



Agilent 8860 Gascromatografo

Manuale operativo

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

G2790-94014

Edizione

Seconda edizione, luglio 2019

Prima edizione, gennaio 2019

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 dell'indicazione **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.

Introduzione

1 Guida introduttiva

Gas Cromatografo 8860	12
Prima di usare il GC	13
Cromatografia con un GC	14
Iniettori	15
Iniettori automatici	15
Valvole di campionamento automatico	15
Colonne e forno GC	16
Rivelatori	17
Touchscreen	18
Funzionamento del sistema	19
Touchscreen	19
Interfaccia del browser	19
Sistema dati	20
Interfaccia del browser	21
Indicatore di stato	25
Stato del GC	26
Segnali d'avviso	26
Condizioni di errore	26
Eliminazione di una condizione di arresto	26
Panoramica dell'analisi di un campione	27
Controllo della strumentazione	28
Correggere i problemi	29

2 Guida e informazioni

Dove trovare le informazioni	32
Guida da browser	33
Guida sensibile al contesto	37
DVD Agilent GC and GC/MS User Manuals & Tools	39

3 Accensione e spegnimento

Procedura di avvio del GC **42**

Procedura di spegnimento del GC per meno di una settimana **43**

Procedura di spegnimento del GC per più di una settimana **44**

4 Funzionamento del touchscreen

Navigazione **46**

Controlli analisi **47**

Vassoio di stato/controllo **47**

Inserire i dati **49**

Vista principale **50**

Pagina di stato **51**

Pagina Plot **52**

5 Metodi

Che cos'è un metodo? **56**

Che cosa viene salvato in un metodo? **57**

Che cosa accade quando si carica un metodo? **58**

Creare un metodo **59**

Caricare un metodo **61**

Esecuzione dei metodi **62**

Pre Run e Prep Run **62**

Preparazione manuale dell'esecuzione **62**

Iniezione manuale di un campione con una siringa e avvio di un'analisi **62**

Esecuzione di un metodo per elaborare un solo campione ALS **63**

Interruzione di un metodo **63**

Eventi **64**

Utilizzo degli eventi di durata analisi **64**

Programmazione degli eventi di durata analisi **65**

Tabella di analisi **65**

Modifica di eventi nella tabella di esecuzione **65**

Eliminazione degli eventi di analisi **65**

Iniettori **66**

Portate del gas di trasporto **66**

Informazioni sul risparmio di gas **66**

Informazioni sulla programmazione della temperatura del forno	68
Velocità rampa del forno	68
Colonne	70
Rivelatori	71
FID	71
FPD+	72
NPD	74
TCD	75
ECD	76
Valvole	78
Il comparto delle valvole	78
Controllo valvola	78
Tipi di valvole	79
Controllo di una valvola	79
Segnali di uscita GC	82
Segnali analogici	82
Segnali digitali	84

6 Sequenze

Che cos'è una sequenza?	88
Errori rimediabili	89

7 Diagnostica

Informazioni sulla diagnostica	92
Il rapporto sulle condizioni del sistema	92
Test automatico	92
Diagnostica auto-guidata	93
Utilizzare la vista diagnostica	94
Eseguire test diagnostici	95

8 Manutenzione

Funzionalità EMF (Early Maintenance Feedback)	98
Tipi di contatore	98
Soglie	99
Soglie predefinite	99
Eseguire la manutenzione	100
Contatori disponibili	101
Visualizzare i contatori di manutenzione	104

Attivazione, reset o modifica di un limite per un contatore EMF	105
Contatori EMF per campionatori automatici	106
Contatori per ALS 7693A e 7650 ALS con firmware EMF abilitato	106
Contatori per ALS con firmware di versioni precedenti	106
Contatori EMF per gli strumenti MS	107

9 Registri

Vista registri	110
Log di manutenzione	110
Log di analisi	110
Log di sistema	110

10 Impostazioni

Informazioni sulle impostazioni	112
Modo assistenza	113
About	114
Calibrazione	115
Calibrazione EPC—iniettore, rivelatori, PCM, e AUX	116
Azzeramento di un sensore specifico di portata o pressione	117
Impostazioni di sistema	118
Configurazione dell'indirizzo IP per il GC	119
Modificare il sistema locale	119
Accesso ai dati di analisi memorizzati	119
Controllo dell'accesso all'interfaccia del browser	120
Strumenti	122
Eseguire un'analisi di compensazione della colonna	123

11 Configurazione

Informazioni sulla configurazione	126
Modifiche di configurazione	127
Configurazione della valvola	128
Per configurare le valvole	128
Configurazione iniettore	129
Colonne	130
Configurazione di una singola colonna	130
Configurazione di una colonna impaccata	131
Altre indicazioni sulla configurazione della colonna	132

Forno	133
Configurazione del forno	133
Configurazione rilevatore	134
Impostazioni uscita analogica	135
Configurazione MSD	136
Configurazione MSD	136
Attivazione o disattivazione delle comunicazioni MS	136
Utilizzo del GC quando l'IMS è in arresto	137
Impostazioni varie	138
Readiness	139
Comparto delle valvole	140
PCM	141
Aux EPC	142

12 Risparmio delle risorse

Risparmio delle risorse	144
Metodi sleep	145
Metodi Wake e Condition	146
Impostazione del GC su risparmio delle risorse	147

13 Programmazione

Programmazione oraria	150
Utilizzo degli eventi orari	150
Aggiunta di eventi alla tabella oraria	150
Eliminazione degli eventi orari	150

14 Moduli di portata e pressione

Informazioni sul controllo di portata e pressione	154
Pressione operativa massima	155
Controller di pressione ausiliari	156
Restrittori	157
Esempio: Utilizzo dei canali PCM	159
PID	160

15 Iniettori

- Panoramica iniettori **162**
- Informazioni sull'iniettore split/splitless **163**
 - Selezione del liner iniettore S/SL corretto **163**
- Informazioni sull'iniettore per colonna impaccata **165**
- Informazioni sull'iniettore per colonna impaccata **166**
- Informazioni sull'iniettore cool on-column **167**
 - Configurare le modalità dell'iniettore COC **167**
 - Colonne capillari **167**

16 Colonne e forno

- Hydrogen Sensor **170**
 - Registri strumenti **170**
 - Calibrazione **170**
 - Informazioni sullo stato **170**
 - Funzionamento con sistema dati Agilent **170**

17 Test cromatografico

- Test cromatografico **174**
- Preparazione del test cromatografico **175**
- Verifica delle prestazioni del FID **177**
 - Per verificare le prestazioni del FID con iniettore colonna impaccata (PCI) **177**
 - Per verificare le prestazioni del FIS con iniettore per colonna impaccata, split splitless oppure on column a freddo **179**
- Verifica delle prestazioni del TCD **183**
 - Per verificare le prestazioni del TCD con iniettore colonna impaccata (PCI) **183**
 - Per verificare le prestazioni del TCD con iniettore per colonna impaccata, split splitless oppure on column a freddo **185**
- Verifica delle prestazioni del NPD **189**
- Verifica delle prestazioni dell'ECD **192**
- Per verificare la prestazione del FPD+ (campione 5188-5953) **195**
 - Preparazione **195**
 - Prestazioni del fosforo **195**
 - Prestazioni dello zolfo **198**
- Per verificare le prestazioni del FPD+ (campione 5188-5245, Giappone) **200**
 - Preparazione **200**
 - Prestazioni del fosforo **200**
 - Prestazioni dello zolfo **203**

18 Test di metrologia cinese

Fattori di conversione unità FPD+ e ECD **206**

Fattori di conversione per FPD+ **206**

Fattore di conversione per ECD **206**

Utilizzare i fattori di conversione **208**

Riferimenti **209**

19 Glossario

1

Guida introduttiva

Gas Cromatografo 8860	12
Prima di usare il GC	13
Cromatografia con un GC	14
Iniettori	15
Iniettori automatici	15
Valvole di campionamento automatico	15
Colonne e forno GC	16
Rivelatori	17
Touchscreen	18
Funzionamento del sistema	19
Touchscreen	19
Interfaccia del browser	19
Sistema dati	20
Interfaccia del browser	21
Indicatore di stato	25
Stato del GC	26
Segnali d'avviso	26
Condizioni di errore	26
Eliminazione di una condizione di arresto	26
Panoramica dell'analisi di un campione	27
Controllo della strumentazione	28
Correggere i problemi	29

Questo documento fornisce una panoramica del Gas Cromatografo (GC) Agilent 8860 insieme a istruzioni di funzionamento dettagliate.

Gascromatografo 8860



Figura 1. GC 8860

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. (nella colonna del forno).
- 3 **Identificazione** dei composti nel 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 l'interfaccia del browser o il sistema dati.

Iniettori

Tramite gli iniettori i campioni vengono introdotti nel GC. Il GC 8860 Agilent può presentare un massimo di due iniettori: iniettore anteriore e iniettore posteriore.

Di seguito gli iniettori disponibili:

- Iniettore split/splitless (SSL)
- Iniettore per impaccate (PP)
- Iniettore colonna impaccata (PCI)
- Iniettore cool on-column (COC)

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

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

Iniettori automatici

Il GC Agilent 8860 può contenere un massimo di un iniettore automatico, utilizzato in posizione anteriore o posteriore.

Valvole di campionamento automatico

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

Il GC Agilent 8860 può contenere un massimo di tre valvole totali. Possono essere usate fino a due valvole di campionamento dei liquidi non riscaldate o fino a tre valvole di campionamento del gas, in qualsiasi combinazione.

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

Colonne e forno GC

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

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

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

Il GC Agilent 8860 può contenere fino a tre colonne, identificate come Colonna #1, Colonna #2 e Colonna #3.

Rivelatori

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

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

Il GC può contenere fino a tre rivelatori (due montati sulla parte superiore del GC e uno montato su un vettore laterale, o nella posizione Aux sulla parte superiore), identificati con Rivelatore anteriore, Rivelatore posteriore e Rivelatore Aux 2.

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



Figura 2. Posizioni rivelatori

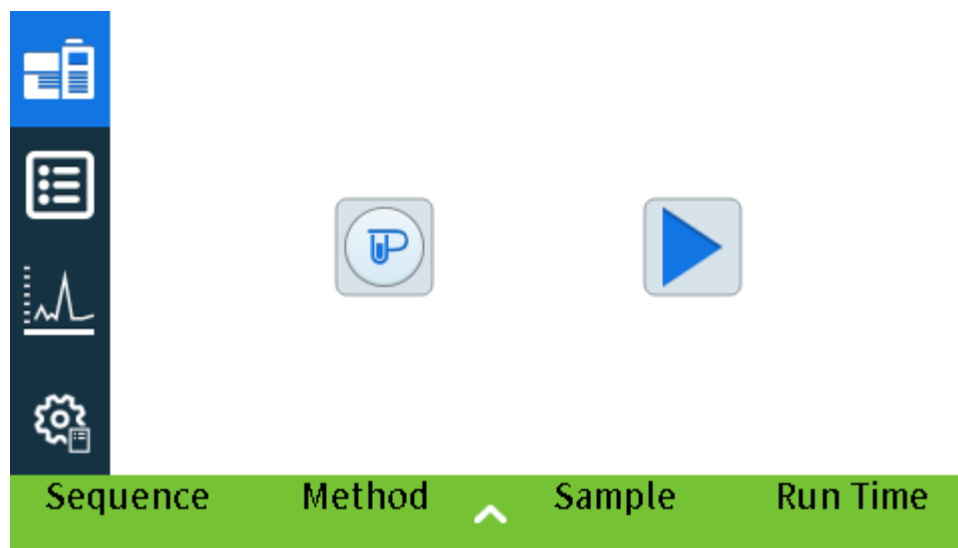
NOTA

Un rivelatore montato lateralmente può essere solamente un TCD, ECD o FID. Altri tipi di rivelatori non sono supportati in questa posizione.

Un Rivelatore Aux montato sulla parte superiore può essere solamente un FPD+ o TCD.

Touchscreen

Sul touchscreen sono mostrate le informazioni sull'attività e lo stato del GC ed è possibile avviare, interrompere e preparare il GC per l'analisi di un campione.



Vedere **“Funzionamento del touchscreen”** per una descrizione dettagliata delle funzioni e delle caratteristiche del touchscreen.

Funzionamento del sistema

Il GC può essere controllato tramite il touchscreen, l'interfaccia del browser e un sistema dati Agilent.

Touchscreen

Il touchscreen fornisce il controllo diretto delle impostazioni di configurazione, l'accesso alle funzioni di diagnostica e manutenzione, i registri e l'accesso alla guida, oltre alla possibilità di apportare modifiche temporanee ai punti di regolazione. Usare il display touch per:

Il touchscreen offre controlli per:

- Impostare l'indirizzo IP del GC
- Selezionare la lingua del touchscreen
- Visualizzare i dati dello stato e i grafici in tempo reale.
- Monitorare lo stato del GC e dell'analisi
- Monitorare le condizioni del sistema
- Eseguire impostazioni di sistema, ad esempio la configurazione dell'indirizzo IP e locale del sistema, ecc.

La schermata principale offre il controllo dell'analisi di base:



Prep Run: Tipicamente necessario prima delle iniezioni manuali per uscire dalla modalità risparmio di gas e preparare i flussi dell'iniettore per l'iniezione.



Start

Alcune attività, come l'impostazione dell'indirizzo IP, possono essere eseguite solamente tramite il touchscreen.

Interfaccia del browser

L'interfaccia del browser fornisce molte delle stesse funzioni del touchscreen. L'interfaccia del browser consente di configurare e controllare lo strumento, oltre alla possibilità di avviare lo strumento in modo autonomo (senza un sistema dati collegato). L'interfaccia del browser può essere visualizzata utilizzando qualsiasi dispositivo comune per la navigazione sul Web, come un computer o un tablet, purché sia collegato allo stesso gateway del GC. Usare l'interfaccia browser per:

- Creare i metodi
- Analizzare campioni e sequenze di campioni
- Eseguire test diagnostici

- Verificare lo stato e le prestazioni del GC
- Eseguire procedure di manutenzione
- Verificare le informazioni sulla manutenzione e ripristinare i contatori
- Modificare le impostazioni della lingua
- Accedere alla guida in linea

Per connettersi all'interfaccia del browser:

- 1 Su un tablet o un computer collegato allo stesso gateway del GC, aprire una finestra del browser.
- 2 Navigare a **http://Nome GC o Indirizzo IP**. Ad esempio, se l'indirizzo IP del GC è 10.1.1.100, navigare a **http://10.1.1.100**.
- 3 Se richiesto, inserire il codice di accesso. (Il codice di accesso è disponibile sul touchscreen del GC).

Per maggiori informazioni sull'interfaccia del browser, vedere **"Interfaccia del browser"**.

Quando il GC è controllato da un sistema dati, le modifiche ai valori di regolazione e altre funzionalità possono essere disattivate nell'interfaccia del browser. Se diversi utenti si collegano a un GC utilizzando l'interfaccia del browser, solo il primo collegamento dispone dei controlli completi.

Sistema dati

L'adattatore del sistema dati fornito con i sistemi dati Agilent, come OpenLAB CDS, fornisce il controllo completo del GC per la creazione dei metodi, l'analisi dei campioni, ecc. Utilizzare il sistema dati per:

- Creare i metodi
- Analizzare campioni e sequenze di campioni
- Monitorare lo stato del GC e dell'analisi
- Monitorare le condizioni del sistema
- Monitorare l'utilizzo dei consumabili e la durata rimanente
- Eseguire alcune impostazioni di sistema
- Visualizzare i registri del sistema
- Impostare la tabella oraria del GC e gli eventi di risparmio delle risorse

In aggiunta al sistema dati, l'adattatore offre l'accesso alla guida completa e alle informazioni dell'utente. Da qualsiasi punto all'interno dell'editor del metodo del GC, selezionare **Help and Information Browser Interface** dalla struttura di navigazione.

Nota:

- L'adattatore del sistema dati non fornisce accesso diretto a tutte le funzionalità di diagnostica e manutenzione del GC.
- Il sistema dati non può usare direttamente metodi o sequenze creati nell'interfaccia del browser.
- Quando collegato al GC, l'adattatore del sistema dati può essere impostato per limitare determinate modifiche con il touchscreen o con l'interfaccia del browser.

Interfaccia del browser

È possibile controllare e monitorare il GC con un'interfaccia del browser sullo stesso gateway del GC. Non è necessario un collegamento Internet. È possibile accedere all'interfaccia del browser utilizzando browser di computer e dispositivi mobili, come i tablet. L'interfaccia del browser offre il controllo completo del GC. Utilizzarla per eseguire operazioni come:

- Configurare i tipi e le portate dei gas del GC
- Eseguire procedure di manutenzione automatizzate
- Eseguire test diagnostici
- Creare, modificare e caricare i metodi
- Analizzare i campioni
- Creare, modificare e caricare sequenze di campioni
- Monitorare le prestazioni del GC (visualizzazione di registri, stati correnti e grafici)

Se un sistema dati è collegato al GC, non è possibile modificare i metodi, modificare le sequenze e avviare o arrestare le analisi mediante l'interfaccia del browser. Per ulteriori dettagli, vedere **“Che cos'è un metodo?”**.

The screenshot shows the GC browser interface. At the top, there is a navigation bar with tabs: Method, Sequences, Diagnostics, Maintenance, Logs, Settings, and Help. Below the navigation bar is a sidebar with a tree view of system components: Valves (Inlets, Columns, Oven, Detectors, Analog Out, Events, Signals), GC Performance (Blank Evaluation, Peak Evaluation), and Configuration (Miscellaneous). The main area displays a table of valve configurations:

Type	On	Load Time (min)	Inject Time (min)
1 No Valve	Off	0.1	0.1
2 No Valve	Off	0.1	0.1
3 No Valve	Off	0.1	0.1
4 No Valve	Off	0.1	0.1
5 No Valve	Off	0.1	0.1
6 No Valve	Off	0.1	0.1
7 No Valve	Off	0.1	0.1
8 No Valve	Off	0.1	0.1
9 No Valve	Off	0.1	0.1
10 No Valve	Off	0.1	0.1

Annotations on the right side of the screenshot:

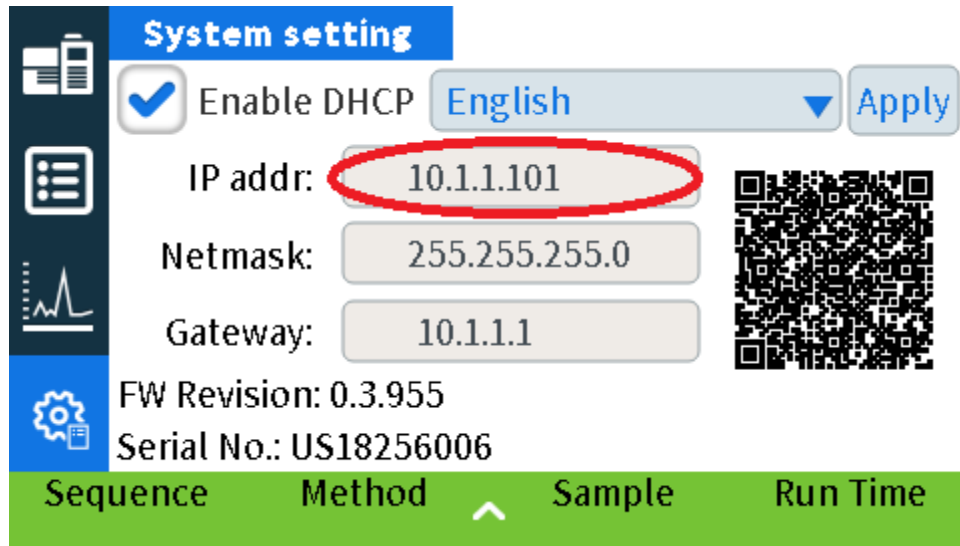
- Modificare metodi, sequenze, impostazioni del GC e molto altro (pointing to the Settings and Help tabs)
- Accedere alla suite Help & Information (pointing to the Help tab)
- Visualizzare una guida sensibile al contesto sulla schermata attuale (pointing to the Help icon in the sidebar)

At the bottom of the interface, there is a status bar showing "STATUS: NORMAL", "Sequence", "Method", and "Est. Remaining: 07:49".

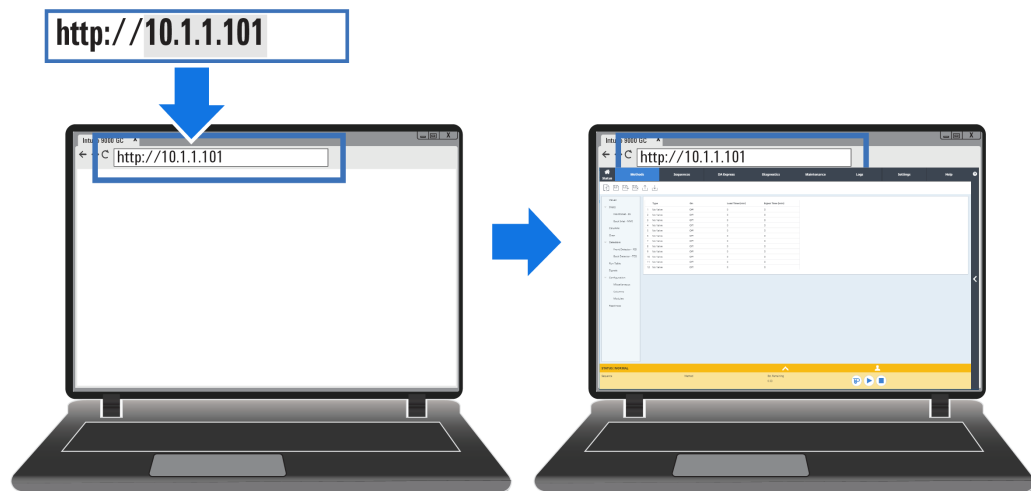
Quando si utilizza l'interfaccia del browser, il GC memorizza i dati delle analisi internamente. Solo un computer sullo stesso gateway potrà accedere a questi dati e copiarli per analizzarli. Si noti che i dati sull'analisi possono essere eliminati solamente utilizzando direttamente l'interfaccia del browser oppure dal GC in base alla data o alle impostazioni di spazio su disco.

Per collegarsi al GC utilizzando un browser:

- 1 Se non si conosce l'indirizzo IP o il nome host del GC, utilizzare il touchscreen per individuarlo.



- 2 Aprire un browser Web. Browser supportati includono Chrome, Safari (su un tablet), Internet Explorer 11 ed Edge. Accertarsi che la versione del browser sia aggiornata.
- 3 Inserire `http://xxx.xx.xx.xxx`, dove `xxx.xx.xx.xxx` è l'indirizzo IP del GC. (Se si usa un nome host, inserire invece il nome host). In questo esempio, l'indirizzo IP del GC è 10.1.1.101.
L'accesso all'interfaccia del browser richiede solamente che il tablet o il computer sia collegato allo stesso gateway del GC, non è necessaria una connessione a Internet.



Per ulteriori informazioni sull'utilizzo dell'interfaccia del browser, fare clic sulla scheda Help per accedere alla suite Help & Information o fare clic su < sulla lato destro della schermata per accedere alla guida sensibile al contesto. Per ulteriori informazioni, vedere **“Guida da browser”** e **“Guida sensibile al contesto”**.

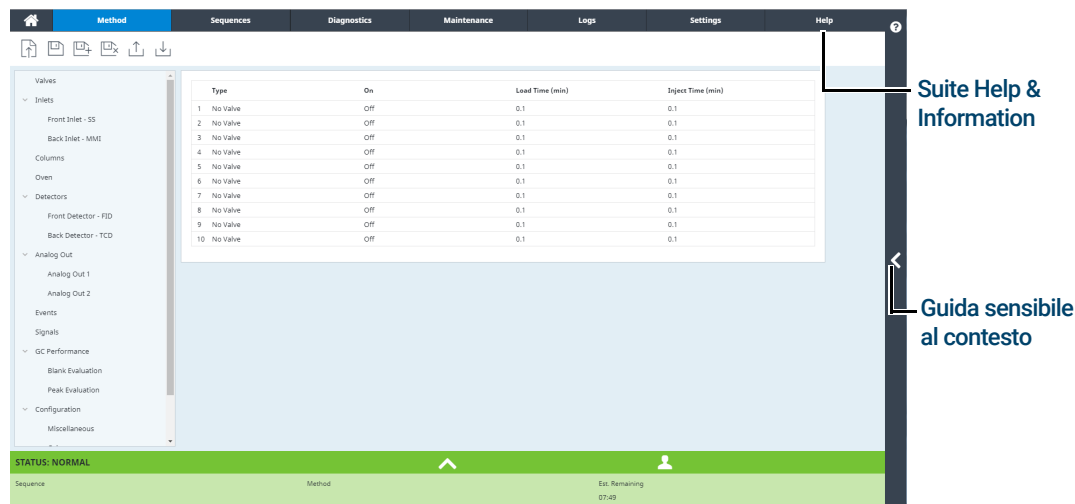


Figura 3. Accedere alla guida dall'interfaccia del browser

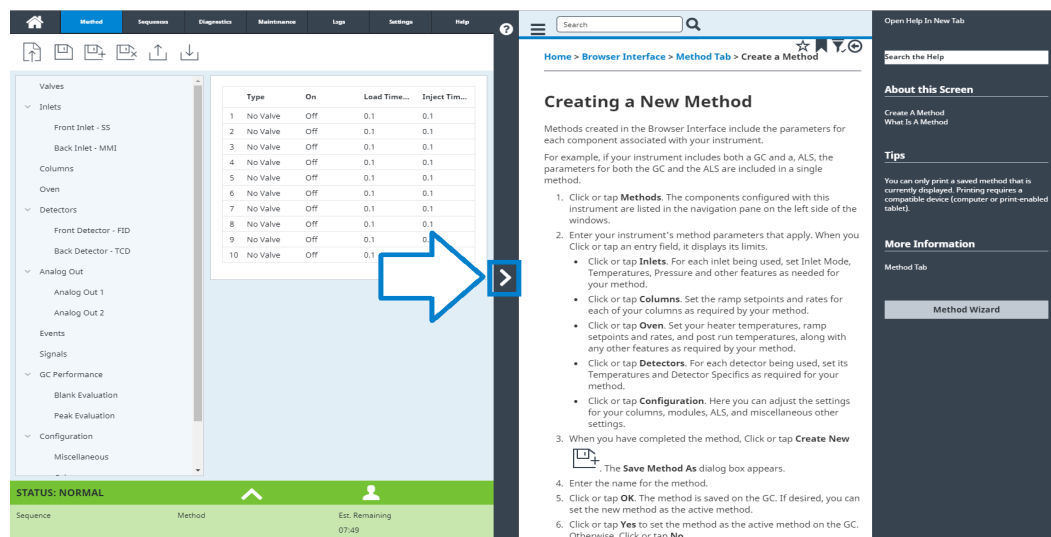


Figura 4. Guida sensibile al contesto

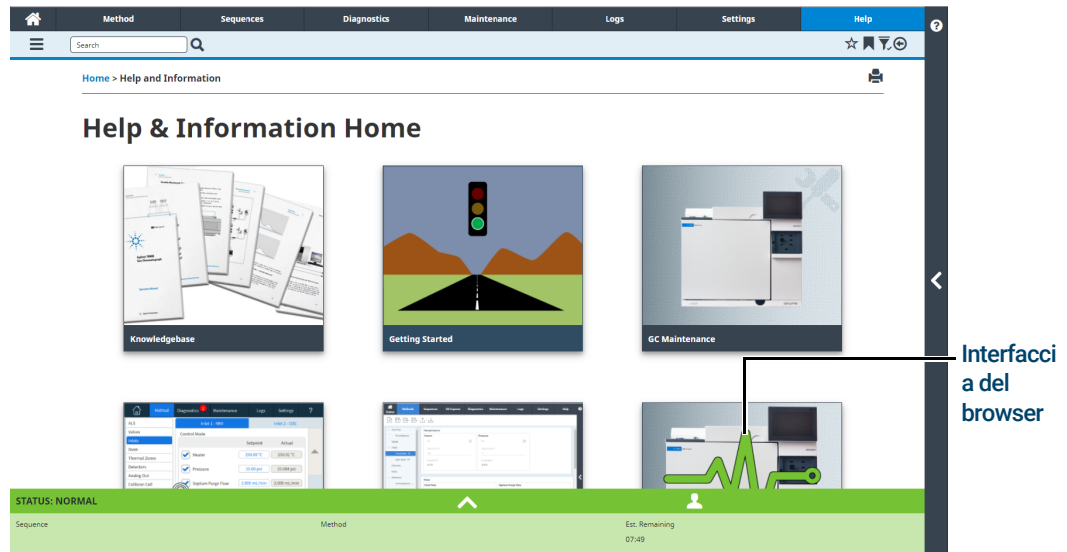


Figura 5. Contenuto completo di Help & Information

Indicatore di stato

Il GC include un indicatore di stato sul pannello anteriore per consentire di rilevare rapidamente lo stato e la capacità di risposta del GC. L'indicatore di stato cambia in base allo stato attuale del GC.

