



## Istruzioni *Varian GC-MS* stanza 55 – Dip.Chimica

---

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

- Livello Bombola *Elio* 5.5 (è situata nel gabbiotto esterno del Lab. 55) pressione 4-5 psi;
- Livelli fluidi di lavaggio della Siringa (vedi bottigliette sul lato sinistro del GC cp3800);
- Già attivo il metodo "M *DailyChecks*" (vedi fig.1 in alto a Sx), ovvero lo strumento in *Standby*;
- Modalità "*Acquisition*" sulla schermata/finestra MS 2000.40 (vedi fig.1);
- Solo *spie verdi* sul display PC (non ci devono essere spie rosse accese prima di iniziare);
- **E' espressamente vietato manomettere i moduli Varian: CP3800/8200 e MS Saturn 2200.**

PRIMA DI FARE QUALSIASI OPERAZIONE DI CUI NON SI E' SICURI, CONTATTARE SEMPRE:  
Referente Scientifico (Prof.A.Capperucci) o Referente Tecnico (Dr.D.Randazzo).

---

### PREPARAZIONE CAMPIONE D'ANALISI

*Lavorare sotto cappa aspirata ed indossando i DPI nel rispetto delle norme di sicurezza vigenti.*

1. I campioni d'analisi devono contenere sostanze stabili e volatilizzabili a 270°C, altrimenti devono essere preventivamente derivatizzati (es. classico → gli acidi grassi, essendo non volatili, vengono trasformati in esteri metilici, ecc.);
2. assicurarsi che il proprio campione NON contenga → H<sub>2</sub>O e/o Acidi o Basi forti e/o Metalli;
3. diluire 1:5 il proprio campione, preventivamente anidrificato e filtrato, con uno dei seguenti **solventi** (possibilmente anidri):

**AcOEt** (acetato d'etile)

**CH<sub>3</sub>CN** (acetoneitrile)

**CH<sub>3</sub>OH** (metanolo)

**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]



trasferire 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 e cronologico d'arrivo. [vedi anche sullo schermo PC in alto a destra c'è il riquadro relativo al CP-8200 (vedi Figura 2).

Non è consentita l'analisi di sostanze cancerogene e/o radioattive.

---

## USO dello STRUMENTO

Tutto il personale abilitato all'accesso nel Lab.55 (tel. int. 3470) deve essere già a conoscenza delle norme di sicurezza vigenti nel Dipartimento, tra cui obbligo di utilizzo dei DPI. Ma solo il personale *formato* è abilitato all'uso del GC-Ms varian presente nel laboratorio.

Prima di avviare un'analisi, assicurarsi che lo strumento sia in modalità "*Acquisition*" (vedi fig. 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 più metodi con/senza gradiente di T → *El std. etc.* per la ionizzazione elettronica oppure *Cl std. Etc.* per la ionizzazione chimica).

**B)** 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*".

**C)** Nelle righe intermedie (si possono inserire fino max48 righe/campioni) 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. tel. solvente, PM presunto ecc).

**D)** I parametri delle altre righe/colonne non vanno modificati.

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

Per l'inserimento di ulteriori campioni in coda nelle righe intermedie disponibili (ovvero dopo quelle già asteriscate sulla prima colonna a dx della sample list):



- cliccare prima "*suspend*";
  - selezionare il numero di riga in cui si vuole aggiungere il campione (ricordando di non cancellare mai l'ultima riga relativa al *M DailyCheck*, sempre presente in ultima posizione);
  - cliccare "*Insert*";
  - per poi continuare con la procedura descritta sopra al punto C) (nello schermo sul CP-8200 si visualizza il pallino rosso anche in corrispondenza della posizione del nuovo campione inserito).
  - ricliccare "*resume*" per far ripartire l'automazione.
- 

## ELABORAZIONE CROMATOGRAMMI

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

Disco D: → gcms USER

dove si possono individuare le cartelle/files: *data*, *methods*, *samplelist.spm*

La cartella ***data*** viene sincronizzata automaticamente (ogni ora circa) con quella del PC adiacente (su quest'ultimo 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 "*GC Ms Data*" nel quale sono salvati tutti i vostri cromatogrammi. Per elaborarli basta un doppio click sul relativo file. E' possibile anche sincronizzare in tempo reale la cartella cliccando l'icona nera visibile sul desktop "*sincronizzazione*" in realtime....].

---

## NOTA BENE

**COMPILARE E FIRMARE IL REGISTRO CARTACEO CHE TROVATE SULLA SCRIVANIA!**

**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 l'Admin (alias il Referente Tecnico Dr. [demetrio.randazzo@unifi.it](mailto:demetrio.randazzo@unifi.it) - tel.3378, 3391).

**E' espressamente vietato manomettere i moduli CP3800/CP8200 e MS Saturn 2200.**

Referente Scientifico Prof. [Antonella.Capperucci@unifi.it](mailto:Antonella.Capperucci@unifi.it)