elemento attivo Blo: 2400 h
	Coda rivelatore	N. di iniezioni	200.000	250.000
FPD ⁺	Coda rivelatore	Data installazione	148 giorni	185 giorni
	PMT	N. di iniezioni		
	PMT	Tempo utilizzo effettivo		6 mesi
	Coda rivelatore	N. di iniezioni	200.000	250.000
	Coda rivelatore	Data installazione	148 giorni	185 giorni
Valvole				
Valvola	Rotore	Attivazioni (n. di iniezioni)		
	Temperatura massima	Valore		
Strumento				
Strumento	Strumento in tempo	Data installazione	730 giorni	912,5 giorni
	Conteggio analisi strumento	Numero di analisi	200.000	250.000
	Manutenzione filtro del gas	Data installazione	148 giorni	185 giorni
	Uso del disco	Percentuale	68%	85%
	Tempo di analisi strumento	Data installazione	730 giorni	912,5 giorni
Iniettori ALS				
ALS	Siringa	N. di iniezioni		800
	Siringa	Data installazione		2 mesi
	Ago	N. di iniezioni		800
	Movimenti stantuffo	Valore		6000

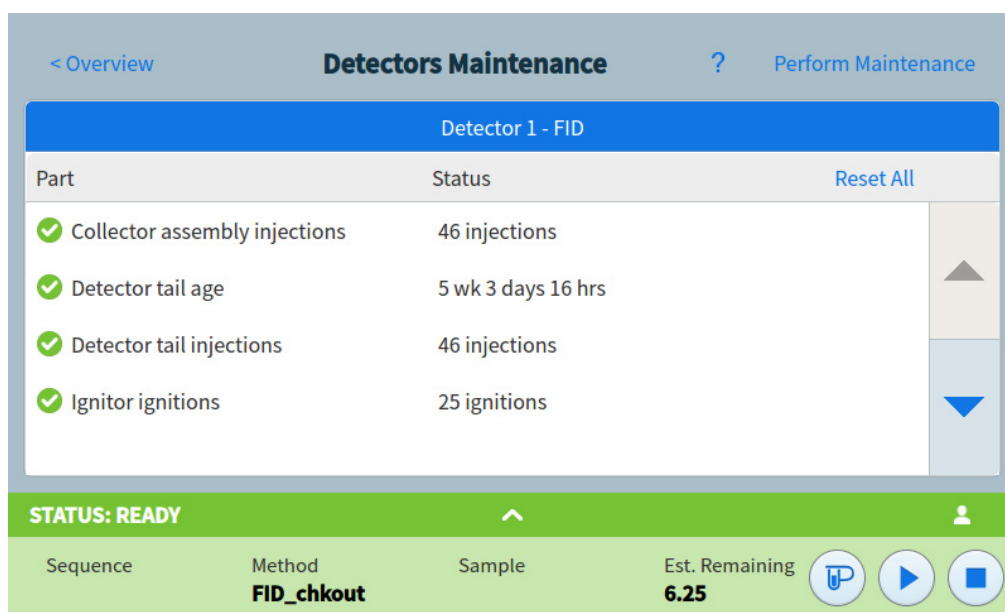
Tabella 5 Contatori EMF comuni (segue)

Componente GC	Parti con contatore	Tipo	Valore predefinito Service Warning	Valore predefinito Service Due
Spettrometri di massa				
Spettrometro di massa	Pompa	Temporale (giorni)		1 anno
	Filamento 1	Temporale (giorni)		1 anno
	Filamento 2	Temporale (giorni)		1 anno
	Sorgente (tempo dall'ultima pulizia)	Temporale (giorni)		1 anno
	Ultima calibrazione EMV	V		2600

Visualizzare i contatori di manutenzione

Per vedere i contatori di manutenzione:

- 1 Premere il tasto **Maintenance** sulla barra di controllo del touch screen GC. Appare la schermata Maintenance. Vedere [Figura 29](#) a pagina 89.
- 2 Premere il tipo di componente desiderato sul touch screen GC. Si apre la pagina selezionata Maintenance. La colonna Status elenca il contatore per il componente corrispondente. Vedere [Figura 30](#).



The screenshot shows the 'Detectors Maintenance' interface. At the top, there are navigation options: '< Overview', 'Detectors Maintenance', and 'Perform Maintenance'. Below this is a table with the following data:

Detector 1 - FID		Reset All
Part	Status	
✓ Collector assembly injections	46 injections	<input type="button" value="▲"/> <input type="button" value="▼"/>
✓ Detector tail age	5 wk 3 days 16 hrs	
✓ Detector tail injections	46 injections	
✓ Ignitor ignitions	25 ignitions	

At the bottom of the screen, there is a green status bar that reads 'STATUS: READY' with an upward arrow and a user icon. Below this is a control bar with the following information: Sequence, Method (FID_chkout), Sample, and Est. Remaining (6.25). There are also three circular icons: a blue circle with a white 'P', a blue circle with a white play button, and a blue circle with a white square.

Figura 30 Pagina manutenzione del rivelatore

- 3 Scorrere per vedere i componenti aggiuntivi, come applicabile.

Attivazione, reset o modifica di un limite per un contatore EMF

Se si utilizza il GC senza un sistema dati, attivare o modificare il limite di un contatore in questo modo:

- 1 Rilevare il contatore che si desidera modificare. Vedere [“Visualizzare i contatori di manutenzione”](#) a pagina 94.
- 2 Premere l'elenco Component per il contatore che si desidera cambiare. La finestra di dialogo Impostazioni per il componente selezionato appare. Vedere [Figura 31](#).

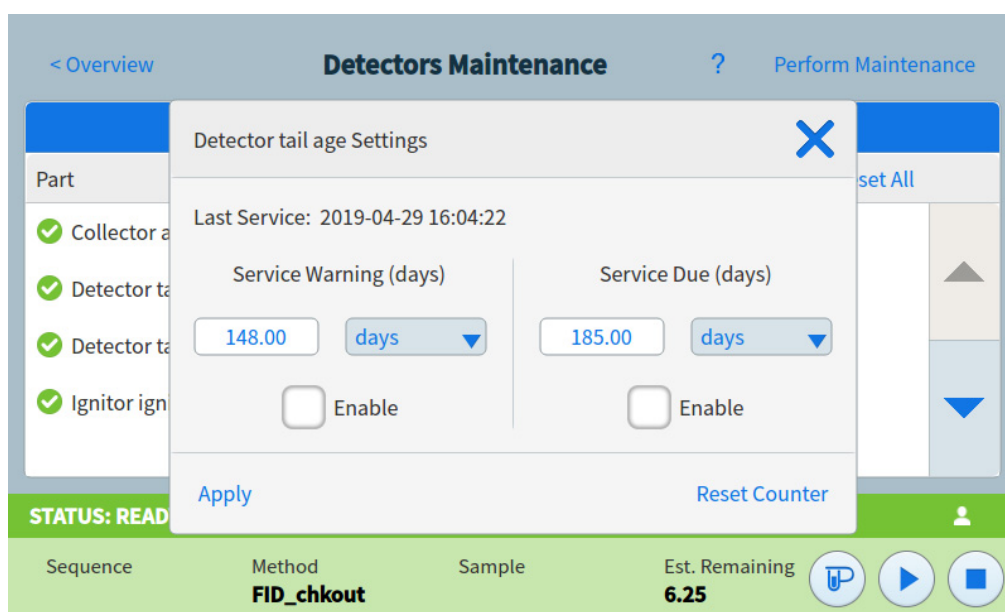


Figura 31 Finestra di dialogo Impostazioni

- 3 Per resettare il contatore:

NOTA

I contatori non possono essere resettati per elementi che hanno chiavi SmartID collegate. Questo include chip di flusso, colonne e così via. I dati contatore sono memorizzati nella chiave SmartID per ogni componente e non possono essere modificati.

- a Premere **Reset Counter**. Appare una finestra di dialogo di conferma.
- b Premere **Yes**. La finestra di dialogo di conferma si chiude.

- 4 Per modificare una soglia:
 - a Premere il tasto soglia. Appare una finestra di dialogo di inserimento dati.
 - b Inserire il valore desiderato. Vedere “Soglie predefinite” a pagina 89.
 - c Premere **Apply**. La finestra di dialogo si chiude. Il valore inserito è mostrato nel campo corrispondente.
- 5 Per abilitare o disabilitare un avviso, selezionare o deselezionare **Enable** per il contatore corrispondente.
- 6 Premere **Apply**. La finestra di dialogo Settings si chiude.

Contatori EMF per campionatori automatici

Dal GC è possibile accedere ai contatori dell'autocampionatore installato. La funzionalità dei contatori ALS varia a seconda del modello e della versione del firmware dell'ALS. In ogni caso, il GC visualizza lo stato del contatore EMF e consente di attivare, disattivare e resettare i contatori utilizzando il touch screen del GC.

Contatori per ALS 7693A e 7650 ALS con firmware EMF abilitato

Se si utilizza un iniettore Agilent 7693 con versione del firmware G4513A.10.8 (o successiva) oppure un iniettore 7650 con versione del firmware G4567A.10.2 (o successiva), ciascun iniettore registra il proprio contatore EMF indipendentemente.

- I contatori dell'iniettore saranno incrementati fino a che si utilizza l'iniettore su un GC Intuvo serie 9000 Agilent. È possibile modificare le posizioni sullo stesso GC o installare l'iniettore su un altro GC senza perdere i dati correnti del contatore ALS.
- L'ALS segnalerà il superamento di un limite solo se montato su un GC Intuvo 9000 Series.

Contatori per ALS con firmware di versioni precedenti

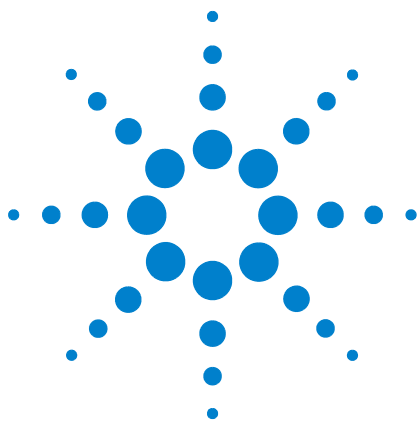
Se si utilizza un iniettore 7693 o 7650 con versione del firmware precedente, il GC registra i contatori di quell'iniettore. Il GC utilizza il numero seriale dell'iniettore per distinguere tra gli iniettori installati.

Ogni volta che il GC rileva un iniettore nuovo (modello o numero di serie diverso), il GC azzerà i contatori dell'ALS per il nuovo iniettore.

Contatori EMF per gli strumenti MS

Se configurato su un MS Agilent che supporta la comunicazione avanzata (ad esempio l'MSD serie 5977 o l'MS a triplo quadrupolo 7000C), il GC riporta i contatori EMF registrati dal MS. L'MSD fornisce una propria funzione di registrazione EMF.

Se collegato ad un modello MS precedente (ad esempio MSD serie 5975 o MS 7000B), il GC registra i contatori MS. L'MS non fornisce una propria funzione di registrazione EMF.



7 Registri

Vista registri 100

In questa sezione sono descritte le funzioni disponibili sul GC Agilent Intuvo 9000.

Vista registri

La vista registri fornisce un elenco di eventi del GC inclusi eventi di manutenzione, eventi di elaborazione, sequenze eseguite ed eventi di sistema ordinati per data/ora. Il registro sequenze eseguite include le sequenze eseguite con l'interfaccia del browser, non quelle eseguite con il sistema dati. Vedere [Figura 32](#).

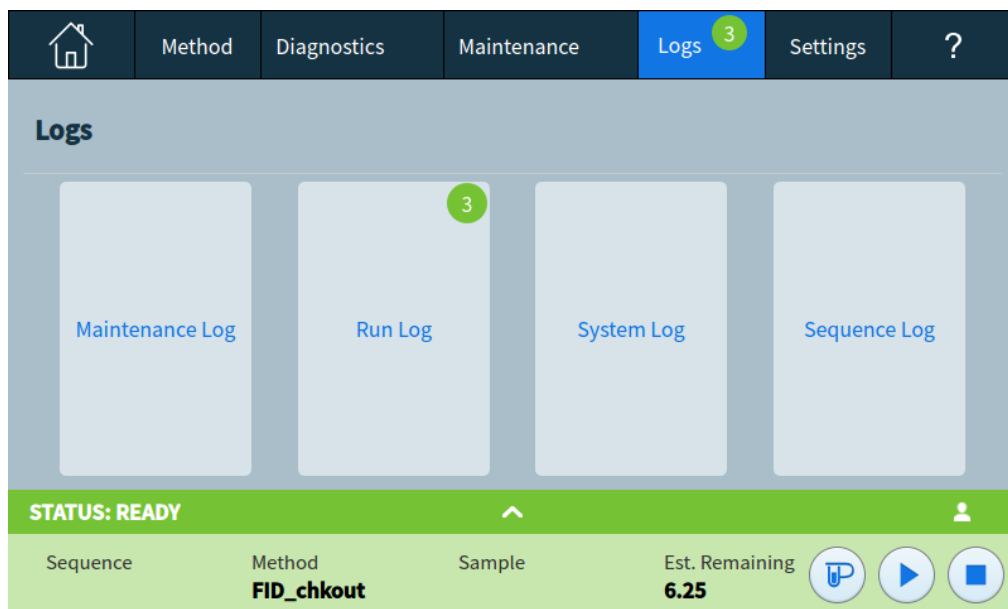


Figura 32 Vista registri

Premendo uno dei tasti nella vista registri si arriva alla pagina di registro corrispondente. Vedere [Figura 33](#).

Maintenance Logs		?	Cancel
Date/Time ▼	Notes		
2017-01-11 16:54:12	Inlet 1 , Liner age serviced		
2017-01-11 16:54:12	Inlet 1 , Liner injections serviced		
2017-01-11 16:50:48	User Cleared Shutdown: Inlet Pneumatic Shutdown		
2017-01-05 17:53:16	Detector 1 shutdown		




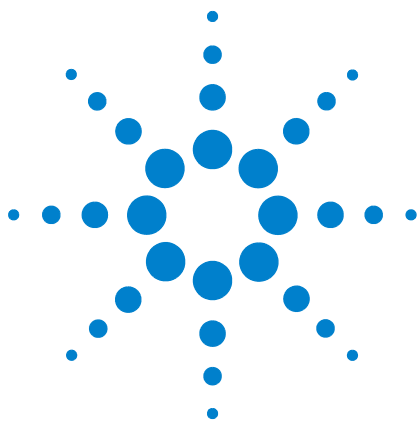
STATUS: IDLE		^	WIN7ENAcquisitionServe4236
Sequence	Method	Est. Remaining	  
		999:59	

Figura 33 Pagina registro manutenzione

Per gli elementi di registro sistema e manutenzione, gli elementi sono ordinati per data e ora. Per gli elementi del registro analisi, è usato il tempo relativo (dall'avvio dell'analisi).

Usare i tasti di scorrimento per scorrere attraverso le voci di registro.

Premere **Cancel** per tornare alla schermata precedente.



8 Impostazioni

Informazioni sulle impostazioni	104
Modo assistenza	105
Resettare elementi di sistema	107
Informazioni sul GC	109
Calibrazione	110
Calibrazione EPC —iniettore, rivelatori, PCM e AUX	111
Azzeramento di un sensore specifico di flusso o pressione	112
Impostazioni di sistema	113
Configurazione dell'indirizzo IP per il GC	113
Per impostare la data e l'ora del sistema	115
Modificare il sistema locale	116
Impostare la funzione di risparmio energetico del sistema	117
Accesso ai dati di analisi memorizzati	118
Controllo dell'accesso all'interfaccia del browser	119
Per modificare le impostazioni di avviso remoto	120
Per eseguire la routine di impostazione del sistema	123
Opzioni alimentazione	127

Informazioni sulle impostazioni

La vista Impostazioni fornisce accesso alle impostazioni di sistema e di configurazione del GC.

Premendo **Settings** sulla barra di controllo del touch screen si arriva alla schermata delle impostazioni. Consultare [Figura 34](#).

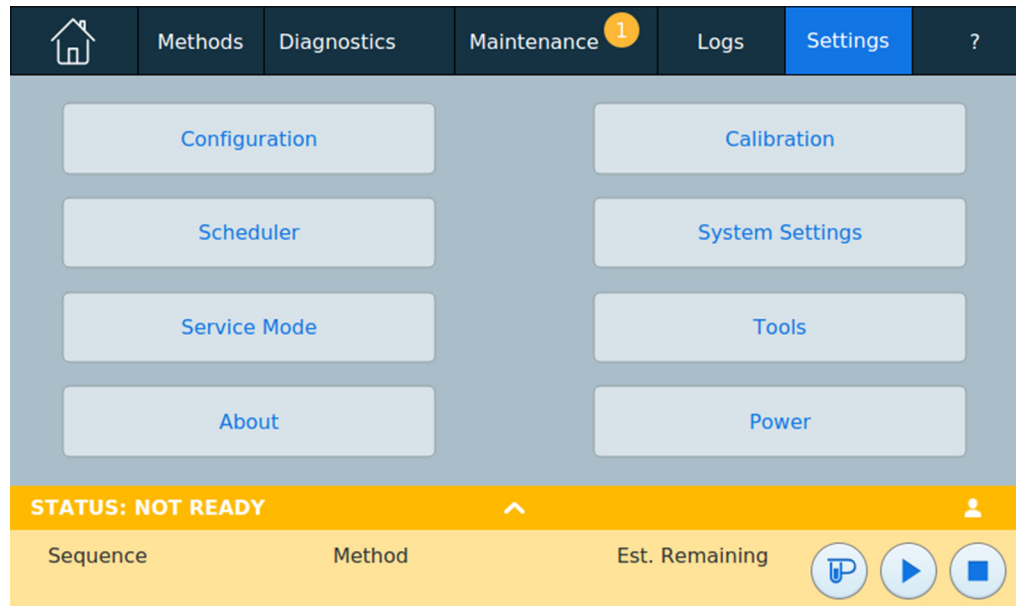


Figura 34 Vista impostazioni

- Premere **Configuration** per accedere alle impostazioni di configurazione del GC. (vedere [“Configurazione”](#) a pagina 129).
- Premere **Scheduler** per accedere alle impostazioni di pianificazione del GC. (vedere [“Risparmio delle risorse”](#) a pagina 145).
- Premere **Service Mode** per accedere alle impostazioni del modo assistenza del GC. (vedere [“Modo assistenza”](#) a pagina 105).
- Premere **About** per ottenere informazioni su questo GC.
- Premere **Calibration** per accedere alle funzioni di calibrazione. (vedere [“Calibrazione”](#) a pagina 110).
- Premere **System Settings** per accedere alle impostazioni di sistema del GC incluse impostazioni di indirizzo di rete, data e ora del sistema, impostazioni touch screen, informazioni su impostazioni del sistema ecc. (vedere [“Impostazioni di sistema”](#) a pagina 113).

- Premere **Tools** per accedere alla pagina degli Strumenti. (vedere “[Strumenti](#)” a pagina 125).
- Premere **Power** per accedere alla finestra di dialogo Power. (vedere “[Opzioni alimentazione](#)” a pagina 127).

Modo assistenza

La funzione modo assistenza consente di vedere i dettagli dei componenti di sistema del GC installati. Questo include numeri di serie, versioni firmware, tensioni, correnti, temperature e così via.

NOTA

Il GC deve essere collegato a Internet per controllare, e installare, gli aggiornamenti firmware disponibili.

Per controllare la versione firmware attuale e controllare, e installare, un aggiornamento della versione:

- 1 Premere **Settings** sulla barra di controllo del touch screen. Si apre vista impostazioni. Vedere [Figura 34](#) a pagina 104.
- 2 Premere **Service Mode**. Si apre la pagina Service Mode. Consultare [Figura 35](#).

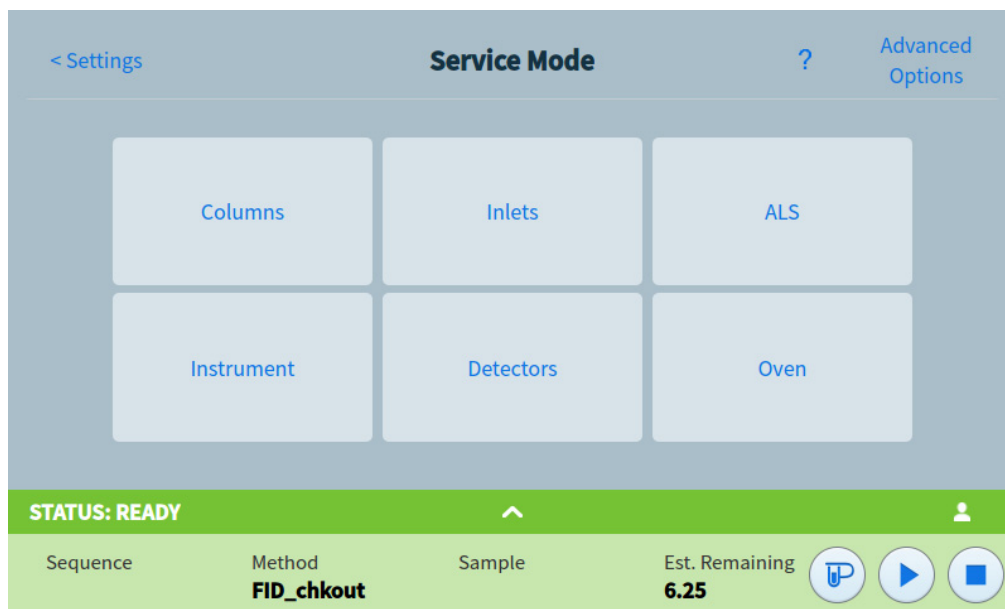


Figura 35 Pagina Service Mode

NOTA

Il link **Funzioni avanzate** è destinato all'utilizzo esclusivo del personale di assistenza Agilent.

- 3 Selezionare il componente desiderato premendo il tasto corrispondente. Si apre la pagina del modo assistenza per il componente selezionato. Vedere [Figura 36](#).

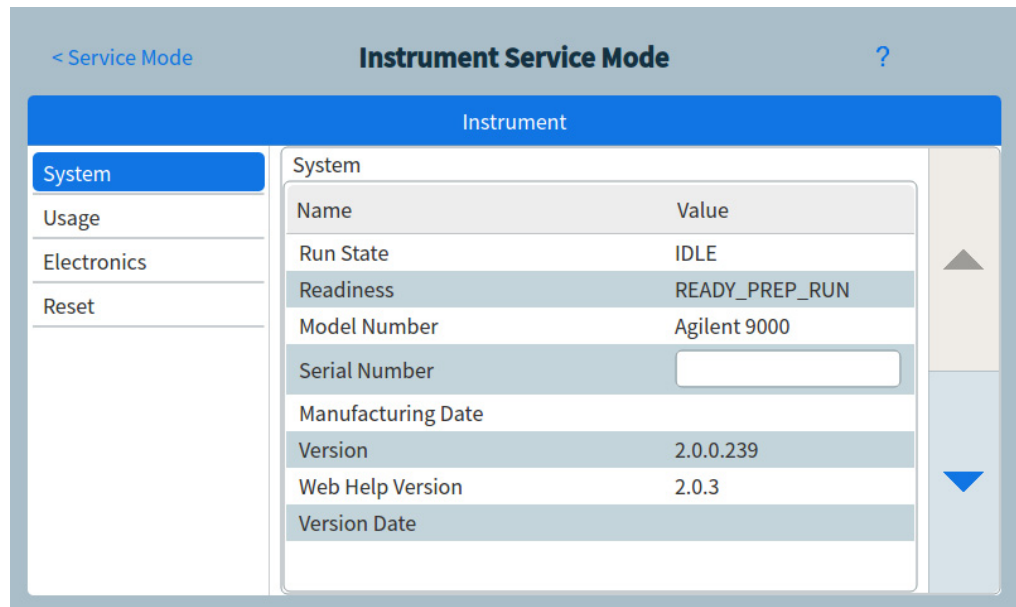


Figura 36 Pagina del modo assistenza dello strumento

- 4 Utilizzare i testi di selezione della pagina a sinistra della pagina per visualizzare le informazioni operative.

Resettare elementi di sistema

Alcuni elementi, come impostazioni di configurazione, impostazioni predefinite IU e dati di analisi possono essere resettati.

NOTA

Gli elementi del sistema non possono essere resettati dall'interfaccia browser. Usare il touch screen del GC per eseguire queste funzioni.

Ripristinare qualsiasi elemento, secondo necessità. L'eliminazione di dati o impostazioni dal GC elimina tali informazioni anche dall'UI browser. **Le modifiche sono permanenti e non possono essere annullate.**

- 1 Dalla pagina System Settings, premere il tasto di selezione pagina **Reset**. Compare la pagina di reset. Vedere [Figura 37](#).

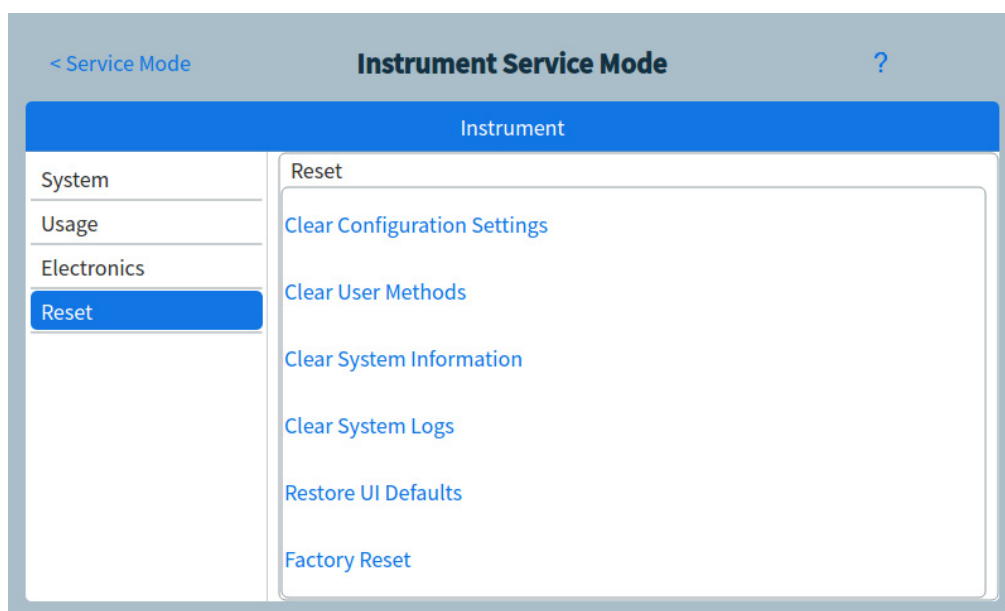


Figura 37 Pagina reset

- 2 Premere l'elemento da cancellare o resettare. Si apre una finestra di dialogo di conferma.

Clear Configuration Settings: Consente di ripristinare tutte le impostazioni di configurazione ai valori predefiniti (tipi di gas, indirizzo IP, azzeramento automatico flusso e simili).

Clear User Methods: Consente di eliminare tutti i metodi archiviati sul GC e sull'UI browser.

Clear System Information: Consente di eliminare i dati e i registri relativi a diagnostica, manutenzione ed EDM accessibili dalla scheda Logs.

