Spettrometro di massa con gascromatografo

Serie GCMS-QP Serie GCMS-TQ

Compatibile con GCMSsolution Ver. 4.5 o successiva

Guida operativa

Guida operativa di base

Leggere attentamente il manuale di istruzioni prima di utilizzare il prodotto. Conservare questo manuale di istruzioni per riferimenti futuri.

Indice

1	Par	noramica	1
	1.1	Programmi	1
	1.2	Diagramma di flusso delle operazioni di analisi di routine	2
	1.3	Diagramma di flusso delle analisi qualitative e quantitative	3
2	Αν	vio della GCMS	4
	2.1	Accensione (ON) dell'alimentazione	
	2.2	Layout delle aree operative	5
	2.3	Ispezione degli materiali di consumo e delle parti soggette a manutenz	ione 6
	2.4	Configurazione del sistema 2.4.1 Impostazione dei moduli utilizzati per l'analisi	7 7
	2.5	Avvio del sistema di vuoto	11
	2.6	Controllo manuale delle perdite di vuoto	13
	2.7	Sintonizzazione automatica	15 15 16 20
3	Flu	sso di analisi di routine	21
	3.1	Preparazione all'analisi	21
	3.2	Modifica di un file di lotto	22
	3.3	Analisi DANA	25
4	Ana	alisi qualitativa	26
	4.1	Selezione di una cartella	
	4.2	Creazione di un file di metodo 4.2.1 Impostazione dei parametri del campionatore automatico	28 28

Indice

	4.2.2	Impostazione dei parametri di gascromatografia (GC)	
	4.2.3	Impostazione dei parametri di spettrometria di massa (MS)	
	4.2.4	Impostazione dei parametri di ricerca per similarità	
	4.2.5	Salvataggio del file del metodo	
4.3	Ripetizior	ne della sintonizzazione automatica	32
4.4	Analisi se	equenziale	
	4.4.1	Creazione di un file di lotto	
	4.4.2	Salvataggio di file di lotto	
	4.4.3	Esecuzione dell'analisi sequenziale	
4.5	Analisi de	ei dati	
	4.5.1	Caricamento dei file di dati	
	4.5.2	Visualizzazione degli spettri di massa	
	4.5.3	Ricerca per similarità	
	4.5.4	Modifica della tabella del processo di analisi spettrale	
	4.5.5	Salvataggio dei file di dati	
4.6	Stampa d	li rapporti di analisi qualitativa	43
	4.6.1	Caricamento dei formati di rapporto	
	4.6.2	Modifica dei formati di rapporto	44
	4.6.3	Elaborazione dei rapporti	47

5 Analisi quantitativa

48

5.1	Creazion	e di un file di metodo	48
	5.1.1	Creazione di una tabella di composti	48
	5.1.2	Creazione di una tabella di monitoraggio selettivo degli ioni (SIM)	52
5.2	Analisi se	quenziale	54
	5.2.1	Creazione di un file di lotto	54
	5.2.2	Salvataggio dei file di lotto	57
	5.2.3	Esecuzione dell'analisi sequenziale	58
5.3	Analisi de	ei dati	58
	5.3.1	Verifica e correzione delle curve di calibrazione	58
	5.3.2	Nuova quantificazione a seguito di correzione di una curva di calibrazione	e 63
	5.3.3	Verifica e correzione dei risultati di quantificazione	65
5.4	Stampa d	li rapporti di analisi quantitativa	69
	5.4.1	Creazione e produzione di rapporti di analisi quantitativa	69