- Verde: indica che il GC non è pronto.
- Giallo: indica che il GC non è pronto per l'operazione. Lo strumento è alimentato da corrente ma non tutti i parametri hanno raggiunto i valori operativi. Potrebbe essere un messaggio di avvertenza o di altro genere. Per ulteriori informazioni, consultare il touchscreen del GC.
- Rosso: Indica la presenza di un errore o di altre condizioni gravi. Potrebbe essere un messaggio di guasto o di altro genere. Per ulteriori informazioni, consultare il touchscreen del GC. Il GC non può essere utilizzato fino alla risoluzione della condizione di errore.



Stato del GC

Quando il GC è pronto per iniziare un'analisi, sull'interfaccia del browser viene visualizzato il messaggio **STATUS: READY FOR INJECTION**. In alternativa, quando un componente del GC non è pronto per iniziare un'analisi, sull'interfaccia del browser viene visualizzato **STATUS: NOT READY** e l'indicatore di stato nel pannello anteriore del GC è giallo. Facendo clic sulla scheda **Diagnostics**, vengono visualizzate 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 **Inlet flow shutdown** viene mostrato brevemente. Il flusso si interrompe dopo 2 minuti.

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

Se si verifica un problema, la barra di stato del GC diventa Not Ready, l'indicatore di stato del GC diventa giallo, accanto alla scheda Diagnostics appare un numero, mentre nel vano stato e nella scheda Diagnostic è riportata la condizione che ha causato la condizione Not Ready. Selezionare **Diagnostics** per visualizzare il problema e risolverlo.

Eliminazione di una condizione di arresto

Quando un componente viene arrestato, il GC diventa Not Ready, l'indicatore di stato e la barra di stato diventano gialli, mentre nella scheda Diagnostics e nel vassoio di stato sono visualizzati i messaggi sulla condizione che ha causato l'arresto.

Per rimuovere un arresto, selezionare **Diagnostics > Clear shutdown - ON** per attivare tutte le zone, inclusa quella arrestata oppure selezionare **Clear shutdown - OFF** per attivare tutte le zone tranne quella arrestata. Se si rimuove l'arresto ma non si risolve il problema che lo ha causato (ad esempio, cambiando una bombola del gas o riparando una perdita), il GC sarà di nuovo arrestato.

Panoramica dell'analisi di un campione

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”**.
- Preparazione di tutti i campionatori collegati. 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, ove applicabile. Per i dettagli sull'installazione, il funzionamento e la manutenzione, consultare i documenti forniti con l'ALS o il campionatore per spazio di testa (HS).
- Caricamento della sequenza o del metodo analitico nel sistema di controllo del GC.
 - Consultare la documentazione relativa al sistema dati Agilent.
 - Per il funzionamento indipendente del GC, vedere **“Caricare un metodo”**.
- Esecuzione di un metodo o di una sequenza.
 - Consultare la documentazione relativa al sistema dati Agilent.
 - Per il funzionamento indipendente del GC, vedere **“Iniezione manuale di un campione con una siringa e avvio di un'analisi”** e **“Esecuzione di un metodo per elaborare un solo campione ALS”**.
- Controllo delle analisi dei campioni attraverso il touchscreen del GC, l'interfaccia del browser o il sistema dati Agilent. Vedere **“Vista principale”** o la documentazione relativa al sistema dati Agilent.
- Spegnimento del GC. Vedere **“Procedura di spegnimento del GC per meno di una settimana”** o **“Procedura di spegnimento del GC per più di una settimana”**.

Controllo della strumentazione

In genere, il GC 8860 Agilent viene controllato da un sistema dati collegato, ad esempio Agilent OpenLAB CDS. 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.

Correggere i problemi

Se il GC si arresta a causa di un guasto, controllare se sul touchscreen o l'interfaccia del browser vengono visualizzati dei messaggi. Il GC include le funzioni diagnostiche per aiutare a determinare la causa di un guasto.

- 1 Utilizzare il touchscreen, l'interfaccia browser o il sistema dati per visualizzare l'allarme. (Per dettagli, vedere **"Vista principale"** e **"Diagnostica"**).
- 2 Toccare il tasto di arresto  sul touchscreen, fare clic sul pulsante di arresto sull'interfaccia del browser oppure spegnere il componente interessato nel sistema dati.
- 3 Diagnosi del problema usando gli strumenti diagnostici integrati del GC. Vedere **"Diagnostica"**.
- 4 Risolvere il problema, ad esempio sostituendo le bombole di gas o eliminando la perdita.

Una volta che il problema è risolto, potrebbe essere necessario spegnere e riaccendere lo strumento. La gran parte degli errori di spegnimento può essere annullata dal LUI, ma alcuni potrebbero richiedere lo spegnimento e la riaccensione dello strumento.

Dove trovare le informazioni 32

Guida da browser 33

Guida sensibile al contesto 37

DVD Agilent GC and GC/MS User Manuals & Tools 39

Dove trovare le informazioni

Agilent fornisce un'ampia documentazione per l'installazione, l'uso e la manutenzione dello strumento, direttamente sul GC 8860. Ci sono inoltre diversi modi per accedere alla suite Help and Information completa tramite un browser o dal sistema dati Agilent.

- **“Guida da browser”.**
La serie completa di informazioni per l'utente è disponibile direttamente nel GC, utilizzando un browser Web connesso.
- **“Guida sensibile al contesto”.**
Oltre alla serie completa di documentazione utente, sono disponibili anche informazioni sensibili al contesto dall'interfaccia del browser.
- **“DVD Agilent GC and GC/MS User Manuals & Tools”.**
Informazioni su GC 8860, rivelatori a selezione di massa e campionatori sono disponibili anche nei manuali utente e DVD degli strumenti dei GC e GC/MS Agilent.

Per il disimballaggio dello strumento, accertarsi di consultare il *Quick Start Poster* del GC 8860 fornito per acquisire rapidamente familiarità con il GC, oltre che con l'impostazione e la configurazione dello strumento. Questo poster è disponibile anche nella guida del browser, nella sezione familiarizzazione.

Agilent 8860 Gas Chromatograph Quick Start

- 1** 8860 GC System Ship Kit (G1452-6058)
Agilent GC and GC/MS User Manuals and Tools (G1002-6000)
Safety Information (G2790-90011)
- 2** Remove Protective Packaging
Remove a Embalagem de Proteção
Yabancı Ürünleri Paketten
移除保护包装
- 3** LAN
- 4**
- 5** Select Settings tab to enter Network Information
Seleccione a guia Parâmetros para inserir informações da rede
Budejeme nastavení Settings v menuze informací o ceně
設定タブを選択してネットワーク情報を入力します
选择「设置」选项卡输入网络信息

6 Access the Browser Interface to configure the GC and get detailed installation instructions by connecting to the GC via your web browser (no internet required).
The GC and PC must be configured on the same gateway (for example, isolated LAN).
Acessando a interface do navegador para configurar o GC e obter instruções detalhadas de instalação conectando-se ao GC através do seu navegador da Web (não é necessário usar a Internet).
O GC e o PC devem ser configurados no mesmo gateway (por exemplo, uma LAN isolada).
Войдите в интерфейс веб-браузера и получите подробные инструкции по установке, подключившись к ГХ через веб-браузер (подключение к интернету не требуется).
ГХ и ПК должны быть настроены в одном сегменте локальной сети (изолированный LAN).
ウェブブラウザを使用してGCのブラウザインターフェイスに接続し、詳細なインストール手順を取得してください（インターネットに接続する必要はありません）。
GCとPCは同じゲートウェイ（例えば、LANに隔離）に設定してください。
访问浏览器界面配置GC并获取详细安装说明（不需要互联网连接）。GC和PC必须配置在相同网关（例如，独立的局域网中）。

Where to find additional information
Onde encontrar informação adicional
Где найти дополнительную информацию
追加情報を検索する方法
如何获得相关信息

Help and Information
<http://10.1.1.101/info>

Accessing Help and Information from Agilent Data Systems
Acessando Ajuda e Informação através do Sistema de Dados da Agilent
Доступ к базе и информации по адресному адресу Agilent
Agilent データシステムからヘルプと情報にアクセスできます
通过 Agilent 数据系统访问帮助和信息

Browser Interface
Provides instrument control

Installation instructions
<http://10.1.1.101/install>

GC and GC/MS User Manuals & Tools

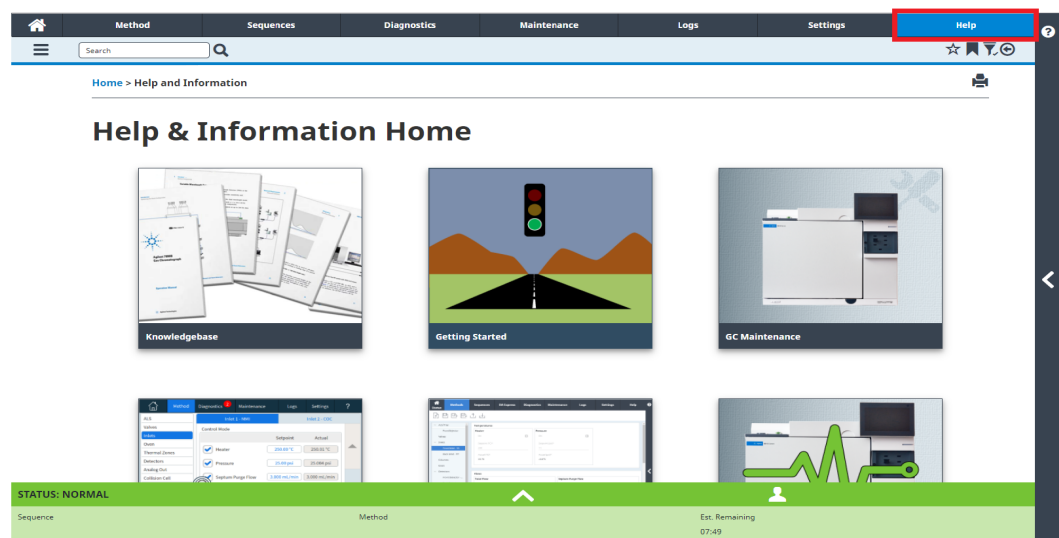
© Agilent Technologies, Inc., 2019
Printed in the USA

Guida da browser

È possibile accedere a una grande quantità di documenti caricati progettati per supportare l'utente nell'introduzione, l'approfondimento, l'installazione, il funzionamento, la manutenzione, la risoluzione di problemi e altre utili informazioni. **Non è necessario l'accesso a Internet per usare questa guida avanzata.** L'accesso a questa guida richiede solamente che il PC o il tablet siano collegati allo stesso gateway del GC.

È possibile accedere facilmente a questa versione avanzata di **Help & Information** tramite:

- L'interfaccia del browser. Accedere alla suite Help & Information facendo clic sulla scheda **Help** nell'interfaccia del browser. Vedere **"Interfaccia del browser"** per istruzioni sul collegamento all'interfaccia del browser.



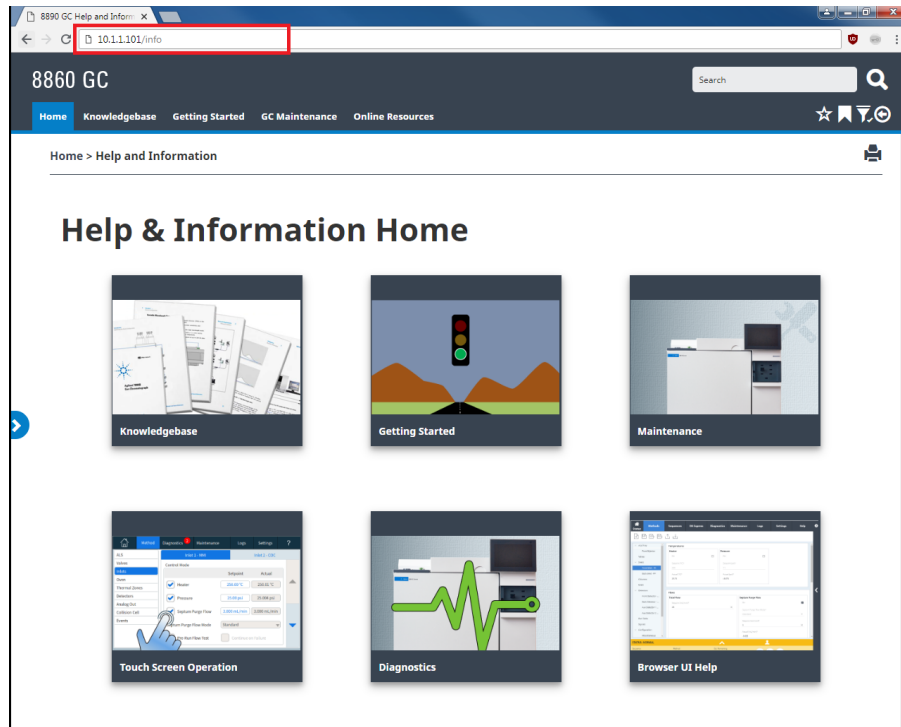
- Il sistema dati Agilent. Accedere alla suite Help & Information facendo clic sul collegamento dell'**interfaccia del browser Help & Information** in cima alla vista ad albero.

8860 GC Links

- Help & Information Browser Interface
- ALS
- Front Injector
- Back Injector
- Tray / Other
- Inlets
 - PP - Front
 - SSL - Back
- Columns
- Oven
 - Detectors
 - FID - Front
 - TCD - Back
 - Events
 - Signals
 - Performance
 - Configuration
 - Miscellaneous
 - Columns
 - Modules
 - ALS
 - Readiness
 - GC Calculators


	Rate %/min	Value °C	Hold Time min	Run Time min
▶ (Initial)		55	0.25	0.25
▶ Ramp 1	10	75	0.25	2.5
▶ *				

- Un browser web di qualsiasi dispositivo sullo stesso gateway del GC. Accedere alla suite Help & Information digitando `http://xxx.xx.xx/inf` nel browser web scelto, dove `xxx.xx.xx` è l'indirizzo IP o il nome host del GC.



L'accesso alla suite Help & Information fornisce le seguenti informazioni:

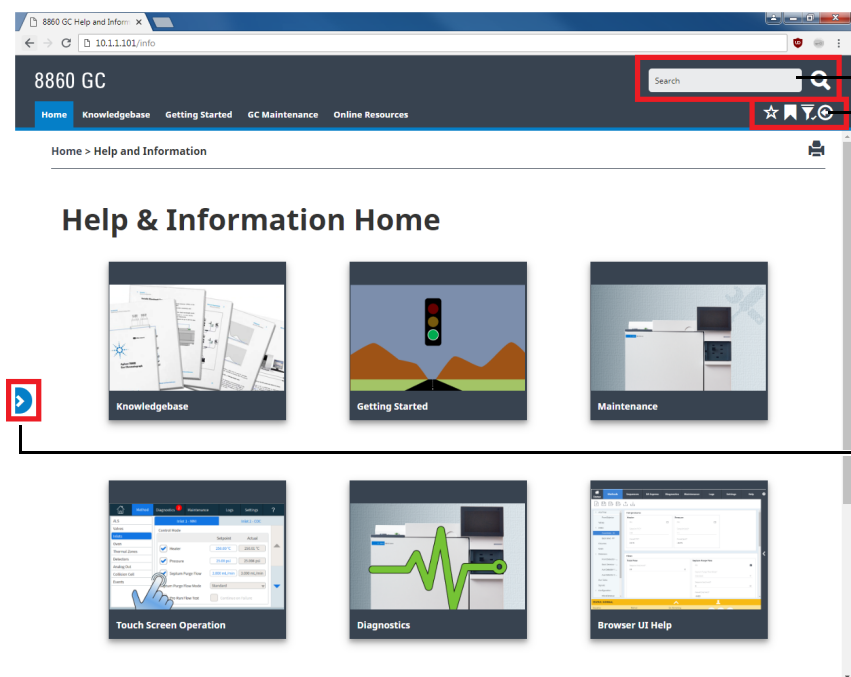
- **Knowledgebase:** manuali, informazioni sull'installazione, informazioni sulla sicurezza e preparazione del sito.
- **Guida introduttiva:** Esercitazione sull'interfaccia del browser, Quick Start Poster, eFam, una panoramica delle funzioni del GC, la procedura guidata di configurazione del sistema e video informativi.
- **Manutenzione:** informazione per l'esecuzione della manutenzione sulla configurazione (iniettori, rivelatori, ecc.).
- **Funzionamento del sistema:** informazioni sul funzionamento del GC come le impostazioni o i contatori EMF.
- **Diagnostica:** informazioni sui test diagnostici, diagnostica auto-guidata e attività disponibili sul GC.
- **Guida dell'interfaccia del browser:** guida e istruzioni per l'utilizzo dell'interfaccia del browser.
- **Risorse online:** collegamenti ad Agilent University, Agilent YouTube, Agilent Community, servizi e molto altro.

Per impostazione predefinita, la guida è filtrata per mostrare solo informazioni relative alla configurazione del GC. Se le informazioni non risultano disponibili, verificare di avere abilitato tutti i contenuti della guida. Per controllare i filtri attivi, fare clic sull'icona , nell'angolo in alto a

destra della schermata Help & Information. Questi filtri consentono di visualizzare o nascondere le informazioni che riguardano i diversi componenti del GC, come le informazioni su rivelatori o iniettori specifici.

È possibile inoltre impostare argomenti visitati di frequenti come preferiti per un facile accesso. Per farlo, passare all'argomento desiderato e fare clic sull'icona ☆. Una volta aggiunto un argomento ai preferiti, l'icona ☆ si riempie. Fare clic nuovamente su questa icona per rimuovere l'argomento dai preferiti. I preferiti possono essere visualizzati in qualsiasi momento facendo clic sull'icona 📌. Da qui, fare clic su uno degli argomenti elencati per accedervi rapidamente, oppure fare clic su ⌂ per rimuovere l'argomento dai preferiti.

L'icona cronologia ⏪ elenca gli argomenti della guida visitati di recente nella sessione del browser corrente. Da qui, selezionare uno degli argomenti elencati per rivisitarlo. Selezionare **Clear History** per rimuovere tutti gli argomenti dalla cronologia.



The screenshot shows the '8860 GC Help and Information' web page. The browser address bar shows '10.1.1.101/info'. The page header includes a search bar and navigation icons for Home, Knowledgebase, Getting Started, GC Maintenance, and Online Resources. The main content area is titled 'Help & Information Home' and features six topic tiles: Knowledgebase, Getting Started, Maintenance, Touch Screen Operation, Diagnostics, and Browser UI Help. Annotations with red boxes and arrows point to the search bar, the navigation icons, and the 'Getting Started' tile.

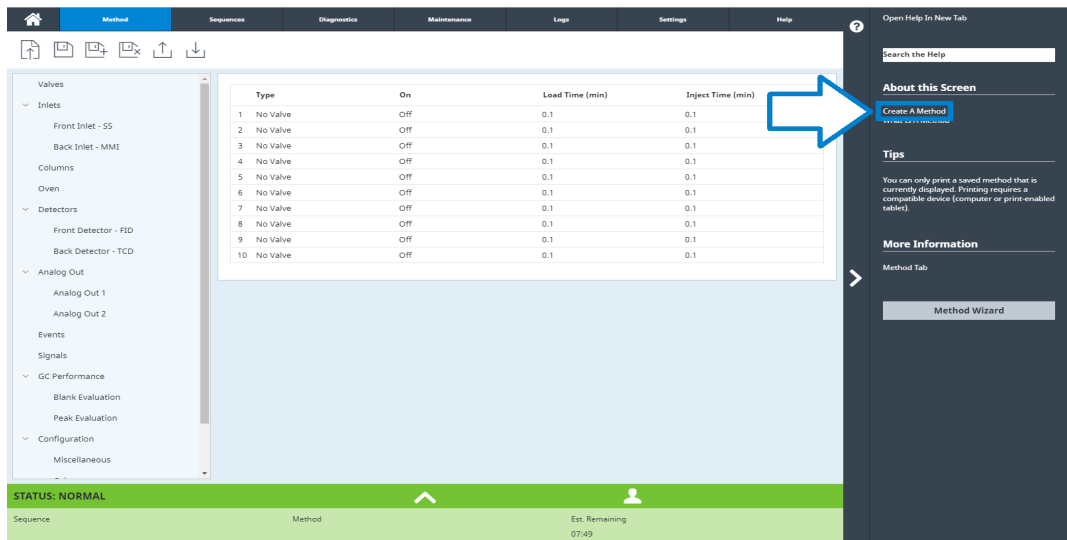
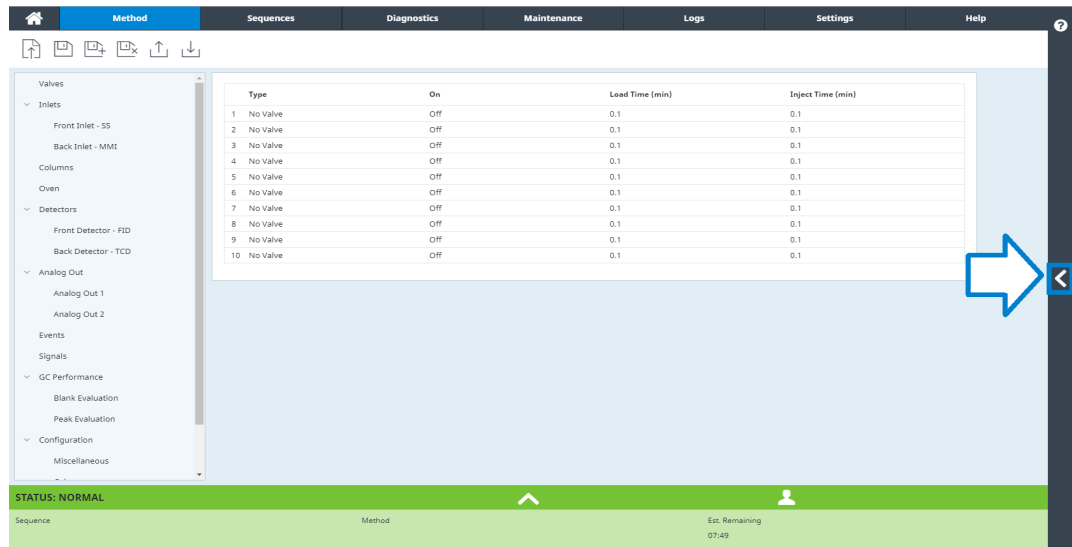
Cercare tutte le informazioni disponibili

Aggiungere e rimuovere i preferiti, filtrare i contenuti e visualizzare la cronologia

Mostrare/nascondere la tabella dei contenuti

Guida sensibile al contesto

Da ognuna della pagine dell'interfaccia del browser è possibile accedere alle informazioni sensibili al contesto o alla guida. Selezionare < dal lato destro della schermata per accedere alle informazioni e ai consigli rilevanti per la pagina che si sta visualizzando. La schermata About this fornisce diversi collegamenti ad argomenti della guida rilevanti. Facendo clic, questi collegamenti aprono gli argomenti corrispondenti all'interno della barra della guida. In Tips si possono visualizzare brevi informazioni utili sulla pagina corrente. Inoltre, alcune pagine offrono collegamenti a documentazione aggiuntiva, come il collegamento alla procedura guidata metodi nell'esempio seguente.



Per ridurre a icona l'argomento che si sta visualizzando, fare clic su > tra la guida sensibile al contesto e la pagina che si sta visualizzando. Fare clic nuovamente su > per ridurre a icona la barra della guida sensibile al contesto.

The screenshot displays the software interface for creating a new method. The main area shows a table with the following data:

	Type	On	Lead Time...	Inject Tim...
1	No Valve	Off	0.1	0.1
2	No Valve	Off	0.1	0.1
3	No Valve	Off	0.1	0.1
4	No Valve	Off	0.1	0.1
5	No Valve	Off	0.1	0.1
6	No Valve	Off	0.1	0.1
7	No Valve	Off	0.1	0.1
8	No Valve	Off	0.1	0.1
9	No Valve	Off	0.1	0.1
10	No Valve	Off	0.1	0.1

A blue arrow points to a right-pointing chevron icon (>) located between the table and the help sidebar. The sidebar on the right contains the following sections:

- Open Help In New Tab**
- Search the Help**
- About this Screen**
- Create A Method**
- What Is A Method**
- Tips**
- More Information**
- Method Tab**
- Method Wizard**

The bottom status bar shows: STATUS: NORMAL, Sequence, Method, Est. Remaining 07:49.

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

3

Accensione e spegnimento

Procedura di avvio del GC 42

Procedura di spegnimento del GC per meno di una settimana 43

Procedura di spegnimento del GC per più di una settimana 44

Procedura di avvio del GC

Un funzionamento corretto inizia con la corretta installazione e manutenzione del GC. I requisiti inerenti gas, alimentazione, ventilazione di sostanze chimiche pericolose e spazi operativi necessari sono illustrati dettagliatamente in *Agilent 8860 Guida alla preparazione del sito per il gascromatografo*.

- 1 Controllare la pressione delle sorgenti di gas. Per le pressioni richieste, vedere *Agilent 8860 Guida alla preparazione del sito per il gascromatografo*.
- 2 Attivare il gas di trasporto e del rivelatore alla fonte e aprire le valvole di intercettazione locali.
- 3 Attivare l'alimentazione del GC. Attendere la visualizzazione del messaggio **Power on successful** sul touchscreen.
- 4 Installare la colonna
- 5 Controllare che i raccordi della colonna non presentino perdite.
- 6 Impostare un metodo utilizzabile dal GC.
Se si utilizza un sistema dati, scaricare il metodo sul GC.
Se si usa l'interfaccia del browser, caricare un metodo.
- 7 Attendere che il rivelatore si stabilizzi prima di procedere all'acquisizione dei dati. Il tempo impiegato dal rivelatore per stabilizzarsi dipende dall'eventuale disattivazione del rivelatore o dall'abbassamento della temperatura mentre il rivelatore era acceso.

Tabella 1 Tempi di stabilizzazione del rivelatore

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

Procedura di spegnimento del GC per meno di una settimana

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

AVVERTENZA

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

- 3 Ridurre la temperatura del forno a 50 °C o meno. Ridurre le temperature di rivelatore e iniettore a una temperatura tra 150° e 200 °C. È possibile spegnere il rivelatore. Vedere la **Tabella 1** per stabilire se convenga spegnere il rivelatore per un breve periodo. Il tempo di stabilizzazione del rivelatore è un fattore determinante.

Procedura di spegnimento del GC per più di una settimana

- 1 Impostare il GC nella modalità di manutenzione generale selezionando **Maintenance > Instrument > Perform Maintenance > Start Maintenance**, quindi attendere che il GC sia pronto.
- 2 Spegnere l'interruttore.

AVVERTENZA

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

4

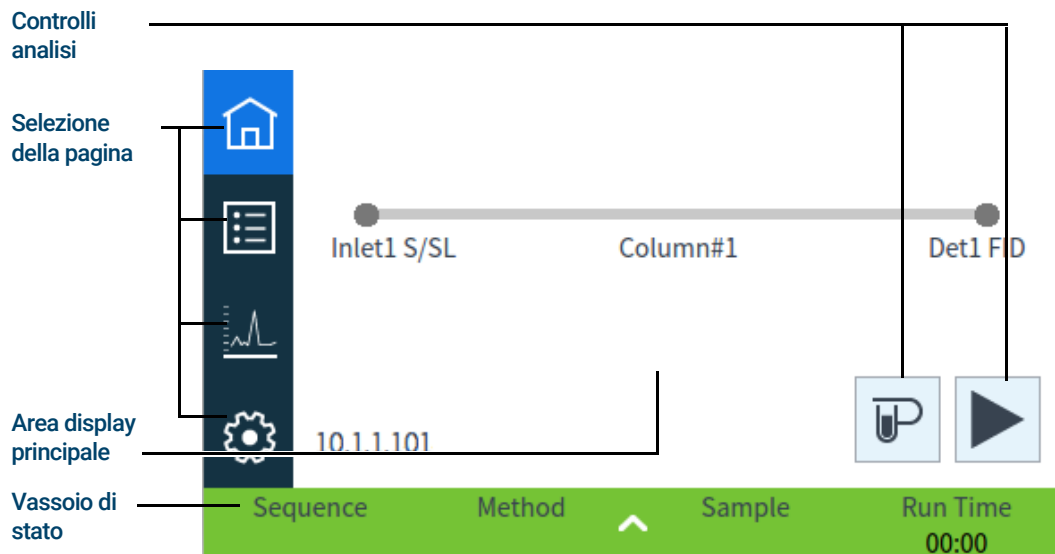
Funzionamento del touchscreen

Navigazione	46
Controlli analisi	47
Vassoio di stato/controllo	47
Inserire i dati	49
Vista principale	50
Pagina di stato	51
Pagina Plot	52

In questa sezione vengono descritte le funzioni di base del touchscreen del GC Agilent.