Clear System Logs: Consente di eliminare tutti i registri interni dello strumento.

Restore UI Defaults: Consente di ripristinare tutte le impostazioni del touch screen ai valori predefiniti.

Factory Reset: Elimina tutti i dati salvati, inclusi i dati delle analisi, i dati di utilizzo, i registri, le impostazioni delle configurazioni, le sequenze e i metodi dell'interfaccia browser ecc. e imposta lo strumento nello stato non configurato.

- 3 Premere **OK**. La finestra di dialogo si chiude. Gli elementi selezionati sono cancellati o resettati come necessario.

Informazioni sul GC

La funzione About consente di visualizzare dettagli sul GC.

La schermata About elenca la data di produzione del GC, il numero di serie, la revisione del firmware e la revisione della guida e delle informazioni.

Per accedere alla funzione About:

- 1 Premere **Settings** sulla barra di controllo del touch screen. Si apre la vista impostazioni. Vedere [Figura 34](#) a pagina 104.
- 2 Premere **About**. Si apre la pagina About. Vedere [Figura 38](#).



Figura 38 Pagina About

- 3 Premere **Cancel** nella pagina About per tornare alla visualizzazione delle impostazioni.

Calibrazione

La calibrazione consente di regolare i seguenti elementi (quando disponibile):

- Iniettori
- Forno
- Rivelatori

Per accedere alla funzione Calibration:

- 1 Premere **Settings** sulla barra di controllo del touch screen. Si apre vista impostazioni. Vedere [Figura 34](#) a pagina 104.
- 2 Premere **Calibration**. Si apre la pagina calibrazione. Vedere [Figura 39](#).

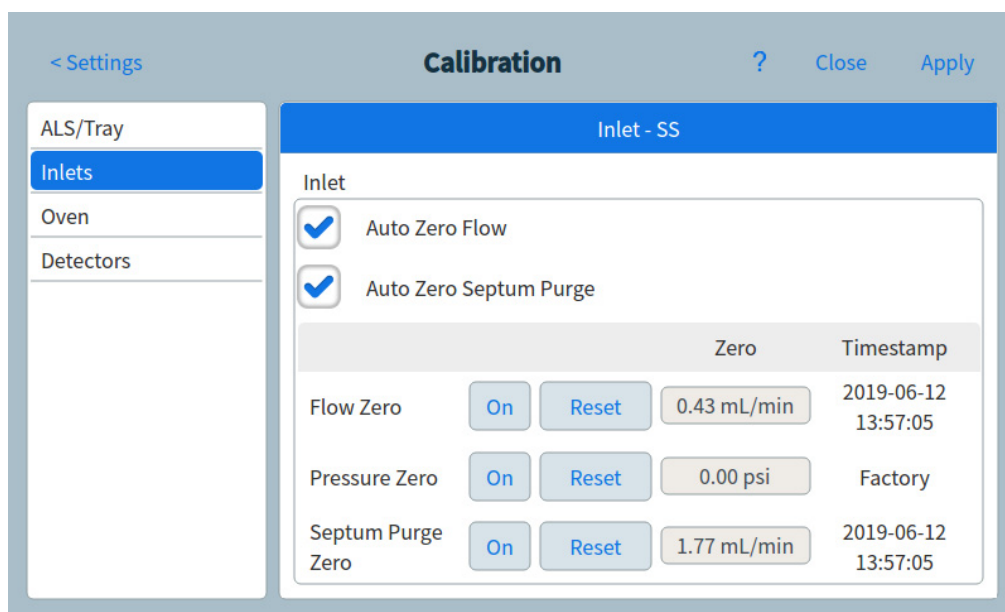


Figura 39 Pagina calibrazione

- 3 Utilizzare i testi di selezione della pagina a sinistra della pagina per visualizzare le informazioni operative.
- 4 Apportare modifiche alle impostazioni di calibrazione come desiderato. Per ulteriori informazioni, vedere [“Calibrazione EPC –iniettore, rivelatori, PCM e AUX”](#) a pagina 111 e [“Azzeramento di un sensore specifico di flusso o pressione”](#) a pagina 112.
- 5 Premere **Save**. I valori inseriti sono salvati al GC.

Calibrazione EPC —iniettore, rivelatori, PCM e AUX

I moduli EPC 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 l'iniettore MMI e split/splitless utilizzano dei sensori di flusso. Se la funzione **Auto flow zero** è selezionata, vengono azzerati automaticamente al termine di ogni analisi. Questa è la procedura consigliata. È possibile effettuare l'azzeramento anche manualmente—vedere [“Azzeramento di un sensore specifico di flusso o pressione”](#) a pagina 112.

Sensori di pressione

Tutti i moduli di controllo EPC utilizzano dei sensori di pressione. Devono essere azzerati individualmente. Non esiste un azzeramento automatico per i sensori di pressione.

Azzeramento automatico dello spurgo

Un'opzione di calibrazione utile è **Auto zero flow**. Quando selezionata, 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.

Azzeramento automatico dello spurgo del setto

È simile a **Auto zero flow**, ma è valida per il flusso di spurgo del setto.

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 6 Intervalli di azzeramento per sensori di flusso e pressione

Tipo di sensore	Tipo di modulo	Intervallo di azzeramento
Flusso	Tutti	Utilizzare Auto flow zero e/o Auto zero septum purge
Pressione	Iniettori	
	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 Per **Sensori di flusso**. Controllare che il gas sia collegato e stia scorrendo (attivato).
- 2 Per **Sensori di pressione**. Scollegare la linea di alimentazione del gas sul retro del GC. Non è corretto disattivarla, perché la valvola potrebbe perdere.
- 3 Ricollegare i tubi del gas scollegati nella fase precedente e ripristinare i flussi operativi.

Impostazioni di sistema

Le impostazioni di sistema includono le impostazioni dell'indirizzo di rete, data e ora del sistema, tema del touch screen, spazio su disco e impostazione dati, impostazioni locali, informazioni di impostazione sistema e impostazioni dei parametri di stato.

Per accedere alle impostazioni di sistema:

- 1 Premere **Settings** sulla barra di controllo del touch screen. Si apre la vista impostazioni. Vedere [Figura 34](#) a pagina 104.
- 2 Premere **System Settings**. Si apre la pagina System Settings. Vedere [Figura 40](#).

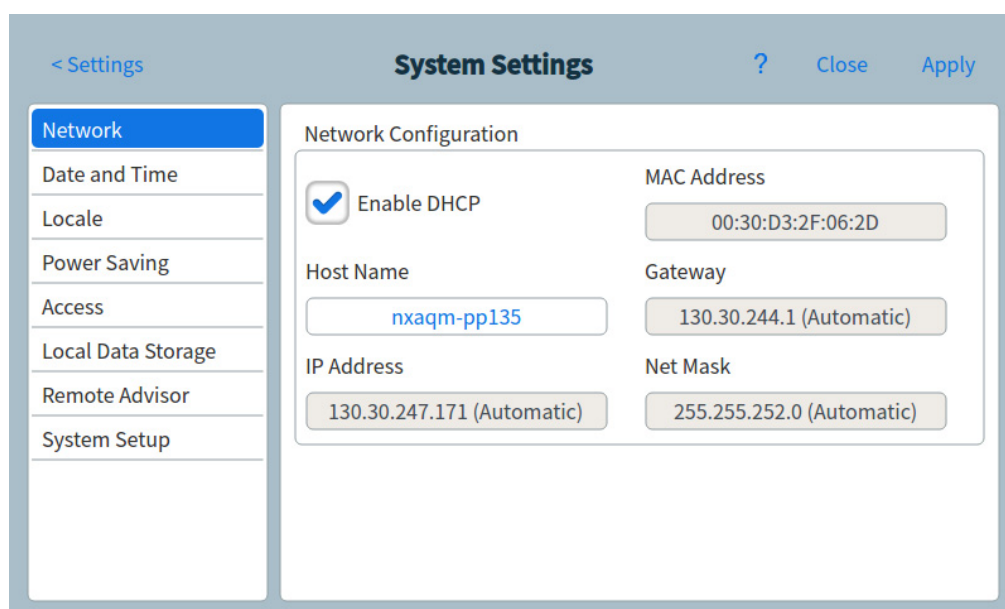


Figura 40 Pagina System Settings

- 3 Utilizzare i tasti di selezione della pagina a sinistra della pagina per visualizzare le informazioni operative.
- 4 Premere **Save** per applicare ogni cambiamento fatto al GC.

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 dal touch screen. In ciascun caso, contattare l'amministratore LAN per le impostazioni appropriate.

Utilizzo di un server DHCP

- 1 Dalla pagina System Settings, premere il tasto di selezione **Network**. Compare la pagina configurazione della rete. Vedere [Figura 41](#).

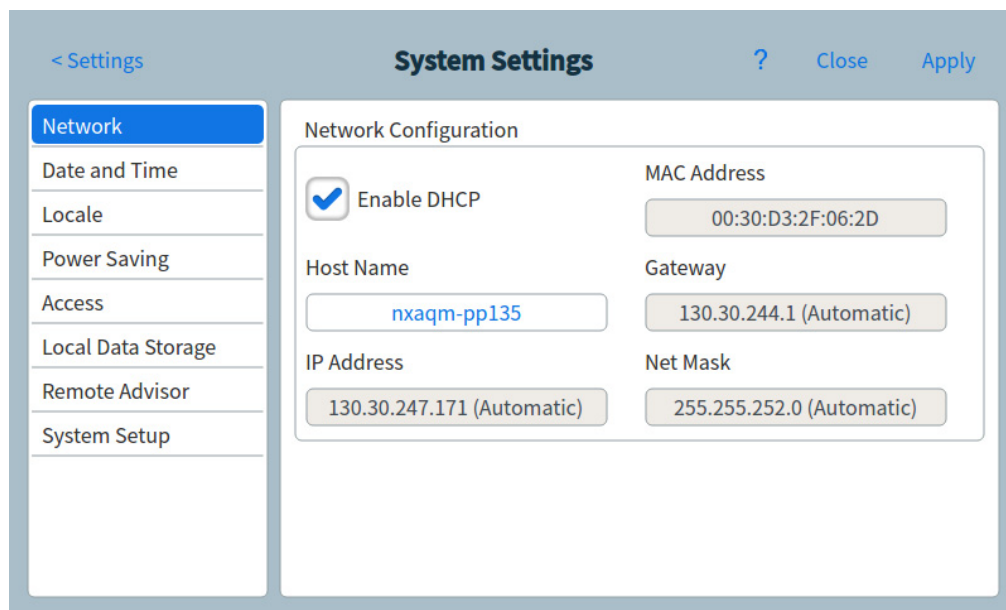


Figura 41 Pagina di configurazione della rete

- 2 Selezionare **Enable DHCP**.
- 3 Premere **Save**.
- 4 Quando richiesto, riavviare il GC (vedere [“Opzioni alimentazione”](#) a pagina 127).

Impostazione dell'indirizzo LAN dal touch screen

- 1 Dalla pagina System Settings, premere il tasto di selezione **Network**.
- 2 Se **Enable DHCP** è selezionato:
 - a Deselezionare **Enable DHCP**.
 - b Quando richiesto, riavviare il GC (vedere [“Opzioni alimentazione”](#) a pagina 127).
- 3 Ritornare alla pagina System Settings e poi scorrere all'area Network Configuration.
- 4 Inserire l' **Host Name** nel campo corrispondente.
- 5 Inserire il **Gateway** nel campo corrispondente.
- 6 Inserire 0 **IP Address** nel campo corrispondente.

- 7 Inserire la maschera di sottorete nel campo **Net Mask**.
- 8 Premere **Save**.
- 9 Quando richiesto, riavviare il GC (vedere “[Opzioni alimentazione](#)” a pagina 127).

Per impostare la data e l'ora del sistema

- 1 Dalla pagina System Settings, premere il tasto di selezione **Date and time**. Compare la pagina Date and Time. Vedere [Figura 42](#).

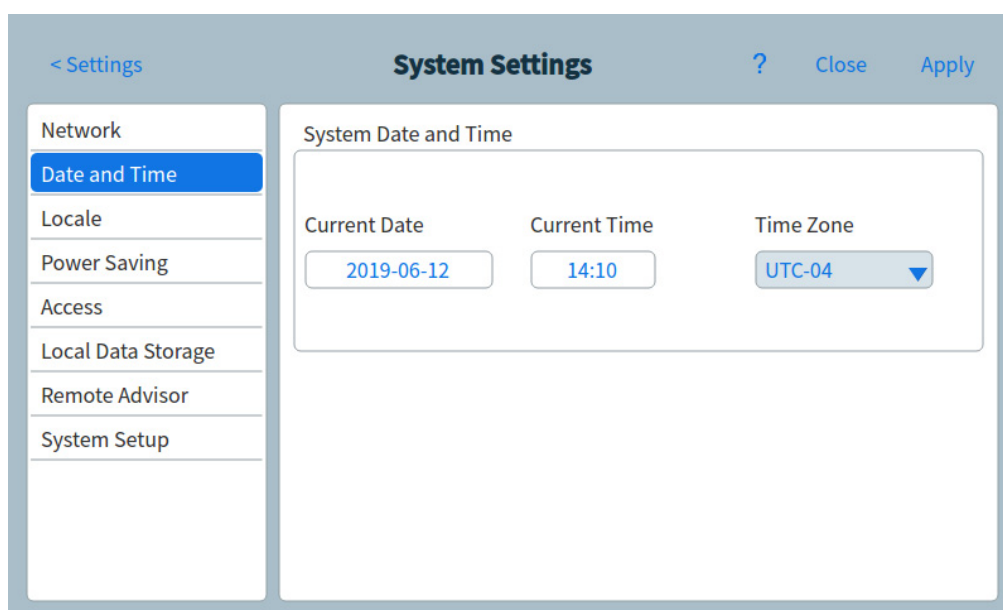


Figura 42 Pagina System Settings

- 2 Premere il campo **Current Date**. Compare una tastiera tattile.
- 3 Inserire la data attuale.
- 4 Premere **Apply**. La tastiera tattile si chiude. La data selezionata è mostrata nel campo.
- 5 Premere il campo **Current Time**. Compare una tastiera tattile.
- 6 Inserire l'ora attuale.
- 7 Premere **Apply**. La tastiera tattile si chiude. L'ora selezionata è mostrata nel campo.
- 8 Scegliere la **Time Zone** appropriata dall'elenco a discesa corrispondente.
- 9 Premere **Save**. Il GC salva tutte le modifiche apportate.

Modificare il sistema locale

- 1 Dalla pagina System Settings, premere il tasto di selezione **Locale**. Si apre la pagina Impostazione locale. Vedere [Figura 43](#).

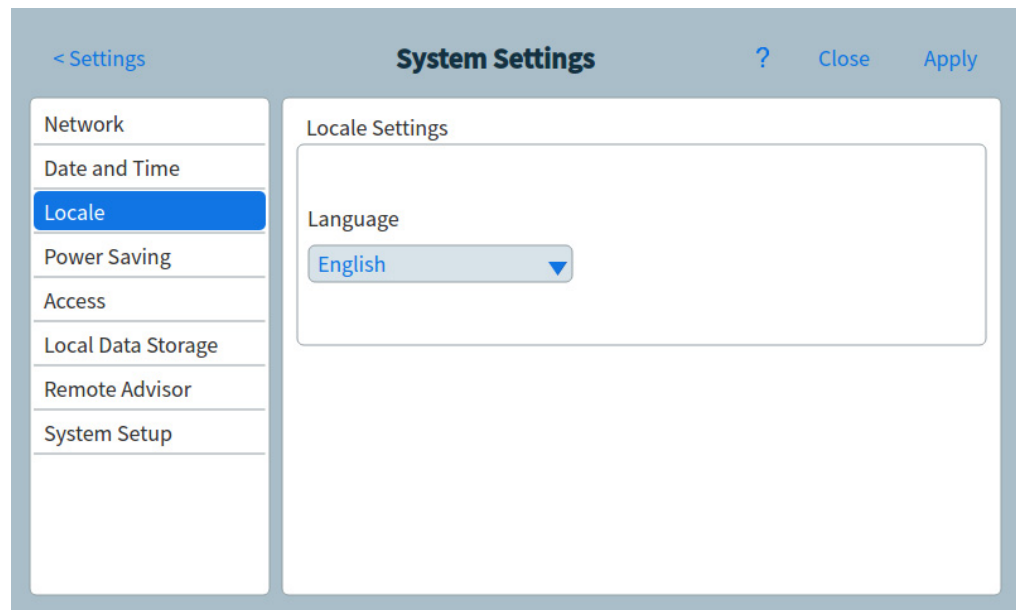


Figura 43 Pagina impostazioni locale

- 2 Scegliere la lingua desiderata sotto **Language** nella casella dell'elenco a discesa corrispondente.
- 3 Premere **Save**. Il GC salva le modifiche apportate. Il sistema è stato modificato alle impostazioni locali. L'operazione richiede alcuni minuti.

Impostare la funzione di risparmio energetico del sistema

- 1 Dalla pagina System Settings, premere il tasto di selezione **Power saving**. Compare la pagina Power Saving. Vedere [Figura 44](#).

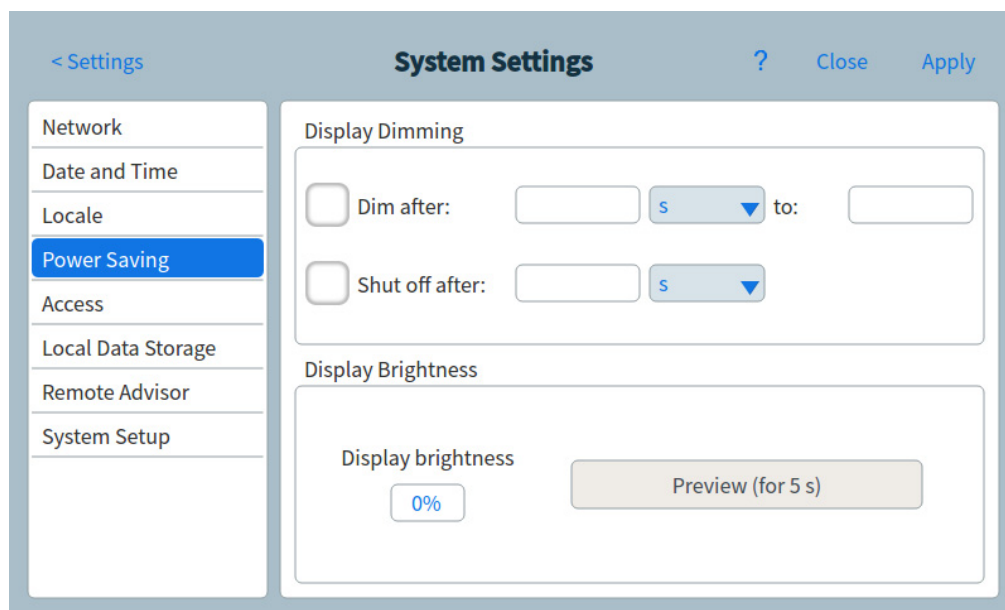


Figura 44 Pagina risparmio energia

- 2 Abilitare l'oscuramento del display.
 - a Selezionare la casella di spunta **Dim display after**: I campi di inserimento dei dati corrispondente e la casella elenco a discesa sono abilitati.
 - b Usare i campi di inserimento dei dati e la casella elenco a discesa per impostare i valori desiderati.
- 3 Abilitare lo spegnimento del display:
 - a Selezionare la casella di spunta **Shut off display after**: Il campo di inserimento dei dati corrispondente e la casella elenco a discesa sono abilitati.
 - b Usare il campo di inserimento dei dati e la casella elenco a discesa per impostare i valori desiderati.

- 4 Modificare la luminosità predefinita del display:
 - a Premere il campo **Display brightness**. Compare una tastiera tattile.
 - b Inserire il valore di luminosità desiderato.
 - c Premere **Applica**. La tastiera tattile si chiude. Il valore selezionato viene visualizzato nel campo **Display brightness**.
 - d Premere **Anteprima (per 5 secondi)**. La luminosità dello schermo si regola al valore specificato per cinque secondi.

NOTA

Il valore display dim deve essere inferiore al valore luminosità.

Il valore della luminosità display deve essere superiore a 0.

- 5 Premere **Save**. Il GC salva tutte le modifiche apportate.

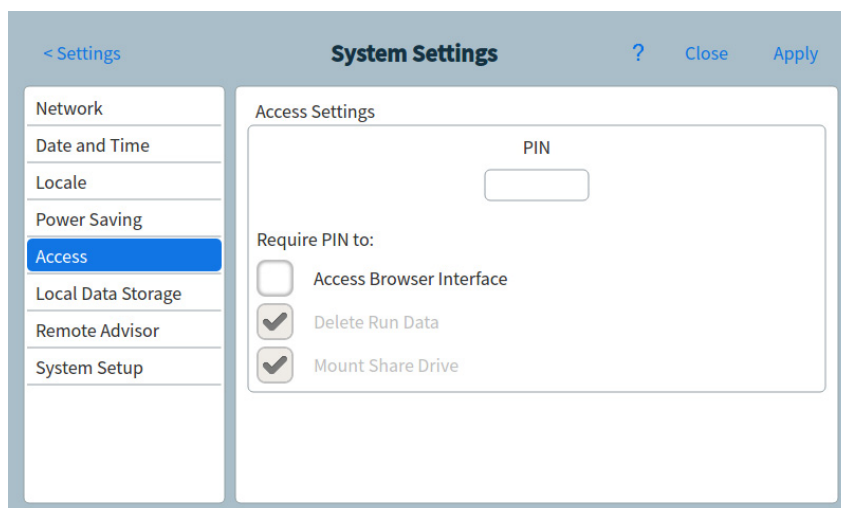
Accesso ai dati di analisi memorizzati

Se si utilizza l'interfaccia del browser per eseguire analisi e raccogliere i dati, il GC memorizza i dati dei risultati internamente. Per accedere a questi dati:

- 1 Dalla pagina **System Settings**, selezionare **Access**. Notare il PIN visualizzato.
- 2 Selezionare **Local Data Storage**. Annotare il percorso alla cartella condivisa del GC.
- 3 Sul PC, connettere un'unità di rete alla cartella condivisa del GC. Quando richiesto, connettersi con le credenziali:

utente: results

password: il PIN (predefinito: 0000).



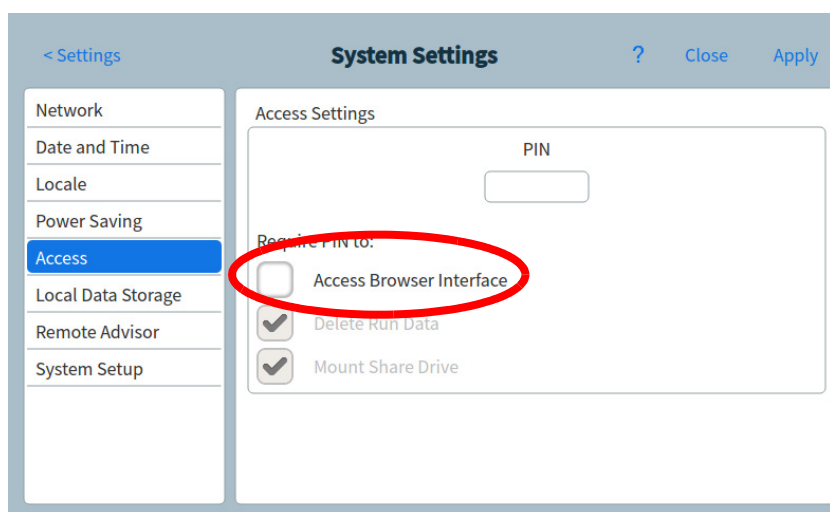
Controllo dell'accesso all'interfaccia del browser

Per impostazione predefinita il GC richiede l'utilizzo di un PIN a quattro cifre per eseguire le seguenti azioni su di esso:

- Eliminare i dati dell'analisi.
- Montare un'unità condivisa.

Per impostazione predefinita, il PIN è impostato su 0000. È inoltre possibile impostare il PIN per l'accesso all'interfaccia del browser. Per impostare il PIN:

- 1 Dalla pagina **System Settings**, selezionare **Access**.
- 2 Selezionare il PIN a quattro cifre per inserire un nuovo PIN.
- 3 Se si desidera, selezionare la casella di controllo accanto a **Access Browser Interface** per richiedere il PIN per tutte le connessioni dell'interfaccia del browser.



Per modificare le impostazioni di avviso remoto

L'avviso remoto è un servizio di controllo ideato per identificare e reagire ai problemi del GC. Il GC monitora costantemente la condizione e genera informazioni che sono inviate a Agilent.

- 1 Dalla pagina System Settings, premere il tasto di selezione **Remote Advisor**. Compare la pagina avviso remoto. Vedere [Figura 45](#).

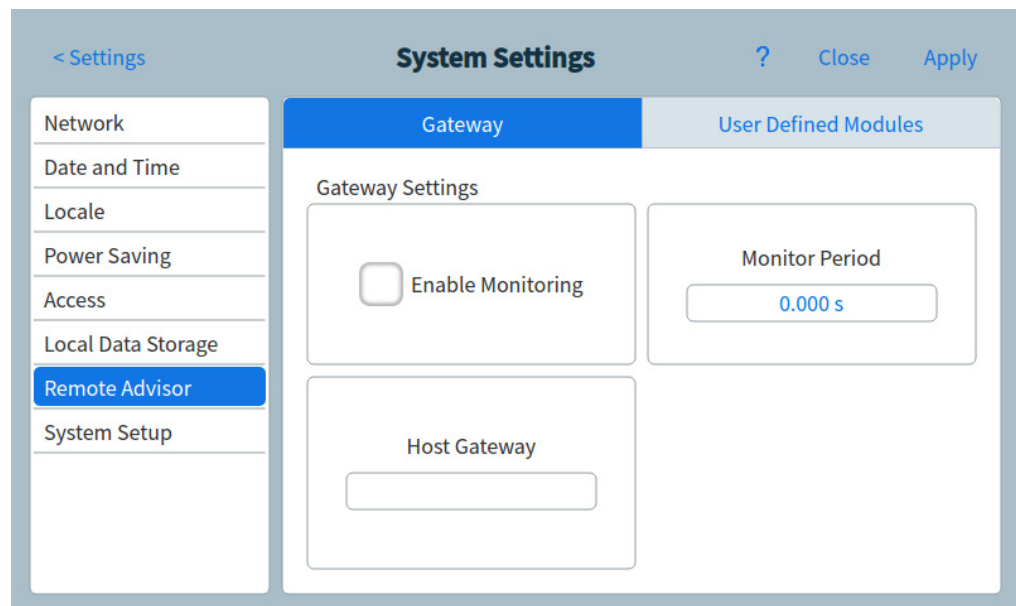


Figura 45 Pagina avviso remoto

- 2 Inserire l'indirizzo IP del servizio di avviso remoto nel campo **Host Gateway**.
- 3 Inserire la frequenza per la raccolta di dati sul GC nel campo **Monitor Period**. Questo determina la frequenza con cui il GC raccoglie i dati e invia il rapporto delle condizioni a Agilent. Questo valore è in secondi.
- 4 Quando vi sono dispositivi aggiuntivi installati sul GC (come un dispositivo di spurgo o trappola), inclusi nell'accordo di

avviso remoto, questi dispositivi sono identificati nella scheda **User Defined Modules**. Per identificare questi tipi di dispositivi:

- a Premere la scheda **User Defined Modules**. Si apre la pagina **User Defined Modules**. Vedere [Figura 46](#).

