

## Istruzioni GC-Ms stanza 55

### PREPARAZIONE CAMPIONE D'ANALISI

**a)** I campioni d'analisi devono contenere sostanze stabili e volatilizzabili a 270°C nell'iniettore, altrimenti devono essere derivatizzati (es. classico → gli acidi grassi, non volatili, vengono trasformati in esteri metilici, ecc..)

**b)** Assicurarsi che il proprio campione NON contenga → H<sub>2</sub>O e/o Acidi o Basi forti e Metalli.

**c)** Diluire 1:6 il proprio campione preventivamente anidrificato e filtrato, con uno dei seguenti solventi (possibilmente anidri):

- CH<sub>3</sub>CN (acetone)
- CH<sub>3</sub>OH (metanolo)
- AcOEt (acetato d'etile)
- C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>OH (etanolo)
- CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> (dicloro metano → se non ci sono altre alternative)

[NON USARE solventi come DMSO, CHCl<sub>3</sub>, Etere ed H<sub>2</sub>O]

**d)** Introdurre il campione diluito nel apposito *Vial* con tappo forabile (in dotazione alla GC-Ms) per poi collocarlo in una delle posizioni libere del carrello del campionatore (CP-8200), rispettando l'ordine numerico crescente d'arrivo. [Sul PC in alto a destra c'è il riquadro relativo al CP-8200 (vedi Figura 2)].

### CONTROLLI PRIMA DELL'USO (**CHECK LIST**)

- Livello Bombola *Elio* 5.5 (è situata nel gabbiotto esterno del Laboratorio 55) pressione 4 psi;
- Livelli fluidi di lavaggio della Siringa (sul lato sinistro del GC-Ms);
- Già attivo il metodo “*M DailyCheck*” (vedi fig.1 in alto a Sx), se lo strumento in Standby ;
- Modalità “*Acquisition*” sulla schermata/finestra MS 2000.40 (vedi fig.1);
- Solo *spie verdi* sul display (non ci devono essere spie rosse accese prima di iniziare).

### ELABORAZIONE CROMATOGRAMMI

I Cromatogrammi (data), metodi e sample list si trovano sulla root/directory:

Disco F: → Utenti GC-MS → GCMs data user

dove si possono individuare le cartelle: *data*, *methods*, *sample list*.

La cartella **data** viene sincronizzata automaticamente (ogni ora) con quella del PC adiacente (su cui si raccomanda la visione e/o la manipolazione degli spettri).

Ps. Nel PC adiacente è installato lo stesso programma della GC-Massa ed è stata creata una cartella visibile sul desktop “data GC\_Ms” nel quale trovate tutti i vostri cromatogrammi. Per vederli basta un doppio click sul relativo file. E' possibile anche sincronizzare in tempo reale la cartella cliccando l'icona visibile sul desktop “sincronizza...”

### USO STRUMENTO

Prima di avviare un'analisi, assicurarsi che lo strumento sia in modalità "Acquisition" (vedi figura 1).

Aprire la "Sample List" se non già visibile sullo schermo (vedi figura 2 in alto centro-sx) ed indicare:

**a)** Nella prima riga va sempre indicato il metodo di analisi con cui si intende procedere.

Ovvero nella colonna *Sample Type* → selezionare *Activate Method* e nella colonna *AutoLink* → selezionare il metodo di analisi (sono disponibili agli utenti 2 metodi standard con gradiente di T → *EI Syringe 60°C standard CP-sil8* per la ionizzazione elettronica oppure *CI Syringe 60°C standard CP-sil8* per la ionizzazione chimica).

**b)** Nelle righe intermedie (si possono inserire fino max48 righe) compilare *solo* le seguenti 4 colonne:

*Sample Name* (mettere il nome campione), *Sample Type* (selezionare analysis), *Vial* (numero della posizione del vostro vial sul campionatore) ed *Injection notes* (per info aggiuntive, es. solvente, PM presunto ecc).

I parametri delle altre colonne non vanno modificati!

**c)** L'ultima riga deve sempre contenere il metodo di StandBy per il riposo della GC-Ms → "*M DailyCheck*".

Un volta verificata la corretta compilazione della sample list, cliccare "*Begin*".

**PS.** E' possibile aggiungere uno o più vials anche quando una sample list è già in esecuzione.

Basta cliccare "*suspend*", poi inserire i campioni nelle righe intermedie disponibili con la procedura descritta sopra al punto b, ricordando di non cancellare l'ultima riga relativa al *M DailyCheck*, sempre presente in ultima posizione.

Ricliccare "*resume*" per far ripartire l'automazione.

**NB:** MAI CHIUDERE IL PROGRAMMA GC-Ms!!

In caso di chiusura accidentale della finestra/programma della GC-Massa sul PC:

Riaprire il programma, poi riattivare subito il metodo *M DailyCheck* (vedi fig.1 in alto a Sx).

Non toccare altro e contattare Demetrio (tel.3378, 3391).

[COMPILARE E FIRMARE IL MODULO CARTACEO CHE TROVATE SULLA SCRIVANIA!]

PRIMA DI FARE QUALSIASI OPERAZIONE DI CUI NON SI E' SICURI,  
CONTATTARE il 3378-3391 :- ) oppure scrivere a: demetrio.randazzo@unifi.it