Navigazione

Sul touchscreen sono mostrate le informazioni sull'attività e lo stato del GC (temperature correnti, portate, pressioni e informazioni sulla capacità di risposta del GC) ed è possibile avviare, interrompere e preparare il GC per l'analisi di un campione.



Nella home page, selezionando 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**.

	On/Off	Actual	Setpoint	
Oven Temperature	<input type="checkbox"/>	35.2	35.0	Tasti di scorrimento
Inlet 2 Pressure(psi)	<input type="checkbox"/>	0	0	
Inlet 2 Temperature	<input type="checkbox"/>	127.3	250.0	
Inlet 2 Total Flow		-2.4	25.0	
Inlet 1 Pressure(psi)	<input type="checkbox"/>	0.01	11.00	

Sequence Method Sample Run Time 01:02

Figura 6. Controlli aggiuntivi

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

Controlli analisi

I controlli analisi si trovano sulla pagina principale. 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.



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

Per i dettagli sui metodi di analisi, consultare **"Esecuzione dei metodi"**.

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: pronto per un'analisi
- Giallo: non pronto o spegnimento
- Blu - Avvio in corso
- Viola - Preparazione del campione
- Turchese: modalità di sospensione
- Rosso: errore

Sono visualizzate anche le bandierine EMF (Early Maintenance Feedback). Vedere **"Funzionalità EMF (Early Maintenance Feedback)"**.

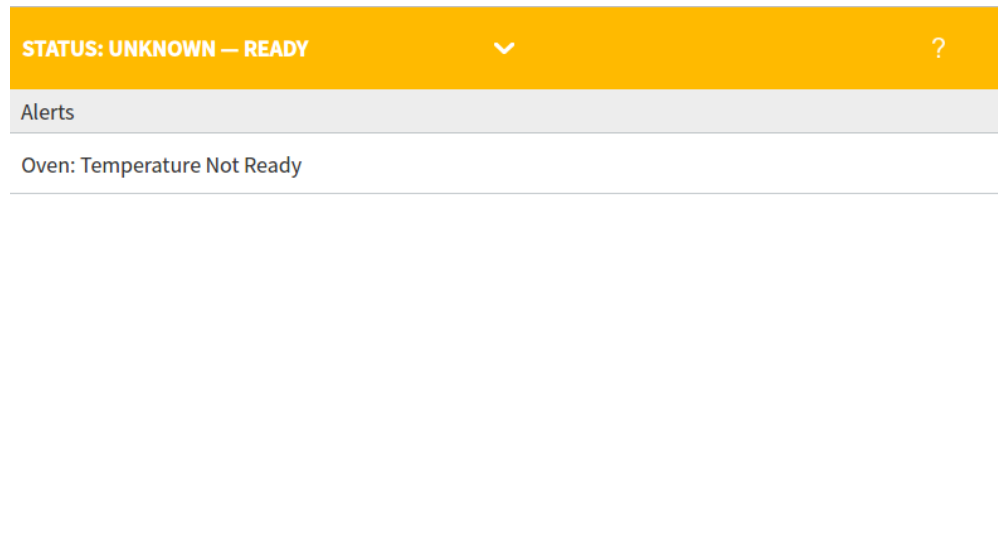


Figura 7. Vassoio stato/controllo - esteso

Il vassoio può essere ridotto selezionando la freccia sul vassoio.

Inserire i dati

Quando si sfiora un campo di inserimento dati, compare una tastiera a sfioramento, o un keypad. Vedere **Figura 8**.

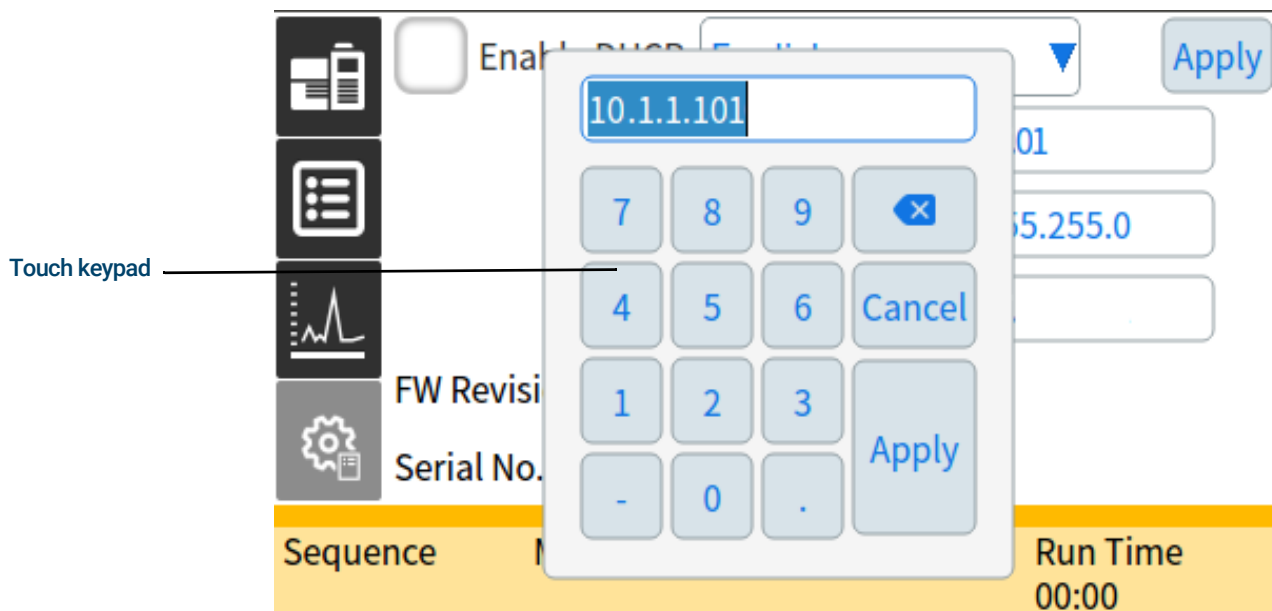


Figura 8. Tastiera tattile per inserimento dati

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), selezionarlo per aprire l'elenco, quindi selezionare la voce desiderata.

Vista principale

La pagina Flow Path della vista principale mostra le informazioni sul percorso del flusso (incluse le temperature correnti e le portate), lo stato dell'analisi (inclusi gli elementi di stato selezionabili dall'utente), un grafico in tempo reale dell'attuale cromatogramma e informazioni correlate. Vedere **Figura 9**.

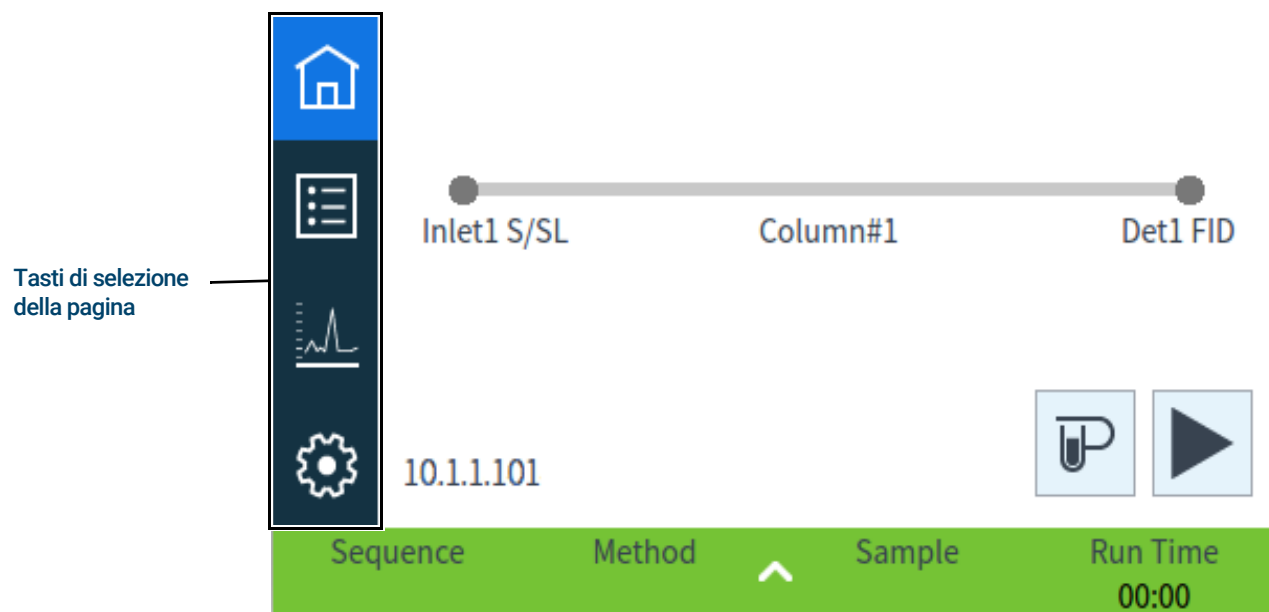


Figura 9. Vista principale

Le altre pagine disponibili dalla vista principale sono:

- Status
- Plot
- Configurazione

Queste pagine sono visualizzate selezionando il tasto di selezione della pagina corrispondente a sinistra della vista principale

La pagina del percorso della portata fornisce dettagli sulla portata del campione attraverso il GC. Sono incluse le indicazioni visive su installazione di un ALS sul GC, tipo di iniettore, impostazione colonna e tipo rivelatore lungo i punti corrispondenti.

Ogni pagina viene descritta di seguito.

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 10**.






	On/Off	Actual	Setpoint	
 Oven Temperature	<input type="checkbox"/>	35.2	35.0	
 Inlet 2 Pressure(psi)	<input type="checkbox"/>	0	0	^
 Inlet 2 Temperature	<input type="checkbox"/>	127.3	250.0	
 Inlet 2 Total Flow		-2.4	25.0	v
 Inlet 1 Pressure(psi)	<input type="checkbox"/>	0.01	11.00	
Sequence	Method	Sample	Run Time	
			01:02	

Figura 10. Visualizzazione principale - pagina di stato

Pagina Plot

La pagina di plot mostra un plot del segnale attualmente selezionato. Vedere **Figura 11**.

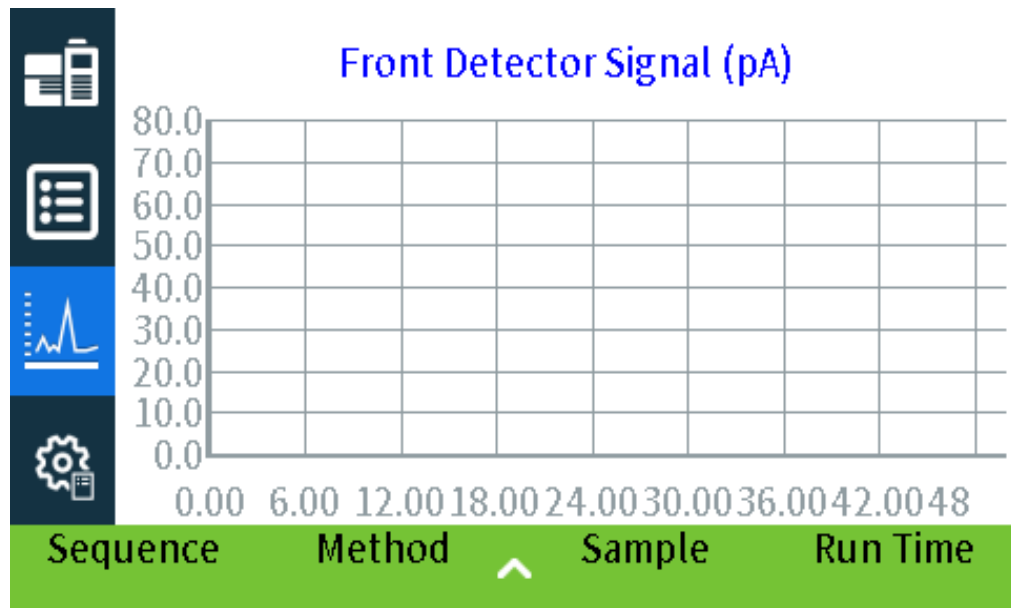


Figura 11. Visualizzazione principale - pagina di plot

Selezionando il nome segnale visualizzato, si apre una finestra di dialogo Plot Options. Ciò consente di selezionare il segnale da visualizzare. Vedere **Figura 12**.

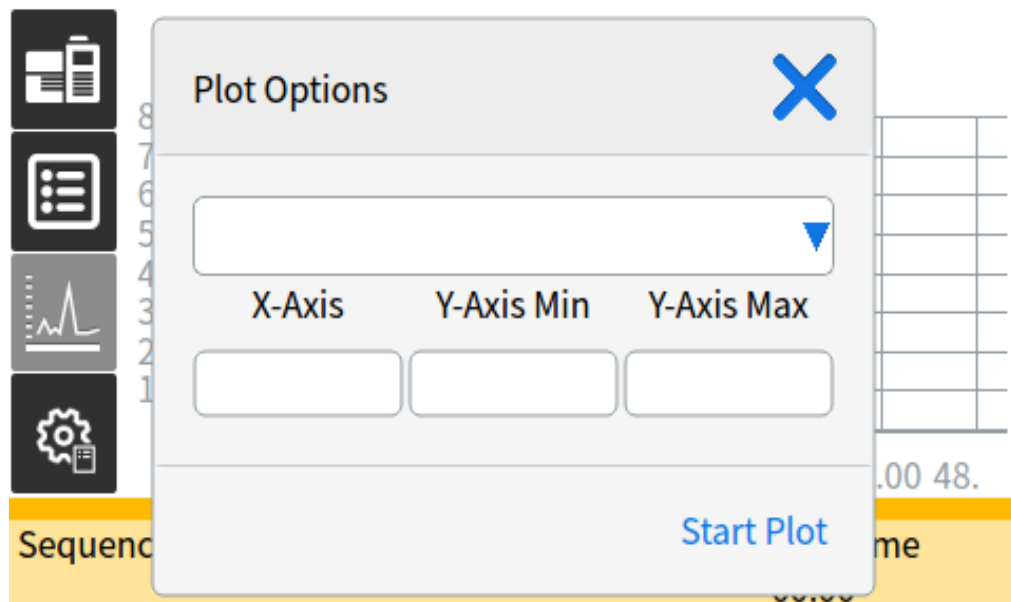


Figura 12. Finestra di dialogo Opzioni plot

Utilizzare l'elenco a discesa per selezionare il parametro da visualizzare sul tracciato.

4 Funzionamento del touchscreen

L'intervallo **X-Axis** visualizzato è da 1 a 60 minuti. Il valore **Y-Axis Range** va da infinito negativo a infinito. Selezionando un campo viene aperta una tastiera tattile che consente di impostare il valore corrispondente.

Se il plot non è in esecuzione, selezionare **Start Plot** per avviarlo. Se il plot è in esecuzione, selezionare **Stop Plot** per interrompere la raccolta e la visualizzazione dei dati. Quando si modifica il nome del segnale, potrebbe essere necessario selezionare **Stop Plot** e poi **Start Plot** per visualizzare il segnale.

4 Funzionamento del touchscreen

- Che cos'è un metodo? 56
- Che cosa viene salvato in un metodo? 57
- Che cosa accade quando si carica un metodo? 58
- Creare un metodo 59
- Caricare un metodo 61
- Esecuzione dei metodi 62
 - Pre Run e Prep Run 62
 - Preparazione manuale dell'esecuzione 62
 - Iniezione manuale di un campione con una siringa e avvio di un'analisi 62
 - Esecuzione di un metodo per elaborare un solo campione ALS 63
 - Interruzione di un metodo 63
- Eventi 64
 - Utilizzo degli eventi di durata analisi 64
 - Programmazione degli eventi di durata analisi 65
 - Tabella di analisi 65
 - Modifica di eventi nella tabella di esecuzione 65
 - Eliminazione degli eventi di analisi 65
- Iniettori 66
 - Portate del gas di trasporto 66
 - Informazioni sul risparmio di gas 66
- Informazioni sulla programmazione della temperatura del forno 68
 - Velocità rampa del forno 68
- Colonne 70
- Rivelatori 71
 - FID 71
 - FPD+ 72
 - NPD 74
 - TCD 75
 - ECD 76
- Valvole 78
 - Il comparto delle valvole 78
 - Controllo valvola 78
 - Tipi di valvole 79
 - Controllo di una valvola 79
- Segnali di uscita GC 82
 - Segnali analogici 82
 - Segnali digitali 84

Che cos'è un metodo?

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

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

Il GC può memorizzare anche alcuni metodi specifici. Il GC memorizza tre metodi per il risparmio delle risorse, denominati **SLEEP, CONDITION** e **WAKE**. Se configurato con un MS, il GC fornisce anche un metodo detto **MS VENT**, utilizzato per modificare i valori del GC in quelli adatti ad una ventilazione sicurezza dell'MS. Creare questi metodi utilizzando un sistema dati Agilent. Vedere **"Risparmio delle risorse"** per ulteriori informazioni su questi metodi specifici.

I metodi possono essere creati e modificati utilizzando l'interfaccia del browser. I metodi possono essere anche creati, modificati e memorizzati su un sistema dati collegato. Se un sistema dati è collegato al GC, qualsiasi tentativo di collegare il GC tramite l'interfaccia del browser porterà a una funzionalità limitata di tale interfaccia. Non sarà possibile modificare i metodi, modificare le sequenze e avviare o arrestare le analisi finché il sistema dati viene scollegato. Analogamente, una volta che un'interfaccia del browser è collegata al GC, eventuali altre interfacce del browser che tentano di collegarsi non potranno modificare i metodi, modificare le sequenze e avviare o arrestare le analisi fino a che non si termina la prima sessione.

I metodi e le sequenze creati con l'interfaccia del browser non sono accessibili direttamente da un sistema dati collegato. I metodi e le sequenze creati con un sistema dati collegato non sono accessibili direttamente con l'interfaccia del browser.

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

NOTA

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

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 metodo GC include anche i valori di regolazione del campionatore. Consultare la documentazione del campionatore per i dettagli sui valori di regolazione per il dispositivo supportato:

- Per l'ALS 7650A, consultare il manuale Installazione, funzionamento e manutenzione.
- Per l'ALS 7693A, consultare il manuale Installazione, funzionamento e manutenzione.
- Per 7697A HS, vedere il manuale di installazione e di primo avvio e il manuale operativo.
- Per CTC PAL3 AS, vedere il manuale di installazione e di primo avvio e il manuale operativo.

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?

Esistono due tipi di metodi:

- Il metodo attivo: in alcuni casi è indicato come il metodo corrente. Le impostazioni definite in questo metodo corrispondono alle impostazioni che sta utilizzando il gascromatografo.
- Metodi memorizzati: sul GC è possibile memorizzare i metodi creati dall'utente, un metodo SLEEP, un metodo WAKE, un metodo CONDITION, un metodo MS VENT e un metodo predefinito.

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


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

- Il metodo caricato diventa il metodo attivo (corrente).
- L'indicatore dello stato sul pannello anteriore del GC diventerà giallo (non pronto) e resterà di tale colore finché il GC non raggiunge tutte le impostazioni specificate dal metodo appena caricato.

Creare un metodo

I metodi possono essere creati utilizzando il sistema dati Agilent oppure tramite l'interfaccia del browser. Per maggiori informazioni sulla creazione di un metodo utilizzando il sistema dati, consultare la documentazione fornita con il sistema dati.

Dall'interfaccia del browser:

- 1 Fare clic su **Method** nella barra di controllo.
- 2 Fare clic sul pulsante **Create New** . Viene richiesto di dare un nome al metodo e di salvarlo.
- 3 Dalla struttura di navigazione, selezionare il dispositivo di ciascuno strumento e impostare i parametri del metodo sui valori desiderati.
- 4 Fare clic su **Configuration > Modules**. Verificare la configurazione del gas per ogni iniettore e rivelatore. (La configurazione del gas è stata impostata inizialmente all'esecuzione della procedura guidata di configurazione durante l'installazione). Apportare modifiche se necessario.

Fare clic su **Configuration > Columns**. Se le colonne installate includono chiavi Smart ID, le configurazioni delle colonne sono impostate da tali chiavi. In caso contrario, modificare la configurazione della colonna secondo necessità. Fare doppio clic su una colonna per modificarla.

- 5 Fare clic su **Columns**. Per ogni colonna, impostare la modalità di controllo, selezionare la casella di controllo **On** e impostare il flusso sulla colonna.
- 6 Fare clic su **Inlets**, quindi selezionare l'iniettore anteriore o posteriore. Impostare la modalità iniettore, le temperature e altri parametri necessari per il metodo. Ripetere per l'altro iniettore, se presente.
- 7 Fare clic su **Rilevatori**. Per ogni rivelatore in uso, impostare la relativa temperatura e i flussi di gas. Selezionare tutte le caselle di controllo per accendere il rivelatore.

NOTA


Consigli sulle impostazioni della correzione del flusso del gas di trasporto

- **Column + Fuel = Constant** (gas di trasporto H₂ in modalità pressione costante)
- **Column + Makeup = Constant** (gas di trasporto He/N₂ in modalità pressione costante)
- **Constant Makeup and Fuel Flow** (tutti i gas di trasporto in modalità pressione costante)



- 8 Fare clic su **Oven**. Impostare la temperatura del forno iniziale, le temperature delle rampe e i tempi del metodo. Selezionare la casella di controllo **Heater On**. Per un'analisi isoterma, non creare alcuna rampa.
- 9 Fare clic su **Signals**. Scegliere i segnali da includere nel file dati all'avvio di un'analisi. Normalmente vengono utilizzati **Front Signal** o **Back Signal** per l'uscita del rivelatore. Selezionare la casella di controllo Salva e selezionare una velocità dati in linea con le esigenze della cromatografia.
- 10 Fare clic su **ALS/Tray**, quindi selezionare l'iniettore anteriore o posteriore. Impostare **Injection Volume**, lavaggi e pompe.

NOTA

È importante eseguire sia lavaggi del campione che del solvente per eliminare il carryover e mantenere la siringa pulita. Pompando lo stantuffo diverse volte si eliminano le bolle d'aria nella siringa, per una migliore riproducibilità.

-
- 11 Se si utilizza un vassoio, fare clic su **ALS/Tray > Other**. Impostare **Sample Overlap** se desiderato.
 - 12 Fare clic sul pulsante **Save**  per salvare il metodo.

Caricare un metodo

- 1 Collegarsi al GC utilizzando l'interfaccia del browser. Vedere **"Interfaccia del browser"**.
- 2 Aprire o creare il metodo desiderato. Vedere **"Creare un metodo"**.
- 3 Se necessario, fare clic sul pulsante **Save**  per salvare il metodo.
- 4 Fare clic sul pulsante **Download**  per caricare il metodo sul GC.

Esecuzione dei metodi

Pre Run e Prep Run


Con alcuni iniettori e modalità operative, alcuni valori di regolazione dello strumento differiscono tra un'esecuzione e l'altra anziché durante un'analisi. Per ripristinare i valori di regolazione per l'iniezione, è necessario impostare il GC nello stato Pre Run.

Lo stato Pre Run deve essere utilizzato quando:

- Si utilizza una modalità di risparmio di gas con qualsiasi iniettore.
- Si utilizza una modalità splitless con qualsiasi iniettore.
- Si utilizza una modalità di impulsi pressione con qualsiasi iniettore.

NOTA

Le modalità di risparmio di gas e di impulsi pressione non sono supportate su GC dotati di EPR (regolazione pneumatica elettronica).


Sono disponibili tre modi per avviare il Pre Run: manuale (selezionare  prima di ogni esecuzione), automatica (per i campionatori Agilent) oppure utilizzando **Auto Prep Run** (per campionatori non Agilent). Di seguito sono descritti questi tre metodi.

Durante lo stato Pre Run:

- Lo stato sul touchscreen cambia per indicare che è in corso la preparazione del GC per l'iniezione.
- I valori di regolazione sono modificati nei valori corretti per l'iniezione.
- Iniziano i tempi di equilibratura forno, rilevatore e iniettore.


Quando tutti i criteri di un'esecuzione sono soddisfatti, il vassoio Status/Control indica che il GC è pronto per l'iniezione del campione.


Preparazione manuale dell'esecuzione

Selezionare  prima di iniettare un campione manualmente. Il GC entra nello stato Pre Run. Quando il touchscreen indica che il GC è pronto, avviare l'analisi.


Se si utilizza un sistema di campionamento automatico Agilent, la funzione **Prep Run** è automatica.

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


- 1 Preparare per l'iniezione la siringa del campione.
- 2 Caricare il metodo desiderato. Vedere **“Caricare un metodo”**.
- 3 Passare alla vista **Home** e selezionare **Prep Run** . Vedere **“Controlli analisi”** per ulteriori informazioni.

- 4 Attendere che venga visualizzato lo stato **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 selezionare **Start** .

Esecuzione di un metodo per elaborare un solo campione ALS

- 1 Preparare per l'iniezione il campione.
- 2 Caricare la fiala del campione nella posizione assegnata nel vassoio dell'ALS o nella torretta.
- 3 Caricare il metodo desiderato. (Vedere "**Caricare un metodo**".)
- 4 Passare alla schermata **Home** e selezionare **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. Vedere "**Controlli analisi**" per ulteriori informazioni.

Interruzione di un metodo

- 1 Selezionare **Stop** .
- 2 Quando si è pronti per riprendere l'analisi, caricare la sequenza o il metodo opportuno. (Vedere "**Caricare un metodo**".)

Eventi

La programmazione della durata dell'analisi durante un metodo consente la modifica di determinati valori di regolazione durante un'analisi come funzione della durata dell'analisi cromatografica. Quindi, un evento programmato a 2 minuti si verificherà 2 minuti dopo ogni iniezione.

- Controllo del cambio di colonna o di altre valvole
- Variazione della definizione del segnale analogico, dello zero o dell'intervallo
- Controllo di un canale di pressione ausiliario
- Variazione della polarità di un rivelatore di conduttività termica (TCD)
- Far bypassare il filamento TCD al flusso del campione
- Attivazione/disattivazione della portata dell'idrogeno su un rivelatore di azoto-fosforo (NPD)
- Cambio dell'uscita del segnale digitale (richiede un sistema dati Agilent)
- Sospensione ("blocco") e ripresa dell'uscita del segnale digitale (richiede un sistema dati Agilent)
- Eseguire l'elaborazione del segnale sul rivelatore anteriore e posteriore.

Le modifiche sono inserite in una tabella di analisi che specifica il valore di regolazione da cambiare, l'ora della modifica e il nuovo valore. Al termine dell'analisi cromatografica, la maggior parte dei valori di regolazione modificati da una tabella sui tempi di analisi torna ai rispettivi valori originali.

Le valvole possono essere programmate per i tempi di analisi, ma non sono ripristinate sulla posizione iniziale al termine dell'analisi. Per questa azione, è necessario programmare l'operazione di ripristino nella tabella di analisi.

Utilizzo degli eventi di durata analisi

La pagina **Events** nella scheda **Method** è utilizzata per programmare i seguenti eventi a tempo.

- Valvole (1-10)
- Valvola multiposizione
- Tipo di segnale
- Definizione del segnale analogico, zero o intervallo
- Pressioni accessorie (da 1 a 9)
- Polarità negativa TCD (on/off)
- Portata gas rivelatore (on/off), incluso gas combustibile H₂ NPD
- Flusso di spurgo del setto dell'iniettore
- Intervallo del segnale AO
- Sorgente del segnale AO
- Zero del segnale AO
- Bypass del filamento TCD

Programmazione degli eventi di durata analisi

- 1 Selezionare **Method**.
- 2 Selezionare **Events**.
- 3 Immettere l'orario in cui l'evento deve verificarsi, selezionare l'evento da programmare, selezionare la posizione dell'attrezzatura che si sta controllando e impostare il valore di regolazione desiderato.

Tabella di analisi

Gli eventi programmati sono organizzati in ordine di ora di esecuzione nella Tabella di analisi.