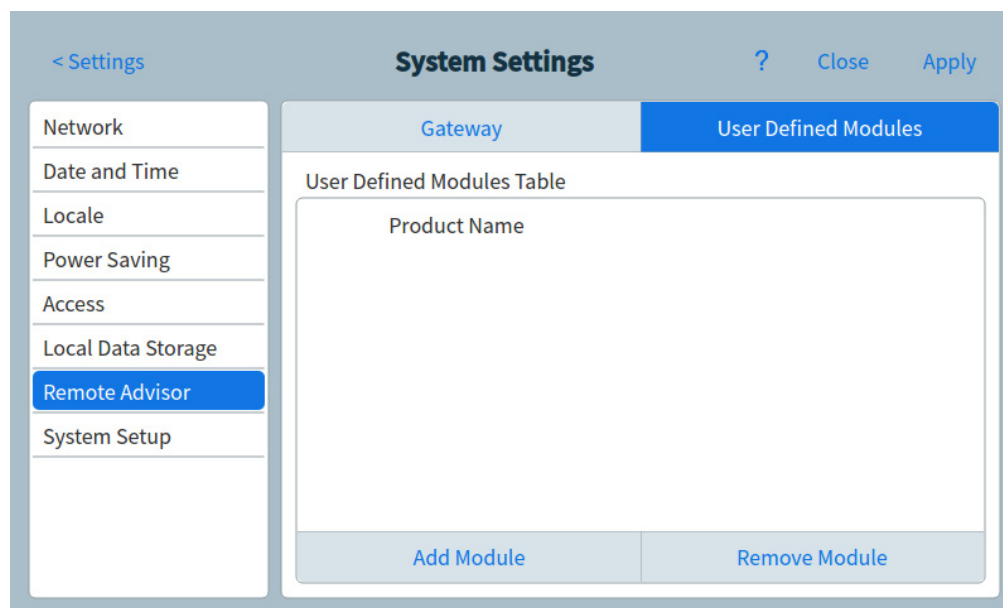


Figura 46 Pagina avviso remoto - scheda moduli definiti dall'utente

- b Premere **Add Module**. Compare un inserimento nome prodotto. Vedere [Figura 47](#).

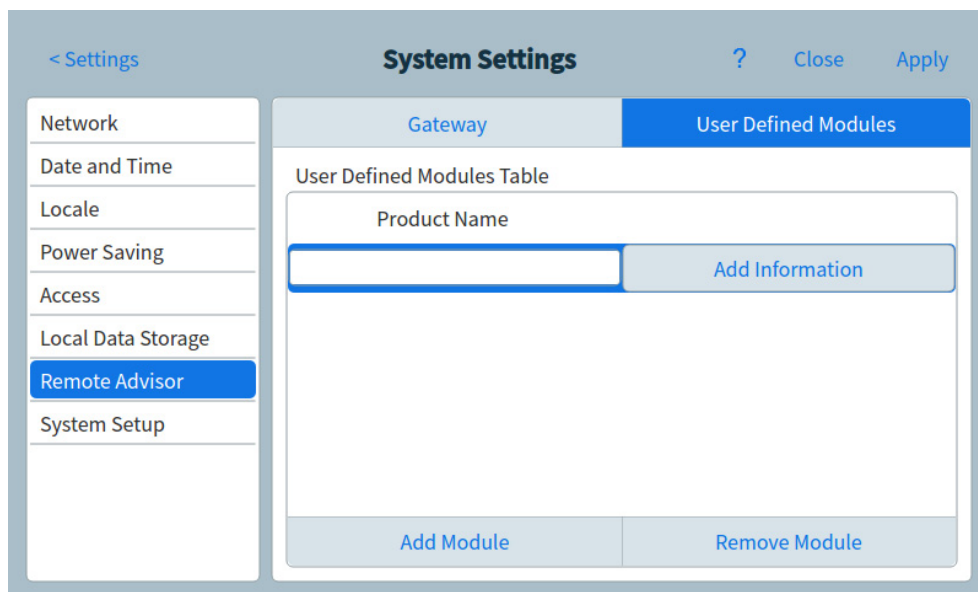


Figura 47 Pagina avviso remoto - aggiungere informazioni

- c Inserire il nome prodotto nel campo corrispondente.
- d Premere **Add Information**. Si apre la finestra di dialogo Hardware. Vedere [Figura 48](#).

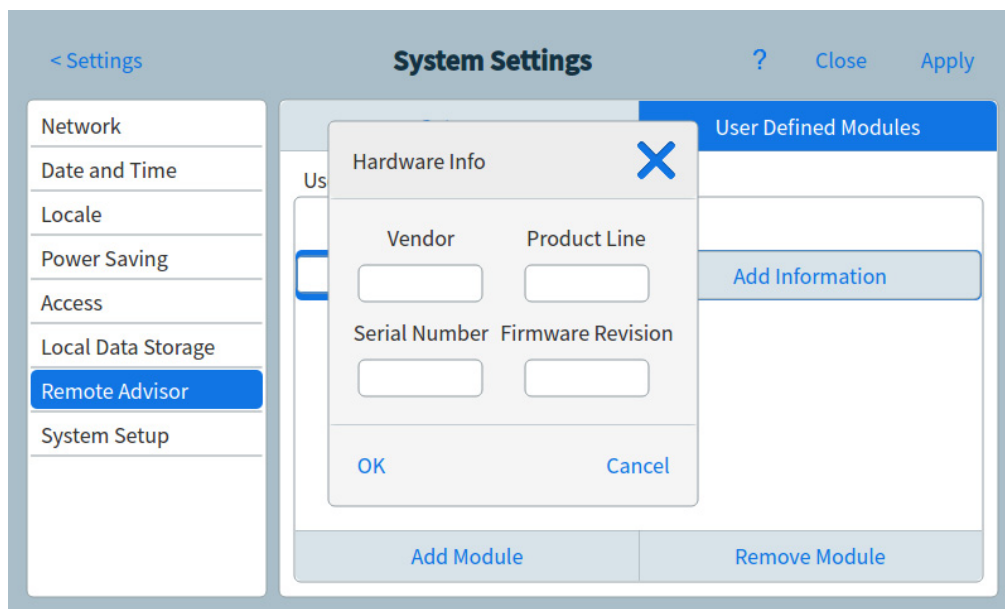


Figura 48 Pagina avviso remoto - finestra di dialogo Hardware

- e Inserire i dettagli per il dispositivo nei campi appropriati.
 - f Premere **OK**. La finestra di dialogo si chiude.
 - g Ripetere da [fase b](#) a [fase f](#) per qualsiasi dispositivo aggiuntivo da aggiungere all'avviso remoto.
- 5 Premere **Save**. Il GC salva tutte le modifiche apportate.

Per eseguire la routine di impostazione del sistema

- 1 Dalla pagina System Settings, premere il tasto di selezione **System Setup**. Si apre la pagina System Setup. Vedere [Figura 40](#).

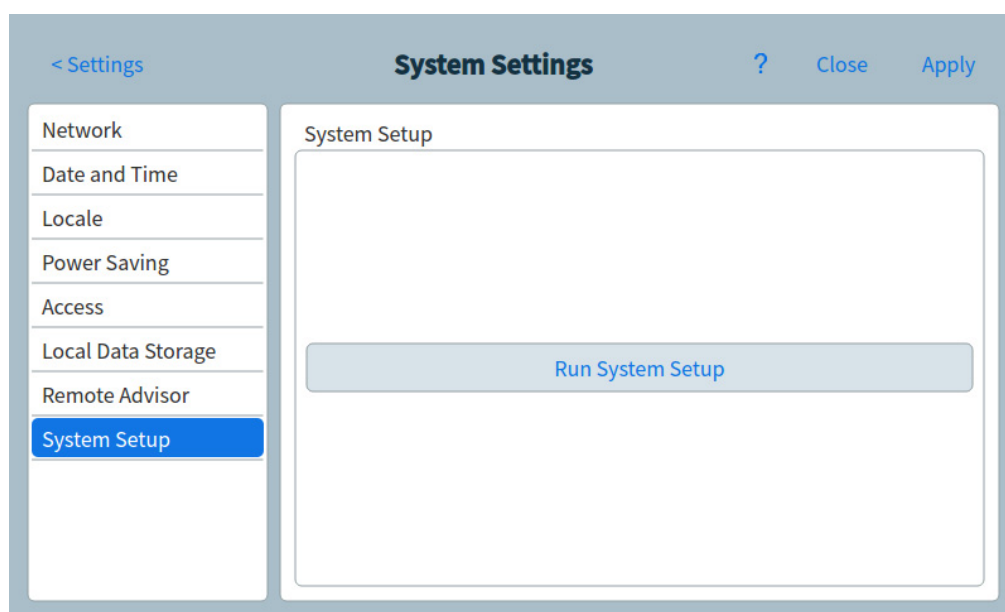


Figura 49 Pagina impostazione di sistema

- 2 Premere **Run System Setup**. Una serie di diapositive dimostrative vengono visualizzate sul touch screen. Queste diapositive illustrano le fasi primarie per impostare il GC per l'uso. Alcune diapositive consentono di inserire le informazioni di impostazioni che sono disponibili nell'interfaccia utente GC. Questi elementi includono:
 - Data e ora del sistema (vedere [“Per impostare la data e l'ora del sistema”](#) a pagina 115)
 - Unità di pressione visualizzate (vedere [“Impostazioni varie”](#) a pagina 143)
 - Indirizzo della rete del sistema (vedere [“Configurazione dell'indirizzo IP per il GC”](#) a pagina 113)

- Tipi di gas del rivelatore e iniettore (vedere [“Configurazione iniettore”](#) a pagina 135)

Inoltre, viene richiesto se il GC è collegato al sistema dati e allertato ad eseguire il controllo. (vedere [“Test cromatografico”](#) a pagina 159).

- 3 Seguire le istruzioni sullo touch screen per vedere la dimostrazione.

Strumenti

La pagina strumenti consente di eseguire analisi di compensazione per le colonne installate sul GC. Consultare [Figura 50](#).

The screenshot shows the 'Tools' page with a 'Column Comp' section. The table below lists the compensation runs:

Start Specified Run	Last Run Time
Column Compensation 1	2016-02-22 10:53:05
Column Compensation 2	2016-02-22 10:53:05
Column Compensation 3	2016-02-22 10:53:05
Column Compensation 4	2016-02-22 10:53:05

The status bar at the bottom shows 'STATUS: NOT READY', 'Sequence ColumnComp', 'Method', and 'Est. Remaining 999:48'. There are also icons for a printer, play, and stop.

Figura 50 Pagina strumenti

Nell'analisi programmata della temperatura, l'uscita dalla colonna aumenta man mano che la temperatura del forno sale. Ciò causa un aumento della linea di base che rende il rilevamento del picco e l'integrazione più difficile. Una compensazione della colonna corregge l'aumento della linea di base.

Un'analisi di compensazione della colonna è creata senza campione iniettato. Il GC raccoglie una serie di punti dati di ogni rivelatore installato. Se un rivelatore non viene installato o viene spento, quella parte della serie è riempita con zeri.

Ogni serie definisce una serie di curve, una per ogni rivelatore, che può essere sottratta all'analisi reale per produrre una linea di base piana.

Quando si usa un sistema dati collegato, un segnale e i dati di compensazione della colonna sono emessi sul sistema di dati in modo che per l'analisi sia disponibile un segnale compensato e uno non compensato.

Eeguire un'analisi di compensazione della colonna

Tutte le condizioni devono essere identiche all'analisi di compensazione della colonna e all'analisi reale. Lo stesso rivelatore e la colonna devono essere usati con temperatura e condizioni di flusso del gas uguali.

Possono essere eseguite fino a quattro analisi di compensazione della colonna. Il GC mantiene i risultati di queste analisi per un uso successivo.

L'analisi di compensazione della colonna può essere usata per compensare una linea di base in aumento durante un'analisi.

- 1 Con la pagina strumenti visualizzata (vedere [Figura 50](#) a pagina 125), premere la **Column Compensation** nella colonna **Start Specified Run**. Il GC esegue l'analisi di compensazione della colonna. Non viene eseguita nessuna iniezione come parte di questa analisi.
- 2 Impostare il rivelatore su **Subtract from Signal: Column compensation Curve #x** (dove **x** è il numero dell'analisi di compensazione della colonna).
- 3 Avviare il metodo. I risultati usano l'analisi di compensazione della colonna per compensare le modifiche della linea di base nella colonna.

Opzioni alimentazione

La finestra di dialogo Power Options consente di chiudere o riavviare il GC dal touch screen.

Per arrestare o chiudere il GC:

- 1 Premere **Settings** sulla barra di controllo del touch screen. Si apre la vista impostazioni. Vedere [Figura 34](#) a pagina 104.
- 2 Premere **Power**. Appare la finestra di dialogo Power Options.

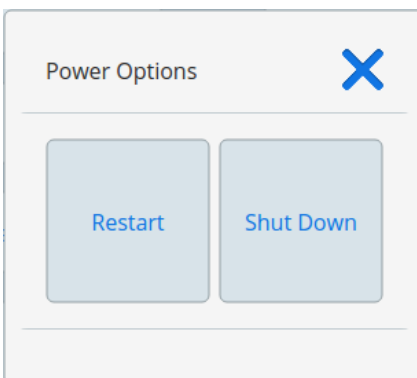


Figura 51 Finestra di dialogo Opzioni alimentazione

- 3 Per riavviare il GC, premere **Restart**. Il GC riparte.
- 4 Per spegnere il GC, premere **Shut Down**. Il GC si spegne.



9 Configurazione

Informazioni sulla configurazione	130
Apportare modifiche di configurazione	131
Configurazione della valvola	133
Per configurare le valvole	133
Configurazione iniettore	135
Configurazione del tipo di iniettore gas	135
Comportamento di arresto	137
Rivelatore 1/Rilevatore 2 Configurazione	138
Configurazione del gas di makeup/riferimento	138
La configurazione per spazio e MSD	140
Configurazione MSD	140
Configurazione del campionatore per spazio di testa	141
Impostazioni varie	143

Informazioni sulla configurazione

Le proprietà di configurazione di un dispositivo sono le stesse 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.

Apportare modifiche di configurazione

Per modificare le proprietà di configurazione di un dispositivo:

- 1 Premere **Settings** sulla barra di controllo del touch screen. Appare la vista impostazioni. Vedere [Figura 52](#).

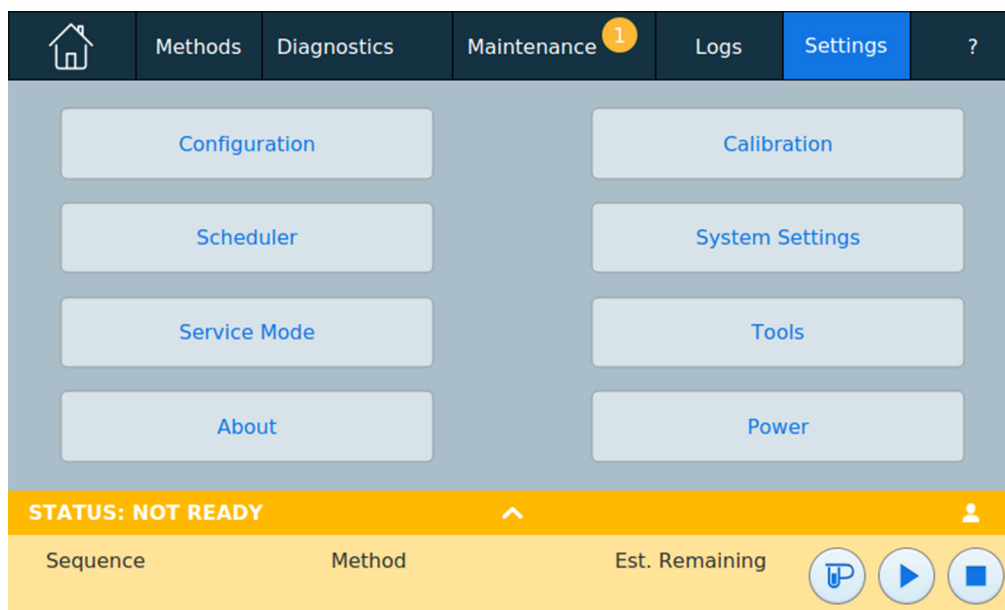


Figura 52 Vista impostazioni

- 2 Premere **Configuration**. Si apre la pagina configurazione. Vedere [Figura 52](#).

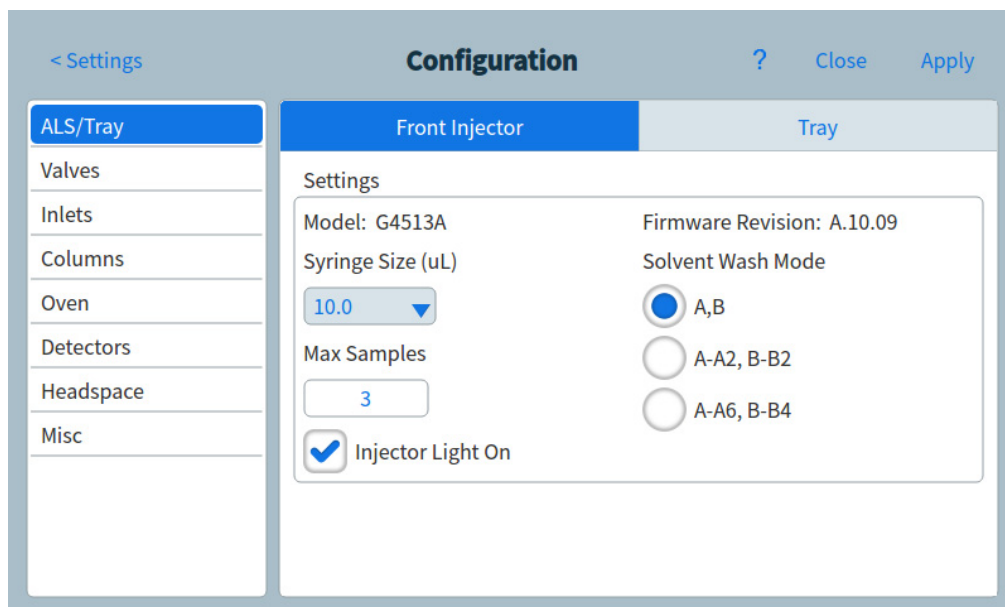


Figura 53 Pagina di configurazione

- 3 Premere il tipo di dispositivo desiderato dall'elenco a sinistra dello schermo. Le proprietà per il tipo di dispositivo selezionato appaiono a destra dello schermo.
- 4 Scorrere le impostazioni del dispositivo per modificare la proprietà. Questo può implicare la selezione da un elenco o l'inserimento di un valore numerico.
- 5 Quando sono state apportate tutte le modifiche, premere **Save**. I valori inseriti sono salvati sul GC.

Configurazione della valvola

La configurazione della valvola fornisce la possibilità di specificare i tipi di valvola, i volumi per il loop e impostazioni di inversione BCD. L'inversione BCD consente di cambiare l'input BCD (1 diventa 0 e 0 diventa 1). Questo consente di ovviare alle differenze di convenzione del codice tra produttori.

Le valvole sono numerate 1, 5, 6, 7 e 8. Non vi sono altre posizioni valvola numerate nel GC.

Notare che la pagina Valvole si apre a prescindere dall'installazione delle valvole nel GC.

Per configurare le valvole

- 1 Premere **Settings** sulla barra di controllo del touch screen. Appare la vista impostazioni. Vedere [Figura 52](#) a pagina 131.
- 2 Premere **Configuration**. Si apre la pagina configurazione. Vedere [Figura 53](#) a pagina 132.
- 3 Premere il tipo di dispositivo **Valves** dall'elenco a sinistra dello schermo. Le proprietà per il tipo di dispositivo selezionato appaiono a destra dello schermo. Vedere [Figura 52](#).

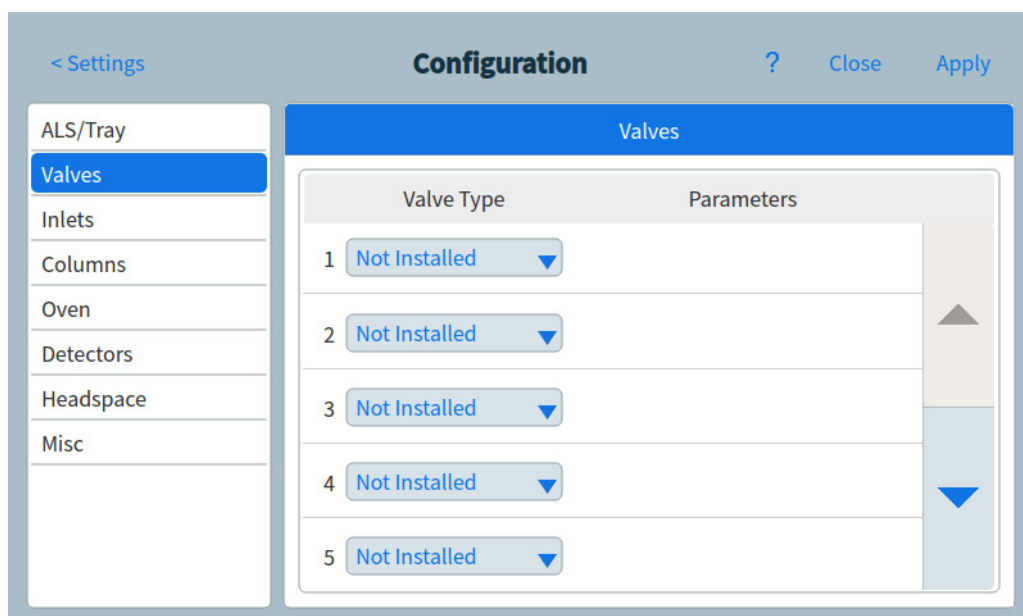


Figura 54 Pagina valvole

- 4 Per ogni valvola installata, selezionare il tipo di valvola dall'elenco a discesa.
- 5 Toccare il parametro da modificare. Si apre una finestra di dialogo.

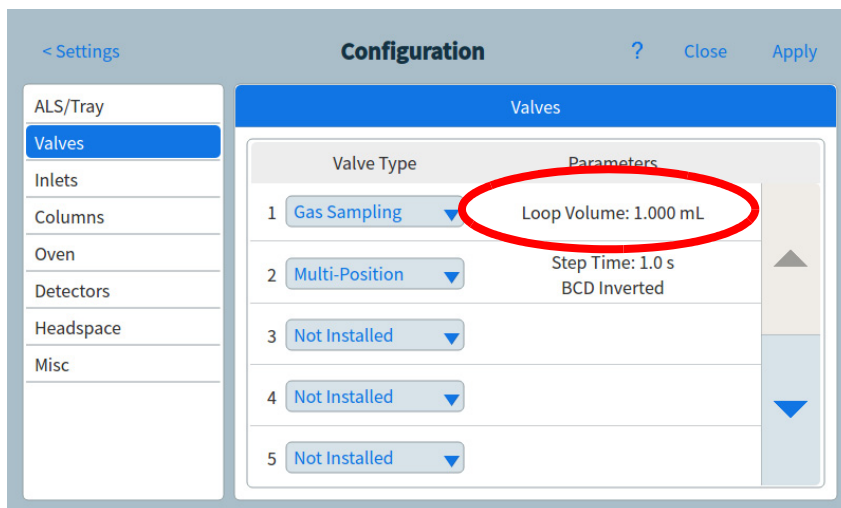


Figura 55 Finestra di dialogo configurazione impostazioni

- 6 Inserire il valore del parametro.
- 7 Chiudere la finestra di dialogo per applicare le impostazioni.
- 8 Toccare **Apply** (Applica).

Configurazione iniettore

Configurazione del tipo di iniettore gas

Il GC deve essere a conoscenza del tipo di gas di trasporto utilizzato. Per modificare il tipo di trasporto di gas:

- 1 Premere **Settings** sulla barra di controllo del touch screen. Si apre la vista impostazioni. Vedere [Figura 52](#) a pagina 131.
- 2 Premere **Configuration**. Si apre la pagina configurazione. Vedere [Figura 53](#) a pagina 132.
- 3 Premere il tipo di dispositivo **Valves** dall'elenco a sinistra dello schermo. Le proprietà per il tipo di dispositivo selezionato appaiono a destra dello schermo. Vedere [Figura 56](#).

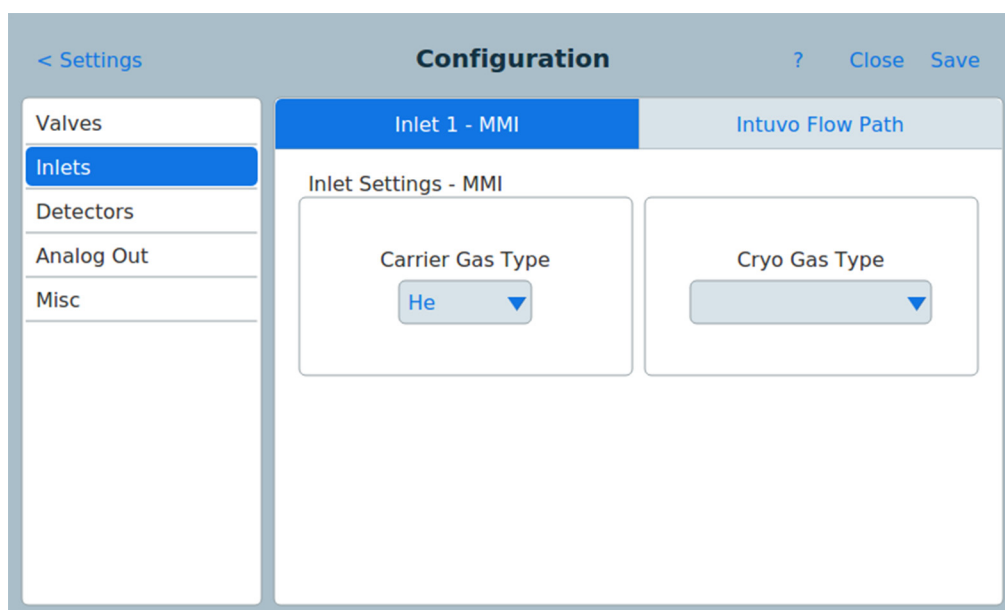


Figura 56 Pagina iniettori

- 4 Selezionare il tipo di gas desiderato dall'elenco a discesa **Carrier Gas Type**.
- 5 Quando si configura un iniettore MMI, è possibile selezionare uno dei molteplici tipi di refrigerante. Utilizzare l'elenco **Cryo Gas Type** per scegliere il refrigerante desiderato. In genere è preferibile selezionare il tipo di refrigerante adatto al hardware installato.
 - **N2 cryo** Selezionare se è installata l'opzione LN₂/aria e si utilizza LN₂.