Modifica di eventi nella tabella di esecuzione

- 1 Selezionare l'evento da modificare. Se l'evento desiderato non è subito visibile, usare le frecce su e giù a destra per scorrere in alto e in basso la tabella fino a raggiungere l'evento.
- 2 Selezionare il parametro da modificare.
- 3 Immettere il nuovo valore

Eliminazione degli eventi di analisi

- 1 Selezionare l'evento da eliminare.
- 2 Selezionare **Delete**.

Iniettori

La pagina Iniettori nella scheda Method è utilizzata per modificare i parametri del metodo e ciascun iniettore collegato al GC. I parametri comuni includono la temperatura del riscaldatore e la pressione dell'iniettore. Per modificare i parametri di metodo degli iniettori:

- 1 Selezionare **Method > Iniettori**.
- 2 Selezionare l'iniettore da modificare.
- 3 Scorrere fino all'impostazione desiderata e modificare secondo necessità.

Portate del gas di trasporto

Le portate dei flussi in **Tabella 2** sono consigliate per tutte le temperature della colonna.

Tabella 2 Dimensioni colonna e portata del gas di trasporto


Tipo di colonna	Dimensioni colonna	Portata di flusso gas di trasporto, mL/min		
		Idrogeno	Elio	Azoto
Impaccata	1/8"		30	20
	1/4"		60	40
Capillare	id 0,05 mm	0,5	0,4	n/d
	id 0,10 mm	1,0	0,8	n/d
	id 0,20 mm	2,0	1,6	0,25
	id 0,25 mm	2,5	2,0	0,5
	id 0,32 mm	3,2	2,6	0,75
	id 0,53 mm	5,3	4,2	1,5

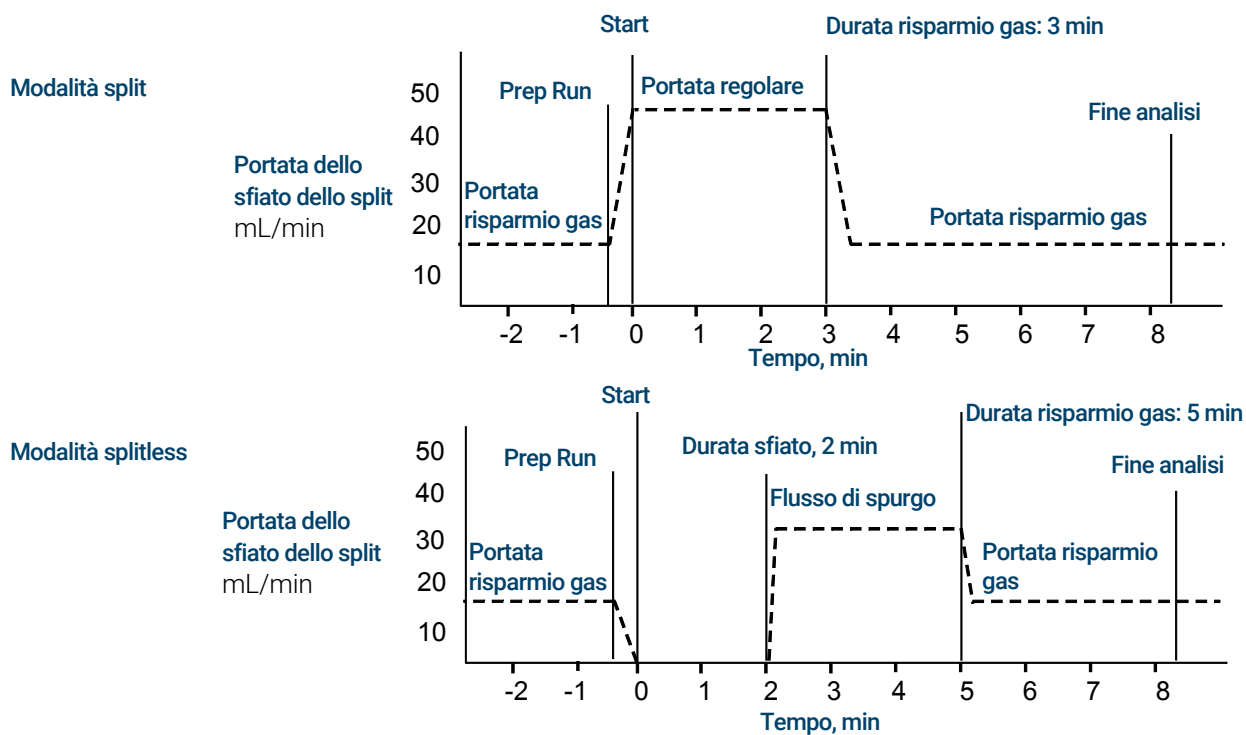
Informazioni sul risparmio di gas

NOTA

La modalità di risparmio di gas non è supportata su GC dotati di EPR (regolazione pneumatica elettronica).

Il risparmio gas riduce la portata di gas di trasporto dallo scarico dello split dopo che il campione è nella colonna. Si applica all'iniettore Split/Splitless (tutte le modalità). È più utile nelle applicazioni split.

La pressione della testata della colonna e la portata sono mantenute, mentre le portate di sfiato dello split diminuiscono. Le portate, tranne il flusso della colonna, resta a livello ridotto fino a quando si preme .



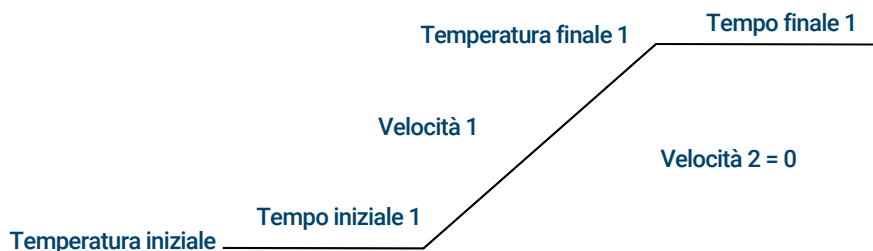
Usare la modalità di risparmio gas

- 1 Selezionare **Method** > **Iniettori**.
- 2 Scorrere fino a visualizzare l'opzione **Gas Saver**.
- 3 Selezionare la casella di controllo accanto a **Gas Saver** per abilitarla.
- 4 Immettere il valore di regolazione, **Setpoint**. Il valore di regolazione deve essere di almeno 15 mL/min superiore al flusso della colonna.
- 5 Immettere il tempo in **Time**.

Informazioni sulla programmazione della temperatura del forno

La temperatura del forno può essere programmata a partire da una temperatura iniziale a una temperatura finale utilizzando fino a 5 rampe durante un'analisi.

Un programma di temperatura per singola rampa aumenta la temperatura iniziale del forno fino a una temperatura finale specificata e mantiene la temperatura finale per un periodo di tempo specificato.



Il programma della temperatura per più rampe è simile. La temperatura del forno può essere programmata a partire da una temperatura iniziale a una temperatura finale, ma con varie velocità, tempi e temperature inclusi. Le rampe multiple possono essere programmate anche per le *riduzioni*, oltre che gli aumenti, di temperatura.



Velocità rampa del forno

La velocità più elevata raggiungibile dipende da molti fattori, inclusa la temperatura dell'ambiente, le temperature degli iniettori e dei rilevatori, la quantità di materiale all'interno del forno (colonne, valvole ecc.), se l'analisi è o non è la prima analisi del giorno.

Tabella 3 elenca le normali velocità della rampa del forno.

Tabella 3 Velocità rampa del forno

Intervallo di temperatura °C	Velocità rampa forno da 100 V (°C/minuto)	Velocità rampa forno da 200/220/230/240 V (°C/minuto)
Da 50 a 70	30	75
Da 70 a 115	30	45

Tabella 3 Velocità rampa del forno (continua)

Intervallo di temperatura °C	Velocità rampa forno da 100 V (°C/minuto)	Velocità rampa forno da 200/220/230/240 V (°C/minuto)
Da 115 a 175	30	40
Da 175 a 300	30	30
Da 300 a 425	20	20

Analisi isoterliche

Un'analisi isoterliche è un'analisi in cui il forno è tenuto a una temperatura costante. Per un'analisi isoterliche impostare Rate 1 a zero.

- 1 Selezionare **Oven** per aprire l'elenco di parametri del forno.
- 2 Inserire la temperatura del forno per l'analisi isoterliche.
- 3 Inserire il numero di minuti (tempo iniziale) per cui si desidera che il forno mantenga questa temperatura. Questo tempo è la durata dell'analisi.
- 4 Se Rate 1 non è già 0, inserire zero per un'analisi isoterliche

Colonne

La modalità di flusso della colonna determina se la pressione o le portate sono disponibili come valori di regolazione per gli inserti del GC. Quando tutte le colonne nel percorso della portata sono definite, è possibile inserire le pressioni o le portate. Se una colonna qualsiasi nel percorso di portata non è definita, le impostazioni per l'iniettore potranno essere limitate, in base al tipo di iniettore e a seconda che la colonna sia in modalità di portata o pressione.

Sono presenti due modalità di portata differenti che controllano la velocità della portata di massa attraverso la colonna: **Constant flow** e **Ramped flow**. Le velocità di portata sono corrette su NTP (temperatura e pressione normali, 25 °C e 1 di atmosfera).

Sono presenti due modalità di pressione differenti che controllano la pressione sulla testata della colonna: **Constant flow** e **Ramped flow**. Queste pressioni sono pressioni di riferimento: la differenza tra la pressione assoluta e la pressione atmosferica locale.

Flusso costante Mantiene una portata di massa del gas di trasporto nella colonna costante per l'intera analisi. Se la resistenza della colonna cambia a causa di un programma di temperatura, la pressione della testata della colonna viene regolata per mantenere la portata costante. Per questo motivo la durata dell'analisi può ridursi significativamente.

Flusso incrementato Aumenta la portata di massa nella colonna durante l'analisi sulla base di un programma impostato dall'utente. Il profilo di flusso di una colonna può avere fino a tre rampe, ognuna costituita da un incremento programmato seguito da un periodo di mantenimento.

Le modalità di pressione non sono disponibili se la colonna non è definita o se l'iniettore non è impostato in modalità di controllo della portata. Le pressioni sono di riferimento, ovvero indicano la differenza tra la pressione assoluta e la pressione atmosferica locale.

Dato che molti rivelatori presentano poca resistenza al flusso della colonna, la pressione di riferimento sulla testata della colonna è tipicamente uguale alla differenza di pressione tra l'ingresso e l'uscita della colonna. Fanno eccezione il rivelatore a selezione di massa e il rivelatore a emissione atomica.

- Pressione costante: mantiene una pressione di riferimento costante sulla testata della colonna per l'intera analisi. Se la resistenza della colonna e la densità del gas cambiano durante l'analisi, la pressione di riferimento non cambia, ma la portata di massa cambierà.
- Pressione incrementata: incrementa la pressione di riferimento sulla testata della colonna durante l'analisi in base a un programma impostato dall'utente. Il profilo di pressione di una colonna può avere fino a tre rampe, ognuna costituita da un incremento programmato seguito da un periodo di mantenimento.

NOTA

Le modalità di portata e di pressione incrementata non sono supportate su GC dotati di EPR (regolazione pneumatica elettronica) SSL (iniettore split/splitless).

Le modalità di pressione non sono supportate su GC dotati di EPC PPIP.

Le modalità di pressione e di portata incrementata non sono supportate su GC dotati di EPR PCI.

Rivelatori

Per contribuire a creare un metodo nuovo o per risolvere i problemi del rivelatore, vedere le condizioni di avvio consigliate per ogni rivelatore.

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.

FID

Riaccensione automatica FID (Offset di accensione)

L'**Offset di accensione** è costituito dalla differenza minima prevista tra l'emissione del FID e l'emissione a fiamma spenta. Il GC controlla questo valore durante le analisi e durante il caricamento di un metodo.

Durante un'analisi, se l'emissione scende al di sotto del valore di **Offset di accensione**, il FID tenterà di riaccendersi tre volte. Se, dopo un terzo tentativo, l'emissione non aumenta di almeno un valore, il rivelatore arresta tutte le funzioni tranne la temperatura e la portata del gas di makeup.

Quando si carica un metodo comprendente un'impostazione **Flame On**, il GC esegue un controllo simile. Se l'emissione del rivelatore è inferiore al valore di **Offset di accensione**, tenterà la riaccensione dopo avere raggiunto i valori di regolazione del metodo.

L'impostazione predefinita per l'**Offset di accensione** è di 2.0 picoamp. Questo valore è ideale per le operazioni con tutti i sistemi e i gas molto puri. Potrebbe essere necessario abbassare questo valore di regolazione se il rivelatore tenta di riaccendersi quando la fiamma è ancora presente, producendo quindi un arresto.

Per modificare **Offset di accensione**:

- 1 Selezionare **Settings**.
- 2 Selezionare **Configurazione**.
- 3 Selezionare **Rivelatori**.
- 4 Selezionare il FID fra i rivelatori elencati nella parte superiore della finestra.
- 5 Inserire il nuovo valore.

NOTA

Il valore offset di accensione appena inserito non viene applicato/utilizzato come riferimento per l'uscita del rivelatore fino al ciclo di accensione successivo.

Condizioni di avvio consigliate

Per le linee guida e le regole di selezione dell'impostazione del rivelatore iniziali per nuovi metodi, vedere [Tabella 4](#).

Tabella 4 Condizioni di avvio consigliate

Tipo di gas	Velocità di portata consigliata
Gas di trasporto (idrogeno, elio, azoto)	
Colonne impaccate	Da 10 a 60 mL/min
Colonne capillari	Da 1 a 5 mL/min
Gas del rivelatore	
Idrogeno	40 mL/min*
Aria	450 mL/min
Colonna più makeup capillare (N ₂ consigliato o, in alternativa, He)	50 mL.min*
Temperatura rivelatore	
Se < 150 °C, la fiamma non si accenderà. Agilent consiglia una temperatura di ≥ 300 °C per impedire danni da condensazione. La temperatura da rivelatore deve essere di circa 20 °C superiore alla massima temperatura della rampa forno.	

* Il rapporto idrogeno/aria deve essere compreso tra l'8% e il 12% per mantenere la fiamma accesa

FPD+

Il campione brucia in una fiamma con molto idrogeno, in cui alcune specie vengono ridotte ed eccitate. Il flusso di gas sposta le specie eccitate a un'area di emissione più fredda sopra la fiamma dove decadono ed emettono luce. Un filtro passa-banda stretto seleziona la luce tipica di una specie, mentre uno schermo evita che l'intensa emissione di anidride carbonica raggiunga il tubo fotomoltiplicatore (PMT).

La luce colpisce una superficie fotosensibile nel PMT dove un fotone libera un elettrone. L'elettrone viene amplificato all'interno del PMT per un guadagno complessivo fino a un milione.

Stoccaggio

Il FPD+ non deve essere conservato a temperature superiori a 50 °C.

Linearità FPD+

L'emissione di zolfo è prodotta da vari meccanismi. La specie eccitata è biatomica, in modo che l'intensità dell'emissione sia approssimativamente proporzionale al quadrato della concentrazione di atomi di zolfo.

La specie eccitata nella modalità fosforo è monoatomica e comporta una relazione lineare tra l'intensità di emissione e la concentrazione dell'atomo.

Liner iniezione da utilizzare con FPD+

I composti contenenti zolfo potrebbero essere assorbiti nel liner iniezione e danneggiare le prestazioni del GC. Utilizzare dei liner disattivati e puliti oppure un'iniezione su colonna che consenta l'iniezione direttamente sulla colonna.

Per ottenere risultati migliori, utilizzare liner Agilent Ultra Inert:

- Splitless 5190-2293
- Split 5190-2295

Valutazione temperatura FPD+

Il FPD+ fornisce due zone di temperature: una per la linea di trasferimento (temperatura rivelatore principale) e una per il blocco emissioni. Per la temperatura della linea di trasferimento, è consigliabile una temperatura di 25 °C più alta della temperatura massima della colonna.

La temperatura del blocco emissioni varia da 125 a 175 °C. In genere la temperatura predefinita di 150 °C è sufficiente per la maggior parte delle applicazioni. Tuttavia, quando si imposta la temperatura del blocco emissione, occorre considerare quanto segue:

- Se il forno GC è utilizzato a un'elevata temperatura (>325 °C) con la linea di trasferimento impostata su 400 °C, impostare la temperatura del blocco emissione su 165 °C per evitare un sistema Non pronto se la temperatura di blocco emissioni non può essere mantenuta.
- Se si utilizza la linea di trasferimento su 400 °C, impostare la temperatura di blocco emissioni ad almeno 150 °C per evitare che il sistema sia Non pronto.
- Per le analisi dello zolfo, la risposta dell'area più elevata sarà realizzata con la temperatura di blocco emissioni più bassa possibile.
- Per le analisi dello zolfo, la risposta dell'area è indipendente dalla temperatura del blocco emissioni.

Condizioni di avvio consigliate

Il FPD+ fornisce due zone di temperature: una per la linea di trasferimento (temperatura rivelatore principale) e una per il blocco emissioni. Per la temperatura della linea di trasferimento, è consigliabile una temperatura di 25 °C più alta della temperatura massima della colonna. La temperatura del blocco emissioni varia da 125 a 175 °C. In genere la temperatura predefinita di 150 °C è sufficiente per la maggior parte delle applicazioni.

Portate per la fiamma FPD+ con sensibilità massima, con molto idrogeno e poco ossigeno. L'elio, come gas di trasporto o di makeup, può raffreddare i gas rivelatori al di sotto della temperatura di accensione.

Tabella 5 Condizioni di avvio consigliate

Tipo di gas	Velocità di portata consigliata
Gas di trasporto (idrogeno, elio, azoto)	
Colonne impaccate	Da 10 a 60 mL/min
Colonne capillari	Da 1 a 5 mL/min
Gas del rivelatore	
Idrogeno	60 mL/min
Aria	60 mL/min
Colonna più makeup capillare	60 mL.min

Come con il FID, un offset di accensione è associato al FPD. L'offset di accensione predefinito per il FPD è 2,0 pA.

NPD

L'impostazione dell'NPD consente di regolare l'offset nella tabella oraria

È possibile utilizzare la funzione **Clock table** per avviare **Adjust offset** a un orario specificato.

Estensione della durata dell'elemento attivo NPD

Queste azioni, insieme alle procedure di regolazione e di riscaldamento automatizzate, possono estendere notevolmente la durata dell'elemento attivo.

- Utilizzare il valore pratico **Adjust Offset** più basso. Di conseguenza, la corrente elemento attivo applicato durante l'operazione sarà più bassa.
- Analizzare campioni puliti.
- Spegnerne l'elemento attivo quando non è in uso.
- Mantenere elevata la temperatura del rivelatore a (320 - 335 °C).
- Disattivare il flusso di idrogeno durante i picchi di solvente e tra le analisi.

Disattivare l'idrogeno durante un picco di solvente Quando si utilizza l'NPD, la linea di base cambia dopo un picco di solvente e può richiedere del tempo per stabilizzarsi, in particolare con i solventi clorati. Per ridurre al minimo questo effetto, disattivare il flusso di idrogeno durante il picco di solvente e riattivarlo dopo l'eluzione con il solvente. Con questa tecnica, la linea di base ritorna al valore originale in meno di 30 secondi. Inoltre, estende la durata di vita dell'elemento attivo. L'idrogeno può essere attivato e disattivato automaticamente come parte di una tabella di analisi. Vedere **"Eventi"**.

Disattivazione dell'idrogeno tra le analisi Per estendere la durata dell'elemento attivo, disattivare il flusso di idrogeno tra le analisi. Lasciare attivi tutti gli altri flussi e la temperatura del rivelatore. Attivare il flusso di idrogeno per la prossima analisi; l'elemento attivo si accenderà quasi subito. Il processo può essere automatizzato con le voci della Tabella analisi.

Condizioni di avvio consigliate

Tabella 6 Condizioni di avvio consigliate

Tipo di gas	Velocità di portata consigliate
Gas di trasporto (idrogeno, elio, azoto*)	Capillare: scegliere una velocità di portata ottimale in base alle dimensioni della colonna.
Gas del rivelatore	
Idrogeno	Da 1 a 3 mL/min
Aria	60 mL/min
Portata Makeup (He, N_2^+)	Da 1 a 20 mL/min, consigliata una quantità bassa

Tabella 6 Condizioni di avvio consigliate (continua)

Tipo di gas	Velocità di portata consigliate
Tensione elemento attivo	
Elemento attivo Blos.	
<ul style="list-style-type: none"> • Usare Auto Adjust, Dry Bead e consentire al GC di impostare la corrente dell'elemento attivo applicato per l'utente. 	
* La velocità di portata deve essere inferiore a 3 mL/min quando si utilizza l'idrogeno come gas di trasporto.	
† L'elio è consigliato per forme di picco ottimali.	

TCD

I composti chimicamente attivi riducono la durata del filamento TCD

Il filamento TCD tungsteno-renio è stato chimicamente passivato per la protezione da danni causati dall'ossigeno. Tuttavia, i composti chimicamente attivi come i composti acidi e alogenati possono attaccare il filamento. Il sintomo immediato è una variazione permanente della sensibilità del rilevatore, causata da un cambiamento della resistenza del filamento.

Se possibile, questi composti devono essere evitati. Se ciò non è possibile, può essere necessario sostituire la cella del TCD con una certa frequenza.

Cambiamento della polarità TCD durante un'analisi

Negative polarity On inverte il picco in modo che l'integratore o il sistema dati Agilent possa misurarlo. La **Negative Polarity** può essere una voce della tabella delle analisi; vedere **"Eventi"**.

Rilevamento di idrogeno con il TCD che utilizza il gas di trasporto

L'idrogeno è l'unico elemento con conduttività termica maggiore dell'elio e miscele di piccole quantità di idrogeno (<20%) in elio a temperature moderate mostra conduttività termiche inferiori a un solo componente. Se si analizza l'idrogeno con il gas di trasporto elio, un picco di idrogeno potrebbe apparire come positivo, negativo o come picco dello split.

Per questo problema sono disponibili due soluzioni:

- Usare l'azoto o l'argon-metano come gas di trasporto. In questo modo si eliminano i problemi inerenti l'utilizzo dell'elio come gas di trasporto, ma causa una ridotta sensibilità a componenti diversi dall'idrogeno.
- Utilizzare il rilevatore a temperature più elevate: da 200 °C a 300 °C.

È possibile individuare la temperatura di servizio corretta del rilevatore analizzando una gamma conosciuta di concentrazioni di idrogeno, aumentando la temperatura di servizio fino a quando il picco di idrogeno mostra una forma normale ed è sempre nella stessa direzione (negativa relativa alla normale risposta ad aria o propano), indipendentemente dalla concentrazione. Questa temperatura garantisce anche elevata sensibilità e un intervallo dinamico lineare.

Dal momento che i picchi di idrogeno sono negativi, è necessario attivare la polarità negativa a orari appropriati in modo che il picco appaia positivo.

Condizioni di avvio consigliate

Tabella 7 Condizioni di avvio consigliate

Tipo di gas	Velocità di portata suggerite
Gas di trasporto (idrogeno, elio, azoto)	Impaccata: da 10 a 60 mL/min Capillare: da 1 a 5 mL/min
Riferimento (stesso tipo di gas del gas di trasporto)	da 15 a 60 mL/min
Makeup capillare (stesso tipo di gas del gas di trasporto)	Impaccata: da 2 a 3 mL/min Capillare: da 5 a 15 mL/min
Temperatura rilevatore	
<135 °C, non attiva il filamento	
Se la temperatura rilevatore scende al di sotto di 120 °C, il filamento viene disattivato.	
La temperatura rilevatore deve essere compresa tra 30 °C e 50 °C e superiore alla massima temperatura della rampa forno.	

ECD

Linearità ECD

Il fattore di risposta ECD rispetto alla curva di concentrazione è lineare per i quattro ordini di magnitudo o più (intervallo dinamico lineare = 10^4 o superiore) per un'ampia gamma di composti. È comunque necessario eseguire una curva di calibrazione sui campioni per individuare i limiti dell'intervallo lineare per i materiali.

Note sul gas makeup ECD

Se il tipo di gas di trasporto è diverso dal tipo di gas makeup, la portata del flusso di gas di makeup deve essere almeno tre volte la portata del flusso del gas di trasporto.

La sensibilità dell'ECD può essere aumentata riducendo la portata del flusso del gas makeup.

La velocità cromatografica dell'ECD (per picchi rapidi) può essere aumentata aumentando la portata del flusso del gas makeup.

Programmazione della temperatura dell'ECD

L'ECD è sensibile alla portata. Se si utilizza la programmazione della temperatura, in cui la resistenza del flusso della colonna cambia con la temperatura, configurando gli strumenti come segue:

- Impostare il gas di trasporto in modalità **Constant flow**. Impostare il gas makeup rilevatore su **Constant makeup**.
- Se si sceglie di operare in modalità di pressione costante, il gas makeup deve essere impostato sulla modalità **Column + makeup = constant**.

Condizioni di avvio consigliate per nuovi metodi ECD

Utilizzare le seguenti informazioni quando si selezionando temperature e flussi. La pressione sorgente massima non deve superare 100 psi. Usare la pressione sorgente massima per ottenere la portata di flusso makeup massima.

Tabella 8 Condizioni di avvio consigliate

Tipo di gas	Velocità di portata consigliate
Gas di trasporto	
Colonne impacchettate (azoto o argon-metano)	da 30 a 60 mL/min
Colonne capillari (idrogeno, azoto o argon-metano)	da 0,1 a 20 mL/min, a seconda dal diametro
Makeup capillare (azoto o argon-metano)	da 10 a 150 mL/min (da 30 a 60 mL/min tipico)
Temperatura	
250 °C a 400 °C	
Normalmente, la temperatura rilevatore è impostata su 25 °C e superiore alla massima temperatura della rampa forno.	

Valvole

Il comparto delle valvole

Il GC supporta fino a tre valvole in un apposito comparto riscaldato sopra la parte superiore del forno.

Il comparto valvole è la collocazione preferita per le valvole in quanto è una zona a temperatura stabile, isolata dal forno a colonna.

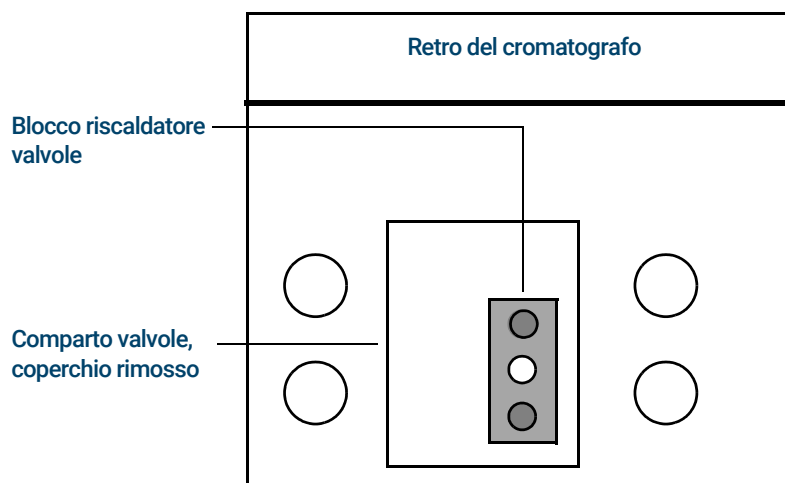


Figura 13. Schema delle collocazioni delle valvole su GC

Controllo valvola

Le valvole possono essere controllate manualmente tramite l'interfaccia del browser o come parte di un programma orario o di analisi. Le valvole di campionamento sono reimpostate automaticamente al termine di un'analisi.

Driver valvole

Il driver valvole è costituito dal software e dall'impianto del GC che controlla una valvola o una funzione correlata. Sono presenti quattro driver conosciuti come Valvole da 1 a 4. Ogni valvola è controllata in modo indipendente.

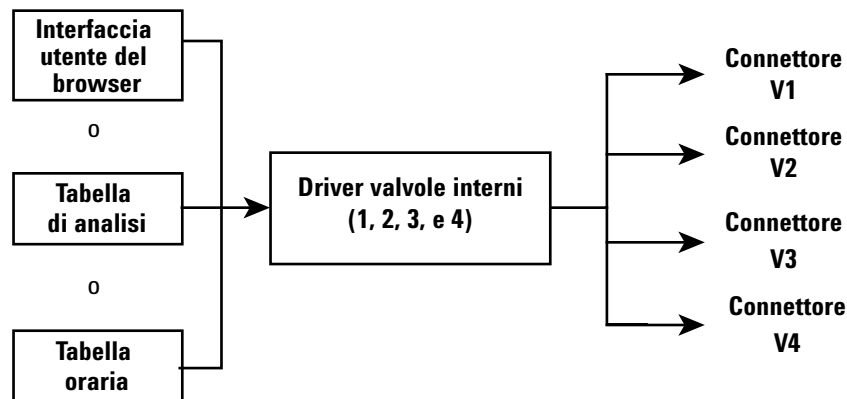
Tabella 9 Driver valvole

Numero valvola	Tipo	Volt	Potenza o corrente	Utilizzo
1, 2, 3 e 4	Sorgente corrente	24 V CC	13 watt	Controllo valvola pneumatica
5 e 6	Sorgente corrente	24 V CC	100 mA	Relè e dispositivi a bassa potenza
7 e 8	Contatto chiusura	RMS da 48 V CC o 48 V CA		Controllo e sorgente di corrente esterna

Driver valvole interni

In genere, i driver valvole 1, 2, 3 e 4 sono utilizzati per controllare le valvole azionate pneumaticamente montate sul comparto valvole. Il rispettivo cablaggio si trova su un set di connettori all'interno del coperchio destro del GC.