- **CO2 cryo** Selezionare se è installata l'opzione CO₂ e si utilizza LCO₂.
 - **Compressed air** Selezionare se è installata l'opzione LN₂/aria e si utilizza solo aria compressa. Se si seleziona **Compressed air** come tipo di refrigerante, l'aria viene utilizzata per raffreddare l'iniettore indipendentemente dal valore di regolazione **Use cryo temperature** durante il ciclo di raffreddamento. Se l'iniettore raggiunge il valore di regolazione, il refrigerante si disattiva e non partecipa al ciclo di raffreddamento.
- 6 Se viene selezionato **Cryo Gas Type** appaiono numerosi parametri. Impostarli come descritto di seguito.
- Cryo attiva il sistema criogenico dell'iniettore al punto di regolazione specificato **Use cryo temperature**. Disabilitare questa opzione disabilita il raffreddamento. Se come Cryo type viene selezionato **N2 cryo** o **CO2 cryo**, questo valore di regolazione determina la temperatura sotto la quale viene impiegato costantemente il sistema criogenico per mantenere l'iniettore su questo valore. Impostare **Use cryo temperature** su un valore uguale o superiore al valore di regolazione dell'iniettore per raffreddare l'iniettore e mantenere tale valore finché il programma per la temperatura dell'iniettore supera il valore in **Use cryo temperature**. Se il valore in **Use cryo temperature** è minore del valore di regolazione dell'iniettore, il sistema criogenico raffredderà l'iniettore portandolo al valore di regolazione iniziale, poi si spegnerà.
 - Il parametro **Cryo timeout** è disponibile con tipi Cryo **N2 cryo** e **CO2 cryo**. Consente di conservare il liquido criogenico. Se selezionato, lo strumento arresta l'iniettore e il sistema criogenico, nel caso in cui l'analisi non inizi entro i minuti specificati. L'intervallo possibile è tra 2 e 120 minuti (30 minuti è il valore predefinito). Questa funzione viene disabilitata disattivando il timeout del sistema criogenico. Si consiglia di attivare l'opzione Cryo timeout perché consente di conservare il refrigerante al termine di una sequenza o in caso di automazione non riuscita. È anche possibile utilizzare un metodo Post Sequence.
 - Il parametro **Cryo timeout** è disponibile con tipi Cryo **N2 cryo** e **CO2 cryo**. Arresta la temperatura dell'iniettore se non viene raggiunto il valore di regolazione dopo 16 minuti di funzionamento continuo del sistema criogenico. Notare che si tratta del tempo necessario a raggiungere il valore di regolazione, e non del tempo per stabilizzare e raggiungere lo stato di pronto.

- 7 Premere la scheda **Intuvo Flow Path**. Si apre la pagina percorso del flusso Intuvo. Vedere [Figura 57](#).

The screenshot shows a configuration interface for the Intuvo Flow Path. On the left is a sidebar with a list of settings: ALS, Valves, Inlets (highlighted in blue), Columns, Detectors, Analog Out, Headspace, and Misc. The main area is titled 'Configuration' and has two tabs: 'Inlet 1 - SSL' and 'Intuvo Flow Path' (the active tab). Below the tabs, a red warning message reads: 'A Smart Key is present. Some fields may be locked.' The configuration fields are arranged in two columns:

Manufacturer	Date Manufactured
AGILENT	2016-02-25
Batch Number	Part Number
DB123456	G4581-60033
Max Temperature	Min Temperature
450 °C	0 °C

Figura 57 Pagina percorso del flusso Intuvo

- 8 Utilizzare i campi di questa pagina per modificare le impostazioni del percorsi del flusso come necessario.
- 9 Premere **Save**. I valori inseriti sono salvati al GC.

Comportamento di arresto

Sia le opzioni Both Cryo timeout che Cryo possono causare l'arresto del sistema criogenico. Se ciò avviene, il riscaldatore dell'iniettore si spegne e la valvola criogenica si chiude. Il GC emette un segnale acustico e compare un messaggio.

Il riscaldatore dell'iniettore viene tenuto sotto controllo per evitare che si surriscaldi. Se il riscaldatore rimane acceso alla massima potenza per oltre 2 minuti, il riscaldatore si arresta. Il GC emette un segnale acustico e compare un messaggio.

Per riprendere da una delle due condizioni, spegnere e poi riaccendere il GC, oppure inserire un nuovo valore di regolazione.

Rivelatore 1/Rilevatore 2 Configurazione

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.

Se l'iniettore ha una colonna non definita, la portata di makeup è costante. Se la colonna è definita, è possibile scegliere tra due modalità di gas di makeup. Per impostare il gas di makeup per un rivelatore:

- 1 Premere **Settings** sulla barra di controllo del touch screen. Appare la vista impostazioni. Vedere [Figura 52](#) a pagina 131.
- 2 Premere **Configuration**. Si apre la pagina configurazione. Vedere [Figura 53](#) a pagina 132.
- 3 Premere il tipo di dispositivo **Detectors** dall'elenco a sinistra dello schermo. Le proprietà per il tipo di dispositivo selezionato appaiono a destra dello schermo. Vedere [Figura 58](#).

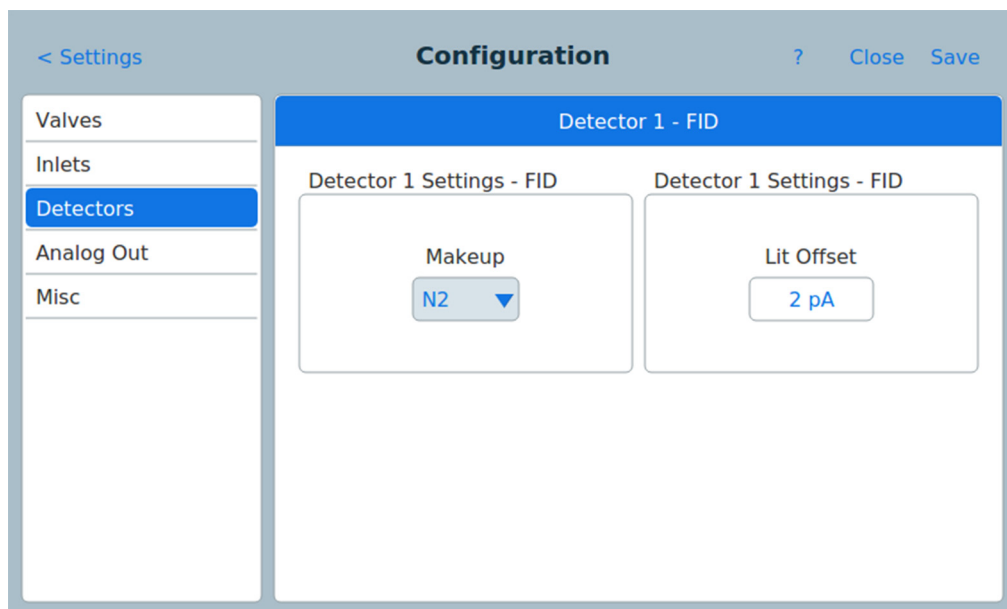


Figura 58 Pagina rivelatori

- 4 Utilizzare l'elenco a discesa **Makeup** per scegliere il tipo di gas desiderato per il rivelatore.

- 5 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.

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.

Utilizzare il campo di testo **Lit Offset** per specificare l'offset.

- 6 Premere **Save**. I valori inseriti sono salvati al GC.

La configurazione per spazio e MSD

Configurazione MSD

Il metodo di configurazione di un MSD collegato varia secondo il modello del MSD usato.

5977B HES GC/MSD

Il 5977B si collega al GC attraverso il cavo LVDS a una delle porte ELVDS di comunicazione sul pannello del GC. Per questo motivo, il GC tratta l'MSD come un rivelatore. Non è necessaria la configurazione di comunicazione.

Per modificare le impostazioni 5977B:

- 1 Premere **Settings** sulla barra di controllo del touch screen. Appare la vista impostazioni. Vedere [Figura 52](#) a pagina 131.
- 2 Premere **Configuration**. Si apre la pagina configurazione. Vedere [Figura 53](#) a pagina 132.
- 3 Premere il tipo di dispositivo **Detectors** dall'elenco a sinistra della pagina. Le proprietà per il tipo di dispositivo selezionato appaiono a destra della pagina. Vedere [Figura 59](#).

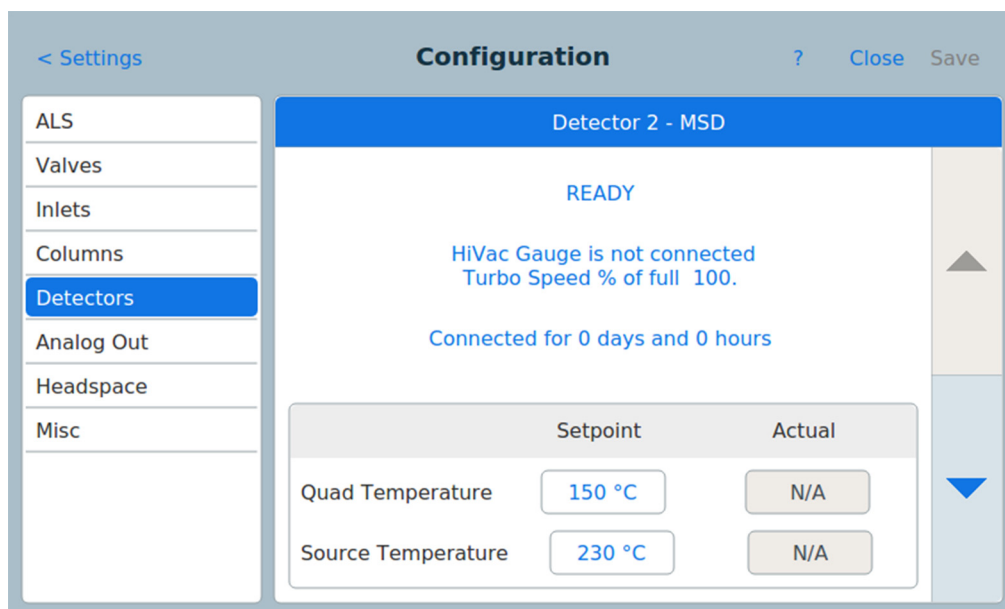


Figura 59 Pagina di impostazioni del rivelatore MSD

- 4 Usare questa pagina per inserire i dettagli per controllare l'MSD. Questo include i punti di impostazione delle

temperature, impostazioni di comunicazione, informazioni MSD e avvio ventilazione, diminuzioni di poma e riavvii.

- 5 Premere **Save**. I valori inseriti sono salvati al GC.

5977A, 7000C, 7000D, 7010A, 7010B GC/MS

Questi dispositivi si collegano al GC attraverso il cavo LAN sia al cavo LAN dietro il GC o al GC attraverso la rete di laboratorio. Per modificare le impostazioni:

- 1 Premere **Settings** sulla barra di controllo del touch screen. Appare la vista impostazioni. Vedere [Figura 52](#) a pagina 131.
- 2 Premere **Configuration**. Si apre la pagina configurazione. Vedere [Figura 53](#) a pagina 132.
- 3 Premere il tipo di dispositivo **Detectors** dall'elenco a sinistra della pagina. Le proprietà per il tipo di dispositivo selezionato appaiono a destra della pagina. Vedere [Figura 59](#) a pagina 140.
- 4 Usare questa pagina per inserire i dettagli per controllare l'MSD. Questo include i punti di impostazione delle temperature, impostazioni delle comunicazioni, informazioni MSD e avvio ventilazione, guasti alla pompa e riavvii.
- 5 Premere **Save**. I valori inseriti sono salvati al GC.

Configurazione del campionatore per spazio di testa

Il campionatore per spazio di testa 7697A è supportato dal GC. Il campionatore per spazio di testa si collega al GC attraverso il cavo LAN sia al cavo LAN dietro il GC o al GC attraverso la rete di laboratorio. Per modificare le impostazioni:

- 1 Premere **Settings** sulla barra di controllo del touch screen. Appare la vista impostazioni. Vedere [Figura 52](#) a pagina 131.
- 2 Premere **Configuration**. Si apre la pagina configurazione. Vedere [Figura 53](#) a pagina 132.
- 3 Premere il tipo di dispositivo **Headspace** dall'elenco a sinistra della pagina. Le proprietà per il tipo di dispositivo selezionato appaiono a destra della pagina. Vedere [Figura 60](#).

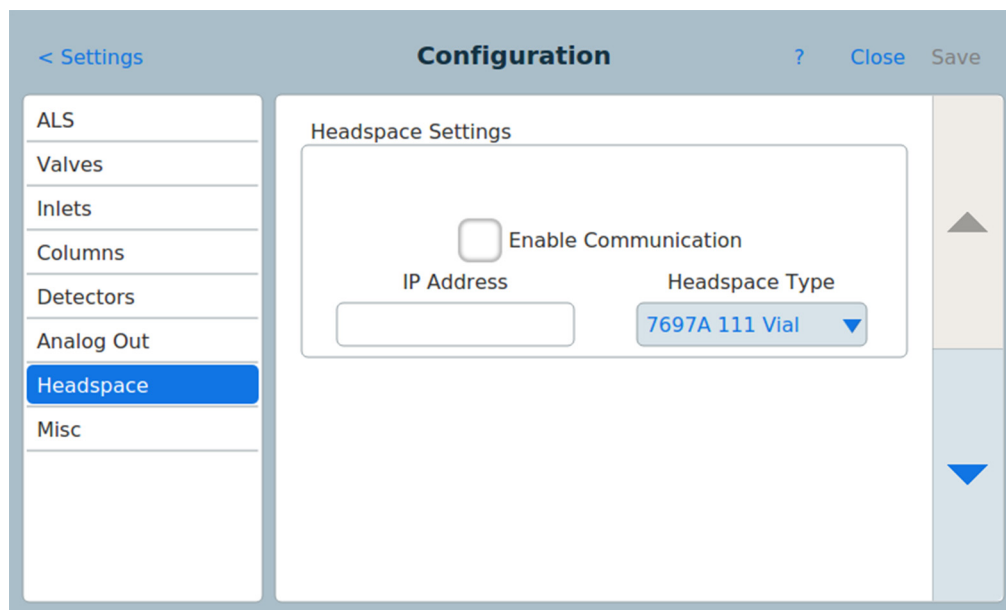


Figura 60 Pagina impostazioni per spazio

- 4 Usare questa pagina per inserire i dettagli per controllare il campionatore per spazio di testa.
- 5 Premere **Save**. I valori inseriti sono salvati al GC.

Impostazioni varie

Il GC fornisce due impostazioni varie.

- Se consentire l'uso delle colonne senza tasti SmartID.
- Le unità di pressione visualizzate dal GC

Per modificare le impostazioni varie:

- 1 Premere **Settings** sulla barra di controllo del touch screen. Si apre la vista impostazioni. Vedere [Figura 52](#) a pagina 131.
- 2 Premere **Configuration**. Si apre la pagina configurazione. Vedere [Figura 53](#) a pagina 132.
- 3 Premere il tipo di dispositivo **Misc** dall'elenco a sinistra della pagina. Le proprietà per il tipo di dispositivo selezionato compaiono a destra della pagina. Vedere [Figura 61](#).

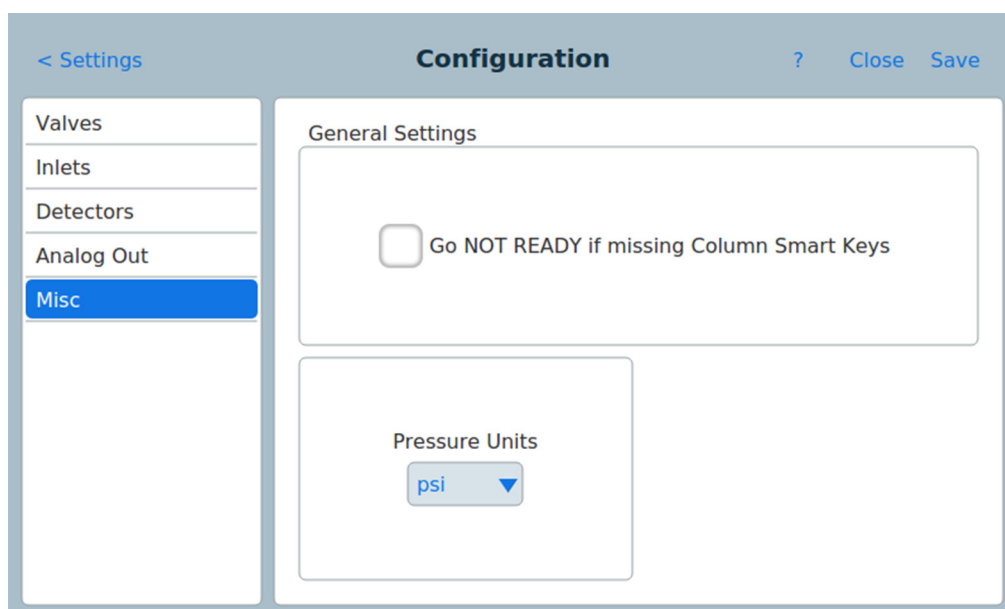
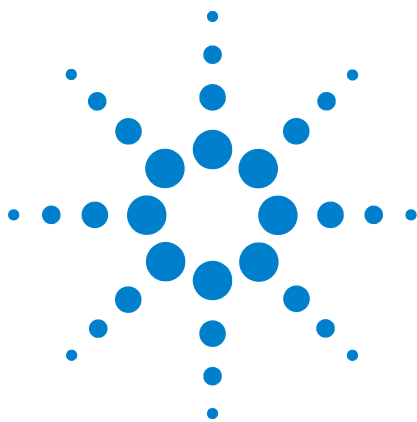


Figura 61 Pagina impostazioni varie

- 4 Selezionare il tipo di unità desiderate dall'elenco **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
- 5 Premere **Save**. I valori inseriti sono salvati al GC.



10 Risparmio delle risorse

Risparmio delle risorse	146
Metodi sleep	147
Metodi Wake e Condition	149
Impostazione del GC su risparmio delle risorse	151

Questa sezione descrive le funzioni del GC per il risparmio delle risorse. Se i sistemi GC-MS, GC-HS o HS-GC-MS vengono utilizzati con altri strumenti configurati per offrire un tipo di comunicazione avanzata, sono disponibili altre funzionalità. Vedere “Funzionalità Intelligent Instrument” a pagina 195.

Risparmio delle risorse

Il GC Agilent Intuvo 9000 fornisce una pianificazione dello strumento che consente di risparmiare alcune risorse, tra cui elettricità e gas. Grazie alla pianificazione dello strumento, è possibile assegnare metodi di sospensione, riattivazione e condizionamento che permettono di programmare l'utilizzo delle risorse. Il metodo SLEEP imposta flussi e temperature bassi. Il metodo WAKE imposta flussi e temperature nuovi, in genere per ripristinare le condizioni operative. Il metodo CONDITION imposta flussi e temperature per un'analisi specifica, in genere valori sufficientemente alti a eliminare un'eventuale contaminazione.

Si consiglia di caricare il metodo Sleep ad una determinata ora del giorno per ridurre i flussi e le temperature. Caricare invece il metodo Wake o Condition per ripristinare i valori analitici prima di rimettere in funzione il GC. Può essere quindi utile caricare ad esempio il metodo Sleep a fine giornata o alla fine della settimana lavorativa, e caricare il metodo Wake o Condition all'incirca un'ora prima di arrivare al lavoro il giorno successivo.

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

Ogni tipo di campione reagisce diversamente nel GC (per alcuni è necessaria una temperatura della colonna più elevata, per altri serve una pressione gassosa inferiore o un rivelatore diverso), pertanto è adottare un metodo diverso per ogni specifico tipo di analisi.

Il touch screen del GC Agilent Intuvo 9000 fornisce accesso a un metodo singolo, indicato come Metodo attivo.

Questo metodo può essere modificato sul GC usando il touch screen.

Metodi aggiuntivi possono essere creati, modificati e memorizzati sul GC usando un sistema dati collegato. Il sistema dati collegato può essere usato per modificare il metodo attivo sul GC.

Sebbene questi metodi non vengono visualizzati visivamente sul GC dopo il download sul GC dal sistema di dati, possono essere usati dalla funzionalità programmatore del GC.

Metodi sleep

Utilizzare un sistema dati collegato per creare un metodo Sleep per ridurre il consumo di gas ed energia nei periodi di minore attività.

Quando si crea un metodo Sleep, considerare quanto segue:

- Il rivelatore. È possibile ridurre le temperature e l'utilizzo dei gas. Considerare tuttavia il tempo di stabilizzazione richiesto per preparare il rivelatore all'utilizzo. Vedere [Tabella 1](#) a pagina 30. Il risparmio di energia è minimo.
- Dispositivi collegati. Se lo strumento è collegato ad un dispositivo esterno, ad esempio uno spettrometro di massa, impostare flussi e temperature compatibili.
- Gli iniettori. Il flusso deve essere tale da impedire la contaminazione.
- Sistema criogenico. I dispositivi che utilizzano il sistema criogenico devono essere avviati immediatamente utilizzando tale sistema se il metodo Wake lo richiede.

Vedere la [Tabella 7](#) per consigli di carattere generale.

Tabella 7 Consigli sul metodo Sleep

Componente GC	Commento
Colonne	<ul style="list-style-type: none"> • Ridurre la temperatura per risparmiare energia. • Spegnerne per risparmiare più energia. • Lasciare scorrere il gas di trasporto per proteggere le colonne.
Iniettori	<p>Per tutti gli iniettori:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Ridurre le temperature. Ridurre le temperature a 40°C o spegnere per risparmiare più energia.
Split/splitless	<ul style="list-style-type: none"> • Utilizzare la modalità split per evitare l'entrata di contaminanti attraverso il tubo di scarico. Utilizzare un rapporto di splittaggio ridotto. • Ridurre la pressione. Considerare l'utilizzo dei livelli attuali della modalità Gas Saver (ove disponibile).
Multimodale	<ul style="list-style-type: none"> • Utilizzare la modalità split per evitare l'entrata di contaminanti attraverso il tubo di scarico. Utilizzare un rapporto di splittaggio ridotto. • Ridurre la pressione. Considerare l'utilizzo dei livelli attuali della modalità Gas Saver (ove disponibile).
Rivelatori	
FID	<ul style="list-style-type: none"> • Spegnerne la fiamma. In questo modo di disattivano i flussi di idrogeno e di aria. • Ridurre le temperature. Mantenere almeno a 100°C per ridurre la contaminazione e la condensa. • Disattivare il flusso di makeup.

Tabella 7 Consigli sul metodo Sleep

Componente GC	Commento
FPD ⁺	<ul style="list-style-type: none"> • Spegner la fiamma In questo modo di disattivano i flussi di idrogeno e di aria. • Ridurre le temperature. Mantenere almeno a 100°C per ridurre la contaminazione e la condensa. • Disattivare il flusso di makeup.
ECD	<ul style="list-style-type: none"> • Ridurre il flusso di makeup. Provare a utilizzare 15–20mL/min e verificare i risultati. • Mantenere la temperatura per evitare tempi di ripristino/stabilizzazione lunghi.
NPD	<ul style="list-style-type: none"> • Gestire flussi e temperature. Il metodo Sleep non è consigliato per i tempi di ripristino. Anche il ciclo termico può ridurre la durata dell'elemento attivo.
TCD	<ul style="list-style-type: none"> • Lasciare attivo il filamento. • Lasciare attiva la temperatura di blocco. • Ridurre i flussi di riferimento e makeup.
Altri dispositivi	
Comparto delle valvole	<ul style="list-style-type: none"> • Ridurre la temperatura. La temperatura del comparto delle valvole deve essere sufficientemente alta da impedire la condensa del campione, ove applicabile.
Zone termiche ausiliarie	<ul style="list-style-type: none"> • Ridurre o disattivare. Fare anche riferimento ai manuali di qualsiasi dispositivo collegato (ad esempio, un MSD collegato).
Pressioni o flussi ausiliari	<ul style="list-style-type: none"> • Ridurre o disattivare a seconda delle colonne, delle linee di trasferimento collegate, ecc. Fare sempre riferimento ai manuali dei dispositivi e strumenti collegati (ad esempio dell'MSD), per mantenere almeno i flussi e le pressioni ai livelli minimi consigliati.

Metodi Wake e Condition

Esistono diversi modi per programmare il GC perché sia riattivato:

- Caricando l'ultimo metodo attivo utilizzato prima della sospensione
- Caricando il metodo WAKE
- Eseguendo un metodo chiamato CONDITION, e caricando poi l'ultimo metodo attivo
- Eseguendo un metodo detto CONDITION, e caricando poi il metodo WAKE

NOTA

Il GC può anche memorizzare metodi di sospensione, riattivazione e condizionamento che sono stati creati dall'UI browser o da un sistema dati collegato. Sebbene questi metodi non vengono visualizzati visivamente sul GC dopo il download sul GC dal sistema di dati, possono essere usati dalla funzionalità programmatore del GC.

Si tratta di possibilità flessibili per la preparazione del GC dopo un ciclo di sospensione.

Un metodo WAKE imposta le temperature e i flussi. Il programma di temperatura del forno è isotermico poiché il GC non avvia un'analisi. Quando il GC carica un metodo **WAKE** mantiene quelle impostazioni finché non viene caricato un altro metodo tramite touch screen, sistema dati o avviando una sequenza.

Un metodo **WAKE** può comprendere qualsiasi impostazione. In genere, tuttavia, esegue le seguenti operazioni:

- Ripristina i flussi di iniettore, rivelatore, colonna e linea di trasferimento.
- Ripristina le temperature.
- Accende la fiamma di FID o FPD⁺.
- Ripristina le modalità dell'iniettore.

Un metodo CONDITION imposta i flussi e le temperature per la durata del programma del forno del metodo. Al termine del programma, il GC carica il metodo **WAKE** o l'ultimo metodo attivo prima della sospensione, come specificato nella pianificazione dello strumento (o all'uscita manuale dallo stato di sospensione).

Il metodo Condition può anche essere utilizzato per impostare temperature e flussi più elevati del normale al fine di eliminare qualsiasi possibile contaminazione formatasi nel GC durante la sospensione.

Impostazione del GC su risparmio delle risorse

Impostare il GC sul risparmio delle risorse creando e utilizzando **Instrument Schedule**:

- 1 Premere Settings sulla barra di controllo del touch screen. Si apre la vista impostazioni. Vedere [Figura 62](#).

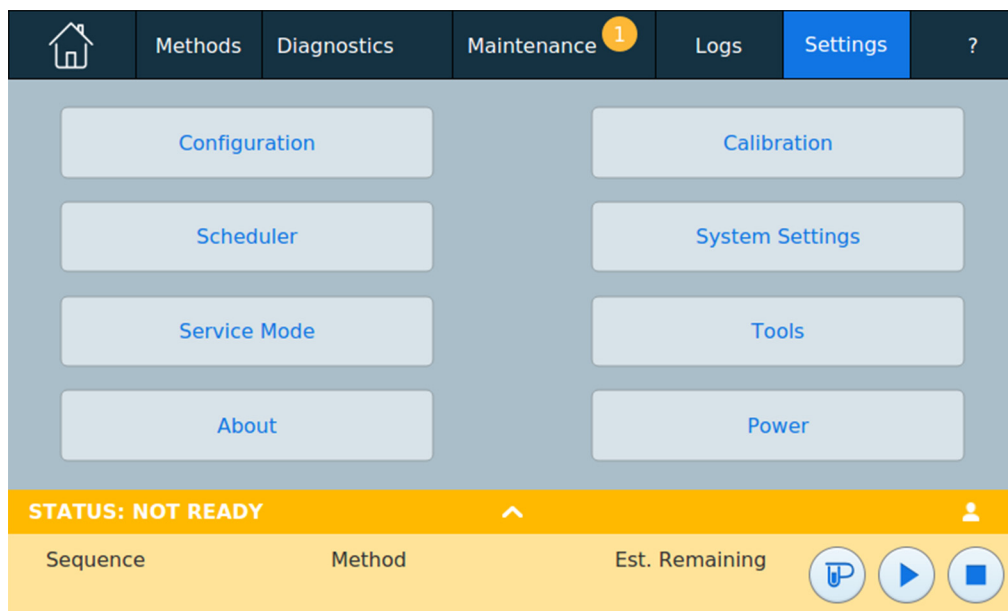


Figura 62 Vista impostazioni

- 2 Premere **Scheduler**. Si apre la pagina Instrument Schedule. Vedere [Figura 63](#).