Le valvole azionate pneumaticamente sono controllate da solenoidi montati accanto ai connettori che regolano il flusso di aria sugli attuatori della valvola.



Non c'è alcuna relazione diretta tra la posizione di una valvola nell'apposito comparto e il driver che la controlla. Questo dipende dal modo in cui i solenoidi sono cablati e gli attuatori sono collegati.

Le valvole manuali devono essere modificate a mano e sono riscaldate o non riscaldate.

Tipi di valvole

I tipi di valvole possibile sono:

Campionamento Valvola a due posizioni (caricamento e iniezione). Nella posizione di caricamento, un flusso di campione esterno scorre in un loop collegato (campionamento del gas) o interno (campionamento del liquido) e poi scarica. Nella posizione di iniezione, il loop di campionamento pieno viene inserito nel flusso del gas di trasporto. Quando la valvola passa da **Load** a **Inject**, se non è già in corso, viene avviata un'analisi. Vedere l'esempio su [pagina 80](#).

Switching Valvola a due posizioni con quattro, sei o più porte. Si tratta di valvole specifiche utilizzate per la selezione, l'isolamento della colonna e molte altre attività.

Other (altro) Può essere qualsiasi elemento.

Non installato Nessuna valvola installata in questa posizione.

Controllo di una valvola

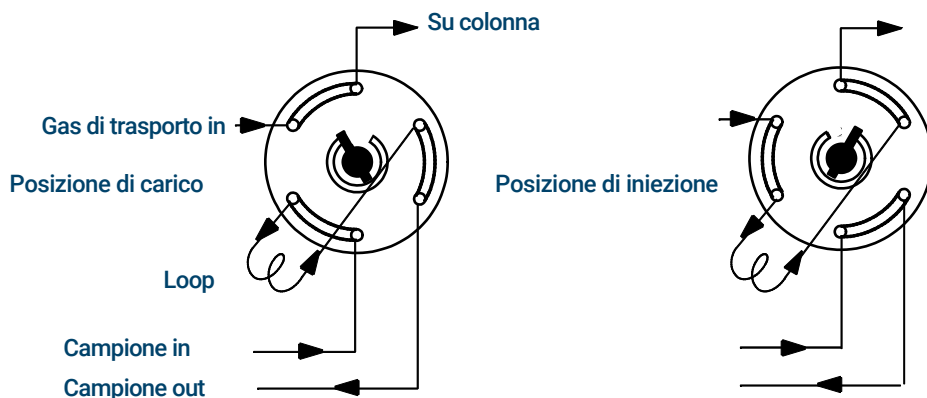
Dalle tabelle di analisi o di orario

I comandi **Valve On** e **Valve Off** possono essere programmati in base al tempo dell'analisi o all'ora del giorno. Vedere **"Eventi"** e **"Programmazione oraria"**.

Se una valvola viene ruotata tramite un programma basato sul tempo dell'analisi, *non* viene riportata automaticamente alla sua posizione iniziale alla fine dell'analisi. Sarà necessario reimpostare direttamente quest'operazione.

Valvola di campionamento

Se una valvola viene configurata come valvola di campionamento, avvia un'analisi automaticamente quando viene passata alla posizione di iniezione. Quest'azione può essere eseguita tramite una sottosequenza o un inserimento nella tabella oraria. Possono essere presenti due valvole di campionamento del gas installate.



Le valvole di campionamento hanno due posizioni:

Posizione di carico Il loop (esterno per il campionamento gas, interno per il campionamento liquido) viene lavato con un flusso di gas campione. La colonna viene lavata con gas di trasporto.

Posizione di iniezione Il loop pieno viene inserito nel flusso del gas di trasporto. Il campione viene lavato sulla colonna. L'analisi inizia automaticamente.

Il gas di trasporto può essere fornito da un canale PCM (opzionale). A tal fine, configurare la colonna e specificare il canale PCM come iniettore. Il canale quindi diventa programmabile con quattro modalità operative.

I parametri di controllo della valvola di campionamento del gas sono:

Tempo di carico Tempo, in minuti, in cui la valvola resta nella posizione di carico prima di diventare pronta.

Tempo di iniezione Tempo, in minuti, in cui la valvola resta nella posizione di iniezione prima di tornare alla posizione di carico.

Il ciclo della valvola di campionamento è:

- 1 La valvola di campionamento ruota sulla posizione di carico. Inizia il tempo di carico, **Load time**. Valvola non pronta.
- 2 Il tempo di carico, **Load time**, termina. La valvola è pronta.

- 3 Se tutto è pronto, il GC diventa pronto. Se uno degli elementi non è pronto:
 - Se si utilizza la tabella oraria o il controllo sequenza, il GC attende fino a quando è tutto pronto, quindi esegue il comando di iniezione della valvola.
 - Se non si utilizza la tabella oraria o il controllo sequenza, l'iniezione della valvola può essere effettuata in qualsiasi momento tramite la tastiera.
- 4 La valvola di campionamento ruota (comando tastiera o controllo sequenza) sulla posizione di iniezione. Inizia il tempo di iniezione, **Inject time**. Inizia l'analisi.
- 5 Il tempo di iniezione, **Inject time**, termina. Tornare al punto 1.

Segnali di uscita GC

Il segnale è l'uscita del GC su un dispositivo di gestione dati, analogico o digitale. Può essere un'uscita rivelatore oppure l'uscita da sensori di flusso, temperatura o pressione. Viene fornito un canale 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.

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

Vedere **Tabella 10** per le conversioni da unità mostrate sul display GC alle unità mostrate negli integratori e nei sistemi dati Agilent.

Tabella 10 Conversioni di segnale

Tipo di segnale	1 unità di visualizzazione equivale a:
Rivelatore:	
FID, NPD	1,0 pA ($1,0 \times 10^{-12}$ A)
FPD+	150 pA (150×10^{-12} A)
TCD	25 μ V ($2,5 \times 10^{-5}$ V)
ECD	1 Hz
Quadro di entrata analogico (usare per collegare il GC a un rivelatore non Agilent)	15 μ V
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.

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. Per i dettagli, vedere **"Eventi"**.

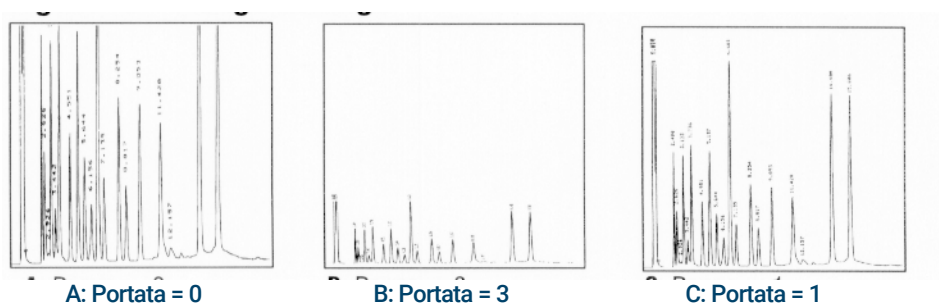
Portata analogica

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 $2^0 (=1)$ a 2^{13} (=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 rivelatori. Nella tabella sono elencati i punti di regolazione range validi per rivelatore.

Tabella 11 Limiti range

Rivelatore	Impostazioni range utilizzabili (2 ^x)
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. Per i dettagli, vedere **“Eventi”**.

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 ai picchi rapidi.

Agilent sconsiglia di usare i picchi rapidi, **Fast peaks**, con un rivelatore TCD. Poiché le portate 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.

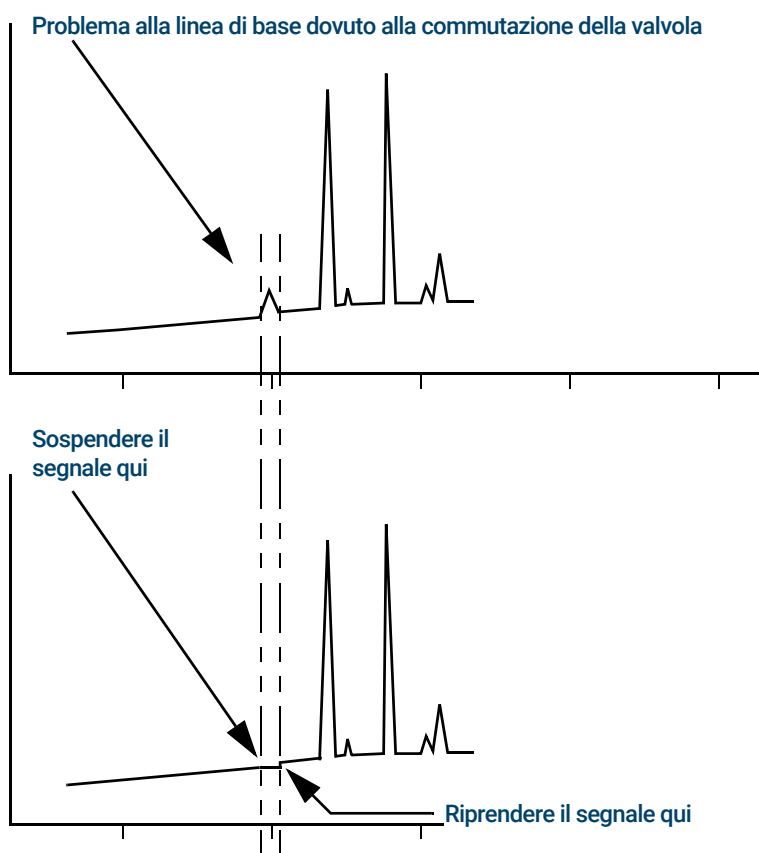
Le uscite del segnale digitale rispondono a un comando zero sottraendo il livello di segnale al momento del comando da tutti i valori futuri.

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 12 Elaborazione dati del sistema dati Agilent

Velocità dati, Hz	Larghezza picco minimo, minuti	Rumore relativo	Rivelatore	Tipo di colonna
1000	0,0002	6,96	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	

Tabella 12 Elaborazione dati del sistema dati Agilent (continua)

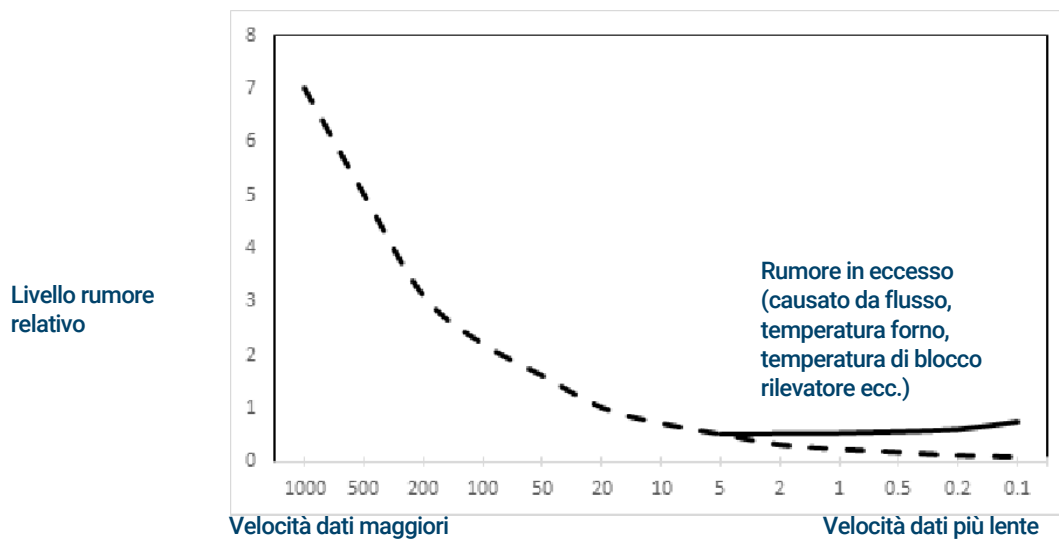
Velocità dati, Hz	Larghezza picco minimo, minuti	Rumore relativo	Rivelatore	Tipo di colonna
2	0,1	0,3	ECD	↓ Impaccato lento
1	0,2	0,22	ECD	
0,5	0,4	0,16	ECD	
0,2	1,0	0,10	ECD	
0,1	2,0	0,07	ECD	

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

A velocità di campionamento maggiori si risconterà 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.



Che cos'è una sequenza? 88

Errori rimediabili 89

Che cos'è una sequenza?


Una sequenza corrisponde a un elenco di campioni da analizzare e a un metodo da utilizzare per ogni analisi. Le sequenze possono essere configurate dall'interfaccia del browser oppure dal sistema dati Agilent collegato. Per ulteriori dettagli, fare riferimento alla guida fornita nell'interfaccia del browser o nel sistema dati.

Errori rimediabili

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

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

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

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

Diagnostica

Informazioni sulla diagnostica	92
Il rapporto sulle condizioni del sistema	92
Test automatico	92
Diagnostica auto-guidata	93
Utilizzare la vista diagnostica	94
Eseguire test diagnostici	95

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 e al rapporto sulle condizioni del sistema.

Inoltre, la vista fornisce un elenco di tutti gli avvisi attuali. Quando si verifica un condizione, il GC elenca il problema nella Diagnostica. Selezionare una condizione per visualizzare una descrizione del problema e le attività diagnostiche consigliate che possono contribuire alla sua risoluzione. Se un elenco di attività diagnostiche è automatizzato, selezionarlo per eseguirlo.

Il rapporto sulle condizioni del sistema

Per accedere al rapporto sulle condizioni del sistema, selezionare **System Health Report**. 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 errore, compare un avviso sulla scheda della diagnostica. Viene inoltre inserita una nota nel relativo registro.

Vedere di seguito per un elenco delle finestre di dialogo del monitoraggio continuo.

Rivelatore:

- Tensione di alimentazione:
- Riferimenti ADC (convertitore da analogico a digitale)
- Fiamma FID
- Elemento attivo NPD aperto/corto
- Accenditore aperto/corto
- Collettore corto
- Elettrometro non collegato
- Filamento TCD aperto o corto
- Valvola di commutazione TCD aperta o corta

- Fiamma FPD

EPC (Controllo pneumatico elettronico): iniettori, rivelatori e altri moduli.

Riferimenti ADC (convertitore da analogico a digitale)

Movimenti attuatore

Termico:

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

Mancata configurazione

Diagnostica auto-guidata

Il GC offre diversi controlli diagnostici da utilizzare per la risoluzione dei problemi con il GC o il metodo. Vedere di seguito per un elenco di test diagnostici auto-guidati disponibili:

Test degli iniettori:

- Test perdita e restrizione
- Test di pressione del gas
- Test di strozzamento sfiato dello split
- Test di decadimento della pressione
- Test di spurgo del setto

Test dei rivelatori:

- Test di strozzamento dell'ugello FID
- Test della corrente di dispersione FID

Utilizzare la vista diagnostica

Per usare la vista diagnostica:

- 1 Selezionare **Diagnostics**. Si apre la vista diagnostica. La vista fornisce un elenco di tutti gli avvisi attuali.
- 2 Selezionare **Diagnostic Tests**. Si apre la pagina test diagnostica.
- 3 Selezionare **Inlets, Detectors** o **Other**, secondo necessità. Apparirà la pagina corrispondente. Ad esempio, selezionando **Inlets** si apre la pagina test diagnostici iniettore.

Eseguire test diagnostici

Per eseguire test di diagnostica:

- 1 accedere al test desiderato dalla vista diagnostica. Vedere **“Utilizzare la vista diagnostica”**.
- 2 Selezionare il test desiderato. La pagina di test corrispondente si apre. La pagina test include una descrizione del test e un'indicazione del parametro testato.
- 3 Premere **Start Test**. Il test viene avviato. I dettagli del test sono visualizzati con i risultati del test.

Il test attualmente in esecuzione può essere interrotto selezionando **Annulla**. Questo apre una finestra di dialogo che consente di confermare che si desidera annullare il test.

Funzionalità EMF (Early Maintenance Feedback)	98
Tipi di contatore	98
Soglie	99
Soglie predefinite	99
Eeguire la manutenzione	100
Contatori disponibili	101
Visualizzare i contatori di manutenzione	104
Attivazione, reset o modifica di un limite per un contatore EMF	105
Contatori EMF per campionatori automatici	106
Contatori per ALS 7693A e 7650 ALS con firmware EMF abilitato	106
Contatori per ALS con firmware di versioni precedenti	106
Contatori EMF per gli strumenti MS	107

Selezionando la scheda di navigazione manutenzione, sono mostrati i tasti dei contatori per componente, per visualizzare il log di manutenzione e avviare procedure di manutenzione automatizzate e dettagliate per i vari componenti. Queste procedure includono anche test automatizzati, a seconda delle esigenze, per verificare che il GC sia pronto al termine della manutenzione. Vedere il manuale *8860 Manutenzione del GC* per ulteriori informazioni.

Funzionalità EMF (Early Maintenance Feedback)

8860 dispone di contatori temporali e contatori basati sulle iniezioni utilizzabili con vari consumabili e componenti soggetti a manutenzione. Utilizzare tali contatori per monitorare l'utilizzo e sostituire o ricondizionare i componenti 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 delle **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 fa distinzione tra iniezioni anteriori e posteriori e incrementa solo i contatori associati al percorso del flusso di iniezione configurato.

Come esempio prendere in considerazione il seguente GC:

Tabella 13

Percorso flusso anteriore configurato	Percorso flusso posteriore configurato
Iniettore anteriore	Iniettore posteriore
Ingresso anteriore	Ingresso posteriore
Colonna 1 (forno GC)	Colonna 2 (forno GC)
Raccordo spurgato / Aux EPC 1	Rivelatore posteriore
Colonna 3 (forno GC)	
Rivelatore anteriore	

In questo esempio: con un'iniezione ALS anteriore, il GC andrà ad incrementare i contatori dell'iniettore anteriore, dell'ingresso anteriore e del rivelatore anteriore. Non incrementerà i contatori dell'iniettore posteriore, dell'ingresso posteriore e del rivelatore posteriore. Per le colonne, il GC incrementerà i contatori basati su iniezione delle colonne 1 e 3, e il contatore di cicli del forno per tutte le 3 colonne.

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 una delle soglie è stata superata, compare un'indicazione sulla scheda **Maintenance** sulla barra di controllo del touchscreen del GC.

Selezionando la scheda **Maintenance** viene aperta la schermata Maintenance.

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, di analisi 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 limite **Service Due** deve essere maggiore del limite **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, quindi 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.

Eseguire la manutenzione

Per molte procedure di manutenzione comuni, il GC contiene una guida dettagliata di ogni procedura. È possibile accedere a tali procedure selezionando **Maintenance** > il componente desiderato > **Perform Maintenance**. A questo punto, selezionare la procedura di manutenzione desiderata, quindi **Start Maintenance** per avviare la procedura guidata.

Diverse procedure di manutenzione richiedono di portare il GC in modalità di manutenzione prima di eseguire le attività di manutenzione. Per farlo, selezionare **Maintenance** > **Instrument** > **Perform Maintenance**, selezionare la casella di controllo accanto a Maintenance Mode, quindi selezionare **Start Maintenance**. Per portare il GC in modalità di manutenzione può essere inoltre necessario eseguire le operazioni seguenti:

- Impostazione di temperature basse per evitare ustioni e altre lesioni
- Impostazione di flussi ridotti per evitare rischi per la sicurezza e impedire il danneggiamento dello strumento
- Ventilazione di un rivelatore a selezione di massa (MSD)
- Applicare altre impostazioni per evitare danni allo strumento (componenti elettronici, colonne e così via) o agli strumenti collegati (MSD)

Ad esempio, per cambiare il filtro per la pulizia dei gas, selezionare **Maintenance** > **Instrument** > **Perform Maintenance**, selezionare la casella di controllo accanto a Gas Clean Filter Maintenance, quindi selezionare **Start Maintenance**. In questo modo si raffreddano i componenti necessari del GC e viene quindi avviata la procedura guidata per la sostituzione del filtro per la pulizia dei gas.

Contatori disponibili

La **Tabella 14** elenca i contatori disponibili più comuni disponibili. I contatori disponibili possono variare in base alle opzioni, ai consumabili e agli aggiornamenti del GC.

Tabella 14 Contatori EMF comuni

Componente GC	Parti con contatore	Tipo	Valore predefinito
Rivelatori			
FID	Collettore	N. di iniezioni	
	Ugello	N. di iniezioni	
	Accenditore	N. tentativi di accensione	
TCD	Solenioide a commutazione	Tempo utilizzo effettivo	
	Filamento temporale	Tempo utilizzo effettivo	
ECD	Liner inserto	N. di iniezioni	
	Tempo dal test di pulizia	Tempo utilizzo effettivo	6 mesi
NPD	Elemento attivo	N. di iniezioni	
	Collettore	N. di iniezioni	
	Offset linea base/elemento attivo	Valore pA	
	Tensione linea base/elemento attivo	Valore tensione	Elemento attivo Blos: 1.045
	Integrale corrente elemento attivo	Valore pA-sec	
FPD+	Elemento attivo temporale	Tempo utilizzo effettivo	Elemento attivo Blos: 2400 h
	Accenditore	N. tentativi di accensione	
	PMT	N. di iniezioni	
	PMT	Tempo utilizzo effettivo	6 mesi
Iniettori			
SSL	Tenuta d'oro	N. di iniezioni	5000
	Tenuta d'oro	Data installazione	90 giorni
	Liner	N. di iniezioni	200
	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

Tabella 14 Contatori EMF comuni (continua)

Componente GC	Parti con contatore	Tipo	Valore predefinito
	Trappola di scarico split	N. di iniezioni	10.000
	Trappola di scarico split	Data installazione	6 mesi
PP	Liner	N. di iniezioni	200
	Liner	Data installazione	30 giorni
	Setto	N. di iniezioni	200
	O-ring di sigillatura superiore	N. di iniezioni	10.000
	O-ring di sigillatura superiore	Data installazione	1 anno
COC	Setto	N. di iniezioni	200
Colonne			
Colonna	Iniezioni su colonna	N. di iniezioni	
	Cicli forno	N. di iniezioni	
	Lunghezza	Valore	
	Contatore analisi	Numero di analisi	
Valvole			
Valvola	Rotore	Attivazioni (n. di iniezioni)	
	Temperatura massima	Valore	
Strumento			
Strumento	Tempo utilizzo effettivo	Data installazione	
	Contatore analisi	Numero di analisi	
	Filtri	Data installazione	
Iniettori ALS			
ALS	Siringa	N. di iniezioni	800
	Siringa	Data installazione	2 mesi
	Ago	N. di iniezioni	800
	Movimenti stantuffo	Valore	6000
Spettrometri di massa			
Spettrometro di massa	Pompa	Temporale (giorni)	1 anno
	Filamento 1	Temporale (giorni)	1 anno
	Filamento 2	Temporale (giorni)	1 anno

Tabella 14 Contatori EMF comuni (continua)

Componente GC	Parti con contatore	Tipo	Valore predefinito
	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 Selezionare la scheda **Maintenance**.
- 2 Selezionare il tipo di componente desiderato. La colonna Status elenca il contatore per il componente corrispondente.
- 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”**.
- 2 Premere l'elenco Component per il contatore da modificare.
- 3 Per modificare una soglia:
 - a Selezionare la voce di soglia. Appare una finestra di dialogo di inserimento dati.
 - b Inserire il valore desiderato. Vedere **“Soglie predefinite”**.
- 4 Per abilitare o disabilitare un avviso, selezionare o deselezionare **Enable** per il contatore corrispondente.
- 5 Selezionare **Apply**. La finestra di dialogo si chiude. Il valore inserito è mostrato nel campo corrispondente.
- 6 Per resettare il contatore:
 - a Selezionare **Reset Counter**. Appare una finestra di dialogo di conferma.
 - b Selezionare **Yes**. La finestra di dialogo di conferma si chiude.
- 7 Selezionare **Apply**.

Contatori EMF per campionatori automatici

Dal GC è possibile accedere ai contatori del campionatore automatico. La funzionalità dei contatori ALS varia a seconda del modello e della versione del firmware dell'ALS. In ogni caso, il GC mostra lo stato del contatore EMF e consente di attivare, disattivare e reimpostare i contatori utilizzando l'interfaccia del browser.

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 incrementeranno man mano che si utilizza l'iniettore sul GC serie 8860. 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 8860.

Contatori per ALS con firmware di versioni precedenti

Se si utilizza un iniettore 7693 o 7650 con versione del firmware precedente, oppure un altro modello di iniettore, il GC registra i contatori di quell'iniettore. Il GC utilizza il numero di serie dell'iniettore per distinguerlo dagli altri; ne gestisce tuttavia un massimo di due, uno per l'iniettore anteriore e uno per quello posteriore.

- Il GC registrerà i contatori dell'iniettore indipendentemente dalla posizione in cui sono installati (anteriore o posteriore). Dal momento che il GC registra il numero di serie dell'iniettore, è possibile modificarne la posizione senza perdere i contatori finché l'iniettore rimane installato sul GC.
- Ogni qual volta il GC rileva un iniettore nuovo (modello o numero di serie differente), il GC azzererà i contatori dell'ALS nella posizione del nuovo iniettore.

Contatori EMF per gli strumenti MS

Nei sistemi GC-MS, GC-HS e GC-MS-HS, tutti i contatori EMF sono disponibili nell'interfaccia del browser. Inoltre, la maggior parte dei contatori può essere reimpostata nell'interfaccia del browser. Alcuni tipi di contatore, ad esempio quelli che richiedono una calibrazione su un campionatore per spazio di testa, non possono essere reimpostati nell'interfaccia del browser, tuttavia possono essere visualizzati.

Registri

Vista registri	110
Log di manutenzione	110
Log di analisi	110
Log di sistema	110

In questa sezione sono descritte le funzioni disponibili nel GC 8860 Agilent.

Vista registri

La vista registri fornisce un elenco di eventi del GC inclusi eventi di manutenzione, eventi di elaborazione ed eventi di sistema ordinati per data/ora.

Selezionando uno dei tasti nella vista registri si arriva alla pagina di registro corrispondente.

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.

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

Log di manutenzione

Il log di manutenzione contiene voci create dal sistema quando:

- Si verifica un evento del sistema (ad esempio, un arresto del rilevatore)
- Qualsiasi contatore componenti raggiunge un limite monitorato

La voce di log contiene una descrizione dell'evento di manutenzione e la data/ora in cui l'evento si è verificato. Inoltre, nel log viene registrata ogni attività dell'utente relativa al contatore, tra cui il ripristino, l'attivazione o la disattivazione del controllo e la modifica dei limiti o delle unità (cicli o durata).

Log di analisi

Il log dell'analisi viene azzerato all'inizio di ogni analisi. Durante l'analisi, tutti gli scostamenti dal metodo pianificato (compresi gli interventi da touchscreen o dall'interfaccia del browser) vengono elencati nella tabella del log dell'analisi.

Log di sistema

Il log di sistema registra eventi significativi che si verificano durante il funzionamento del GC. Alcuni eventi vengono visualizzati anche nel log dell'analisi, se si verificano durante un'analisi.

- Informazioni sulle impostazioni 112
- Modo assistenza 113
- About 114
- Calibrazione 115
 - Calibrazione EPC—iniettore, rivelatori, PCM, e AUX 116
 - Azzeramento di un sensore specifico di portata o pressione 117
- Impostazioni di sistema 118
 - Configurazione dell'indirizzo IP per il GC 119
 - Modificare il sistema locale 119

 - Accesso ai dati di analisi memorizzati 119
 - Controllo dell'accesso all'interfaccia del browser 120
- Strumenti 122
 - Eseguire un'analisi di compensazione della colonna 123

Informazioni sulle impostazioni

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

Selezionando **Impostazioni** sulla barra di controllo del touchscreen si arriva alla schermata delle impostazioni.