Day	Set Wake Method	Wake Time	Set Sleep Method	Sleep Time
Sunday	<input type="checkbox"/>	: AM ▼	<input type="checkbox"/>	: AM ▼
Monday	<input type="checkbox"/>	: AM ▼	<input type="checkbox"/>	: AM ▼
Tuesday	<input type="checkbox"/>	: AM ▼	<input type="checkbox"/>	: AM ▼
Wednesday	<input type="checkbox"/>	: AM ▼	<input type="checkbox"/>	: AM ▼
Thursday	<input type="checkbox"/>	: AM ▼	<input type="checkbox"/>	: AM ▼
Friday	<input type="checkbox"/>	: AM ▼	<input type="checkbox"/>	: AM ▼
Saturday	<input type="checkbox"/>	: AM ▼	<input type="checkbox"/>	: AM ▼

STATUS: IDLE WIN7ENAcquisitionServe4236

Sequence	Method	Est. Remaining
		999:59

Figura 63 Pagina Instrument Schedule

- 3 Creare **Instrument Schedule**. Non è necessario programmare gli eventi ogni giorno. È infatti possibile programmare il GC in modo che vada in sospensione il venerdì sera e che si riattivi il lunedì mattina, mantenendo continuamente le condizioni operative nel fine settimana.
 - a Inserire un **Wake Time** per ogni giorno desiderato. Utilizzare la casella dell'elenco a discesa corrispondente per specificare **AM** o **PM**.
 - b Inserire uno **Sleep Time** per ogni giorno desiderato. Utilizzare la casella dell'elenco a discesa corrispondente per specificare **AM** o **PM**.
 - c Scegliere **Set Wake Method** per ogni giorno desiderato, come applicabile. Questo farà eseguire il metodo Wake quando il GC si attiva nei giorni selezionati. (vedere "[Metodi Wake e Condition](#)" a pagina 149).
 - d Scegliere **Set Sleep Method** per ogni giorno desiderato, come applicabile. Questo farà eseguire il metodo Sleep prima che il GC si disattivi i giorni selezionati. (vedere "[Metodi sleep](#)" a pagina 147).
- 4 Scorrere all'area Scheduler Options Vedere [Figura 64](#).

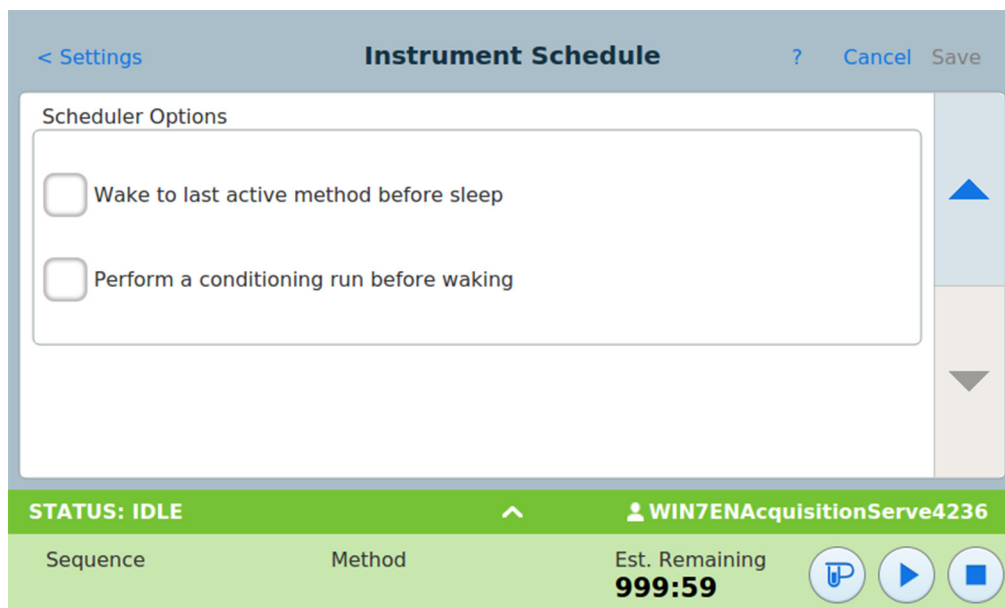


Figura 64 Area opzioni Scheduler

- 5 Decidere la modalità di ripristino dei flussi. Scegliere le opzioni desiderate:
 - Attivare ultimo metodo attivo prima della sospensione: In un momento specifico, il GC ripristinerà l'ultimo metodo attivo utilizzato prima della sospensione.
 - Eseguire un condizionamento prima di attivare: In un momento specifico, il GC caricherà il metodo Condition. Il metodo parte due volte. Vedere ["Metodi Wake e Condition"](#) a pagina 149).
- 6 Premere **Save**. Le impostazioni sono salvate nel GC.

10 Risparmio delle risorse



11 Programmazione

- Programmazione oraria 156
- Utilizzo degli eventi orari 156
- Aggiunta di eventi alla tabella oraria 156
- Eliminazione degli eventi orari 157

Programmazione oraria

La programmazione oraria consente la modifica automatica di determinati valori di regolazione a un'ora specificata nel corso delle 24 ore di un giorno. Quindi, un evento programmato per le 14:35 si verificherà alle 2:35 del pomeriggio. Una sequenza o un'analisi in esecuzione ha la priorità su tutti gli eventi programmati a livello orari in questa fascia di tempo. Se ciò accade, questi eventi non sono eseguiti.

I possibili eventi orari includono:

- Controllo valvola
- Caricamento del metodo e della sequenza
- Avvio delle sequenze
- Avvio delle analisi di controllo e di preparazione
- Modifiche di compensazione colonna
- Regolazioni dell'offset rilevatore
- Avvio delle analisi di controllo e di preparazione

Utilizzo degli eventi orari

La funzione Clock Table consente di programmare eventi che si verificheranno durante le 24 ore di un giorno. Gli eventi orari che dovrebbero verificarsi durante un'analisi o una sequenza sono ignorati.

Ad esempio, la tabella oraria può essere usata per eseguire un'analisi di controllo prima di riprendere l'attività al mattino.

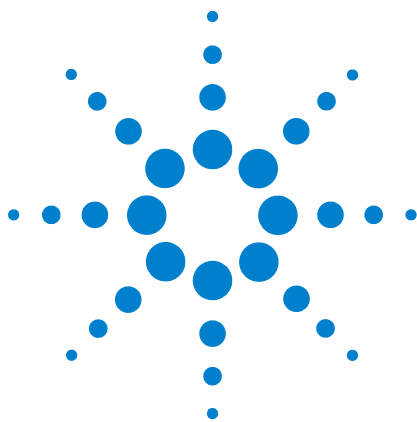
Aggiunta di eventi alla tabella oraria

- 1 Selezionare **Settings** sul touchscreen.
- 2 Selezionare **Scheduler** nella colonna di sinistra delle opzioni.
- 3 Selezionare la freccia giù sul lato destro per visualizzare la tabella oraria.
- 4 Selezionare **+Add**.
- 5 Scegliere i parametri per Clock Type e Frequency nei rispettivi menu a discesa.
- 6 Impostare l'ora in cui l'evento deve verificarsi.
- 7 Selezionare **Aggiungi** per aggiungere questa voce alla tabella oraria.

- 8 Ripetere questa procedura fino a quando tutte le voci sono aggiunte.

Eliminazione degli eventi orari

- 1 Selezionare **Settings** sul touchscreen.
- 2 Selezionare **Scheduler** nella colonna di sinistra delle opzioni.
- 3 Selezionare la freccia giù sul lato destro per visualizzare la tabella oraria.
- 4 Selezionare la **X** a destra dell'evento desiderato. Verrà richiesto di confermare l'eliminazione.
- 5 Selezionare **Si** per eliminare l'evento.



12 Test cromatografico

Test cromatografico	160
Preparazione del test cromatografico	161
Verifica delle prestazioni del FID	162
Verifica delle prestazioni del TCD	167
Verifica delle prestazioni del NPD	172
Verifica delle prestazioni dell'ECD	176
Per controllare la prestazione del FPD ⁺ (campione 5188-5953)	181
Preparazione	181
Prestazioni del fosforo	182
Prestazioni dello zolfo	185
Per verificare le prestazioni del FPD ⁺ (campione 5188-5245, Giappone)	187
Preparazione	187
Prestazioni del fosforo	188
Prestazioni dello zolfo	192

Questa sezione descrive 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 degassaggi, sostituire l'hardware dei consumabili, installare la colonna di prova, e altro ancora. Per installare un nuovo GC, consultare il manuale *Guida di installazione Agilent Intuvo 9000* 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 10 μ L nella maggior parte delle situazioni. In alternativa è possibile utilizzare una siringa da 5 μ L.
- L'utilizzo di un setto e di altri accessori (liner, filtri, ecc.) descritti. In presenza di altri accessori, le prestazioni possono differire.

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 non è nota. 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 8 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 multimodale	
Siringa, 10µL	5181-1267
Guarnizione O-ring	5188-6405
Setto	5183-4757
Liner	5190-3163

Verifica delle prestazioni del FID

- 1 Predisporre i seguenti elementi:
 - Colonna di valutazione, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091S-413UI-INT)
 - 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”](#) a pagina 161).
- 2 Verificare quanto segue:
 - 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 consumabili (liner, setto, trappole, ecc.). Vedere [“Preparazione del test cromatografico”](#) a pagina 161.
- 4 Installare la colonna di valutazione (Fare riferimento alle procedure per l'iniettore MMI o SS nella guida *Manutenzione del gascromatografo Agilent Intuvo 9000.*)
 - Degassare la colonna di valutazione per almeno 30 min a 180°C. (Fare riferimento alle procedure per l'iniettore MMI o SS nella guida *Manutenzione del gascromatografo Agilent Intuvo 9000.*)
- 5 Controllare l'uscita della linea di base del FID. (Fare riferimento alle procedure per il rilevatore FID nella guida *Manutenzione del gascromatografo Agilent Intuvo 9000.*) 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 a 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 9](#).

Tabella 9 Condizioni per test del FID

Colonna e campione	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091S-413UI-INT)
Campione	Test FID 5188-5372
Flusso colonna	6,5 mL/min
Modalità colonna	Flusso costante
Iniettore split/splitless	
Temperatura	250 °C
Mode	Splitless
Flusso di spurgo	40 mL/min
Tempo spurgo	0,5 min
Spurgo setto	3 mL/min
Risparmio gas	Off
Modalità gruppo riscaldante del chip di protezione	Rampa temp
Regolazione modalità gruppo riscaldante del chip di protezione	300 °C
Impostazione del riscaldatore del bus	Uso predefinito
Iniettore multimodale	
Mode	Splitless
Temperatura iniettore	75 °C
Tempo iniziale	0,1 min
Velocità 1	720 °C/min
Temp. finale 1	250 °C
Tempo finale 1	5,0 min
Tempo spurgo	1,0 min
Flusso di spurgo	40 mL/min
Spurgo setto	3 mL/min

Tabella 9 Condizioni per test del FID (segue)

Modalità gruppo riscaldante del chip di protezione	Rampa temp
Regolazione modalità gruppo riscaldante del chip di protezione	300 °C
Impostazione del riscaldatore del bus	Uso predefinito
Rivelatore	
Temperatura	300 °C
Flusso H2	30 mL/min
Flusso d'aria	400 mL/min
Flusso makeup (N2)	25 mL/min
Offset di accensione	2pA (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 interapedine d'aria (7693A)	0,20
Ritardo viscosità	0


Tabella 9 Condizioni per test del FID (segue)

Velocità di dispensazione 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 il touch screen del GC.

- 9** Avviare l'analisi.

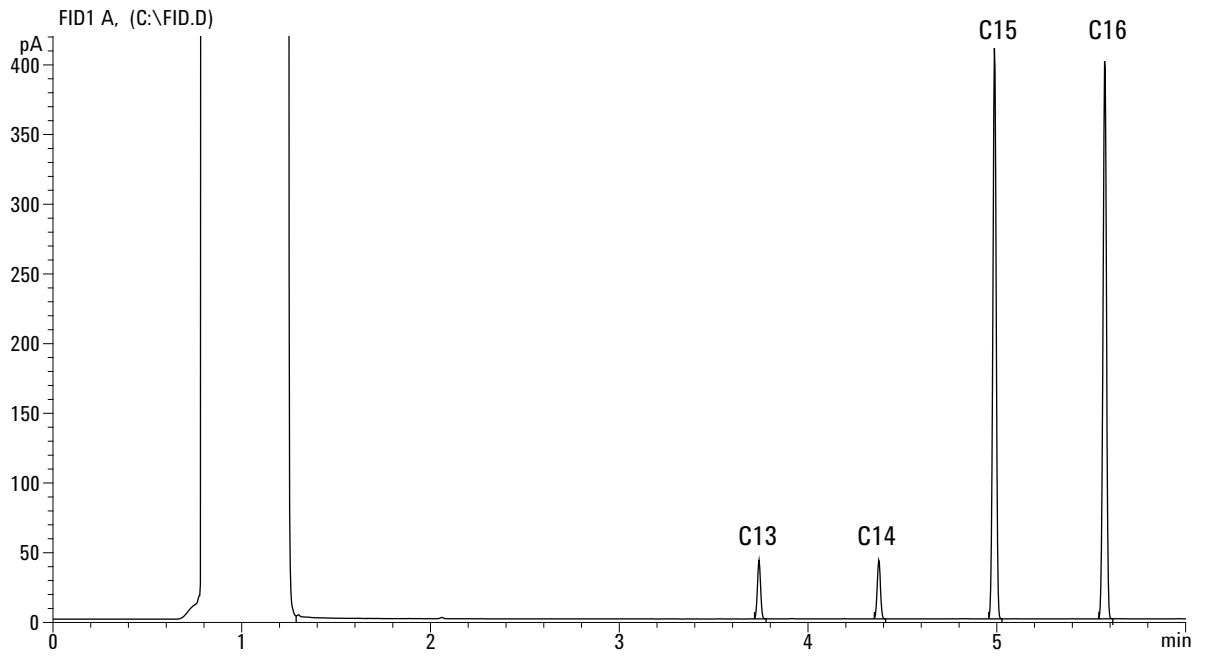
Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o arrivare alla schermata **Status** sul touch screen del GC e premere **Start** .

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** .

Il cromatogramma qui sotto illustra i risultati tipici ottenuti con un rivelatore nuovo, con consumabili nuovi e azoto come gas di makeup.

12 Test cromatografico



Verifica delle prestazioni del TCD

- 1 Predisporre i seguenti elementi:
 - Colonna di valutazione, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091S-413UI-INT)
 - 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”](#) a pagina 161).
- 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 consumabili (liner, setto, trappole, ecc.). Vedere [“Preparazione del test cromatografico”](#) a pagina 161.
- 4 Installare la colonna di valutazione (Fare riferimento alle procedure per l'iniettore MMI o SS nella guida *Manutenzione del gascromatografo Agilent Intuvo 9000.*)
 - Degassare la colonna di valutazione per almeno 30 min a 180°C. (Fare riferimento alle procedure per l'iniettore MMI o SS nella guida *Manutenzione del gascromatografo Agilent Intuvo 9000.*)
- 5 Creare o caricare un metodo con i parametri elencati nella [Tabella 10](#).

Tabella 10 Condizioni per test del TCD

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

Tabella 10 Condizioni per test del TCD (segue)

Campione	Test del FID/TCD 18710-60170
Flusso colonna	6.5 mL/min
Modalità colonna	Flusso costante
Iniettore split/splitless	
Temperatura	250 °C
Mode	Splitless
Flusso di spurgo	60 mL/min
Tempo spurgo	0,75 min
Spurgo setto	3 mL/min
Modalità gruppo riscaldante del chip di protezione	Rampa temp
Regolazione modalità gruppo riscaldante del chip di protezione	300 °C
Impostazione del riscaldatore del bus	Uso predefinito
Iniettore multimodale	
Mode	Splitless
Temperatura iniettore	40 °C
Tempo iniziale	0,1 min
Velocità 1	720 °C/min
Temp. finale 1	350 °C
Tempo finale 1	2 min
Tempo spurgo	1,0 min
Flusso di spurgo	40 mL/min
Spurgo setto	3 mL/min
Modalità gruppo riscaldante del chip di protezione	Rampa temp
Regolazione modalità gruppo riscaldante del chip di protezione	300 °C
Impostazione del riscaldatore del bus	Uso predefinito
Rivelatore	
Temperatura	300 °C
Flusso di riferimento (He)	20 mL/min
Flusso makeup (He)	2 mL/min


Tabella 10 Condizioni per test del TCD (segue)

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
Pompe campione	6
Volume lavaggio campione	8 (max)
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
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 dispensazione dell'iniezione (7693A)	6000
Pausa pre-iniezione	0
Pausa post-iniezione	0
Iniezione manuale	
Volume di iniezione	1 μ L



Tabella 10 Condizioni per test del TCD (segue)

Sistema dati	
Velocità dati	5 Hz

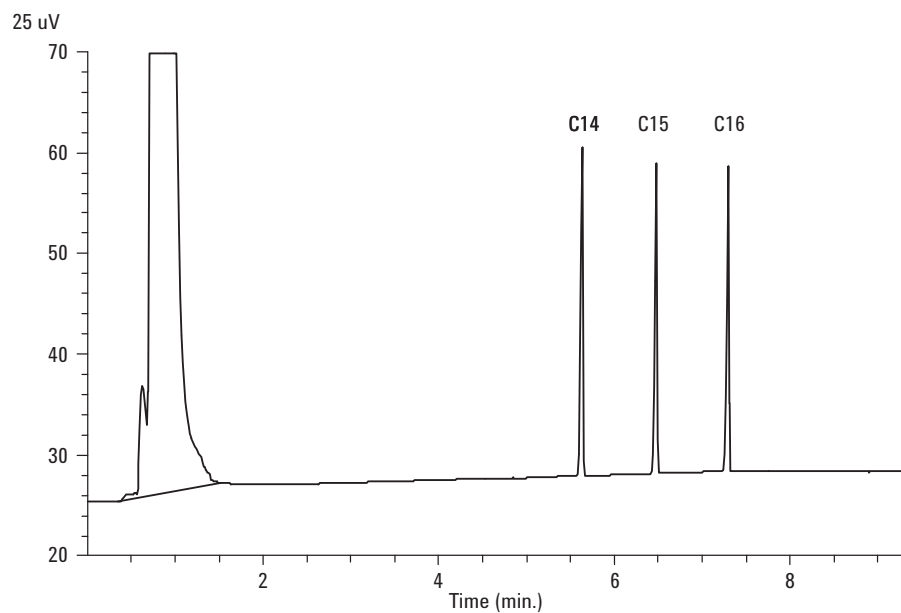
- 6** Visualizzare l'uscita del segnale. È ammessa un'uscita stabile compresa tra 12,5 e 750 μV (inclusi).
- Se l'uscita della linea di base è $< 0,5$ unità visualizzate ($< 12,5 \mu\text{V}$), controllare che il filamento del rivelatore sia attivo. Se l'offset rimane su $< 0,5$ unità visualizzate ($< 12,5 \mu\text{V}$), è necessario sottoporre il rivelatore a manutenzione.
 - Se l'uscita della linea di base è > 30 unità visualizzate ($> 750 \mu\text{V}$), è possibile che il segnale sia stato chimicamente contaminato. Degassare il TCD (Fare riferimento alle procedure per TCD nella guida *Manutenzione del gascromatografo Agilent Intuvo 9000.*) 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 arrivare alla schermata **Status** sul touch screen del GC e premere **Start** .

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** .

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 (19091S-413UI-INT)
 - 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”](#) a pagina 161).
- 2 Verificare quanto segue:
 - 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 consumabili (liner, setto, trappole, ecc.). Vedere [“Preparazione del test cromatografico”](#) a pagina 161.
- 4 Se presenti, rimuovere i tappi di protezione dalle ventole principali dell'iniettore.
- 5 Installare la colonna di valutazione (Fare riferimento alle procedure per l'iniettore MMI o SS nella guida *Manutenzione del gascromatografo Agilent Intuvo 9000.*)
 - Degassare la colonna di valutazione per almeno 30 min a 180°C (Fare riferimento alle procedure per l'iniettore MMI o SS nella guida *Manutenzione del gascromatografo Agilent Intuvo 9000.*)
- 6 Creare o caricare un metodo con i parametri elencati nella [Tabella 11](#).

Tabella 11 Condizioni per test del NPD

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


Tabella 11 Condizioni per test del NPD (segue)

Campione	Test NPD 18789-60060
Modalità colonna	Flusso costante
Flusso colonna	6,5 mL/min (On)
Iniettore split/splitless	
Temperatura	200 °C
Mode	Splitless
Flusso di spurgo	60 mL/min
Tempo spurgo	0,75 min
Spurgo setto	3 mL/min
Modalità gruppo riscaldante del chip di protezione	Rampa temp
Regolazione modalità gruppo riscaldante del chip di protezione	300 °C
Impostazione del riscaldatore del bus	Uso predefinito
Iniettore multimodale	
Mode	Splitless
Temperatura iniettore	60 °C
Tempo iniziale	0,1 min
Velocità 1	720 °C/min
Temp. finale 1	350 °C
Tempo finale 1	2 min
Tempo spurgo	1,0 min
Flusso di spurgo	60 mL/min
Spurgo setto	3 mL/min
Modalità gruppo riscaldante del chip di protezione	Rampa temp
Regolazione modalità gruppo riscaldante del chip	300 °C
Impostazione del riscaldatore del bus	Uso predefinito
Rivelatore	
Temperatura	300 °C
Flusso H2	3 mL/min
Flusso d'aria	60 mL/min


Tabella 11 Condizioni per test del NPD (segue)


Flusso makeup (N2)	Makeup + colonna = 10mL/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
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 dispensazione 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.

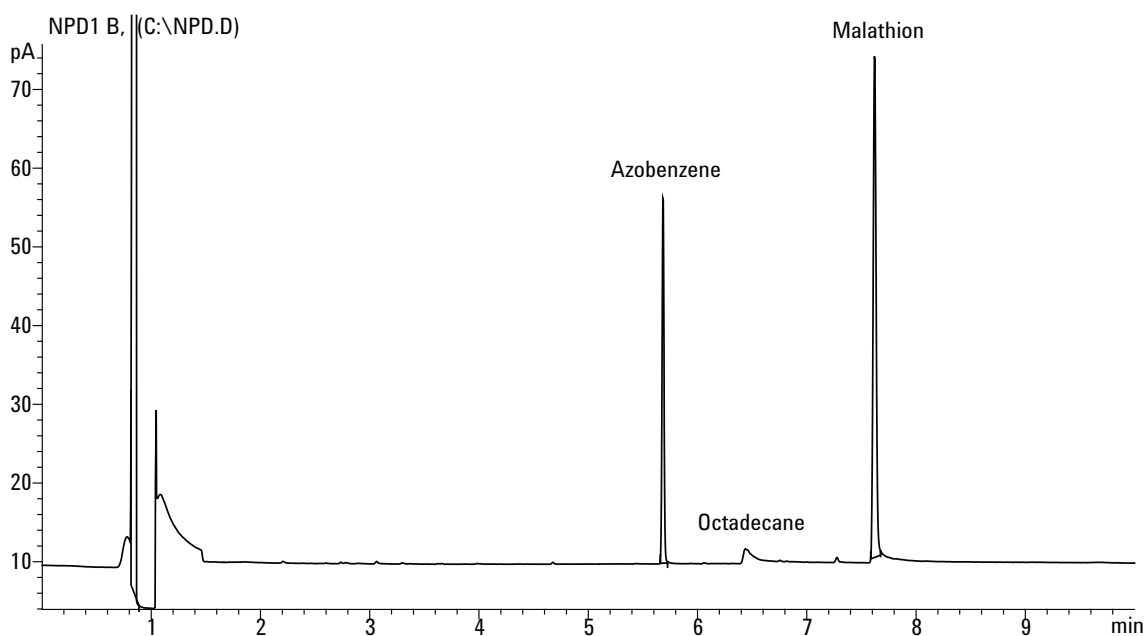
Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o arrivare alla schermata **Status** sul touch screen del GC e premere **Start** .

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

- a Premere **Prep Run**  per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.

Quando il GC è pronto, iniettare 1 μ L di campione di prova e premere **Start** .

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



Verifica delle prestazioni dell'ECD

- 1 Predisporre i seguenti elementi:
 - Colonna di valutazione, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091S-413UI-INT)
 - Campione (prova) di valutazione delle prestazioni dell'ECD (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”](#) a pagina 161).
- 2 Verificare quanto segue:
 - 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 consumabili (liner, setto, trappole, ecc.). Vedere [“Preparazione del test cromatografico”](#) a pagina 161.
- 4 Installare la colonna di valutazione (Fare riferimento alle procedure per l'iniettore MMI o SS nella guida *Manutenzione del gascromatografo Agilent Intuvo 9000.*)
 - Degassare la colonna di valutazione per almeno 30 min a 180°C (fare riferimento alle procedure per l'iniettore MMI o SS nella guida *Manutenzione del gascromatografo Agilent Intuvo 9000.*)
- 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 $> 1000\text{Hz}$, è possibile che il segnale sia stato chimicamente contaminato. Degassare l'ECD. (Fare riferimento alla procedura di degassamento ECD nella guida *Manutenzione del gascromatografo Agilent Intuvo 9000*.) 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 12](#).

Tabella 12 Condizioni per il test del rivelatore ECD

Colonna e campione	
Tipo	HP-5, 30 m \times 0,32 mm \times 0,25 μm (19091S-413UI-INT)
Campione	Test ECD (18713-60040 o Giappone: 5183-0379)
Modalità colonna	Flusso costante
Flusso colonna	6,5 mL/min (On)
Iniettore split/splitless	
Temperatura	200 °C
Mode	Splitless
Flusso di spurgo	60 mL/min
Tempo spurgo	0,75 min
Spurgo setto	3 mL/min
Modalità gruppo riscaldante del chip di protezione	Rampa temp
Regolazione modalità gruppo riscaldante del chip di protezione	300 °C
Impostazione del riscaldatore del bus	Uso predefinito
Iniettore multimodale	
Mode	Splitless
Temperatura iniettore	80 °C
Tempo iniziale	0,1 min
Velocità 1	720 °C/min
Temp. finale 1	250 °C
Tempo finale 1	5 min
Tempo spurgo	1,0 min

Tabella 12 Condizioni per il test del rivelatore ECD (segue)


Flusso di spurgo	60 mL/min
Spurgo setto	3 mL/min
Modalità gruppo riscaldante del chip di protezione	Rampa temp
Regolazione modalità gruppo riscaldante del chip di protezione	300 °C
Impostazione del riscaldatore del bus	Usò predefinito
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
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

Tabella 12 Condizioni per il test del rivelatore ECD (segue)



Ritardo viscosità	0
Velocità di dispensazione 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.

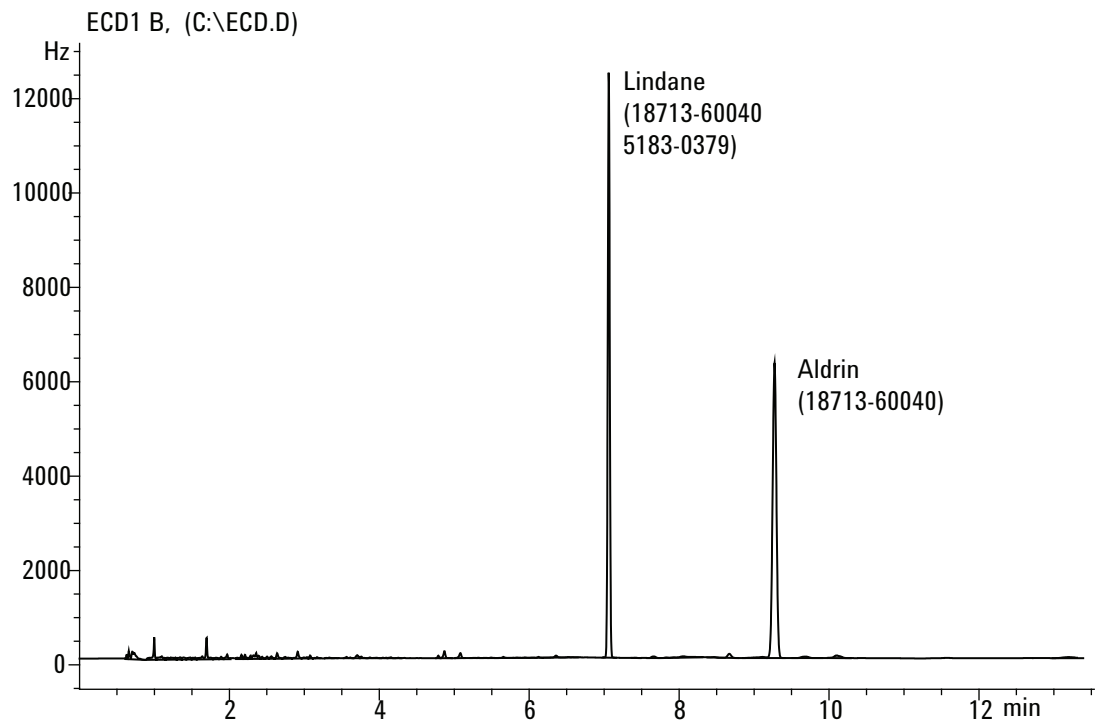
Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o arrivare alla schermata **Status** sul touch screen del GC e premere **Start** .

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** .

Il cromatogramma qui 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.

12 Test cromatografico



Per controllare la prestazione del FPD⁺ (campione 5188-5953)

Per verificare la prestazione 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 (19091S-413UI-INT)
 - Campione (prova) di valutazione delle prestazioni del FPD (5188-5953), 2,5 mg/L (± 0,5%) paration-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”](#) a pagina 161).
- 2 Verificare quanto segue:
 - 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 consumabili (liner, setto, trappole, ecc.). Vedere [“Preparazione del test cromatografico”](#) a pagina 161.
- 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 (Fare riferimento alle procedure per l'iniettore MMI o SS nella guida *Manutenzione del gascromatografo Agilent Intuvo 9000.*)
 - Impostare il forno, l'iniettore e il rivelatore a 250°C e degassare almeno 15 minuti (Fare riferimento alle procedure per l'iniettore MMI o SS nella guida *Manutenzione del gascromatografo Agilent Intuvo 9000.*)

Prestazioni del fosforo

- 1 Se non ancora installato, installare il filtro al fosforo. (Fare riferimento alla procedura di sostituzione filtro lunghezza d'onda nella guida NPD *Manutenzione del gascromatografo Agilent Intuvo 9000*.)
- 2 Creare o caricare un metodo con i parametri elencati nella [Tabella 13](#).

Tabella 13 Condizioni per test del FPD⁺ (P)

Colonna e campione	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091S-413UI-INT)
Campione	Test FPD (5188-5953)
Modalità colonna	Pressione costante
Pressione colonna	25 psi
Iniettore split/splitless	
Temperatura	200 °C Split/splitless
Mode	Splitless
Flusso di spurgo	60 mL/min
Tempo spurgo	0,75 min
Spurgo setto	3 mL/min
Modalità gruppo riscaldante del chip di protezione	Rampa temp
Regolazione modalità gruppo riscaldante del chip di protezione	300 °C
Impostazione del riscaldatore del bus	Uso predefinito
Iniettore multimodale	
Mode	Splitless
Temperatura iniettore	75 °C
Tempo iniziale	0,1 min
Velocità 1	720 °C/min
Temp. finale 1	250 °C
Tempo finale 1	5,0 min
Tempo spurgo	1,0 min
Flusso di spurgo	60 mL/min

Tabella 13 Condizioni per test del FPD⁺ (segue)(P)

Spurgo setto	3 mL/min
Modalità gruppo riscaldante del chip di protezione	Rampa temp
Regolazione modalità gruppo riscaldante del chip di protezione	300 °C
Impostazione del riscaldatore del bus	Uso predefinito
Rivelatore	
Temperatura	200 °C (On)
Flusso di idrogeno	60 mL/min (On)
Flusso aria (ossidante)	60 mL/min (On)
Mode	Flusso makeup costante OFF
Flusso makeup	60 mL/min (On)
Tipo gas makeup	Azoto
Fiamma	On
Offset di accensione	2pA (tipico)
Tensione PMT	On
Blocco emissioni	125 °C
Forno	
Temp. iniziale	70 °C
Tempo iniziale	0 min
Velocità 1	25 °C/min
Temp. finale	150 °C
Tempo finale	0 min
Velocità 2	5 °C/min
Temp. finale	190 °C
Tempo finale	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

Tabella 13 Condizioni per test del FPD⁺ (segue)(P)

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 dispensazione 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 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.

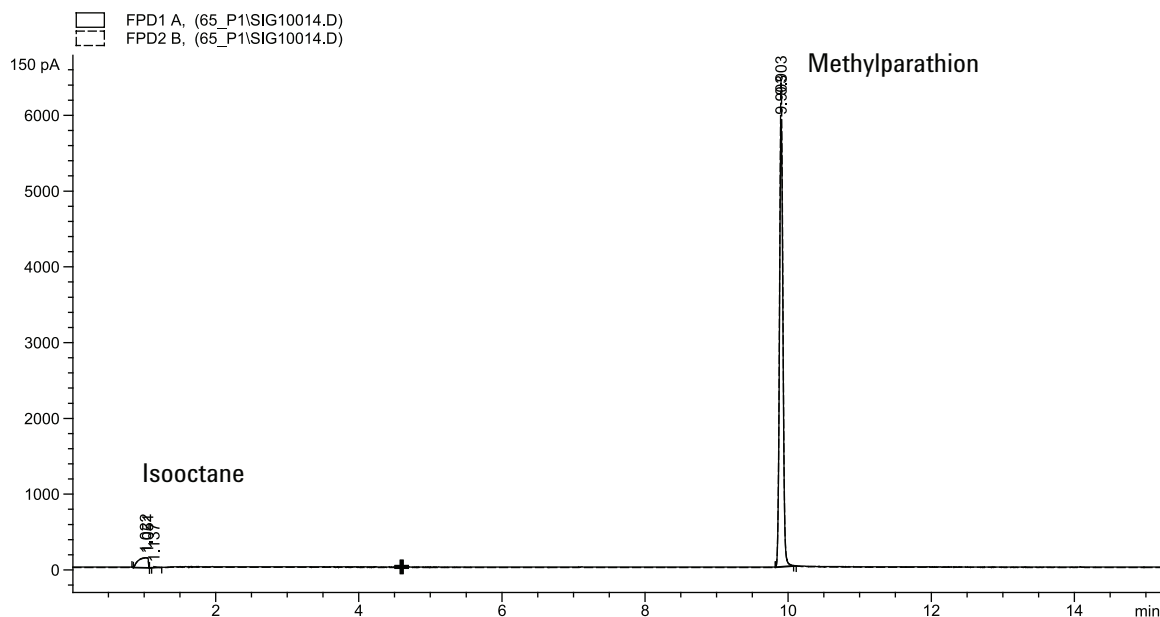
- 5 Se si utilizza un sistema dati, prepararlo perché possa eseguire un'analisi utilizzando il metodo di prova caricato. Controllare che il sistema dati possa creare un cromatogramma.

6 Avviare l'analisi.

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

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

- a Premere **Prep Run** Preparazione analisi per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.
- b Quando il GC è pronto, iniettare 1 μ L di campione di prova e premere **Start** Avvio 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 allo zolfo e il distanziatore per filtro. (Fare riferimento alla procedura di sostituzione filtro lunghezza d'onda nella guida NPD *Manutenzione del gascromatografo Agilent Intuvo 9000*.)
- 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 la presenza di fuoriuscite.

12 Test cromatografico



- 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.

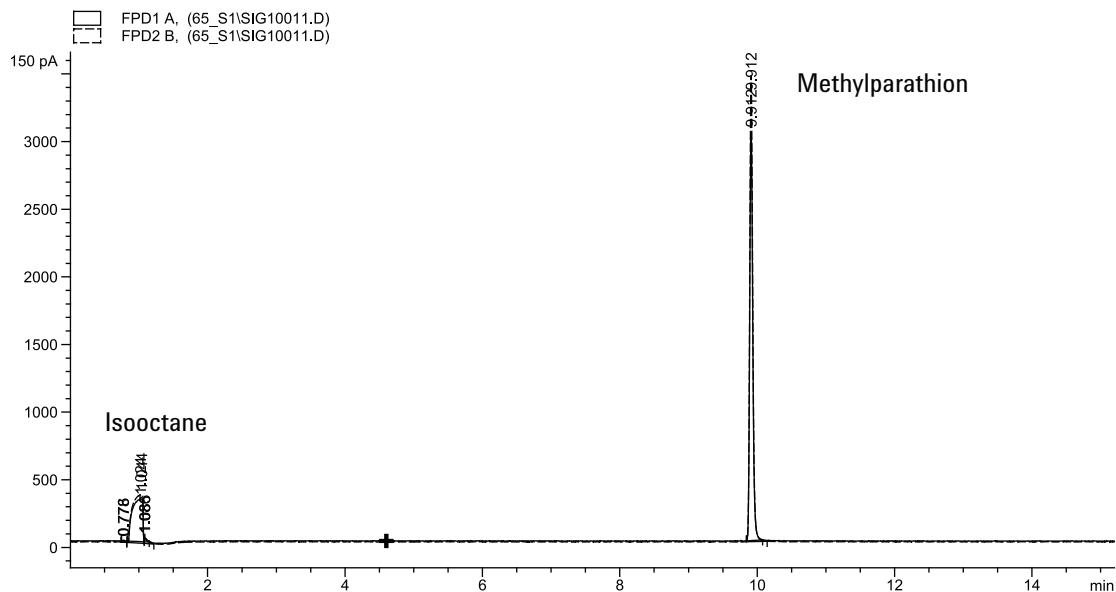
- 4 Se si utilizza un sistema dati, prepararlo perché possa eseguire un'analisi utilizzando il metodo di prova caricato. Controllare che il sistema dati possa creare un cromatogramma.
- 5 Avviare l'analisi.

Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o arrivare alla schermata **Status** sul touch screen del GC e premere **Start** .

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** .

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



Per verificare le 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 (19091S-413UI-INT)
 - 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”](#) a pagina 161).
- 2 Verificare quanto segue:
 - 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 consumabili (liner, setto, trappole, ecc.). Vedere [“Preparazione del test cromatografico”](#) a pagina 161.
- 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 (Fare riferimento alle procedure per l'iniettore MMI o SS nella guida *Manutenzione del gascromatografo Agilent Intuvo 9000.*)

- Impostare il forno, l'iniettore e il rivelatore a 250°C e degassare almeno 15 minuti (Fare riferimento alle procedure per l'iniettore MMI o SS nella guida *Manutenzione del gascromatografo Agilent Intuvo 9000.*)

Prestazioni del fosforo

- 1 Se non ancora installato, installare il filtro al fosforo. (Fare riferimento alla procedura di sostituzione filtro lunghezza d'onda nella guida NPD *Manutenzione del gascromatografo Agilent Intuvo 9000.*)
- 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
Mode	Splitless
Flusso totale di spurgo	69,5 mL/min
Flusso di spurgo	60 mL/min
Tempo spurgo	0,75 min
Spurgo setto	3 mL/min
Modalità gruppo riscaldante del chip di protezione	Rampa temp
Regolazione modalità gruppo riscaldante del chip di protezione	300 °C
Impostazione del riscaldatore del bus	Uso predefinito
Iniettore multimodale	
Mode	Splitless
Temperatura iniettore	80 °C
Tempo iniziale	0,1 min

Tabella 14 Condizioni per test del fosforo per FPD⁺ (segue)

Velocità 1	720 °C/min
Temp. finale 1	250 °C
Tempo finale 1	5,0 min
Tempo spurgo	1,0 min
Flusso di spurgo	60 mL/min
Spurgo setto	3 mL/min
Modalità gruppo riscaldante del chip di protezione	Rampa temp
Regolazione modalità gruppo riscaldante del chip di protezione	300 °C
Impostazione del riscaldatore del bus	Uso predefinito
Rivelatore	
Temperatura	200 °C (On)
Flusso di idrogeno	60,0 mL/min (On)
Flusso aria (ossidante)	60,0 mL/min (On)
Mode	Flusso makeup costante Off
Flusso makeup	60,0 mL/min (On)
Tipo gas makeup	Azoto
Fiamma	On
Offset di accensione	2pA (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	190 °C
Tempo finale	7,25 min per zolfo 12,25 min per fosforo

Tabella 14 Condizioni per test del fosforo per FPD⁺ (segue)

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 dispensazione 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 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 arrivare alla schermata **Status** sul touch screen del GC e premere **Start** .

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** .

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

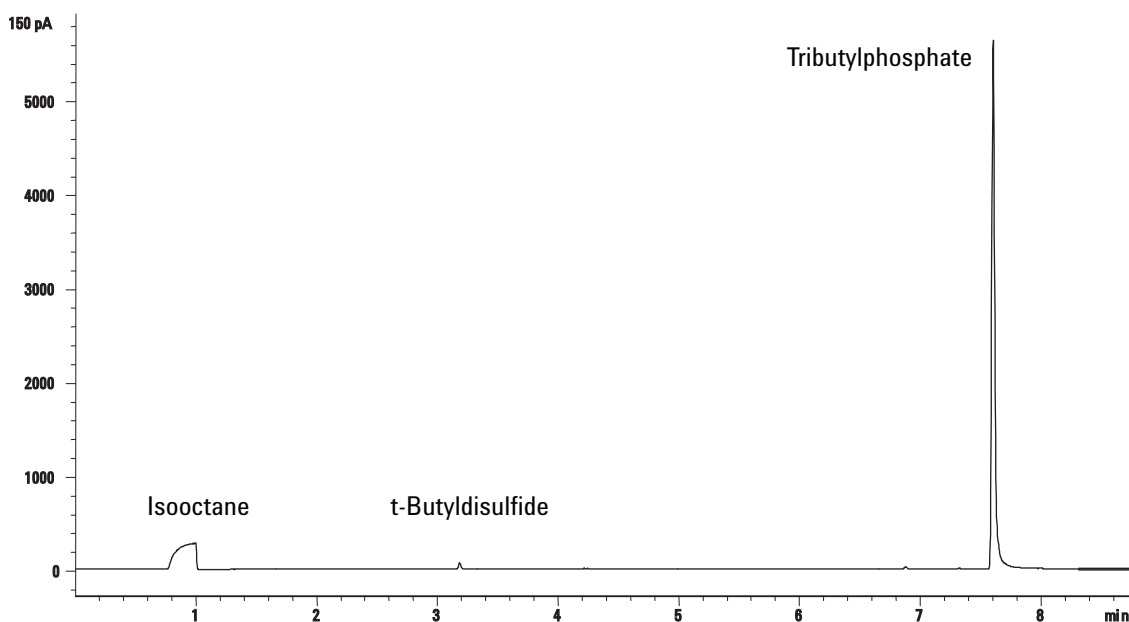


Tabella 15 Si avvia il controllo di valutazione

Filtro FPD P	Intervallo tipico dopo 24 ore	Limiti all'installazione
MDL (pg/sec)	0,06 a 0,08	≤ 0.10
Area di picco	da 19.000 a 32.000	≥ 19000

Tabella 15 Si avvia il controllo di valutazione (segue)

Filtro FPD P	Intervallo tipico dopo 24 ore	Limiti all'installazione
Altezza segnale	da 5000 a 11000	—
Rumore	da 1,6 a 3,0	≤4
Mezza ampiezza (min)	da 0,05 a 0,07	—
Uscita	34 a 80	≤80

Prestazioni dello zolfo


- 1 Installare il filtro allo zolfo. (Fare riferimento alla procedura di sostituzione filtro lunghezza d'onda nella guida NPD *Manutenzione del gascromatografo Agilent Intuvo 9000.*)
- 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 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.

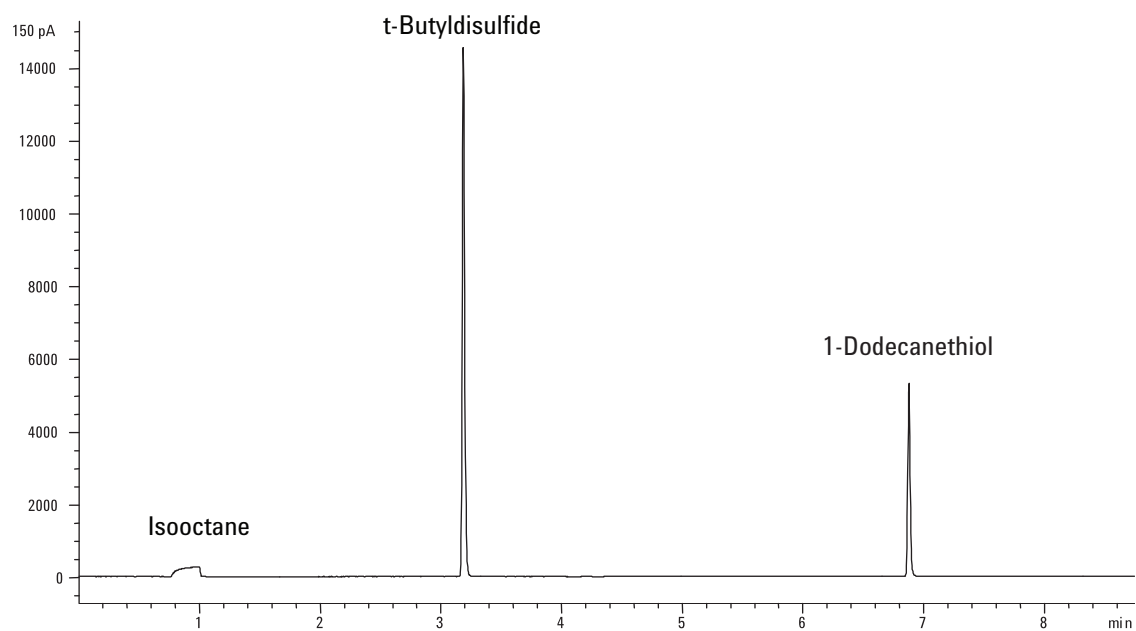
- 4 Se si utilizza un sistema dati, prepararlo perché possa eseguire un'analisi utilizzando il metodo di prova caricato. Controllare che il sistema dati crei un cromatogramma.
- 5 Avviare l'analisi.

Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o arrivare alla schermata **Status** sul touch screen del GC e premere **Start** .

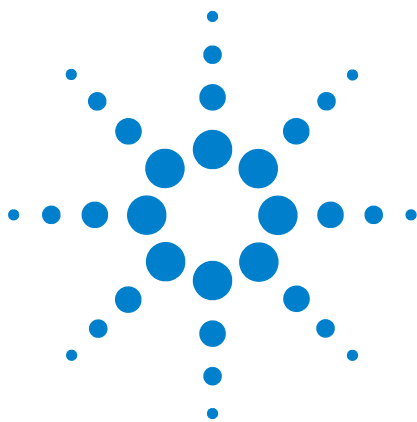
Se l'iniezione è manuale (con o senza un sistema dati):

- 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** .

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



12 Test cromatografico



13 Funzionalità Intelligent Instrument

Comunicazioni a livello di sistema	196
Sistemi GC/MS	197
Ventilazione del MS	197
Eventi di arresto del MS	197
Eventi di arresto pressione nel GC	198

Il GC Intuvo 9000 supporta le funzionalità Intelligent Instrument di Agilent. Un sistema costituito da più strumenti con tale tecnologia offre un tipo di comunicazione avanzata nonché la condivisione dei dati tra i vari strumenti. Rispetto agli strumenti precedenti, è possibile comunicare semplicemente tramite un segnale di avvio/arresto da remoto.

In questa sezione vengono descritte le ulteriori funzioni dell'Intuvo GC 9000, configurato come parte di un sistema Intelligent Instrument, costituito ad esempio da MS o campionatore per spazio di testa (HS).

Comunicazioni a livello di sistema

Se l'Intuvo 9000 GC viene configurato insieme ad altri strumenti (un MS o un HS) che supportano un tipo di comunicazione avanzata, tali strumenti possono comunicare e reagire tra di loro. Condividono gli eventi e i dati, garantendo interazione ed efficienza. Se lo stato di uno strumento cambia, gli altri strumenti reagiscono di conseguenza. Se ad esempio si decide di ventilare un MS, il GC modifica automaticamente i flussi e le temperature. Se il GC entra in modalità di “sospensione” per risparmiare le risorse, lo faranno anche l'MS e l'HS. In fase di programmazione del HS, l'HS acquisisce automaticamente i valori del metodo corrente del GC, dopodiché calcola tempi e velocità.

La comunicazione avanzata offre diversi vantaggi, tra cui la possibilità di proteggere gli strumenti riducendo il rischio di danneggiamento. L'interazione tra gli strumenti è data dai seguenti eventi:

- Arresti del GC
- Ventilazione del MS
- Arresti del MS

La comunicazione avanzata è inoltre utile a livello di sistema:

- Registrazione EMD consolidata
- Orologi degli strumenti sincronizzati (è necessario un sistema dati Agilent)
- Pianificazioni degli strumenti sincronizzate (sospensione/riattivazione)
- Visualizzazione comune degli errori relativi agli strumenti collegati sul touch screen del GC

Sistemi GC/MS

In questa sezione vengono descritti comportamenti e funzionalità di MS o MSD che supportano la comunicazione GC-MS avanzata (Consultare la documentazione del MS).

Ventilazione del MS

Se per avviare la ventilazione rapida si utilizza la tastiera MS o il sistema dati Agilent, l'MS invia un messaggio al GC. Il GC carica il metodo specifico "MS Vent". Il GC tiene in carica il metodo MS Vent finché:

- L'MS torna ad essere pronto.
- Viene annullata manualmente la ventilazione del MS.

Durante il processo di ventilazione l'MS informerà il GC se la ventilazione è stata completata. A questo punto il GC imposterà flussi molto bassi per tutti gli accessori con controllo della pressione e del flusso, i quali passeranno dalla catena di configurazione della colonna fino all'iniettore. Ad esempio, nel caso in cui la configurazione presenti un raccordo spurgato sulla linea di trasferimento, il GC imposterà qui una pressione di 1,0 psi, e di 1,25 psi all'iniettore.

Se si utilizza l'idrogeno come gas di trasporto, il GC disattiverà il gas per evitare un accumulo di idrogeno nel MSD.

Ricordare che durante la ventilazione del MS, il GC non arresterà l'MS nel caso in cui la comunicazione con l'MS vada persa.

Eventi di arresto del MS

Se configurato con un MS o un MSD che supporta la comunicazione GC-MS avanzata, l'MS nel GC si arresterà in presenza dei seguenti eventi:

- Perdita di comunicazioni con MS quando non ventila l'MS. (Non richiede comunicazioni per un periodo di tempo).
- L'MS segnala una guasto nella pompa a vuoto spinto.

Quando il GC richiede l'arresto del MS:

- Il GC interrompe qualsiasi analisi in corso.
- La temperatura della linea di trasferimento MS viene disattivata.

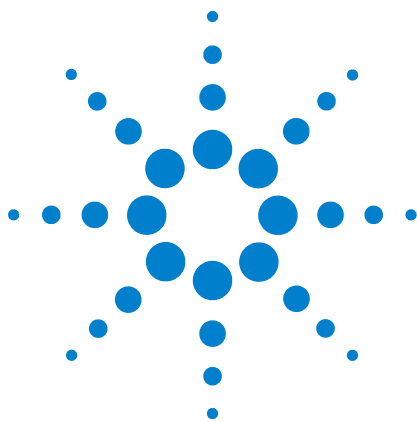
- Se si utilizza un gas di trasporto infiammabile, il gas viene disattivato una volta che il forno si è raffreddato (solo per il percorso del flusso in colonna MS).
- Se non si utilizza un gas di trasporto infiammabile, il GC imposterà flussi molto bassi per tutti gli accessori con controllo della pressione e del flusso, i quali passeranno dalla catena di configurazione della colonna fino all'iniettore. Ad esempio, nel caso in cui la configurazione presenti un raccordo spurgato sulla linea di trasferimento, il GC imposterà qui una pressione di 1,0 psi, e di 1,25 psi all'iniettore.
- Il GC visualizza lo stato di errore e annota gli eventi nei registri.

Il GC non potrà essere utilizzato finché non viene risolto l'errore o finché l'MS non viene deconfigurato dal GC.

Se l'MS viene riparato o l'errore viene risolto, o la comunicazione viene ripristinata, il GC annullerà automaticamente lo stato di errore.

Eventi di arresto pressione nel GC

Se la pressione nel GC viene arrestata per il gas di trasporto diretto alla linea di trasferimento del MS, l'MS registra tale evento. L'arresto prevede anche la disattivazione della linea di trasferimento.



14 Funzionamento dello split e degli accessori di inversione del flusso

Accessorio G7322A per inversione flusso colonna centrale a D1 con EPC [200](#)

Accessorio G7323A per inversione flusso colonna centrale a D2/MS con EPC [204](#)

Accessorio G7324A per inversione flusso post colonna a D1 con EPC [208](#)

Accessorio G7325A per inversione flusso post colonna a D2/MS con EPC [212](#)

G7326A Split iniettore a colonna 2 [216](#)

Accessorio G7329A Split rivelatore D1-MS 1:1 [219](#)

Questa sezione fornisce una panoramica delle opzioni per split e accessori di inversione di flusso disponibili per il GC Agilent Intuvo 9000. Altri dettagli e procedure specifiche di ciascun accessorio sono disponibili nei relativi manuali di istruzione per l'installazione.