- Selezionare **Scheduler** per accedere alle impostazioni di pianificazione del GC. Vedere **“Risparmio delle risorse”**.
- Selezionare **Service Mode** per accedere alle impostazioni del modo assistenza del GC. Vedere **“Modo assistenza”**.
- Selezionare **About** per ottenere informazioni su questo GC. Vedere **“About”**.
- Selezionare **Calibration** per accedere alle funzioni di calibrazione. Vedere **“Calibrazione”**.
- Selezionare **System Settings** per accedere alle impostazioni di sistema del GC, incluse impostazioni di indirizzo di rete, data e ora del sistema, impostazioni del touchscreen, informazioni su impostazioni del sistema ecc. Vedere **“Impostazioni di sistema”**.
- Selezionare **Tools** per accedere alla pagina degli Strumenti. Vedere **“Strumenti”**.

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.

Per visualizzare le specifiche per i vari componenti dello strumento:

- 1 Selezionare il tipo di componente desiderato. Si apre la pagina del modo assistenza per il componente selezionato.
- 2 Utilizzare i testi di selezione della pagina a sinistra della pagina per visualizzare le informazioni operative.

About

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.

Selezionare **Close** nella pagina About per tornare alla visualizzazione delle impostazioni.

Calibrazione

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

- ALS
- Iniettori
- Forno
- Rivelatori
- Moduli EPC

Per modificare le impostazioni di calibrazione:

- 1 Utilizzare i testi di selezione della pagina a sinistra della pagina per visualizzare le informazioni operative.
- 2 Apportare modifiche alle impostazioni di calibrazione come desiderato. Per ulteriori informazioni, vedere **"Calibrazione EPC—iniettore, rivelatori, PCM, e AUX", "Azzeramento di un sensore specifico di portata o pressione"**.
- 3 Selezionare **Apply**. 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

Tutti i moduli iniettore utilizzano sensori di flusso, come il canale 1 di un PCM. 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 portata o pressione”**.

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 15 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)	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 portata o pressione

- 1 Selezionare **Settings > Calibration > Detectors** e selezionare il rivelatore desiderato.
- 2 Selezionare **On** accanto al sensore desiderato per azzerarlo.
- 3 Per **Sensori di flusso**. Controllare che il gas sia collegato e stia scorrendo (attivato).
- 4 Per **Sensori di pressione**. Scollegare la linea di alimentazione del gas sul retro del GC. Non è corretto disattivarla, perché la valvola potrebbe perdere.
- 5 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 touchscreen, spazio su disco e impostazione dati, impostazioni locali, informazioni di impostazione sistema e impostazioni dei parametri di stato.

Utilizzare i tasti di selezione della pagina a sinistra della pagina per visualizzare le informazioni operative.

Selezionare **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 acquisirlo dal server DHCP oppure può essere inserito direttamente dal touchscreen. In ciascun caso, contattare l'amministratore LAN per le impostazioni appropriate.

Utilizzo di un server DHCP

- 1 Dalla pagina System Settings, selezionare il tasto di selezione **Network**. Compare la pagina configurazione della rete.
- 2 Selezionare **Enable DHCP**.
- 3 Selezionare **Apply**.
- 4 Quando richiesto, riavviare il GC.

Impostazione dell'indirizzo LAN dal touchscreen

- 1 Selezionare la pagina System Settings.
- 2 Se **Enable DHCP** è selezionato:
 - a Deselezionare **Enable DHCP**.
 - b Quando richiesto, riavviare il GC
 - c Tornare alla pagina System Settings
- 3 Inserire **Host Name** o **IP Address** nel campo corrispondente
- 4 Inserire il numero del **Gateway** nel campo corrispondente.
- 5 Inserire la maschera di sottorete nel campo **Net Mask**.
- 6 Selezionare **Apply**.
- 7 Quando richiesto, riavviare il GC.

Modificare il sistema locale

- 1 Dalla pagina System Settings, selezionare il tasto di selezione **Locale**. Si apre la pagina Impostazione locale.
- 2 Scegliere la lingua desiderata sotto **Language** nella casella dell'elenco a discesa corrispondente.
- 3 Selezionare **Apply**. Il GC salva le modifiche apportate. Il sistema è stato modificato alle impostazioni locali. L'operazione richiede alcuni minuti.

NOTA

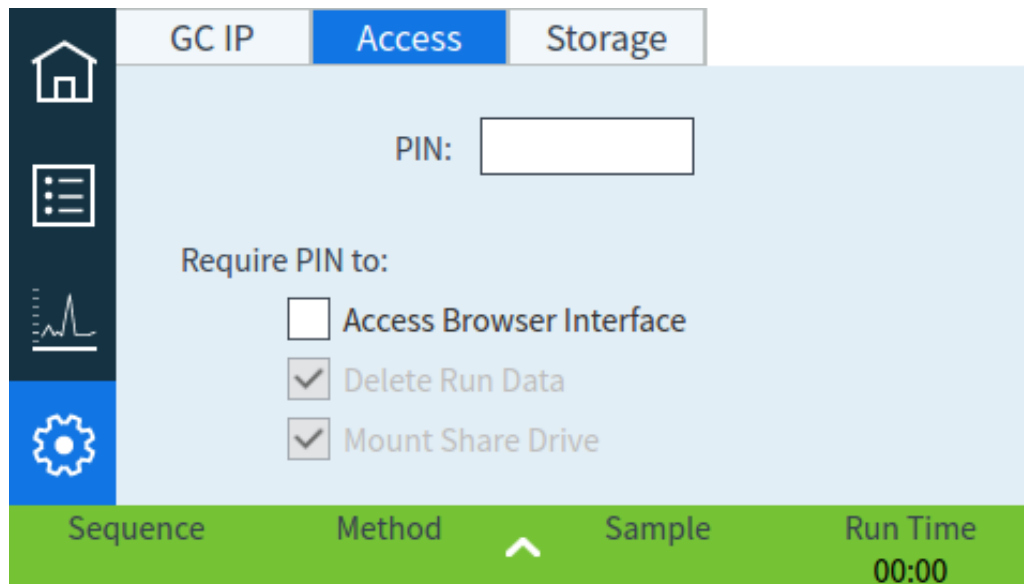
Il valore display dim deve essere inferiore al valore luminosità.

Il valore della luminosità display deve essere superiore a 0.

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 **Settings**, selezionare la scheda **Access**. Notare il PIN visualizzato.



- 2 Selezionare la scheda **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).

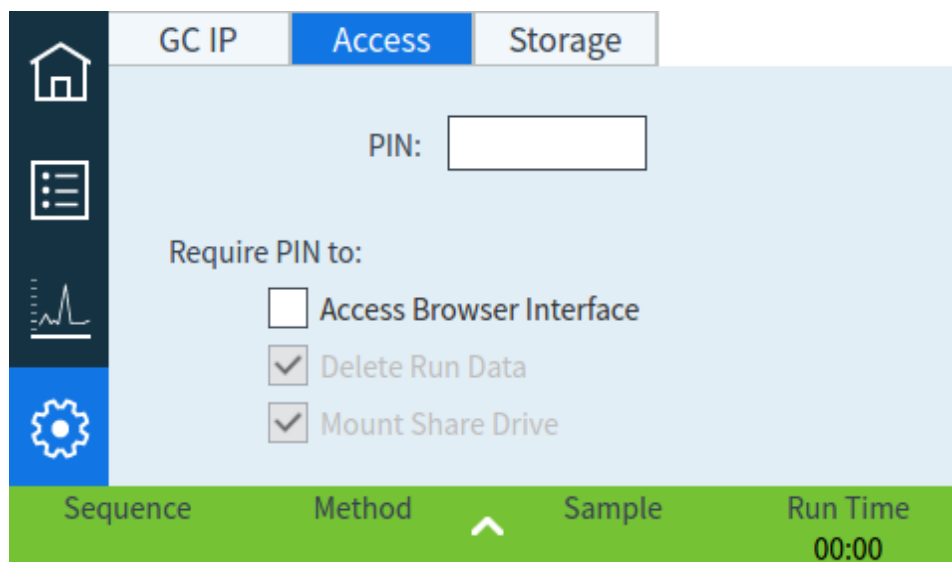
Controllo dell'accesso all'interfaccia del browser

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 **Settings**, selezionare la scheda **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 l'accesso all'interfaccia del browser.



Strumenti

La pagina strumenti consente di eseguire analisi di compensazione per le colonne installate sul GC.

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.

Eseguire 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 Tools visualizzata, selezionare la **Column Compensation** desiderata 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 Utilizzare il sistema dati collegato per modificare il metodo. 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.

- Informazioni sulla configurazione 126
- Modifiche di configurazione 127
- Configurazione della valvola 128
 - Per configurare le valvole 128
- Configurazione iniettore 129
- Colonne 130
 - Configurazione di una singola colonna 130
 - Configurazione di una colonna impaccata 131
 - Altre indicazioni sulla configurazione della colonna 132
- Forno 133
 - Configurazione del forno 133
- Configurazione rilevatore 134
- Impostazioni uscita analogica 135
- Configurazione MSD 136
 - Configurazione MSD 136
 - Attivazione o disattivazione delle comunicazioni MS 136
 - Utilizzo del GC quando l'MS è in arresto 137
- Impostazioni varie 138
- Readiness 139
- Comparto delle valvole 140
- PCM 141
- Aux EPC 142

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 funzionamento di un dispositivo. Il GC tenterà di impostare tutte le proprietà di configurazione necessarie per qualsiasi dispositivo che risulta installato. Ad esempio, se il GC rileva di essere collegato a un MSD, configurerà automaticamente la linea di trasferimento riscaldata di MSD. Le uniche impostazioni che è necessario configurare manualmente sono elementi che possono essere modificati a seconda dell'analisi, come colonne installate e tipo di gas di trasporto oppure un elemento che può essere installato in una collocazione non standard. Ad esempio, un modulo EPC ausiliario installato nella posizione di un modulo EPC iniettore potrebbe richiedere la configurazione manuale.

Verificare che tutti i dispositivi siano stati configurati correttamente prima di eseguire qualsiasi campione.

Modifiche di configurazione

Per modificare le proprietà di configurazione di un dispositivo:

Selezionare **Method**.


The screenshot shows the 'Method' configuration screen. The top navigation bar includes 'Method', 'Sequences', 'Diagnostics', 'Maintenance', 'Logs', 'Settings', and 'Help'. Below the navigation bar are icons for home, back, forward, and refresh. The main content area is divided into a left sidebar and a central table.

The left sidebar contains a tree view of configuration categories: Valves, Inlets, Columns, Oven, Detectors, Analog Out, Events, Signals, GC Performance, Configuration, and Miscellaneous. The 'Valves' category is expanded, showing 'Front Inlet - SS', 'Back Inlet - MMT', and 'Columns'.

The central table displays the configuration for the selected valve type. The table has four columns: Type, On, Load Time (min), and Inject Time (min). The data is as follows:

Type	On	Load Time (min)	Inject Time (min)
1 No Valve	Off	0.1	0.1
2 No Valve	Off	0.1	0.1
3 No Valve	Off	0.1	0.1
4 No Valve	Off	0.1	0.1
5 No Valve	Off	0.1	0.1
6 No Valve	Off	0.1	0.1
7 No Valve	Off	0.1	0.1
8 No Valve	Off	0.1	0.1
9 No Valve	Off	0.1	0.1
10 No Valve	Off	0.1	0.1

At the bottom of the screen, there is a green status bar with the text 'STATUS: NORMAL'. Below this bar, the 'Sequence' and 'Method' are listed, along with the 'Est. Remaining' time of 07:49.


- 1 Selezionare il tipo di dispositivo desiderato dall'elenco a sinistra dello schermo. Le proprietà per il tipo di dispositivo selezionato appaiono a destra dello schermo.
- 2 Scorrere le impostazioni del dispositivo per modificare la proprietà. Questo può implicare la una selezione da un elenco o l'inserimento di un valore numerico.
- 3 Una volta apportate tutte le modifiche, selezionare l'icona di salvataggio .

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). Questa funzione consente di ovviare alle differenze tra produttori di valvole.

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

Per configurare le valvole

- 1 Selezionare **Method > Valves**.
- 2 Usare l'elenco a discesa **Valve Type** per selezionare il tipo di valvola corrispondente. I tipi di valvole possibile sono:
 - **Gas Sampling** Valvola a due posizioni (caricamento e iniezione). Nella posizione di caricamento, un flusso di campione esterno scorre in un loop collegato (campionamento del gas) o interno (campionamento del liquido) e poi scarica. Nella posizione di iniezione, il loop di campionamento pieno viene inserito nel flusso del gas di trasporto. Quando la valvola passa dal caricamento all'iniezione, se non è già in corso, viene avviata un'analisi.
 - **Switching** Valvola a due posizioni con quattro, sei o più porte. Si tratta di valvole specifiche utilizzate per la selezione, l'isolamento della colonna e molte altre attività.
 - **Other** Altro.
 - **Not installed** Non installato.
- 3 Per inserire il volume di loop e il tempo di passo, selezionare **Method > Configuration > Miscellaneous** e impostare i valori come desiderato.
- 4 Una volta apportate tutte le modifiche, selezionare l'icona di salvataggio .

Configurazione iniettore

- 1 Selezionare **Method > Inlets** > iniettore desiderato. Le proprietà per il tipo di dispositivo selezionato appaiono a destra dello schermo.
- 2 Selezionare il tipo di gas desiderato dall'elenco a discesa **Carrier Gas Type**.
- 3 Selezionare Readiness dall'elenco di dispositivi a sinistra, quindi fare clic sulla casella di controllo accanto all'iniettore per abilitarne la disponibilità. Se Readiness è disabilitato, il GC diventa pronto anche se questo dispositivo non ha raggiunto, o non è in grado di raggiungere, i suoi valori di regolazione.
- 4 Regolare le impostazioni per il secondo iniettore, se necessario.
- 5 Una volta apportate tutte le modifiche, selezionare l'icona di salvataggio .

Colonne

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

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

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

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

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

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

Configurazione di una singola colonna

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

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

- Inserire i rapporti di splittaggio e lasciare che sia lo strumento a calcolare e impostare le velocità di flusso appropriate.
- Inserire la velocità di flusso o la velocità lineare media. Lo strumento calcola la pressione necessaria a raggiungere la velocità di flusso, la imposta e rivela i tre valori (solo Iniettore split/splitless)..
- Effettuare iniezioni splitless senza dover misurare i flussi di gas.
- Scegliere una qualsiasi modalità per la colonna. Eccellenza fatta per le configurazioni più semplici, come una colonna collegata ad un rivelatore e iniettore specifico, si consiglia di disegnare una bozza di come la colonna sarà collegata prima di iniziare.

Configurazione di una colonna capillare:


- 1 Selezionare **Method > Configuration > Columns**.
- 2 Fare doppio clic sulla colonna che si desidera configurare.
- 3 In Column Type, selezionare **Capillary**.

- 4 Nei campi appositi, inserire la lunghezza, il diametro e lo spessore della pellicola.

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

NOTA

Agilent consiglia sempre di definire le colonne capillari.

- 5 In Inlet connection, selezionare l'iniettore desiderato dal menu a discesa. È possibile scegliere tra gli iniettori GC installati e i canali PCM installati.
- 6 In Outlet connection, selezionare l'uscita desiderata dal menu a discesa.
 - Se si seleziona un rivelatore, l'uscita della colonna viene controllata a 0 psig per FID, TCD, FPD, NPD ed ECD o a vuoto per MSD.
 - Se la colonna scarica in un rivelatore o in un ambiente non comune (né pressione ambiente né vuoto completo), selezionare **Other** e inserire la pressione in uscita.
- 7 In Heated By, selezionare la zona termica desiderata dal menu a discesa.
- 8 Impostare la temperatura minima, la temperatura massima e la temperatura di programmazione massima (Min Temp, Max Temp e Max Program Temp) per la colonna.
- 9 Impostare i seguenti dati della colonna:
 - Produttore
 - Numero di serie
- 10 Fare clic su OK per confermare le modifiche.
- 11 Una volta apportate tutte le modifiche, selezionare l'icona di salvataggio .

Configurazione di una colonna impaccata

Configurazione di una colonna impaccata:

- 1 Selezionare **Method > Configuration > Columns**.
- 2 Fare doppio clic sulla colonna che si desidera configurare.
- 3 In Column Type, selezionare **Packed**.
- 4 Impostare la temperatura minima, la temperatura massima e la temperatura di programmazione massima (Min Temp, Max Temp e Max Program Temp) per la colonna.
- 5 Impostare i seguenti dati della colonna:
 - Produttore
 - Numero di serie
- 6 In Inlet connection, selezionare l'iniettore desiderato dal menu a discesa. È possibile scegliere tra gli iniettori GC installati e i canali PCM installati.
- 7 In Outlet connection, selezionare l'uscita desiderata dal menu a discesa.
 - Se si seleziona un rivelatore, l'uscita della colonna viene controllata a 0 psig per FID, TCD, FPD, NPD ed ECD o a vuoto per MSD.

- Se la colonna scarica in un rivelatore o in un ambiente non comune (né pressione ambiente né vuoto completo), selezionare **Other** e inserire la pressione in uscita.
- 8 In Heated By, selezionare la zona termica desiderata dal menu a discesa.
 - 9 Selezionare **Apply**. In questo modo, le modifiche al GC sono salvate.

Altre indicazioni sulla configurazione della colonna

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

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


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

Forno

Oven Standby Se abilitato, la temperatura del forno passa alla temperatura specificata dopo che il GC è stato inattivo per il tempo inserito. Un esempio di utilizzo è l'impostazione della temperatura su un valore relativamente alto per mantenere il sistema pulito tra le analisi (riducendo il carryover) quando il GC può restare inattivo per lunghi periodi.


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

Configurazione del forno

- 1 Selezionare **Method > Oven**.
- 2 Usare la finestra di configurazione del forno per impostare i valori di Maximum Oven Temperature, Equilibration Time e Oven Temperatures.
- 3 Una volta apportate tutte le modifiche, selezionare l'icona di salvataggio .

Configurazione rivelatore

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 Selezionare **Method > Detectors**, quindi selezionare il rivelatore che si desidera configurare.
- 2 Se disponibile selezionare il tipo di gas makeup collegato al rivelatore. A seconda del tipo di rivelatore e della scelta del gas di trasporto, il tipo di gas potrebbe essere già stato impostato.
- 3 Creare o inserire le impostazioni per il regolatore, secondo necessità:
 - **Offset di accensione.** FID e FPD+. Vedere **“Rivelatori”**.
 - **Readiness.** Abilitare se si utilizza questo rivelatore. Se disabilitato, il GC diventa pronto anche se questo dispositivo non ha raggiunto, o non è in grado di raggiungere, i suoi valori di regolazione.
 - **Offset di destinazione Solo NPD.** Inserire l'offset di destinazione predefinito. Il GC tenterà lentamente di raggiungere il valore di destinazione dopo la lettura dei flussi del rivelatore, quando la temperatura è stabile e il periodo del Dry Bead è scaduto.
- 4 Una volta apportate tutte le modifiche, selezionare l'icona di salvataggio .

Impostazioni uscita analogica

Quando si collega il GC a un integratore o registratore, il dispositivo deve essere abbastanza veloce per elaborare i dati che provengono dal GC. Se non riesce a stare al passo con il GC, i dati possono essere errati o 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 del segnale misurato.

Il GC ha 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.

NOTA

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

Per modificare le impostazioni di uscita analogica:

- 1 Selezionare **Method > Analog Out**, quindi selezionare **Analog Out 1** o **Analog Out 2**.
- 2 Per utilizzare picchi rapidi per i canali di uscita analogica, selezionare la casella di controllo **Fast Peaks** corrispondente.

Configurazione MSD

Configurazione MSD

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

GC/MSD 5977B

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 dell'MSD:

- 1 Dal touchscreen, selezionare la pagina delle impostazioni, quindi la scheda di configurazione dell'MSD. Vedere **Figura 14**.

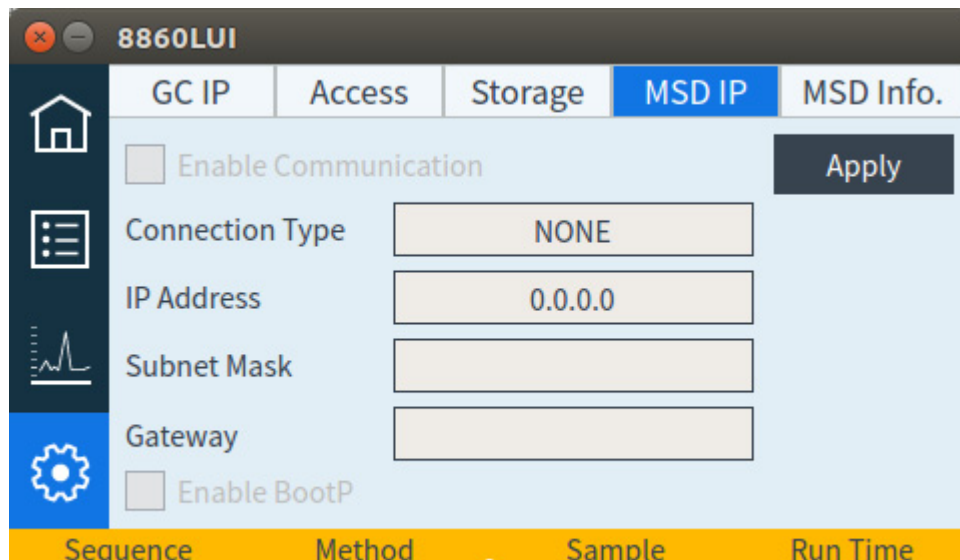


Figura 14. Pagina impostazioni del rivelatore MSD

- 2 Inserire i dettagli, e il controllo, del MSD.

Attivazione o disattivazione delle comunicazioni MS

Per disattivare temporaneamente la comunicazione GC-MS:

- 1 Dall'interfaccia del browser, selezionare **Method > Detectors**, quindi selezionare il MS. In alternativa, dal touchscreen, selezionare la pagina delle impostazioni, quindi la scheda **MSD IP**.
- 2 Scorrere fino a visualizzare la casella di controllo Enable Communication.
- 3 Selezionare o deselezionare la casella di controllo accanto a **Enable Communication** per abilitare o disabilitare la comunicazione con l'MS.

Utilizzo del GC quando l'MS è in arresto

Per utilizzare il GC mentre un MS è in manutenzione o riparazione, seguire la procedura qui descritta:


Ricordare di evitare le impostazioni che inviano il gas di trasporto all'MS o che innalzano la temperatura delle parti che possono causare ustioni lavorando con l'MS.

- 1 Disattivare la comunicazione MS. Vedere **“Attivazione o disattivazione delle comunicazioni MS”**.
- 2 Se necessario, disinstallare completamente l'MS dal GC.

Impostazioni varie

Sul GC è possibile selezionare l'unità di misura dei valori di pressione visualizzati dal GC.

Per modificare le unità di misura visualizzate:

- 1 Selezionare **Method > Configuration > Miscellaneous**.
- 2 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
- 3 Abilitare o disabilitare l'opzione Slow Fan per il forno.
- 4 Impostare il tipo Thermal Aux.
- 5 Impostare i valori Loop Volume, Step Time e BCD Inverted per qualsiasi valvola installata.
- 6 Una volta apportate tutte le modifiche, selezionare l'icona di salvataggio .

Readiness

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

In alcune circostanze, non importa che specifici componenti siano pronti per determinare lo stato di pronto del GC. Questo parametro consente di scegliere a seconda dei casi. È possibile ignorare lo stato di pronto dei seguenti componenti: iniettori, rivelatori, forno e PCM.

Supponiamo ad esempio che il riscaldatore di un iniettore sia difettoso ma che non si intenda utilizzarlo oggi. Deselezionando la casella di controllo **Enable** in **Readiness** per l'iniettore, sarà possibile usare il resto del GC. Dopo avere riparato il riscaldatore, rifelezionare la casella di controllo oppure l'analisi potrebbe iniziare prima che le condizioni dell'iniettore siano pronte.

Per ignorare lo stato di pronto di un componente, fare clic su **Method > Readiness**. Fare clic sulla casella di controllo accanto al componente desiderato per rimuovere il relativo segno di spunta.

Per riabilitare lo stato di pronto di un componente, fare clic su **Method > Readiness**. Fare clic sulla casella di controllo accanto al componente desiderato per ripristinare il relativo segno di spunta.


Comparto delle valvole

Il comparto delle valvole è montato sulla parte superiore del forno della colonna. Può contenere fino a tre valvole su blocchi riscaldati.

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

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

Configurazione di una valvola:

- 1 Selezionare **Method > Configuration > Miscellaneous**.
- 2 Per ogni valvola installata, selezionare il tipo di valvola, quindi impostare il volume loop, l'orario step e l'inversione BCD, se applicabile al tipo di valvola.
- 3 Una volta apportate tutte le modifiche, selezionare l'icona di salvataggio .

PCM

Configurazione di un PCM:

- 1 Selezionare **Settings > Configuration > PCMs**.
- 2 Selezionare la modalità Aux dei PCM:
 - Forward Pressure: La pressione viene rilevata a valle dalla valvola proporzionale di flusso.
 - Back pressure: La pressione viene rilevata a monte dalla valvola proporzionale di flusso.
- 3 Selezionare il tipo di gas (Gas Type) per il canale 1, il canale di controllo della pressione in avanti.
- 4 Selezionare il tipo di gas (Gas Type) per il canale ausiliario (canale 2).

Il canale 1 del PCM fornisce la pressione in avanti o il controllo di flusso in avanti. Può essere utilizzato per fornire il flusso o la pressione del colonna per sistemi con valvole, dispositivi di preparazione del campione o dispositivi di flusso avanzati come splitter o interruttori.

Il canale 2, o canale ausiliario, può fornire solamente la regolazione della pressione in avanti se è stato collegato normalmente, o regolazione della contropressione se collegato invertito. In questo caso (flusso inverso), il canale 2 può essere utilizzato come un controllo delle perdite. Se la pressione in entrata scende sotto il valore di regolazione, il limitatore può chiudersi per ripristinarlo. Se la pressione in entrata aumenta più del valore di regolazione, il limitatore può aprirsi per ripristinarlo.

Aux EPC

Tre canali per la regolazione della pressione in avanti sono forniti da un dispositivo ausiliario per il controllo della pressione. È possibile installare tre moduli per un totale di nove canali.

La numerazione dei canali varia a seconda del punto in cui è installato il dispositivo di controllo. All'interno di un singolo modulo, i canali sono numerati ed etichettati.

Configurazione di un Aux EPC:

- 1 Selezionare **Settings > Configuration > Aux EPCs**.
- 2 Per ogni canale, selezionare il tipo di gas (Gas Type).

Risparmio delle risorse 144

Metodi sleep 145

Metodi Wake e Condition 146

Impostazione del GC su risparmio delle risorse 147

Questa azione descrive le funzioni del GC per il risparmio delle risorse.

Risparmio delle risorse

Il GC 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** consente di impostare portate e temperature bassi. Il metodo **Wake** consente di impostare portate e temperature nuovi, in genere per ripristinare le condizioni operative. Il metodo **Condition** consente di impostare portate e temperature per un'analisi specifica, in genere valori sufficientemente alti a eliminare eventuali contaminazioni.

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.

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. 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.

Vedere la **Tabella 16** per consigli di carattere generale.

Tabella 16 Consigli sul metodo Sleep

Componente GC	Commento
Colonne	<ul style="list-style-type: none"> • Lasciare scorrere il gas di trasporto per proteggere le colonne.
Forno	<ul style="list-style-type: none"> • Ridurre la temperatura per risparmiare energia. • Spegnerlo per risparmiare più energia.
Iniettori	Per tutti gli iniettori: <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).
PPIP/PCI	<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). • Ridurre la temperatura.
Rivelatori	
FID	<ul style="list-style-type: none"> • Spegnerlo la fiamma. In questo modo di disattivano i flussi di idrogeno e di aria. • Ridurre le temperature. Mantenere almeno a 150 °C per ridurre la contaminazione. • Disattivare il flusso di makeup.
FPD+	<ul style="list-style-type: none"> • Spegnerlo la fiamma. In questo modo di disattivano i flussi di idrogeno e di aria. • Ridurre le temperature. <ul style="list-style-type: none"> • Lasciare il blocco emissioni a 125–175 °C. • Ridurre la linea di trasferimento a 150 °C. • 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.

Tabella 16 Consigli sul metodo Sleep (continua)

Componente GC	Commento
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 chiamato **Condition** e caricando poi il metodo **Wake**

NOTA

Il GC può anche memorizzare metodi di condizione, veglia e inattività che sono stati creati 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.