Accessorio G7322A per inversione flusso colonna centrale a D1 con EPC

Il G7322A per inversione flusso colonna centrale a D1 con EPC di Agilent consente al rivelatore in posizione D1 di eseguire inversioni di flusso su colonne capillari quando installato su un GC Intuvo 9000.

Introduzione

L'installazione del Accessorio G7322A per inversione flusso colonna centrale a D1 con EPC, inclusivo di un modulo elettronico per il controllo della pressione (EPC) denominato PSD (pneumatic switching device, dispositivo pneumatico di commutazione), consente al sistema GC Agilent Intuvo 9000 di effettuare inversioni di flusso. La tecnica di inversione del flusso si avvale di una sorgente di pressione supplementare all'uscita di una colonna per far fluire il gas di trasporto attraverso la colonna e fuori dallo scarico dello split, consentendo così di eliminare i composti con punti di ebollizione elevati dalla testa della colonna e riducendo gli effetti di contaminazione della matrice e di carryover e, al contempo, aumentando la produttività del campione.

Principi di funzionamento

Nella configurazione dell'inversione del flusso in una colonna centrale vengono impiegate due colonne. La colonna 1 è quella del flusso di inversione mentre la colonna 2 è quella analitica. Il dispositivo PSD, una sorgente di pressione supplementare, viene collocato tra due colonne per regolare il flusso del gas di trasporto in una delle due modalità. Durante il funzionamento in modalità di flusso regolare, il dispositivo PSD aggiunge una piccola quantità di flusso a quello della colonna 1 per fornire flusso alla colonna 2. In questa modalità, gli analiti passano dalla colonna 1 alla colonna 2 come se vi fosse un'unica colonna continua e trasportati al rivelatore attraverso la colonna 2. Vedere [Figura 65](#) a pagina 201.

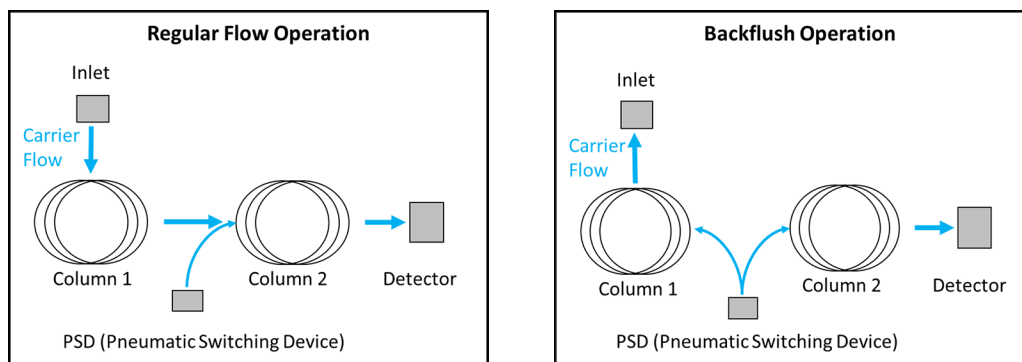


Figura 65 Funzionamento in modalità di flusso regolare e inversione di flusso

Durante l'inversione di flusso, a un tempo specificato dopo l'inserimento del campione (detto tempo di inversione del flusso), la pressione dell'iniettore diminuisce. Il dispositivo PSD compensa per mantenere la stessa portata del flusso attraverso la colonna 2 allo stesso valore di inizio dell'operazione di inversione. Tuttavia, poiché la pressione dell'iniettore è ora inferiore a quella del PSD, il flusso attraverso la colonna 1 si inverte e passa attraverso la trappola di scarico dello split dell'iniettore.

Quando si collega la linea di alimentazione del gas di inversione al modulo PSD EPC per l'inversione di flusso, utilizzare un raccordo a T per l'erogazione del gas di trasporto e collegare la nuova linea al modulo EPC per l'accessorio di inversione del flusso utilizzando i collegamenti Swagelok da 1/8". Potrebbe essere necessario aumentare la pressione del gas di trasporto fornita al GC, a seconda delle impostazioni dell'inversione del flusso. Il valore di regolazione della pressione del PSD EPC varia in base all'applicazione. Il flusso di scarico del PSD EPC deve essere inizialmente impostato su 3 ml/min.

Funzionamento

Considerazioni sulla colonna

L'obiettivo di ogni separazione cromatografica è quello di ottenere la quantità necessaria di risoluzione tra gli analiti di interesse, eseguendo la separazione nel più breve tempo possibile. Ogni analisi sarà diversa e richiederà colonne diverse ma sarà necessario attenersi ad alcune linee guida generali. La tipica configurazione di inversione del flusso prevede l'utilizzo di una colonna di inversione da 5 m e una colonna analitica da 15 m. Con l'inversione di flusso in colonna centrale, invece, la prima colonna è spesso una colonna rivestita. L'utilizzo di una

fase stazionaria (rispetto a una colonna di inversione di flusso non rivestita) aiuta a separare gli analiti di interesse da composti indesiderati fornendo, inoltre, un rapporto di fase incentrato sugli analiti pesanti che li manterranno in testa alla colonna dell'inversione del flusso per facilitare il processo di inversione. Le dimensioni della colonna variano in base ai diversi tipi di campioni e di analisi. Si consiglia pertanto di scegliere le colonne che risultano più idonee al campione richiesto. In genere, la prima colonna è una colonna corta utilizzata per intrappolare i composti della matrice e gli analiti pesanti, mentre la colonna analitica è lunga il necessario per eseguire la separazione richiesta. Tuttavia, il GC Intuvo 9000 può gestire al massimo due colonne da 30 m x 320 µm ID.

Considerazioni sull'iniettore

Con i sistemi di inversione di flusso nella colonna centrale è possibile utilizzare qualsiasi tipo di iniettore che supporti la modalità split.

Considerazioni sul rivelatore

Il chip dell'inversione di flusso in colonna centrale funziona su qualsiasi rivelatore utilizzabile sulla piattaforma del GC Intuvo 9000 in posizione D1, con l'unica limitazione relativa al fatto che il rivelatore scelto deve essere compatibile con le portate dei flussi in uscita dalla colonna 2.

Considerazioni sulla portata di flusso della colonna

La colonna 2, quella analitica, deve funzionare alla portata di flusso ottimale per eseguire la separazione richiesta. Vi sono due limitazioni principali per quanto riguarda il flusso della colonna: la prima è che il flusso della colonna 2 superi di almeno il 10% quello della colonna 1. Ad esempio, se il flusso della colonna 1 è impostato a 2,0 ml/min, quello della colonna 2 deve essere almeno di 2,2 ml/min o più. Inoltre, la portata del flusso della colonna 2 deve essere impostata in modo che non superi l'intervallo operativo del rivelatore.

Definizione dei parametri dell'inversione di flusso

Il tempo di inversione del flusso è il momento in cui avviene l'inversione del flusso dopo l'inserimento del campione a un tempo specificato. Ciò avviene quando l'ultimo analita di interesse viene eluito dalla colonna 1. L'operatore può definire questo tempo eseguendo un'operazione senza inversione e stimando il tempo utile per invertire il flusso nella colonna 1. Agilent mette a disposizione anche Backflush Wizard, una

procedura guidata per aiutare l'operatore a effettuare una serie di iniezioni per determinare il tempo ottimale di inversione. La durata dell'inversione del flusso deve essere tale da consentire l'eliminazione di almeno due volumi vuoti della colonna (Backflush Wizard utilizza cinque volumi vuoti). Se si osserva il carryover, questo valore dovrebbe essere aumentato.

Accessorio G7323A per inversione flusso colonna centrale a D2/MS con EPC

Il G7323A per inversione flusso colonna centrale a D2/MS con EPC di Agilent consente al rivelatore con accessorio D2 o MS di eseguire inversioni di flusso su colonne capillari quando installato su un GC Intuvo 9000.

Introduzione

L'installazione del Accessorio G7322A per inversione flusso colonna centrale a D1 con EPC, inclusivo di un modulo elettronico per il controllo della pressione (EPC) denominato PSD (pneumatic switching device, dispositivo pneumatico di commutazione), consente al sistema GC Agilent Intuvo 9000 di effettuare inversioni di flusso. La tecnica di inversione del flusso si avvale di una sorgente di pressione supplementare all'uscita di una colonna per far fluire il gas di trasporto attraverso la colonna e fuori dallo scarico dello split, consentendo così di eliminare i composti con punti di ebollizione elevati dalla testa della colonna e riducendo gli effetti di contaminazione della matrice e di carryover nonché evitando la contaminazione della sorgente dello spettrometro di massa e, al contempo, aumentando la produttività del campione.

Principi di funzionamento

Nella configurazione dell'inversione del flusso in una colonna centrale vengono impiegate due colonne. La colonna 1 è quella del flusso di inversione mentre la colonna 2 è quella analitica. Il dispositivo PSD, una sorgente di pressione supplementare, viene collocato tra due colonne per regolare il flusso del gas di trasporto in una delle due modalità. Durante il funzionamento in modalità di flusso regolare, il dispositivo PSD aggiunge una piccola quantità di flusso a quello della colonna 1 per fornire flusso alla colonna 2. In questa modalità, gli analiti passano dalla colonna 1 alla colonna 2 come se vi fosse un'unica colonna continua e trasportati al rivelatore attraverso la colonna 2. Vedere [Figura 66](#) a pagina 205.

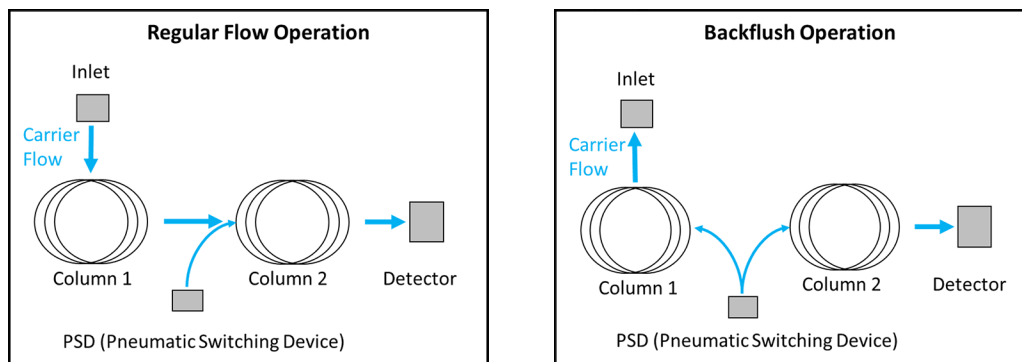


Figura 66 Funzionamento in modalità di flusso regolare e inversione di flusso

Durante l'inversione di flusso, a un tempo specificato dopo l'inserimento del campione (detto tempo di inversione del flusso), la pressione dell'iniettore diminuisce. Il PSD mantiene la stessa portata del flusso attraverso la colonna 2. Tuttavia, poiché la pressione dell'iniettore è ora inferiore a quella del PSD, il flusso attraverso la colonna 1 si inverte e passa attraverso la trappola di scarico dello split dell'iniettore.

Quando si collega la linea di alimentazione del gas di inversione al modulo EPC per l'inversione di flusso, utilizzare lo stesso gas impiegato come gas di trasporto. Utilizzare quindi un raccordo a T per l'erogazione del gas di trasporto e collegare la nuova linea al modulo EPC per l'accessorio di inversione del flusso utilizzando i collegamenti Swagelok da 1/8". Potrebbe essere necessario aumentare la pressione del gas di trasporto fornita al GC, a seconda delle impostazioni dell'inversione del flusso. Il valore di regolazione della pressione dell'EPC varia in base all'applicazione. Il flusso di scarico dell'EPC deve essere inizialmente impostato su 3 ml/min.

Funzionamento

Considerazioni sulla colonna

L'obiettivo di ogni separazione cromatografica è quello di ottenere la quantità necessaria di risoluzione tra gli analiti di interesse, eseguendo la separazione nel più breve tempo possibile. Ogni analisi sarà diversa e richiederà colonne diverse ma sarà necessario attenersi ad alcune linee guida generali. La tipica configurazione di inversione del flusso prevede l'utilizzo di una colonna di inversione da 5 m e una colonna analitica da 15 m. Con l'inversione di flusso in colonna centrale, invece, la prima colonna è spesso una colonna rivestita. L'utilizzo di una fase stazionaria (rispetto a una colonna di inversione di flusso

non rivestita) aiuta a separare gli analiti di interesse da composti indesiderati fornendo, inoltre, un rapporto di fase incentrato sugli analiti pesanti che li manterranno in testa alla colonna dell'inversione del flusso per facilitare il processo di inversione. Le dimensioni della colonna variano in base ai diversi tipi di campioni e di analisi. Si consiglia pertanto di scegliere le colonne che risultano più idonee al campione richiesto. In genere, la prima colonna è una colonna corta utilizzata per intrappolare i composti della matrice e gli analiti pesanti, mentre la colonna analitica è lunga il necessario per eseguire la separazione richiesta. Tuttavia, il GC Intuvo 9000 può gestire al massimo due colonne da 30 m x 320 µm ID.

Considerazioni sull'iniettore

Con i sistemi di inversione di flusso nella colonna centrale è possibile utilizzare qualsiasi tipo di iniettore che supporti la modalità split.

Considerazioni sul rivelatore

Il chip dell'inversione di flusso in colonna centrale funziona su qualsiasi rivelatore utilizzabile sulla piattaforma del GC Intuvo 9000, con l'unica limitazione relativa al fatto che il rivelatore scelto deve essere compatibile con le portate dei flussi in uscita dalla colonna 2.

Considerazioni sulla portata di flusso della colonna

La colonna 2, quella analitica, deve funzionare alla portata di flusso ottimale per eseguire la separazione richiesta. Vi sono due limitazioni principali per quanto riguarda il flusso della colonna: la prima è che il flusso della colonna 2 superi di almeno il 10% quello della colonna 1. Ad esempio, se il flusso della colonna 1 è impostato a 2,0 ml/min, quello della colonna 2 deve essere almeno di 2,2 ml/min o più. Inoltre, la portata del flusso della colonna 2 deve essere impostata in modo che non superi l'intervallo operativo del rivelatore (cioè, MS, spettrometro di massa).

Definizione dei parametri dell'inversione di flusso

Il tempo di inversione del flusso è il momento in cui avviene l'inversione del flusso dopo l'inserimento del campione a un tempo specificato. Ciò avviene quando l'ultimo analita di interesse viene eluito dalla colonna 1. L'operatore può definire questo tempo eseguendo un'operazione senza inversione e stimando il tempo utile per invertire il flusso nella colonna 1. Agilent mette a disposizione anche Backflush Wizard, una

procedura guidata per aiutare l'operatore a effettuare una serie di iniezioni per determinare il tempo ottimale di inversione. La durata dell'inversione del flusso deve essere tale da consentire l'eliminazione di almeno due volumi vuoti della colonna (Backflush Wizard utilizza cinque volumi vuoti). Se si osserva il carryover, questo valore dovrebbe essere aumentato.

Accessorio G7324A per inversione flusso post colonna a D1 con EPC

Il G7324A per inversione flusso post colonna a D1 con EPC di Agilent consente al rivelatore in posizione D1 di eseguire inversioni di flusso su colonne capillari quando installato su un GC Intuvo 9000.

Introduzione

L'installazione del Accessorio G7322A per inversione flusso colonna centrale a D1 con EPC, inclusivo di un modulo elettronico per il controllo della pressione (EPC) denominato PSD (pneumatic switching device, dispositivo pneumatico di commutazione), consente al sistema GC Agilent Intuvo 9000 di effettuare inversioni di flusso. La tecnica di inversione del flusso si avvale di una sorgente di pressione supplementare all'uscita di una colonna per far fluire il gas di trasporto attraverso la colonna e fuori dallo scarico dello split, consentendo così di eliminare i composti con punti di ebollizione elevati dalla testa della colonna e riducendo gli effetti di contaminazione della matrice e di carryover nonché evitando la contaminazione del rivelatore e, al contempo, aumentando la produttività del campione.

Principi di funzionamento

In una configurazione di inversione di flusso post colonna, viene utilizzata una singola colonna analitica in combinazione con un limitatore di inversione di flusso posto tra la parte terminale della colonna analitica e il rivelatore. Il limitatore di inversione di flusso è integrato nel chip dell'inversione di flusso post colonna G7324A di Agilent, rendendo il processo di inversione con il GC Intuvo 9000 ancora più semplice da utilizzare. Il dispositivo PSD EPC, una sorgente di pressione supplementare, viene collegato tramite un nodo (anch'esso integrato nel chip dell'inversione di flusso post colonna) collocato tra la colonna e il limitatore per regolare il flusso del gas di trasporto in una delle due modalità.

Durante il funzionamento in modalità di flusso regolare, il dispositivo PSD EPC aggiunge una piccola quantità di gas di trasporto a quello della colonna al fine di fornire un flusso aggiuntivo al rivelatore attraverso il limitatore. In questa modalità, gli analiti passano dalla colonna al rivelatore passando dal limitatore come se vi fosse un'unica colonna continua. Vedere [Figura 67](#) a pagina 209.

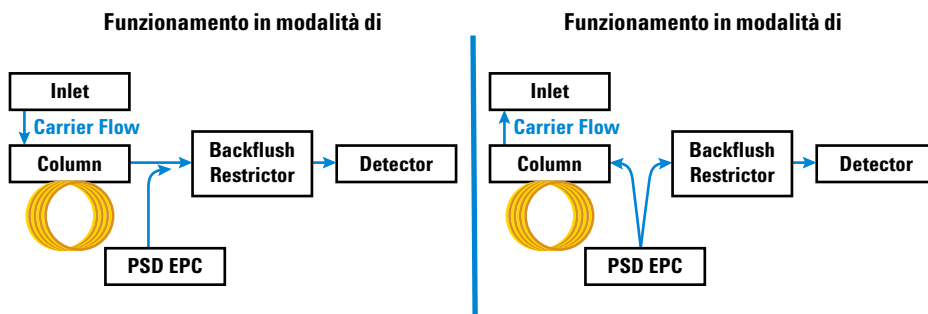


Figura 67 Funzionamento in modalità di flusso regolare e inversione di flusso

Durante l'inversione di flusso, a un tempo specificato dopo l'inserimento del campione (detto tempo di inversione del flusso), la pressione dell'iniettore diminuisce (in genere fino a 1-2 psi). La pressione del dispositivo PSD EPC viene aumentata per invertire il flusso del gas di trasporto e rimuovere eventuali residui di analiti attraverso la trappola di scarico dello split dell'iniettore.

Per attivare la procedura di inversione di flusso, l'operatore deve specificare il tempo di avvio del sistema. In genere, il tempo di inversione del flusso corrisponde al termine dell'esecuzione della procedura, quando l'ultimo picco di interesse è stato eluito dalla colonna e rivelato. Nel tempo di inversione del flusso specificato, la pressione dell'iniettore diminuisce mentre aumenta quella del dispositivo PSD. Maggiore è la pressione del PSD durante la procedura di inversione del flusso, più rapidamente verrà eseguita l'inversione. Tuttavia, quando si aumenta la pressione del dispositivo PSD durante il processo di inversione, una parte del flusso viene destinata al rivelatore facendola passare attraverso il limitatore. Durante il processo di inversione, i valori del flusso non devono superare quelli indicati come limiti operativi del rivelatore.

Quando si collega la linea di alimentazione del gas di inversione al modulo EPC per l'inversione di flusso, utilizzare lo stesso gas impiegato come gas di trasporto. Utilizzare quindi un raccordo a T per l'erogazione del gas di trasporto e collegare la nuova linea al modulo EPC per l'accessorio di inversione del flusso utilizzando i collegamenti Swagelok da 1/8".

Potrebbe essere necessario aumentare la pressione del gas di trasporto fornita al GC, a seconda delle impostazioni dell'inversione del flusso. Il valore di regolazione della pressione del PSD EPC varia in base all'applicazione. Il flusso di scarico del PSD EPC deve essere inizialmente impostato su 3 ml/min.

Funzionamento

Considerazioni generali

L'obiettivo di ogni separazione cromatografica è quello di ottenere la quantità necessaria di risoluzione tra gli analiti di interesse, eseguendo la separazione nel più breve tempo possibile. Il tempo totale di analisi corrisponde alla somma del tempo di esecuzione cromatografico, del tempo di attesa successivo all'analisi richiesto per eluire gli analiti con punti di ebollizione elevati (particolarmente conservati) e del tempo di raffreddamento utile al sistema per raggiungere la stabilità termica per l'analisi successiva. Utilizzare l'inversione di flusso post colonna per invertire il flusso dopo aver eluito l'ultimo analita di interesse, può contribuire a ridurre il tempo di attesa a temperature elevate per eluire gli analiti particolarmente conservati. Il riflusso della colonna può aiutare anche a rimuovere i contaminanti della matrice e contribuire ad evitare il carryover.

Considerazioni sull'iniettore

Con i sistemi di inversione di flusso post colonna è possibile utilizzare qualsiasi tipo di iniettore che supporti la modalità split.

Considerazioni sul rivelatore

Il chip dell'inversione di flusso post colonna funziona su qualsiasi rivelatore utilizzabile sulla piattaforma del GC Intuvo 9000 con l'unica limitazione relativa al fatto che il rivelatore scelto deve essere compatibile con le portate del flusso della colonna e quelle impiegate durante la procedura di inversione.

Considerazioni sulla portata di flusso della colonna

La colonna analitica deve funzionare con portata di flusso ottimale per eseguire la separazione richiesta. Vi sono due limitazioni principali per quanto riguarda il flusso della colonna: per prima cosa, il valore del flusso fornito dal dispositivo PSD al limitatore di inversione del flusso deve superare di almeno il 10% quello introdotto nella colonna analitica. Ad esempio, se la portata del flusso della colonna 1 è impostato a 1,0 ml/min, quella del flusso che passa attraverso il limitatore dell'inversione deve essere almeno di 1,1 ml/min. Inoltre, la portata del flusso del limitatore dell'inversione di flusso deve essere impostata in modo che non superi l'intervallo operativo del rivelatore.

Definizione dei parametri dell'inversione di flusso

Il tempo di inversione del flusso è il momento in cui avviene l'inversione del flusso dopo l'inserimento del campione a un tempo specificato. Ciò avviene quando l'ultimo analita di interesse viene eluito dal sistema. L'operatore può definire questo tempo eseguendo un'operazione senza inversione e determinando il tempo di ritenzione dell'ultimo picco di interesse. L'inversione di flusso è un'operazione successiva all'analisi e la durata dell'inversione del flusso deve essere tale da consentire l'eliminazione di almeno due volumi vuoti della colonna (Backflush Wizard utilizza cinque volumi vuoti). Se si osserva il carryover, questo valore dovrebbe essere aumentato.

Accessorio G7325A per inversione flusso post colonna a D2/MS con EPC

Il G7325A per inversione flusso post colonna a D2/MS con EPC di Agilent consente al rivelatore con accessorio D2 o MS di eseguire inversioni di flusso su colonne capillari quando installato su un GC Intuvo 9000.

Introduzione

L'installazione del Accessorio G7322A per inversione flusso colonna centrale a D1 con EPC, inclusivo di un modulo elettronico per il controllo della pressione (EPC) denominato PSD (pneumatic switching device, dispositivo pneumatico di commutazione), consente al sistema GC Agilent Intuvo 9000 di effettuare inversioni di flusso. La tecnica di inversione del flusso si avvale di una sorgente di pressione supplementare all'uscita di una colonna per far fluire il gas di trasporto attraverso la colonna e fuori dallo scarico dello split, consentendo così di eliminare i composti con punti di ebollizione elevati dalla testa della colonna e riducendo gli effetti di contaminazione della matrice e di carryover nonché evitando la contaminazione del rivelatore o dell'MS e, al contempo, aumentando la produttività del campione.

Principi di funzionamento

In una configurazione di inversione di flusso post colonna, viene utilizzata una singola colonna analitica in combinazione con un limitatore di inversione di flusso posto tra la parte terminale della colonna analitica e il rivelatore o l'MS. Il limitatore di inversione di flusso è integrato nel chip dell'inversione di flusso post colonna G7325A di Agilent rendendo il processo di inversione con il GC Intuvo 9000 ancora più semplice da utilizzare. Il dispositivo PSD EPC, una sorgente di pressione supplementare, viene collegato tramite un nodo (anch'esso integrato nel chip dell'inversione di flusso post colonna) collocato tra la colonna e il limitatore per regolare il flusso del gas di trasporto in una delle due modalità.

Durante il funzionamento in modalità di flusso regolare, il dispositivo PSD EPC aggiunge una piccola quantità di gas di trasporto a quello della colonna al fine di fornire un flusso aggiuntivo al rivelatore attraverso il limitatore o l'MS. In questa modalità, gli analiti passano dalla colonna al rivelatore o all'MS passando dal limitatore come se vi fosse un'unica colonna continua. Vedere [Figura 68](#) a pagina 213.

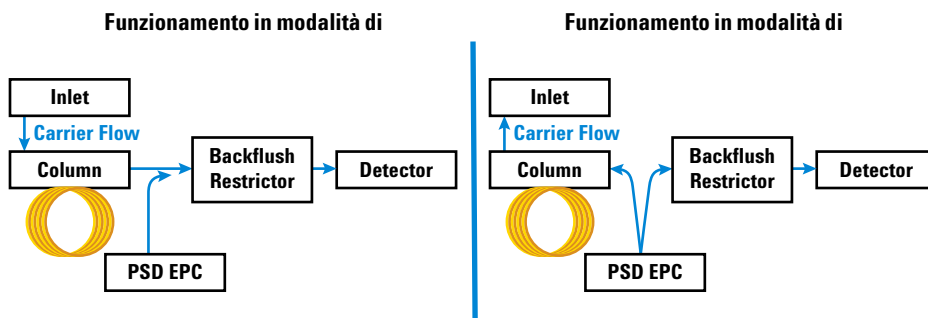


Figura 68 Funzionamento in modalità di flusso regolare e inversione di flusso

Durante l'inversione di flusso, a un tempo specificato dopo l'inserimento del campione (detto tempo di inversione del flusso), la pressione dell'iniettore diminuisce (in genere fino a 1-2 psi). La pressione del dispositivo PSD EPC viene aumentata per invertire il flusso del gas di trasporto e rimuovere eventuali residui di analiti attraverso la trappola di scarico dello split dell'iniettore.

Per attivare la procedura di inversione di flusso, l'operatore deve specificare il tempo di avvio del sistema. In genere, il tempo di inversione del flusso corrisponde al termine dell'esecuzione della procedura, quando l'ultimo picco di interesse è stato eluito dalla colonna e rivelato. Nel tempo di inversione del flusso specificato, la pressione dell'iniettore diminuisce mentre aumenta quella del dispositivo PSD. Maggiore è la pressione del PSD durante la procedura di inversione del flusso, più rapidamente verrà eseguita l'inversione. Tuttavia, quando si aumenta la pressione del dispositivo PSD durante il processo di inversione, una parte del flusso viene destinata al rivelatore o all'MS facendola passare attraverso il limitatore. Durante il processo di inversione, i valori del flusso non devono superare quelli indicati come limiti operativi del rivelatore o dell'MS.