Il metodo Wake consente di impostare le temperature e le portate. Il programma di temperatura del forno è isotermico poiché il GC non avvia un'analisi. Quando il GC carica un metodo **Wake**, rimane con quelle impostazioni fino al caricamento di un altro metodo utilizzando il touchscreen, il 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 consente di impostare le portate 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 Selezionare **Settings > Scheduler**.
- 2 Se necessario, selezionare la scheda **Sleep/Wake**.
- 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.
- 4 Scegliere **Set Wake Method** per ogni giorno desiderato, come applicabile. Questo farà eseguire il metodo Wake quando il GC si attiva nei giorni selezionati.
- 5 Inserire un'ora di riattivazione in **Wake Time** per ogni giorno desiderato, in base all'orologio di 24 ore (ad esempio, con 9:00 AM si intende 09:00, mentre 9:00 PM corrisponde alle 21:00).
- 6 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.
- 7 Inserire un'ora di sospensione in **Sleep Time** per ogni giorno desiderato, nel formato 24 ore.
- 8 Se desiderato, modificare i metodi di sospensione, riattivazione e condizionamento. Selezionare **Edit Wake Method**, **Edit Conditioning Method** o **Edit Sleep Method** secondo necessità.
- 9 Selezionare **Scheduler Options**.
- 10 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 di condizionamento. Il metodo parte due volte.
- 11 Selezionare **Apply**. Le impostazioni sono salvate nel GC.

Programmazione oraria	150
Utilizzo degli eventi orari	150
Aggiunta di eventi alla tabella oraria	150
Eliminazione degli eventi orari	150

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 > Scheduler > Clock Table**.
- 2 Selezionare **Add**.
- 3 Scegliere i parametri per **Clock Type** e **Frequency** nei rispettivi menu a discesa.
- 4 Impostare l'ora in cui l'evento deve verificarsi.
- 5 Selezionare **Aggiungi** per aggiungere questa voce alla tabella oraria.
- 6 Selezionare **Apply**.
- 7 Ripetere questa procedura fino a quando tutte le voci sono aggiunte.

Eliminazione degli eventi orari

- 1 Selezionare **Settings > Scheduler > Clock Table**.
- 2 Toccare o fare clic su **Select**.
- 3 Toccare o fare clic sull'evento da eliminare, quindi selezionare **Delete**.

13 Programmazione

- 4 Selezionare **Done** per accettare la modifica.
- 5 Selezionare **Apply**.

Informazioni sul controllo di portata e pressione 154

Pressione operativa massima 155

Controller di pressione ausiliari 156

Restrittori 157

 Selezione di una fritta 158

Esempio: Utilizzo dei canali PCM 159

PID 160

Informazioni sul controllo di portata e pressione

Il GC utilizza quattro tipi di controller elettronici per la portata o la pressione: i moduli iniettore, i moduli rivelatore, i moduli di controllo pressione (PCM) e controller di pressione ausiliari (Aux EPC).

Tutti questi moduli sono montati negli slot posti in alto sulla parte posteriore del GC. Gli slot sono identificati tramite numeri, come mostrato qui.

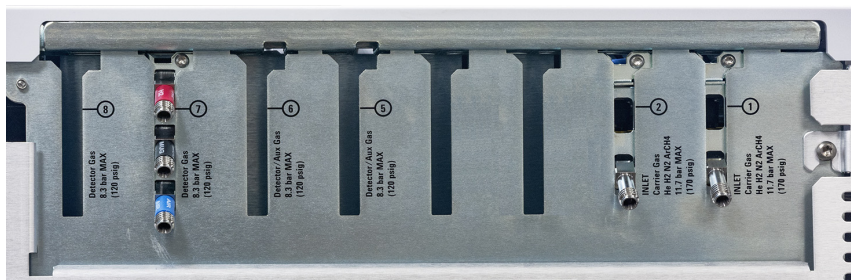


Figura 15. Slot moduli EPC

Tabella 17 Moduli EPC

Numero	Utilizzo
1	Modulo iniettore
2	Modulo iniettore
3	vuoto
4	vuoto
5	Aux EPC
6	Modulo rivelatore/AuxEPC
7	Modulo rivelatore
8	Modulo rivelatore

Pressione operativa massima

Per evitare usura eccessiva e perdite, si consiglia una pressione continua massima di 170 psi.

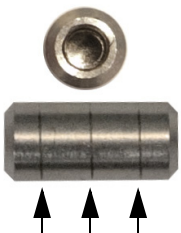



Controller di pressione ausiliari

Il controller di pressione ausiliario (Aux EPC) è anche un dispositivo per usi generici. Presenta tre canali indipendenti regolati con pressione in avanti. I canali sono contrassegnati con numeri da 1 a 3.

Restrittori

I canali Aux EPC e aux PCM usano restrittori di tipo fritta per controllare la portata in modo accurato. Per funzionare correttamente, è necessaria una resistenza alla portata adeguata a valle del sensore di pressione. Ogni canale fornisce un restrittore di tipo fritta. Sono disponibili quattro fritte.

Tabella 18 Fritte di canale ausiliari

Contrassegno fritta	Resistenza alla portata	Caratteristica della portata	Spesso usata con
Tre anelli Blu	Alto	$3,33 \pm 0,3$ SCCM a 15 PSIG	Idrogeno NPD
			
Due anelli Rosso	Medio	$30 \pm 1,5$ SCCM H ₂ a 15 PSIG	Idrogeno FID
			
Un anello Marrone	Basso	400 ± 30 SCCM AIR a 40 PSIG	FID Air, FPD+ Air, QuickSwap, Splitter, Deans Switch
			
Nessuno (tubo in ottone)	Zero	Nessuna restrizione	Pressurizzazione fiala spazio di testa
			

La fritta a un anello (bassa resistenza, portata elevata) è installata in tutti i canali nell'AUX EPC quando lo strumento (o accessorio) viene spedito. Nel canale PCM Aux, non sono presenti fritte.

Quando si installa o sostituisce una fritta, usare sempre un nuovo O-ring (5180-4181, 12/pk).

Selezione di una frittta

Le fritte cambiano l'intervallo di controllo dei canali. L'obiettivo è trovare una frittta che offra l'intervallo richiesto di portate a pressioni di origine ragionevoli.

- Per un canale ausiliario ordinato come opzione (parte dell'ordine GC), usare la frittta fornita dalla fabbrica.
- Per un canale ausiliario ordinato come accessorio (separato dall'ordine del GC), vedere le informazioni e le istruzioni fornite con l'accessorio.
- Per gli strumenti non Agilent, è necessario fare delle prove per individuare l'adattamento appropriato.

Quando si sostituisce una frittta, cambiano anche le caratteristiche fisiche di un canale. Potrebbe risultare utile (o necessario) modificare le costanti PID di tale canale. Vedere **"PID"**.

Esempio: Utilizzo dei canali PCM

I due canali in PCM sono differenti. Il canale 1 è usato per *fornire* pressione. Il canale 2 può essere usato allo stesso modo, ma può essere usato anche per *mantenere* una pressione invertendo i collegamenti in entrata e in uscita.

Canale 1: Pressione in avanti

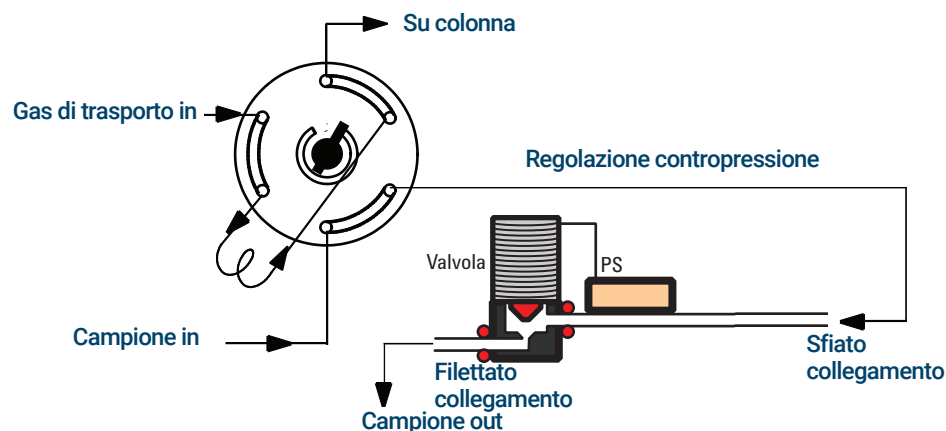
Identico al canale del gas di trasporto per l'iniettore della colonna impaccata.

Canale 2: Canale bidirezionale

Se il gas viene fornito in corrispondenza del collegamento filettato e portato dalla tubazione, funzionerà come regolatore di pressione in avanti. Tuttavia, i collegamenti possono essere invertiti, con l'uso di alcuni raccordi, in modo da mantenere il gas erogato a una pressione fissa. In questa modalità, il canale agisce da controllo delle perdite.

Questa modalità può essere usata per mantenere fissa la pressione del gas in una valvola di campionamento del gas, anche se l'erogazione varia. Ne consegue una migliore riproducibilità in termini di quantità di campioni.

Nella figura sono mostrati i collegamenti con la valvola in posizione di caricamento.



PID

Il funzionamento di un modulo di controllo della pressione è regolato da un insieme di tre costanti, denominate **P** (proporzionale), **I** (integrale) e **D** (differenziale).

Determinati gas o applicazioni speciali (quali la pressurizzazione delle fiale dello spazio di testa, lo splitter di portata e le applicazioni di inversione di portata) richiedono PID diversi rispetto a quelli forniti in fabbrica.

Per aggiornare o modificare i valori PID pneumatici di un'applicazione, usare il programma di servizio descritto nel DVD *GC and GC/MS User Manuals & Tools* fornito con il GC.

Nella tabella sono riepilogati i valori PID richiesti per le applicazioni selezionate. Se si aggiorna un modulo AUX EPC, sarà necessario modificare la frittta del canale utilizzato. Vedere anche **"Restrittori"**.

Tabella 19 PID e frittta

Applicazione	Modulo	AUX frittta	Selezionare i valori PID disponibili
Pressurizzazione fiala spazio di testa	AUX EPC	Nessun colore o anello	AUX_EPC_Headspace
Loop di campionamento spazio di testa	PCM nel controllo della contropressione		PCM_Headspace

- Panoramica iniettori 162
- Informazioni sull'iniettore split/splitless 163
 - Selezione del liner iniettore S/SL corretto 163
- Informazioni sull'iniettore per colonna impaccata 165
- Informazioni sull'iniettore per colonna impaccata 166
- Informazioni sull'iniettore cool on-column 167
 - Configurare le modalità dell'iniettore COC 167
 - Colonne capillari 167

Panoramica iniettori

Tabella 20 Confronto degli iniettori

Iniettore	Colonna	Modalità	Campione concentrazione	Commenti	Campione su colonna
Split/splitless	Capillare	Split Split a impulsi*	Alto Alto		Molto piccolo Molto piccolo
		Splitless Splitless a impulsi*	Basso Basso		Tutti Tutti
Scarico colonna impaccata	Impaccata	n/d	Qualsiasi	OK se la risoluzione non è critica	Tutti
	Capillare grande	n/d	Qualsiasi		Tutti
Colonna impaccata	Impaccata	n/d	Qualsiasi		Tutti
Cool on-column	Capillare	n/d	Basso o labile	Discriminazione minima e decomposizione	Tutti

* Le modalità split a impulsi e splitless a impulsi non sono disponibili per gli iniettori split/splitless su GC dotati di EPR (Electronic Pneumatics Regulation, regolazione pneumatica elettronica).

Informazioni sull'iniettore split/splitless

Questo iniettore è utilizzato per analiti split, splitless, splitless a impulsi o split a impulsi. Nell'elenco dei parametri dell'iniettore, è possibile scegliere la modalità operativa. La *modalità split* è in genere utilizzata per l'analisi dei principali componenti, mentre la *modalità splitless* è usata per le analisi delle tracce. Le modalità *splitless a impulsi* e *split a impulsi* sono utilizzate per lo stesso tipo di analisi delle modalità split o splitless, ma consentono di iniettare campioni più grandi. La *modalità di sospensione* è usata per creare metodi di sospensione oppure se è necessario far fluire tutto il gas nella colonna.

NOTA

Le modalità split a impulsi e splitless a impulsi non sono supportate su GC dotati di EPR (Electronic Pneumatics Regulation, regolazione pneumatica elettronica).



Questo iniettore è disponibile su GC dotati di EPC (Electronic Pneumatics Control, controllo pneumatico elettronico) e EPR (Electronic Pneumatics Regulation, regolazione pneumatica elettronica).

Selezione del liner iniettore S/SL corretto

Liner split

Un liner appropriato per le operazioni in modalità split fornirà un numero minimo di restrizione al percorso di portata split tra la base del liner e la tenuta dorata dell'iniettore e tra la parte esterna del liner e la parte interna del corpo della porta dell'iniezione. Il liner split Agilent ottimale, numero parte 5183-4647, integra un elemento di posizionamento del vetro sulla base per facilitarlo. Includerà anche della lana di vetro all'interno del liner che fornisce una vaporizzazione completa del campione attraverso l'intervallo del punto di bollitura del campione. Selezionare un liner appropriato da **Tabella 21**.

Tabella 21 Liner in modalità split

Liner	Descrizione	Volume	Modalità	Disattivato	Codice
	Calo di pressione basso - Posizionamento dell'elemento attivo	870 µL	Split - Iniezione rapida	Sì	5183-4647
	4mm ID, Lana di vetro	990 µL	Split - Iniezione rapida	No	19251-60540
	Erogazione a bassa pressione, lana di vetro	870 µL	Split	Sì	5190-2295

Liner splitless

NOTA

Le modalità split a impulsi e splitless a impulsi non sono supportate su GC dotati di EPR (Electronic Pneumatics Regulation, regolazione pneumatica elettronica).

Il volume del liner deve contenere il vapore del solvente. Il liner deve essere disattivato per ridurre al minimo i guasti al campione per la durata dello splitless. Il volume del vapore del solvente può essere ridotto utilizzando la modalità splitless a impulsi. Usare il calcolatore del volume del vapore per determinare i requisiti del volume del vapore.

Volume vapore < 300 µL Usare un liner da 2 mm (250 µL di volume), 5181-8818 o simile.











Volume vapore 225-300 µL Valutare la modalità splitless a impulsi per ridurre il volume del vapore.

Volume vapore > 300 µL Usare un liner da 4 mm, 5062-3587 o simile.

Volume vapore > 800 µL Valutare la modalità splitless a impulsi per ridurre il volume del vapore.

Per campioni termicamente labili o reattivi, utilizzare i liner G1544-80700 (top aperto) o G1544-80730 (cono superiore).

Tabella 22 Liner in modalità splitless

Liner	Descrizione	Volume	Modalità	Disattivato	Codice
	Lana di vetro per cono singolo	900 uL	Splitless	Sì	5062-3587
	Cono singolo	900 uL	Splitless	Sì	5181-3316
	Cono doppio	800 uL	Splitless	Sì	5181-3315
	Quartz 2 mm	250 uL	Splitless	No	18740-80220
	Quartz 2 mm	250 uL	Splitless	Sì	5181-8818
	1,5 mm	140 uL	Iniezione diretta, sfiato e trappola Spazio di testa	No	18740-80200
	Lana di vetro per cono singolo	900 uL	Splitless	Sì	5062-3587
	Cono singolo	900 uL	Splitless	Sì	5181-3316
	Cono singolo 4 mm	Connessione diretta alla colonna		Sì	G1544-80730
	Cono doppio 4 mm	Connessione diretta alla colonna		Sì	G1544-80700

Informazioni sull'iniettore per colonna impaccata

Questo iniettore è utilizzato con colonne impaccate quando non sono richieste separazioni ad alta efficienza. Può essere usato anche con colonne capillari di grande diametro, se le portate maggiori di 10 mL/min sono accettabili.

L'iniettore è controllato da portata se si utilizza una colonna non definita (colonne impaccate), controllato da portata o pressione se si utilizzano le colonne capillari.

Informazioni sull'iniettore per colonna impaccata

Questo iniettore è utilizzato con colonne impaccate quando non sono richieste separazioni ad alta efficienza.

L'iniettore è controllato da portata, indipendentemente dal fatto che la colonna sia o non sia definita.

Questo iniettore è disponibile solo in GC dotati di EPR (Electronic Pneumatics Regulation, regolazione pneumatica elettronica).

Informazioni sull'iniettore cool on-column

Questo iniettore inserisce un campione di liquido direttamente su una colonna capillare. Per procedere in questo modo, sia l'iniettore che il forno devono essere freddi al momento dell'iniezione, in corrispondenza o al di sotto del punto di ebollizione del solvente.

Dal momento che il campione non evapora subito nell'iniettore, i problemi in termini di discriminazione del campione e di alterazione del campione sono ridotti al minimo. Se effettuata correttamente, l'iniezione cool-on column fornisce anche risultati precisi e dettagliati.

L'iniettore può essere azionato in modalità Oven Track, in cui la temperatura dell'iniettore segue il forno della colonna, oppure è possibile programmare fino a tre rampe di temperatura.

Configurare le modalità dell'iniettore COC

L'hardware dell'iniettore COC deve essere configurato per uno dei tre utilizzi, a seconda del tipo di iniezione e delle dimensioni della colonna.

- On-column automatizzato da 0,25 mm o 0,32 mm.
- Colonna capillare oppure on-column automatica da 0,53 mm
- Manuale 0,2 mm

Colonne capillari

Dal momento che il campione è iniettato direttamente sulla colonna, si consiglia di utilizzare una colonna capillare (o una colonna di guardia) per proteggere la colonna. La colonna capillare è una colonna disattivata collegata tra l'iniettore e la colonna analitica. Se si sceglie di usarne una, si consiglia di installare almeno 1 m di colonna capillare per 1 mL di campione iniettato. Le informazioni sull'ordine di colonne capillari sono reperibili nel catalogo Agilent per i materiali di consumo e le forniture.

Hydrogen Sensor	170
Registri strumenti	170
Calibrazione	170
Informazioni sullo stato	170
Funzionamento con sistema dati Agilent	170

Hydrogen Sensor

Il modulo opzionale Hydrogen Sensor controlla l'idrogeno libero non bruciato nel forno della colonna del GC. Durante il normale funzionamento con l'idrogeno come gas di trasporto, le perdite dagli iniettori o i rilevatori potrebbero causare l'ingresso di gas idrogeno direttamente nel forno. Le miscele idrogeno-aria sono potenzialmente esplosive in concentrazioni con il 4-74,2% di idrogeno per volume. Il sensore monitora il livello di idrogeno libero nel forno e azionerà un arresto di tutti i flussi di gas idrogeno se il livello dell'idrogeno nel forno risulta > 1%.

In caso di arresto di sicurezza per l'idrogeno, il GC registra l'evento nell'apposito registro Evento.

Per maggiori informazioni sugli eventi di arresto del GC e su come rimuoverli, consultare il manuale *Risoluzione dei problemi*.

Il GC può soltanto arrestare i flussi di gas idrogeno configurati correttamente. Configurare sempre i tipi di gas usati per iniettori, rilevatori e così via.

Registri strumenti

Il GC registrerà i seguenti eventi del sensore idrogeno nei propri registri eventi:

- Arresti di sicurezza dell'idrogeno avviati dal sensore idrogeno
- Calibrazioni
- Test del sensore di idrogeno

Calibrazione

Il sensore idrogeno richiede una calibrazione periodica per consentire prestazioni ottimali. Se il sensore non è calibrato in base a una pianificazione oppure se una calibrazione ha esito negativo, per qualsiasi motivo (ad esempio, l'assenza di gas di calibrazione), il sensore continuerà a usare i dati di calibrazione esistenti.

Informazioni sullo stato

Se la calibrazione ha esito negativo, verrà mostrata una notifica nella scheda della diagnostica.

Funzionamento con sistema dati Agilent

L'utilizzo del sensore idrogeno con un sistema dati Agilent fornisce ulteriori funzioni. Utilizzare il sistema dati per:

- Stampare report di calibrazione. Il report include un tracciato di tutti i dati di calibrazione archiviati nel GC.
- Accedere al controllo di pianificazione della calibrazione automatizzata (on/off).
- Memorizzare il numero di lotto e le informazioni sulla data di scadenza per la bombola del gas di calibrazione.

- Visualizzare le informazioni sullo stato del sensore idrogeno nell'interfaccia utente dello stato del GC. Lo stato mostra il livello corrente di idrogeno in percentuale e tutti i messaggi correlati al sensore di idrogeno.
- Se opportuno, pianificare il livello di idrogeno misurato come segnale diagnostico.
- Visualizzare e stampare tutte le voci registrate per le calibrazioni, le informazioni sulla bombola e gli arresti.

Test cromatografico	174
Preparazione del test cromatografico	175
Verifica delle prestazioni del FID	177
Per verificare le prestazioni del FID con iniettore colonna impaccata (PCI)	177
Per verificare le prestazioni del FIS con iniettore per colonna impaccata, split splitless oppure on column a freddo	179
Verifica delle prestazioni del TCD	183
Per verificare le prestazioni del TCD con iniettore colonna impaccata (PCI)	183
Per verificare le prestazioni del TCD con iniettore per colonna impaccata, split splitless oppure on column a freddo	185
Verifica delle prestazioni del NPD	189
Verifica delle prestazioni dell'ECD	192
Per verificare la prestazione del FPD+ (campione 5188-5953)	195
Preparazione	195
Prestazioni del fosforo	195
Prestazioni dello zolfo	198
Per verificare le prestazioni del FPD+ (campione 5188-5245, Giappone)	200
Preparazione	200
Prestazioni del fosforo	200
Prestazioni dello zolfo	203

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.

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, ugelli, adattatori, 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 23 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	5190-2295
Iniettore colonna impaccata	
Siringa, 10µL	5181-1267
Guarnizione O-ring	5080-8898
Setto	5183-4757
Iniettore colonna impaccata	
Siringa, 10µL	5181-1267
Guarnizione O-ring	5080-8898
Setto	5183-4757

Tabella 23 Parti consigliate per il test in base al tipo di iniettore

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

Tabella 24 Standard di controllo

Standard	Codice	N. di ampolle
Checkout FID	5188-5372	3
Checkout TCD	18710-60170	3
Checkout ECD	18713-60040	3
Checkout NPD	18789-60060	3
Checkout FPD+ (paration metile)	5188-5953	3
Checkout spazio di testa OQ/PV	5182-9733	1

Verifica delle prestazioni del FID

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

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

- 1 Predisporre i seguenti elementi:
 - Colonna di valutazione, 10% OV-101, 5 ft, DE 1/8, DI 2 mm (G3591-81093)
 - FID campione MDL (5188-5372)
 - Isottano di grado cromatografico
 - Bottiglie di solvente e di scarico da 4 mL o equivalente per iniezione automatica
 - Fiale campione da 2 mL o equivalente per campione
 - Attrezzatura per ingresso e iniettore (vedere **“Preparazione del test cromatografico”**).
- 2 Verificare quanto segue:
 - L'ugello della colonna impaccata è ancora installato. Diversamente, selezionare e installare un ugello della colonna impaccata.
 - Adattatore per colonna impaccata installato. Se così non fosse, installarlo.
 - I gas di grado cromatografico introdotti e configurati: elio per gas di trasporto, azoto, idrogeno e aria.
 - Le fiale vuote di scarico sono caricate nella torretta del campione.
 - La fiala di solvente da 4 mL con tappo per diffusione è riempita di isottano e inserita in posizione Solvente A dell'iniettore.
- 3 Se necessario per il test, sostituire le parti consumabili (liner, setto, trappole, ecc.). Vedere **“Preparazione del test cromatografico”**.
- 4 Installare la colonna di valutazione (Vedere procedura per PCI nel manuale Maintenance manual.)
 - Degassare la colonna di valutazione per almeno 30 min a 180 °C (vedere la procedura per PCI nel manuale Maintenance manual.)
 - Controllare che la colonna sia stata configurata.
- 5 Controllare l'uscita della linea di base del FID. L'uscita deve essere tra 5 pA e 20 pA e deve essere relativamente stabile (Se si utilizza un generatore di gas o un gas purissimo, il segnale può stabilizzarsi sotto 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 25**.

Tabella 25 Condizioni per test del FID - iniettore colonna impaccata

Colonna e campione	
Tipo	OV-101, 5 ft, DE 1/8, DI 2 mm (G3591-81093)
Campione	FID campione MDL (5188-5732)
Flusso colonna	20 mL/min
Modalità colonna	Modalità flusso
Iniettore colonna impaccata	
Temperatura	250 °C
Rivelatore	
Temperatura	300 °C
Flusso H ₂	30 mL/min
Flusso d'aria	400 mL/min
Flusso makeup (N ₂)	OFF
Mode	Flusso makeup costante OFF
Fiamma	On
Offset di accensione	2pA (tipico)
Forno	
Temperatura costante	180 °C
Time	15 min
Impostazioni ALS (se installato)	
Lavaggi campione	2
Pompe campione	6
Volume lavaggio campione	8 µL
Volume di iniezione	1 µL
Dimensioni siringa	10 µL
Pre-lavaggi solvente A	2
Post-lavaggi solvente A	2
Volume lavaggio solvente A	8 µL
Modalità iniezione (7693A)	Normale
Volume intercapedine d'aria (7693A)	0,20
Ritardo viscosità	0
Velocità di dispensazione dell'iniezione (7693A)	6000
Pausa pre-iniezione	0
Pausa post-iniezione	0

Tabella 25 Condizioni per test del FID (continua)- iniettore colonna impaccata

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 l'interfaccia del browser.
- 9** Avviare l'analisi.
- Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o premere  sull'interfaccia del browser.
- Se l'iniezione è manuale (con o senza un sistema dati):
- Premere  per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.
 - Quando il GC è pronto, iniettare 1 µL di campione di prova e premere  sull'interfaccia del browser.
 - Il cromatogramma qui sotto illustra i risultati tipici ottenuti con un rivelatore nuovo, con consumabili nuovi e azoto come gas di makeup.

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

- Predisporre i seguenti elementi:
 - Colonna di valutazione, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
 - Campione (prova) di valutazione delle prestazioni del FID (5188-5372)
 - Isottano di grado cromatografico
 - Bottiglie di solvente e di scarico da 4 mL o equivalente per iniezione automatica
 - Fiale campione da 2 mL o equivalente per campione
 - Attrezzatura per ingresso e iniettore (vedere "**Preparazione del test cromatografico**").
- Verificare quanto segue:
 - L'ugello della colonna capillare è ancora installato. Se così non fosse, selezionare e installare un ugello della colonna capillare.
 - Adattatore per colonna capillare. Se così non fosse, installarlo.
 - I gas di grado cromatografico introdotti e configurati: elio per gas di trasporto, azoto, idrogeno e aria.
 - Le fiale vuote di scarico sono caricate nella torretta del campione.
 - La fiala 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.”**
- 4 Installare la colonna di valutazione
 - Degassare la colonna di valutazione per almeno 30 min a 180 °C
 - Controllare che la colonna sia stata configurata.
- 5 Controllare l'uscita della linea di base del FID. L'uscita deve essere tra 5 pA e 20 pA e deve essere relativamente stabile (Se si utilizza un generatore di gas o un gas purissimo, il segnale può stabilizzarsi sotto 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 26**.

Tabella 26 Condizioni per test del FID

Colonna e campione	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
Campione	Test FID 5188-5372
Flusso colonna	6,5 mL/min
Modalità colonna	Flusso costante per GC con EPC. Modalità pressione costante (30 psi) per GC con EPR.
Iniettore split/splitless	
Temperatura	250 °C
Mode	Splitless
Flusso di spurgo	40 mL/min
Tempo spurgo	0,5 min
Risparmio gas	Off
Iniettore colonna impaccata	
Temperatura	250 °C
Iniettore COC (Cool on-column)	
Temperatura	Oven Track
Spurgo setto	15 mL/min


Tabella 26 Condizioni per test del FID

Rivelatore	
Temperatura	300 °C
Flusso H ₂	30 mL/min
Flusso d'aria	400 mL/min
Flusso makeup (N ₂)	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 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


- 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 l'interfaccia del browser del GC.

- 9** Avviare l'analisi.