Quando si collega la linea di alimentazione del gas di inversione al modulo EPC per l'inversione di flusso, utilizzare lo stesso gas impiegato come gas di trasporto. Utilizzare quindi un raccordo a T per l'erogazione del gas di trasporto e collegare la nuova linea al modulo EPC per l'accessorio di inversione del flusso utilizzando i collegamenti Swagelok da 1/8".

Potrebbe essere necessario aumentare la pressione del gas di trasporto fornita al GC, a seconda delle impostazioni dell'inversione del flusso. Il valore di regolazione della pressione del PSD EPC varia in base all'applicazione. Il flusso di scarico del PSD EPC deve essere inizialmente impostato su 3 ml/min.

Funzionamento

Considerazioni generali

L'obiettivo di ogni separazione cromatografica è quello di ottenere la quantità necessaria di risoluzione tra gli analiti di interesse, eseguendo la separazione nel più breve tempo possibile. Il tempo totale di analisi corrisponde alla somma del tempo di esecuzione cromatografico, del tempo di attesa successivo all'analisi richiesto per eluire gli analiti con punti di ebollizione elevati (particolarmente conservati) e del tempo di raffreddamento utile al sistema per raggiungere la stabilità termica per l'analisi successiva. Utilizzare l'inversione di flusso post colonna per invertire il flusso dopo aver eluito l'ultimo analita di interesse, può contribuire a ridurre il tempo di attesa a temperature elevate per eluire gli analiti particolarmente conservati. Il riflusso della colonna può aiutare anche a rimuovere i contaminanti della matrice e contribuire ad evitare il carryover.

Considerazioni sull'iniettore

Con i sistemi di inversione di flusso post colonna è possibile utilizzare qualsiasi tipo di iniettore che supporti la modalità split.

Considerazioni sul rivelatore

Il chip dell'inversione di flusso post colonna funziona su qualsiasi rivelatore utilizzabile sulla piattaforma del GC Intuvo 9000 con l'unica limitazione relativa al fatto che il rivelatore scelto deve essere compatibile con le portate del flusso della colonna e quelle impiegate durante la procedura di inversione.

Considerazioni sulla portata di flusso della colonna

La colonna analitica deve funzionare con portata di flusso ottimale per eseguire la separazione richiesta. Vi sono due limitazioni principali per quanto riguarda il flusso della colonna: per prima cosa, il valore del flusso fornito dal dispositivo PSD al limitatore di inversione del flusso deve superare di almeno il 10% quello introdotto nella colonna

analitica. Ad esempio, se la portata del flusso della colonna 1 è impostato a 1,0 ml/min, quella del flusso che passa attraverso il limitatore dell'inversione deve essere almeno di 1,1 ml/min. Inoltre, la portata del flusso del limitatore dell'inversione di flusso deve essere impostata in modo che non superi l'intervallo operativo del rivelatore.

Definizione dei parametri dell'inversione di flusso

Il tempo di inversione del flusso è il momento in cui avviene l'inversione del flusso dopo l'inserimento del campione a un tempo specificato. Ciò avviene quando l'ultimo analita di interesse viene eluito dal sistema. L'operatore può definire questo tempo eseguendo un'operazione senza inversione e determinando il tempo di ritenzione dell'ultimo picco di interesse. L'inversione di flusso è un'operazione successiva all'analisi e la durata dell'inversione del flusso deve essere tale da consentire l'eliminazione di almeno due volumi vuoti della colonna (Backflush Wizard utilizza cinque volumi vuoti). Se si osserva il carryover, questo valore dovrebbe essere aumentato.

G7326A Split iniettore a colonna 2

Quando installato su un GC Intuvo 9000, lo split iniettore G7326A a colonna 2 di Agilent consente l'alimentazione di due colonne e due rivelatori con un singolo iniettore.

Introduzione

L'installazione del Accessorio G7322A per inversione flusso colonna centrale a D1 con EPC consente al GC Agilent Intuvo 9000 di alimentare due colonne e due rivelatori con un singolo iniettore.

L'utilizzo dello split dell'iniettore richiede un rivelatore atmosferico in posizione D1 e un rivelatore atmosferico o di pressione subatmosferica in posizione D2 (D2 installato o MSD).

Principi di funzionamento

Lo split dell'iniettore viene utilizzato per dividere in due flussi l'effluente proveniente dall'iniettore del GC e per separare le colonne e i rivelatori corrispondenti per effettuare la rilevazione dell'analita.

Lo split dell'iniettore supporta l'utilizzo di due colonne analitiche Intuvo e qualsiasi combinazione di rivelatori.

Tipi di rivelatori della pressione atmosferica:

- FID (rivelatore a ionizzazione di fiamma)
- TCD (rivelatore di conduttività termica)
- NPD (rivelatore azoto-fosforo)
- μ ECD (micro-rivelatore a cattura di elettroni)
- FPD+ (rivelatore fotometrico a fiamma). Nota: il rivelatore FPD+ non è compatibile con la posizione D2 di Intuvo

Rivelatori della pressione subatmosferica

- MS (spettrometro di massa)
- SCD (rivelatore a chemiluminescenza di zolfo)
- NCD (rivelatore a chemiluminescenza di azoto)

Lo split dell'iniettore è un chip unico che funge sia da chip per il flusso dell'iniettore sia da chip per il flusso del rivelatore, dividendo il flusso all'interno della colonna. Esso viene disattivato quando si desidera impedire l'assorbimento o la

decomposizione dei composti attivi e dispone di un volume interno minimo progettato per ridurre al minimo eventuali ampliamenti della banda al di fuori della colonna.

Lo split dell'iniettore Intuvo è un dispositivo passivo che non richiede una sorgente di pressione aggiuntiva come, ad esempio, un dispositivo PSD EPC. Il rapporto di splittaggio ottenuto dallo split dell'iniettore è determinato dalle dimensioni delle due colonne analitiche. Ad esempio, una coppia di colonne di dimensioni identiche fornirà un rapporto di splittaggio 1:1 dell'effluente dell'iniettore a entrambi i rivelatori. Nei casi in cui vengano scelte colonne di dimensioni diverse, è possibile calcolare il rapporto effettivo di splittaggio in base al rapporto del gas di trasporto che attraversa ogni colonna. Il gas di trasporto che attraversa una data colonna può essere determinato utilizzando il calcolatore di flusso/pressione di Agilent incluso nel driver software del dispositivo.

Funzionamento

Requisiti

Lo split dell'iniettore richiede l'impiego di due colonne Intuvo che prevedono l'installazione e l'utilizzo di un riscaldatore aggiuntivo per la testa della colonna.

Inoltre, sarà necessario installare un secondo rivelatore (D2) atmosferico o della pressione subatmosferica.

Considerazioni sulla colonna

La scelta della coppia di colonne da utilizzare con lo split dell'iniettore determina il rapporto effettivo di splittaggio.

In genere, lo split dell'iniettore viene utilizzato per implementare una coppia di colonne associate tra loro o che hanno valori simili di restrizione e fornire così un rapporto di splittaggio di 1:1 tra le colonne. In questa configurazione, la composizione della fase stazionaria (cioè polarità) risulta tipicamente diversa tra le due colonne per consentire variazioni di conferma durante il periodo di ritenzione degli analiti di riferimento o per modificare l'ordine di eluizione o la risoluzione del picco tra coppie critiche di picchi.

In alternativa, lo stesso tipo di colonna (uguale sia per dimensione sia per composizione in fase stazionaria) può essere utilizzato per entrambi i canali dello split dell'iniettore mentre vengono utilizzati due rivelatori diversi.

NOTA

La colonna 1 collega l'iniettore Intuvo al rivelatore in posizione D1. La colonna 2 collega l'iniettore Intuvo al rivelatore in posizione D2.

Considerazioni sul rivelatore

La scelta dei rivelatori da utilizzare con lo split dell'iniettore dipende dal tipo di applicazione. In genere, il rivelatore viene configurato secondo una delle due seguenti tipologie:

- ogni rivelatore è selettivo per classi diverse di composti;
- un rivelatore è più indicato per un lavoro a livello quantitativo mentre l'altro per un'analisi qualitativa (ad esempio una configurazione FID-MSD).

Gas di trasporto

La scelta del tipo di gas di trasporto e della portata del flusso deve essere determinata in base alle condizioni che forniranno le prestazioni cromatografiche ottimali per l'applicazione di interesse. La scelta della portata del flusso del gas di trasporto deve essere effettuata anche in base al tipo di utilizzo dei rivelatori e se tali rivelatori sono sottoposti a limiti di portata del flusso. Ad esempio, la portata totale del flusso ottimale consigliata in ingresso per l'MS di Agilent è di 1,2 ml/min.

Quando si imposta la portata del flusso del gas di trasporto, è possibile definire tale portata solo per la colonna 1. Poiché esiste una sola sorgente di pressione per l'alimentazione del flusso della colonna (cioè l'iniettore EPC), qualsiasi pressione utilizzata per alimentare il flusso richiesto della colonna 1 è ciò che determinerà il flusso attraverso la colonna 2.

Accessorio G7329A Split rivelatore D1-MS 1:1

Quando installato su un GC Intuvo 9000, l'accessorio G7329A Split rivelatore D1-MS 1:1 di Agilent divide l'effluente della colonna in parti uguali tra il rivelatore in posizione D1 del GC e l'MS collegato.

Quando si collega la linea di alimentazione del gas al modulo PSD EPC per lo split rivelatore D1-MS 1:1 Intuvo, utilizzare lo stesso gas impiegato come gas di trasporto. Utilizzare quindi un raccordo a T per l'erogazione del gas di trasporto e collegare la nuova linea al modulo PSD EPC per l'accessorio utilizzando i collegamenti Swagelok da 1/8".

Il valore di regolazione della pressione dell'EPC varia in base all'applicazione. Il flusso di scarico dell'EPC deve essere inizialmente impostato su 3 ml/min.

Principi di funzionamento

Lo split rivelatore D1-MS 1:1 Intuvo viene utilizzato per dividere l'effluente dalla colonna analitica in due diversi rivelatori, dove un rivelatore viene azionato a pressione atmosferica mentre l'altro a pressione subatmosferica. Il rivelatore D1 può essere uno dei rivelatori atmosferici supportati. Il D2 è uno spettrometro di massa (MS). Vedere [Figura 69](#).

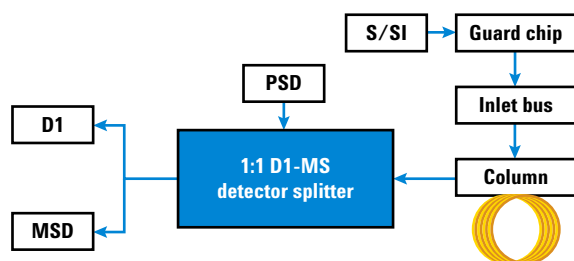


Figura 69 Diagramma del flusso dello split rivelatore D1-MS 1:1

Lo split rivelatore D1-MS 1:1 Intuvo prevede l'utilizzo di un modulo elettronico di controllo della pressione e di un dispositivo pneumatico di commutazione (PSD EPC) Intuvo. Il dispositivo PSD EPC consente una diminuzione costante della pressione in corrispondenza delle strozzature dello split che sono necessarie per compensare le differenze di pressione di funzionamento tra i rivelatori D1 ed MS.

Rivelatori atmosferici D1 supportati:

- FID (rivelatore a ionizzazione di fiamma)

- TCD (rivelatore di conduttività termica)
- NPD (rivelatore azoto-fosforo)
- μ ECD (micro-rivelatore a cattura di elettroni)
- FPD+ (rivelatore fotometrico a fiamma)

Spettrometri di massa supportati:

- MS a singolo quadropolo 5975A, 5977A, 5977B - HES (High Efficiency Source, sorgente ad alta efficienza) e non HES
- MS a triplo quadrupolo 7010 e serie 7000 - HES e non HES

Il chip dello split rivelatore D1-MS 1:1 è un dispositivo di splittaggio attivo. Il dispositivo PSD EPC mantiene una pressione costante in corrispondenza dello split durante tutto il processo di regolazione della temperatura del forno, consentendo una portata ottimale del gas di trasporto a ogni rivelatore durante tutta l'analisi. Mantenere una portata costante del gas di trasporto è importante anche per mantenere reattivi i rivelatori come, ad esempio, l'MS.

Il rapporto di splittaggio ottenuto viene integrato nel chip dello split rivelatore D1-MS 1:1. Modificando i valori di regolazione del metodo è possibile ottenere leggere differenze nel rapporto di splittaggio dell'effluente della colonna diretto ai diversi rivelatori. Tuttavia, il chip dello split D1-MS 1:1 è stato progettato per fornire uno splittaggio di 1:1 per una serie specifica di condizioni: tipo di gas di trasporto, pressione PSD EPC e valori di regolazione della temperatura.

Dettagli dell'hardware

Lo split rivelatore D1-MS 1:1 Intuvo sostituisce il chip del flusso del rivelatore esistente e fornisce percorsi di flusso per entrambi i rivelatori, con una strozzatura aggiunta al percorso dell'MS per ottenere un rapporto di splittaggio di 1:1.

In alternativa, il GC utilizza unità hardware standard (code rivelatore, chip dell'iniettore e così via).

Il modulo PSD EPC viene calibrato per effettuare il controllo di tutti i tipi di gas supportati e di range di pressione/flusso. Di conseguenza, non sarà necessario installare frit per ottenere flussi specifici o particolari.

Modulo PSD EPC

Il modulo PSD EPC deve essere fornito con lo stesso tipo di gas del modulo EPC dell'iniettore del gascromatografo.

Il dispositivo PSD EPC dispone di due canali di controllo pneumatici. Il primo canale (principale) controlla la pressione applicata al nodo del chip dello split rivelatore D1-MS 1:1 dove viene suddiviso l'effluente della colonna. Il secondo canale funge da limitatore di perdite per il canale principale e viene denominato Flusso di scarico. Un flusso di scarico standard di 3 ml/min garantisce che il valore di regolazione della pressione del modulo PSD EPC rimanga abbastanza alto da consentire un facile controllo.

Il flusso viene scaricato da un tubo con diametro esterno di 1/8" fatto passare fuori dalla parte posteriore del GC. Se necessario, è possibile collegare il tubo a una cappa aspirante o ad altri sistemi di ventilazione idonei.

Valori di regolazione del dispositivo PSD EPC

Poiché le strozzature integrate nel chip dello split rivelatore D1-MS 1:1 sono di dimensione predefinita e non possono essere modificate, lo split è stato progettato per funzionare in un rapporto di splittaggio 1:1 e rimanere nei seguenti valori di regolazione dello specifico metodo:

- Gas di trasporto = He
- Flusso della colonna = 2,5 ml/min (costante)
- Temperatura massima del programma del forno = 325 °C
- Pressione PSD EPC = 26,2 kPa (3,8 psig)

Se i parametri effettivi del metodo utilizzati si discostano da questi valori di regolazione, il rapporto di splittaggio fornito dallo split rivelatore D1-MS 1:1 si discosterà anch'esso dal rapporto 1:1 (i flussi effettivi erogati a ogni rivelatore in una determinata serie di condizioni verranno visualizzati nella sezione PSC EPC dell'editor del metodo sul GC). La prestazione del rapporto di splittaggio è la più sensibile alle variazioni di temperatura e al tipo di gas di trasporto impiegato.

Colonne

Poiché il modulo PSD EPC controlla la pressione sul nodo di splittaggio dell'effluente della colonna, è possibile scegliere la colonna indipendentemente dalla divisione del rivelatore. La pressione dell'iniettore viene regolata in modo che anche la pressione in uscita dalla colonna analitica sia la stessa del modulo PSD EPC.

Solitamente i metodi MS utilizzano la modalità di flusso costante. Tuttavia, controllando correttamente la pressione dell'iniettore in base al dispositivo PSD EPC che definisce la

pressione in uscita, sarà possibile utilizzare tutte le modalità di funzionamento della colonna: pressione costante, flusso costante, pressione incrementata o flusso incrementato. Per le modalità a pressione controllata sarà necessario utilizzare un calcolatore di flusso o un traduttore di metodi per adattare i valori di regolazione della pressione dell'iniettore.

Regolazione dell'MSD

Dopo aver eseguito l'installazione dello split rivelatore D1-MS 1:1 e aver verificato che la macchina abbia raggiunto i propri valori di regolazione del metodo, si consiglia di regolare nuovamente l'MS per adattarne i valori allo stesso flusso di entrata della propria fonte di ioni, come accade durante l'esecuzione analitica.

Gas di trasporto

La portata del gas di trasporto di 2,5 ml/min. La scelta del tipo di gas di trasporto e della portata del flusso deve essere determinata in base alle condizioni che forniranno le prestazioni cromatografiche ottimali per l'applicazione di interesse.

Scambio rapido della colonna

Oltre a fornire la pressione allo split rivelatore D1-MS 1:1, il dispositivo PSD EPC può anche essere utilizzato per mantenere il flusso verso l'MS senza la necessità di doverlo sfiatare durante la manutenzione dell'iniettore o la sostituzione della colonna.

Per eseguire la manutenzione della colonna o dell'iniettore con lo split rivelatore D1-MS 1:1, procedere come indicato di seguito.

- 1 Lasciare raffreddare l'iniettore.
- 2 Assicurarci che la pressione PSD EPC sia $\approx 26,2$ kPa (3,8 psig).
- 3 Rimuovere la colonna esistente.
- 4 Installare la nuova colonna nel percorso del flusso. Usare il cacciavite torsionometrico Intuvo per serrare solo il bullone che consente il contatto del chip del flusso dell'iniettore.
- 5 Erogare il gas di trasporto per rimuovere l'aria dalla colonna.
- 6 Usare il cacciavite torsionometrico Intuvo per serrare il bullone di uscita della colonna in corrispondenza dello split del rivelatore.
- 7 Riportare la pressione dello split al valore di regolazione originario.

Accessorio G7328A Split rivelatore D1-D2 1:1

Quando installato su un GC Intuvo 9000, l'accessorio G7328A Split rivelatore D1-D2 1:1 di Agilent divide l'effluente della colonna analitica in due diversi rivelatori, ciascuno funzionante a pressione atmosferica.

Introduzione

Quando installato su un GC Agilent Intuvo 9000, il Accessorio G7322A per inversione flusso colonna centrale a D1 con EPC divide l'effluente della colonna analitica in due diversi rivelatori, ciascuno funzionante a pressione atmosferica.

Principi di funzionamento

Come già accennato, il Accessorio G7322A per inversione flusso colonna centrale a D1 con EPC divide l'effluente della colonna analitica in due diversi rivelatori, ciascuno funzionante a pressione atmosferica.

Lo split rivelatore è passivo e non richiede l'utilizzo di un modulo elettronico di controllo della pressione né di un dispositivo pneumatico di commutazione (PSD EPC) Intuvo. Sulla base della pressione di uscita di entrambi i rivelatori D1 e D2 che è pari a quella atmosferica, l'effluente della colonna viene diviso in parti uguali tra i due rivelatori. Vedere [Figura 70](#).

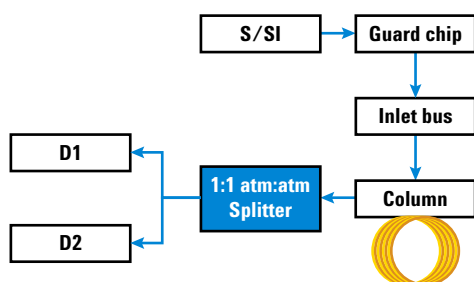


Figura 70 Principi di funzionamento

Lo split del rivelatore supporta l'utilizzo di qualsiasi combinazione di rivelatori appartenenti ai gruppi qui descritti.

Rivelatori di pressione atmosferica per D1:

- FID (rivelatore a ionizzazione di fiamma)
- TCD (rivelatore di conduttività termica)

- NPD (rivelatore azoto-fosforo)
- μ ECD (micro-rivelatore a cattura di elettroni)
- FPD+ (rivelatore fotometrico a fiamma)

Rivelatori di pressione atmosferica per D2:

- FID (rivelatore a ionizzazione di fiamma)
- TCD (rivelatore di conduttività termica)
- NPD (rivelatore azoto-fosforo)
- μ ECD (micro-rivelatore a cattura di elettroni)

Funzionamento

Considerazioni sulla colonna

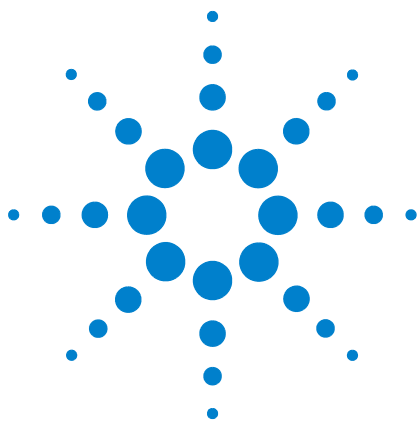
Lo split del rivelatore è installato in una configurazione post colonna, quindi il suo impiego non prevede alcuna specificazione riguardo alla scelta della colonna.

Considerazioni sul rivelatore

La scelta dei rivelatori da utilizzare con lo split del rivelatore non dipende dall'uso dello split. Tuttavia, poiché la quantità di gas iniettata verrà suddivisa in parti uguali tra i due rivelatori, si consiglia di prestare particolare attenzione durante l'esecuzione di analisi con livelli di concentrazione di residui nel caso si utilizzino rivelatori con limiti di rilevamento diversi.

Considerazioni sul gas di trasporto

La scelta del tipo di gas di trasporto e della portata del flusso non dipende dall'uso dello split del rivelatore.



15 Test di metrologia cinese

Fattori di conversione unità FPD+ e ECD [226](#)

Fattori di conversione per FPD+ [227](#)

Fattore di conversione per ECD [227](#)

Utilizzare i fattori di conversione [228](#)

Riferimenti [229](#)

Il GC 9000 è conforme ai seguenti standard aziendali:
Q31/0115000033C005-2016-02.

I test di metrologia cinese del 9000 GC sono eseguita secondo lo standard aziendale Q31/0115000033C005-2016-02. Questo capitolo fornisce informazioni e tecniche per determinare in maniera appropriata il rumore e la deriva quando si controlla un FPD+ o ECD.



Fattori di conversione unità FPD+ e ECD

Al momento della pubblicazione, la verifica della metrologia cinese richiede metrica di rumore e deriva come visualizzato di seguito.

Rivelatore	Unità di rapporto
FID	A
TCD	mV
NPD	A
FPD ⁺	A
ECD	mV

Comunque, è necessaria la raccolta dei dati per ottenere l'uscita digitale disponibile tramite GC e il sistema dati. Per FID, NPD, e TCD, il sistema dati fornisce i dati nelle unità di rapporto richieste. Ad ogni modo, l'ECD e FPD⁺, Agilent riporta l'emissione ai propri sistemi di dati in "unità visualizzate (UV)". Questa sezione descrive come convertire/riportare in scala in maniera precisa i risultati digitali FPD⁺ e ECD per renderli coerenti con i requisiti della metrologia cinese.

I fattori di conversione per FPD⁺ e ECD ottengono l'uscita dell'unità visualizzata dal percorso digitale del sistema dati Agilent verso un valore assoluto per corrente o tensione. Agilent ha sviluppato fattori di conversione in maniera empirica, secondo misurazioni che derivano da un sistema singolo che emette simultaneamente i dati analogici e digitali. I fattori di conversione comprendono anche:

- la scala applicata ai segnali analogici vs digitali
- un'impostazione dell'intervallo del segnale analogico di 5 (2⁵) al GC
- il filtro unico applicato da 35900 ADC
- le differenze di larghezza di banda (BW) associate al canale digitale GC (5 Hz) e il percorso analogico a 35900 ADC (3 Hz)

le differenze nella larghezza di banda del canale tra i percorsi del segnale analogico e digitale possono essere prese in considerazione come segue:

$$BW = 35900 \text{ percorso ADC} / \text{GC percorso digitale} = \sqrt{(3 \text{ Hz} / 5 \text{ Hz})} = 0,7$$

Fattori di conversione per FPD⁺

Per FPD⁺, il fattore di conversione è lo stesso a prescindere dall'uso del filtro al fosforo o allo zolfo:

$$\text{FPD}^+ \text{ (fosforo): } 1 \text{ DU} = 1 \times 10^{-12} \text{ A}$$

$$\text{FPD}^+ \text{ (zolfo): } 1 \text{ DU} = 1 \times 10^{-12} \text{ A}$$

Fattore di conversione per ECD

Per ECD, lo standard della metrologia cinese è stato stabilito secondo un modello ECD precedente. Agilent rapporta le unità visualizzate e Hz (l'unità di base di misura per ECD) con un rapporto diverso per ECD a confronto con ECD usato per sviluppare lo standard. L'ECD si rapporta alle DU a 1 Hz mentre il vecchio ECD si rapporta a 1 DU a 5Hz. Quindi la conversione include anche la differenza del rapporto del segnale digitale tra ECD e ECD. Per convertire l'uscita del rumore ECD in un valore paragonabile alla specifica CMC, utilizzare la seguente formula:

$$\text{ECD: } 1 \text{ DU} = 0,2 \text{ mV}$$

Il fattore di conversione ECD mostra che il fattore di conversione paragonabile per l'ECD sarebbe $1 \text{ mV/DU} = 1 \text{ mV/1 Hz}$.

Utilizzare i fattori di conversione

Per utilizzare i fattori di conversione, moltiplicare il rumore ASTM riportato dal sistema dati Agilent per il percorso del segnale digitale GC attraverso il fattore di conversione adeguato.

Ad esempio, consideriamo di applicare i fattori di conversione⁺ e ECD ad un campione statistico di prestazioni del rumore digitale misurate per entrambi i rivelatori presso Agilent:

Rumore medio FPD⁺ ASTM, DU^{*†}: 1,54

Rumore medio ECD ASTM, DU[‡]: 0,16

Applicare i fattori di conversione:

FPD⁺: $1.54 \text{ DU} \times (1 \times 10^{-12} \text{ A}/1 \text{ DU}) = 1.54 \times 10^{-12} \text{ A}$

ECD: $0,16 \text{ DU} \times (0,2 \text{ mV}/1 \text{ DU}) = 0,032 \text{ mV}$

*. I dati Agilent per il rumore FDP+ nell'esempio rappresentano solo la modalità zolfo.

†. I dati raccolti a scopo comparativo dovrebbero essere acquisiti con uno scarto FPD nominale di < 100 DU in modalità zolfo e < 20 DU in modalità fosforo e ad una frequenza dati di 5 Hz.

‡. I dati raccolti a scopo comparativo dovrebbero essere acquisiti con una linea di base ECD nominale a o sotto le 150 DU e ad una frequenza dati di 5 Hz.

Riferimenti

“Calculation of Performance Factors for the HP 6890 Gas Chromatograph Using Different Data Handling Devices” Agilent Technologies publication 5964-0282E.

“Calculation of Performance Factors for the HP 6890 Gas Chromatograph Using Different Data Handling Devices” Agilent Technologies publication 5091-9207E.

“Calculation of Performance Factors for the HP 6890 Gas Chromatograph Using Different Data Handling Devices” Agilent Technologies publication 5965 8901E.



Agilent Technologies