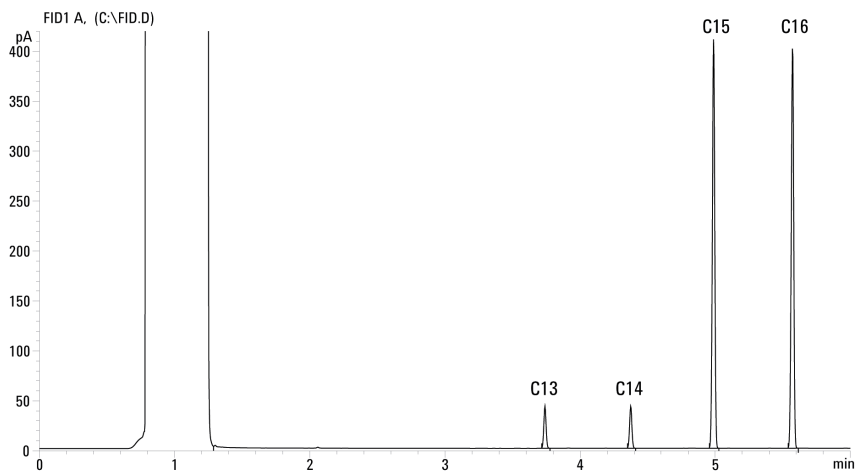
Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o premere .

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

a Selezionare  per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.

b Quando il GC è pronto, iniettare 1 μ L di campione di prova e selezionare  sul GC.

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



Verifica delle prestazioni del TCD

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

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

- 1 Predisporre i seguenti elementi:
 - Colonna di valutazione, 10% OV-101, 5 ft, DE 1/8, DI 2 mm (G3591-81093)
 - Campione (prova) di valutazione delle prestazioni del FID/TCD (18710-60170)
 - Bottiglie di solvente e di scarico da 4 mL o equivalente per iniezione automatica
 - Esano di grado cromatografico
 - Fiale campione da 2 mL o equivalente per campione
 - Elio di grado cromatografico come gas di trasporto, makeup e riferimento
 - Attrezzatura per ingresso e iniettore (vedere **“Preparazione del test cromatografico”**).
- 2 Verificare quanto segue:
 - I gas di grado cromatografico introdotti e configurati: elio per gas di trasporto e gas di trasferimento.
 - Le fiale vuote di scarico sono caricate nella torretta del campione.
 - La fiala di solvente da 4 mL con tappo per diffusione è riempita di esano e inserita in posizione Solvente A dell'iniettore.
- 3 Se necessario per il test, sostituire le parti consumabili (liner, setto, trappole, ecc.). Vedere **“Preparazione del test cromatografico.”**
- 4 Installare la colonna di valutazione (Vedere procedura per PCI nel manuale Maintenance manual.)
 - Degassare la colonna di valutazione per almeno 30 min a 180 °C (vedere la procedura per **PCI** nel manuale di manutenzione).
 - Configurare la colonna
- 5 Creare o caricare un metodo con i parametri elencati nella **Tabella 27**.




Tabella 27 Condizioni per test del TCD - iniettore colonna impaccata

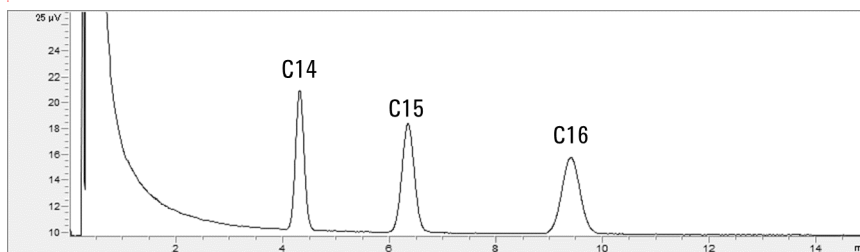
Colonna e campione	
Tipo	OV-101, 5 ft, DE 1/8, DI 2 mm (G3591-81093)
Campione	Test del FID/TCD 18710-60170
Flusso colonna	20 mL/min
Modalità colonna	Modalità flusso

Tabella 27 Condizioni per test del TCD (continua)- iniettore colonna impaccata

Iniettore colonna impaccata	
Temperatura	250 °C
Rivelatore	
Temperatura	300 °C
Flusso di riferimento (He)	20 mL/min
Flusso makeup (He)	OFF
Uscita linea di base	< 30 conteggi visualizzati su Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition (< 750 μ V)
Forno	
Temp. costante	180 °C
Time	15 min
Impostazioni ALS (se installato)	
Lavaggi campione	2
Pompe campione	6
Volume lavaggio campione	8 μ L
Volume di iniezione	1 μ L
Dimensioni siringa	10 μ L
Pre-lavaggi solvente A	2
Post-lavaggi solvente A	2
Volume lavaggio solvente A	8 μ L
Modalità iniezione (7693A)	Normale
Volume intercapedine d'aria (7693A)	0,20
Ritardo viscosità	0
Velocità di dispensazione dell'iniezione (7693A)	6000
Pausa pre-iniezione	0
Pausa post-iniezione	0
Iniezione manuale	
Volume di iniezione	2 μ L
Sistema dati	
Velocità dati	5 Hz

- 6 Visualizzare l'uscita del segnale. È ammessa un'uscita stabile compresa tra 12,5 e 750 μ V (inclusi).
- Se l'uscita della linea di base è < 0,5 unità visualizzate (< 12,5 μ V), controllare che il filamento del rivelatore sia attivo. Se l'offset rimane su < 0,5 unità visualizzate (< 12,5 μ 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. Se il segnale non migliora dopo ripetute pulizie, controllare la purezza del gas. Utilizzare gas più puri e/o installare delle trappole.
- 7 Se si utilizza un sistema dati, prepararlo perché possa eseguire un'analisi utilizzando il metodo di prova caricato. Controllare che il sistema dati possa creare un cromatogramma.
 - 8 Avviare l'analisi.
 Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o premere  sul GC.
 Se l'iniezione è manuale (con o senza un sistema dati):
 - a Fare clic su  per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.
 - b Quando il GC è pronto, iniettare $1 \mu\text{L}$ di campione di prova e premere  sul GC.
 - c Il cromatogramma qui sotto illustra i risultati tipici ottenuti con un rivelatore nuovo, con consumabili nuovi installati.



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

- 1 Predisporre i seguenti elementi:
 - Colonna di valutazione, HP-5 $30 \text{ m} \times 0,32 \text{ mm} \times 0,25 \mu\text{m}$ (19091J-413)
 - Campione (prova) di valutazione delle prestazioni del FID/TCD (18710-60170)
 - Bottiglie di solvente e di scarico da 4 mL o equivalente per iniezione automatica
 - Esano di grado cromatografico
 - Fiale campione da 2 mL o equivalente per campione
 - Elio di grado cromatografico come gas di trasporto, makeup e riferimento
 - Attrezzatura per ingresso e iniettore Vedere **"Preparazione del test cromatografico"**.
- 2 Verificare quanto segue:
 - I gas di grado cromatografico introdotti e configurati: elio per gas di trasporto e gas di trasferimento.
 - Le fiale vuote di scarico sono caricate nella torretta del campione.
 - La fiala di solvente da 4 mL con tappo per diffusione è riempita di esano e inserita in posizione Solvente A dell'iniettore.

- 3 Se necessario per il test, sostituire le parti consumabili (liner, setto, trappole, ecc.). Vedere **“Preparazione del test cromatografico.”**
- 4 Installare la colonna di valutazione
 - Degassare la colonna di valutazione per almeno 30 min a 180 °C
 - Configurare la colonna
- 5 Creare o caricare un metodo con i parametri elencati nella **Tabella 28**.

Tabella 28 Condizioni per test del TCD

Colonna e campione	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
Campione	Test del FID/TCD 18710-60170
Flusso colonna	6.5 mL/min
Modalità colonna	Flusso costante per GC con EPC. Modalità pressione costante (30 psi) per GC con EPR.
Iniettore split/splitless	
Temperatura	250 °C
Mode	Splitless
Flusso di spurgo	60 mL/min
Tempo spurgo	0,75 min
Iniettore colonna impaccata	
Temperatura	250 °C
Iniettore COC (Cool on-column)	
Temperatura	Funzione Oven Track
Spurgo setto	15 mL/min
Rivelatore	
Temperatura	300 °C
Flusso di riferimento (He)	30 mL/min
Flusso makeup (He)	2 mL/min
Uscita linea di base	< 30 conteggi visualizzati su Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition (< 750µV)
Forno	
Temp. iniziale	75 °C


Tabella 28 Condizioni per test del TCD (continua)

Tempo iniziale	0,5 min
Velocità 1	20 °C/min
Temp. finale	190 °C
Tempo finale	6,25 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

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


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

8 Avviare l'analisi.

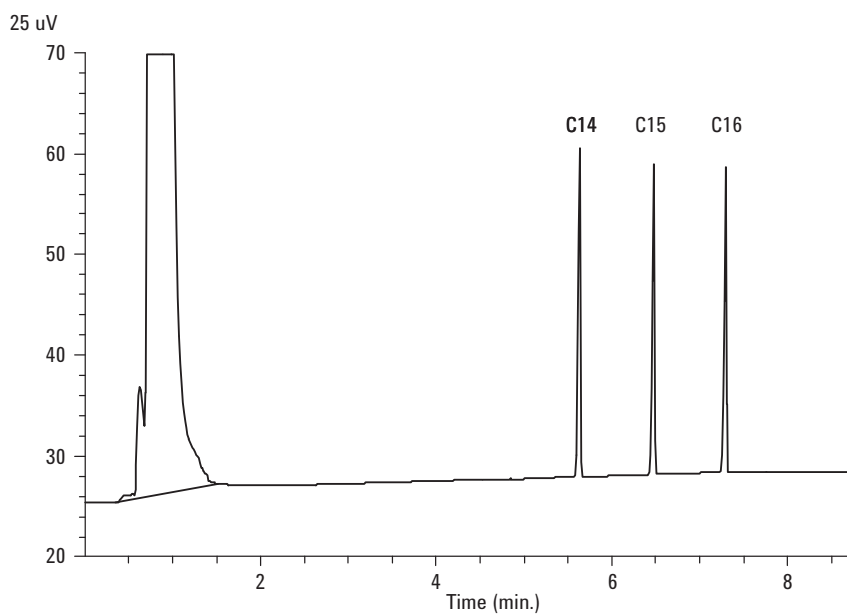
Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o premere .

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

a Selezionare  per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.

b Quando il GC è pronto, iniettare 1 μL di campione di prova e selezionare  sul touchscreen.

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



Verifica delle prestazioni del NPD

- 1 Predisporre i seguenti elementi:
 - Colonna di valutazione, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
 - Campione (prova) di valutazione delle prestazioni del NPD (18789-60060)
 - Bottiglie di solvente e di scarico da 4 mL o equivalente per iniezione automatica.
 - Isottano di grado cromatografico
 - Fiale campione da 2 mL o equivalente per campione.
 - Attrezzatura per ingresso e iniettore Vedere **“Preparazione del test cromatografico”**.
- 2 Verificare quanto segue:
 - L'ugello della colonna capillare è ancora installato. Se così non fosse, selezionare e installare un ugello della colonna capillare.
 - 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.”**
- 4 Se presenti, rimuovere i tappi di protezione dalle ventole principali dell'iniettore.
- 5 Installare la colonna di valutazione
 - Degassare la colonna di valutazione per almeno 30 min a 180 °C
 - Controllare che la colonna sia stata configurata
- 6 Creare o caricare un metodo con i parametri elencati nella **Tabella 29**.

Tabella 29 Condizioni per test del NPD

Colonna e campione	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
Campione	Test NPD 18789-60060
Modalità colonna	Flusso costante
Flusso colonna	6,5 mL/min (On)

Tabella 29 Condizioni per test del NPD (continua)


Iniettore split/splitless	
Temperatura	200 °C
Mode	Splitless
Flusso di spurgo	60 mL/min
Tempo spurgo	0,75 min
Iniettore colonna impaccata	
Temperatura	200 °C
Iniettore COC (Cool on-column)	
Temperatura	Oven Track
Spurgo setto	15 mL/min
Rivelatore	
Temperatura	300 °C
Flusso H2	3 mL/min
Flusso d'aria	60 mL/min
Flusso makeup (N2)	Makeup + colonna = 3 mL/min
Uscita	20 unità visualizzate (20 pA)
Forno	
Temp. iniziale	60 °C
Tempo iniziale	0 min
Velocità 1	20 °C/min
Temp. finale	200 °C
Tempo finale	3 min

Tabella 29 Condizioni per test del NPD (continua)



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 creare una sequenza di campionamento e premere  sull'interfaccia browser.

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

- a** Selezionare  per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.
- b** Quando il GC è pronto, iniettare 1µL di campione di prova e premere .
- c** Il cromatogramma qui 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 (19091J-413)
 - 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"**.
- 2 Verificare quanto segue:
 - Il liner di miscelazione con rientranza in silice fusa pulito è installato. Se così non fosse, installarlo.
 - I gas di grado cromatografico introdotti e configurati: elio per gas di trasporto, azoto per makeup.
 - Le fiale vuote di scarico sono caricate nella torretta del campione.
 - La fiala da 4 mL con tappo per diffusione è riempita di esano e inserita in posizione Solvente A dell'iniettore.
- 3 Se necessario per il test, sostituire le parti consumabili (liner, setto, trappole, ecc.). Vedere **"Preparazione del test cromatografico."**
- 4 Installare la colonna di valutazione
 - Degassare la colonna di valutazione per almeno 30 minuti a 180 °C
 - Controllare che la colonna sia stata configurata.
- 5 Visualizzare l'uscita del segnale per determinare l'uscita della linea di base. L'uscita di una linea di base stabile è accettabile se i valori sono compresi tra 0,5 e 1000 Hz (unità visualizzate da OpenLAB CDS ChemStation Edition).
 - Se l'uscita della linea di base è < 0,5Hz, verificare che l'elettrometro sia acceso. Se l'offset rimane su < 0,5Hz, è necessario sottoporre il rivelatore a manutenzione.
 - Se l'uscita della linea di base è > 1000Hz, è possibile che il segnale sia stato chimicamente contaminato. Degassare l'ECD. 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 30**.

Tabella 30 Condizioni per il test del rivelatore ECD




Colonna e campione	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
Campione	Test ECD (18713-60040 o Giappone: 5183-0379)
Modalità colonna	Flusso costante
Flusso colonna	6,5 mL/min (On)

Tabella 30 Condizioni per il test del rivelatore ECD (continua)

Iniettore split/splitless	
Temperatura	250 °C
Mode	Splitless
Flusso di spurgo	60 mL/min
Tempo spurgo	0,75 min
Iniettore colonna impaccata	
Temperatura	250 °C
Iniettore COC (Cool on-column)	
Temperatura	Oven Track
Spurgo setto	15 mL/min
Rivelatore	
Temperatura	300 °C
Flusso makeup (N ₂)	25 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

Tabella 30 Condizioni per il test del rivelatore ECD (continua)

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 premere .
 Se l'iniezione è manuale (con o senza un sistema dati):
 - a Selezionare  per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.
 - b Quando il GC è pronto, iniettare 1µL di campione di prova e premere .
- 9 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.

Per verificare 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 (19091J-413)
 - Campione (prova) di valutazione delle prestazioni del FPD+ (5188-5953), 2,5 mg/L (± 0,5%) paration metile in isotano
 - 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.
 - Isotano di grado cromatografico per solvente per lavaggio siringa.
 - Attrezzatura per ingresso e iniettore Vedere "**Preparazione del test cromatografico**".
- 2 Verificare quanto segue:
 - I gas di grado cromatografico introdotti e configurati: elio per gas di trasporto, 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 isotano 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**."
- 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
- 6 Impostare il forno, l'iniettore e il rivelatore a 250 °C e degassare almeno 15 minuti
- 7 Controllare che la colonna sia stata configurata.

Prestazioni del fosforo

- 1 Se non ancora installato, installare il filtro al fosforo.
- 2 Creare o caricare un metodo con i parametri elencati nella **Tabella 31**.

Tabella 31 Condizioni per test del FPD+ (P)

Colonna e campione	
Tipo	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
Campione	Checkout FPD (5188-5953)
Modalità colonna	Flusso costante
Flusso colonna	6,5 mL/min
Iniettore split/splitless	
Temperatura	180 °C Split/splitless
Mode	Splitless
Flusso di spurgo	60 mL/min
Tempo spurgo	0,75 min
Iniettore colonna impaccata	
Temperatura	180 °C
Iniettore COC (Cool on-column)	
Temperatura	Oven Track
Spurgo setto	15 mL/min
Rivelatore	
Temperatura	200 °C (On)
Flusso di idrogeno	60 mL/min (On)
Flusso aria (ossidante)	60 mL/min (On)
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

Tabella 31 Condizioni per test del FPD+ (continua)(P)

Forno	
Temp. iniziale	70 °C
Tempo iniziale	0 min
Velocità 1	25 °C/min
Temp. finale 1	150 °C
Tempo finale 1	0 min
Velocità 2	5 °C/min
Temp. finale 2	190 °C
Tempo finale 2	7 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

- 3 Accendere la fiamma del FPD+ se è spenta.
- 4 Visualizzare l'uscita del segnale e registrare. In genere l'uscita è circa 10. Attendere che l'uscita sia stabile. Ci vorrà ca. 1 ora.


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

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



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

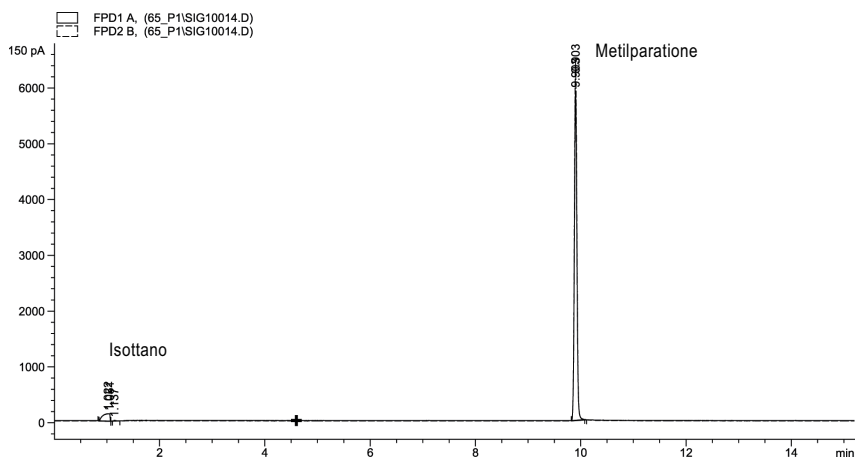
- 5 Se si utilizza un sistema dati, prepararlo perché possa eseguire un'analisi utilizzando il metodo di prova caricato. Controllare che il sistema dati possa creare un cromatogramma.

- 6 Avviare l'analisi.

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

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

- a Selezionare  per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.
- b Quando il GC è pronto, iniettare 1 µL di campione di prova e premere .
- c Il cromatogramma qui 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.
- 2 Accendere la fiamma del FPD+ se è spenta.
- 3 Visualizzare l'uscita del segnale e registrare. In genere l'uscita è compresa tra 50 e 60 ma può anche raggiungere 70. Attendere che l'uscita sia stabile. Ci vorrà ca. 1 ora.

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


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

17 Test cromatografico

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


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

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

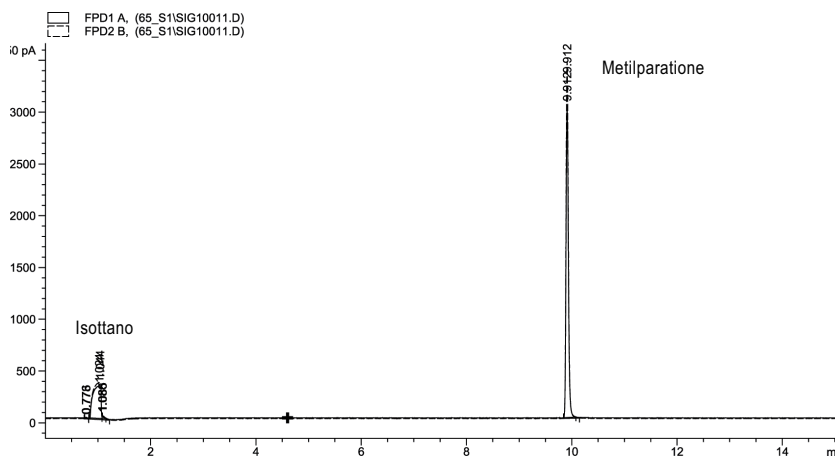
Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o premere .

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

a Selezionare  per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.

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

- 6 Il cromatogramma qui 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 (123-5513)
 - Campione (prova) di valutazione delle prestazioni del FPD (5188-5245, Giappone), composizione: n-dodecano 7499 mg/L (± 5%), dodecantiolo 2,0 mg/L (± 5%), tributilfosfato 2,0 mg/L (± 5%), solfuro di ter-butile 1,0 mg/L (± 5%), in isottano come solvente
 - Filtro al fosforo
 - Filtro allo zolfo e distanziatore per filtro
 - Bottiglie di solvente e di scarico da 4 mL o equivalente per iniezione automatica.
 - Fiale campione da 2 mL o equivalente per campione.
 - Isottano di grado cromatografico per solvente per lavaggio siringa.
 - Attrezzatura per ingresso e iniettore Vedere **"Preparazione del test cromatografico"**.
- 2 Verificare quanto segue:
 - 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."**
- 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
 - Impostare il forno, l'iniettore e il rivelatore a 250 °C e degassare almeno 15 minuti
- 6 Configurare la colonna.

Prestazioni del fosforo

- 1 Se non ancora installato, installare il filtro al fosforo.
- 2 Creare o caricare un metodo con i parametri elencati nella **Tabella 32**.

Tabella 32 Condizioni per test del fosforo per FPD+

Colonna e campione	
Tipo	DB-5MS, 15 m × 0,32 mm × 1,0 µm (123-5513)
Campione	Checkout 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
Iniettore colonna impaccata	
Temperatura	250 °C
Iniettore COC (Cool on-column)	
Temperatura	Funzione Oven Track
Spurgo setto	15 mL/min
Rivelatore	
Temperatura	200 °C (On)
Flusso di idrogeno	60,0 mL/min (On)
Flusso aria (ossidante)	60,0 mL/min (On)
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

Tabella 32 Condizioni per test del fosforo per FPD+ (continua)

Forno	
Temp. iniziale	70 °C
Tempo iniziale	0 min
Velocità 1	10 °C/min
Temp. finale	105 °C
Tempo finale	0 min
Velocità 2	20 °C/min
Temp. finale 2	190 °C
Tempo finale 2	7,25 min per zolfo 12,25 min per fosforo
Impostazioni ALS (se installato)	
Lavaggi campione	2
Pompe campione	6
Volume lavaggio campione	8 (max)
Volume di iniezione	1 µL
Dimensioni siringa	10 µL
Pre-lavaggi solvente A	2
Post-lavaggi solvente A	2
Volume lavaggio solvente A	8
Pre-lavaggi solvente B	0
Post-lavaggi solvente B	0
Volume lavaggio solvente B	0
Modalità iniezione (7693A)	Normale
Volume intercapedine d'aria (7693A)	0,20
Ritardo viscosità	0
Velocità di 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 circa 10. Attendere che l'uscita sia stabile. Ci vorrà ca. 1 ora.


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

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

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


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

- 6 Avviare l'analisi.

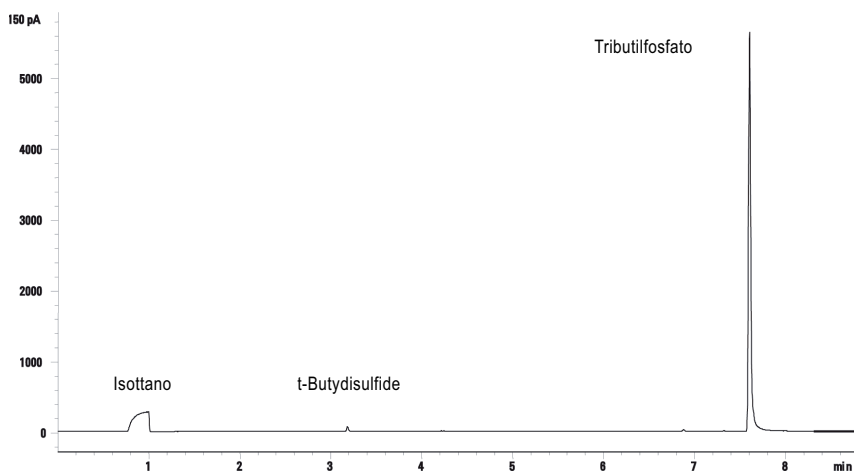
Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o premere .

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

a Selezionare  per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.

b Quando il GC è pronto, iniettare 1 µL di campione di prova e premere .

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



Prestazioni dello zolfo

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

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

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


17 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 crei un cromatogramma.

- 5** Avviare l'analisi.

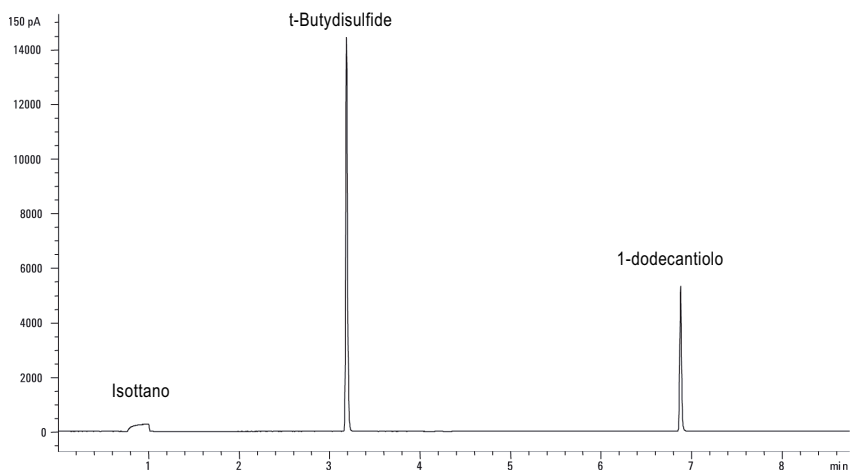
Se si utilizza un campionatore automatico per effettuare le iniezioni, avviare l'analisi tramite il sistema dati o premere .

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

a Selezionare  per preparare l'iniettore all'iniezione splitless.

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

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



Fattori di conversione unità FPD+ e ECD **206**

Fattori di conversione per FPD+ **206**

Fattore di conversione per ECD **206**

Utilizzare i fattori di conversione **208**

Riferimenti **209**

Il GC 8860 è conforme ai seguenti standard aziendali: Q31/0115000033C005-2016-02.

I test di metrologia cinese del GC 8860 sono eseguiti 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. Tuttavia, per ECD e FPD+, Agilent riporta l'uscita ai suoi sistemi di dati in "unità visualizzate," (DU). 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:

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

Fattori di conversione per FPD+

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

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

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

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

18 Test di metrologia cinese

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:

ECD: 1 DU = 0,2 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 FPD+ e ECD a un campione statistico di prestazioni del rumore digitale misurate per entrambi i rivelatori ad Agilent:

Rumore medio FPD+ ASTM, DU¹²: 1,54

Rumore medio ECD ASTM, DU³: 0,16

Applicare i fattori di conversione:

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

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

- 1 I dati Agilent per il rumore FDP+ nell'esempio rappresentano solo la modalità zolfo.
- 2 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.
- 3 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.

I termini in **Tabella 33** sono utilizzati nella descrizione di questo prodotto. Per comodità sono stati raggruppati in questa sezione.

Tabella 33 Termini

Termine	Definizione
ADC	Convertitore analogico-digitale
ALS	Campionatore automatico per liquidi
AS	Autocampionatore
BCD	Decimale codec binario
COC	Iniettore cool on-column
DHCP	Protocollo di creazione host dinamico
ECD	Rilevatore di cattura degli elettroni
ELVDS	Porta per comunicazioni esterne con gli MSD Agilent
EMF	Early Maintenance Feedback
EPC	Controllo pneumatico elettronico
EPR	Regolazione pneumatica elettronica
FID	Rilevatore ionizzazione di fiamma
FPD+	Rilevatore fotometrico fiamma plus
GC	Gas Cromatografo
HS	Campionatore per spazio di testa
LAN	LAN (Local Area Network)
LUI	Interfaccia utente locale
LVDS	Segnali differenziali a bassa tensione
MS	Spettrometro di massa
MSD	Rivelatore a selezione di massa
NPD	Rilevatore azoto-fosforo
NTP	Pressione e temperatura normali (25 °C e 1 atmosfera)
PCI	Iniettore colonna impaccata
PCM	Modulo di controllo pressione
PID	Differenziale e integrale proporzionale
PP	Iniettore per impaccate
PTFE	Politetrafluoretilene
SSL	Iniettore split/splitless
TCD	Rilevatore di conduttività termica

Questa pagina è stata lasciata vuota intenzionalmente.

www.agilent.com

© Agilent Technologies, Inc. 2019

Seconda edizione, luglio 2019



G2790-94014