6 Arresto dell'unità GCMS

6.1	Arresto del sistema del vuoto	72
6.2	Spegnimento (OFF) dell'alimentazione	73

		Indice				
Appendice A Formato del file Appendice B Visualizza della Guida B.1 Visualizza della Guida dalla barra dei menu B.2 Visualizza della Guida con il tasto F1 Appendice C Analisi singola (iniezione manuale) Appendice D File di lotto D.1 Generazione automatica dei nomi di file D.2 Modifica di un file di lotto						
Appendice A Formato del file Appendice B Visualizza della Guida B.1 Visualizza della Guida dalla barra dei menu B.2 Visualizza della Guida con il tasto F1 Appendice C Analisi singola (iniezione manuale) Appendice D File di lotto D.1 Generazione automatica dei nomi di file D.2 Modifica di un file di lotto D.3 Aggiunta di file di lotto (coda di lotti) D.3.1 Creazione di file di lotto da aggiungere D.3.2 Aggiunta di file di lotto E.1 Modalità ecologica E.1.1 Impostazione manuale della modalità E.1.2 Impostazione della modalità E.1.2 Impostazione della modalità E.1.2 Creazione di un file di metodo che riduce la portata del gas vettore E.2.2 Creazione di file di lotto Appendice F Integrazione di picco per cromatogramma di corrente ionica totale (TIC)						
B.1	Visualizza della Guida dalla barra dei menu	75				
B.2	Visualizza della Guida con il tasto F1	75				
Appe	ndice C Analisi singola (iniezione manuale)	76				
Appe	ndice D File di lotto	78				
D.1	Generazione automatica dei nomi di file	78				
D.2	Modifica di un file di lotto	79				
П 3	Aggiunta di file di lotto (coda di lotti)	81				
0.0	D.3.1 Creazione di file di lotto da aggiungere D.3.2 Aggiunta di file di lotto					
Appe	D.3.1 Creazione di file di lotto da aggiungere D.3.2 Aggiunta di file di lotto ndice E Riduzione della portata del gas vettore du lo standby	urante 83				
Apper E.1	 D.3.1 Creazione di file di lotto da aggiungere	urante 83 				
E.2	 D.3.1 Creazione di file di lotto da aggiungere					
Apper E.1 E.2 Apper	 D.3.1 Creazione di file di lotto da aggiungere	urante 83 				
Apper E.1 E.2 Apper	 D.3.1 Creazione di file di lotto da aggiungere. D.3.2 Aggiunta di file di lotto <i>ndice E</i> Riduzione della portata del gas vettore du lo standby Modalità ecologica					
Apper E.1 E.2 Apper Apper	 D.3.1 Creazione di file di lotto da aggiungere					
Apper E.1 E.2 Apper Apper H.1	D.3.1 Creazione di file di lotto da aggiungere D.3.2 Aggiunta di file di lotto ndice E Riduzione della portata del gas vettore du lo standby Modalità ecologica E.1.1 Impostazione manuale della modalità E.1.2 Impostazione della modalità mediante processazione del lotto Riduzione della portata del gas vettore durante lo standby E.2.1 Creazione di un file di metodo che riduce la portata del gas vettore E.2.2 Creazione di file di lotto ndice F Integrazione di picco per cromatogramma corrente ionica totale (TIC) ndice G Ricerche indice ndice H Visualizza dei cromatogrammi di massa (

L.2

Appendice I Modifica dei parametri per l'analisi quantitativa

J.1	Stampa di immagini (Stampa di spettri e cromatogrammi visualizzati in Windows)	102
J.2	Creazione di rapporti J.2.1 Utilizzo dei modelli J.2.2 Utilizzo dei file di rapporti creati in precedenza J.2.3 Impostazione manuale del contenuto del rappoto	104 104 105 105
Appe	ndice K Manutenzione	108
K.1	Manutenzione	108
K.2	Easy sTop TQ QP	110
K.3	Modifica delle linee guida per la sostituzione di setti e inserti in vetro	112
Appe	ndice L Browser quantitativo	114
L.1	Analisi dei dati mediante il browser quantitativo	114
	L.1.1 Caricamento dei dati mediante il browser quantitativo	115 116
	L.1.3 Verifica e correzione dei risultati quantitativi di campioni sconosciuti	116

Appendice J Stampa dei rapporti

Indice

102



Panoramica

Due guide operative, La Guida operativa di base e la Guida allo sviluppo del metodo sono disponibili per i modelli della serie GCMS-QP e della serie TQ.

Questo documento tratta le operazioni di base relative alla serie QP e alla serie TQ.

Nome	Indice
Guida operativa di base	Descrive le procedure per eseguire analisi utilizzando i file dei metodi esistenti per i modelli della serie GCMS-QP o TQ e per creare nuovi file dei metodi (per la modalità Scan o SIM).
Guida allo sviluppo del metodo	Copre principalmente le procedure per creare file di metodi (per la modalità SIM o MRM, ecc.) Utilizzando il database Smart.

M NOTA

Le icone e le finestre per le funzioni che possono essere utilizzate solo sulla serie TQ, QP2100 Ultra, QP2100 SE o QP2020 non verranno visualizzate sul software se il modello GCMS utilizzato è QP2010, QP2010 Plus o PARVUM2.

TQ

Indica la procedura che può essere utilizzata sui modelli della serie GCMS-TQ.

Indica la procedura che può essere utilizzata sui modelli GCMS-QP2010 Ultra, GCMS-QP2010 SE o GCMS-QP2020.

1.1 Programmi

GCMSsolution è costituito dai programmi descritti di seguito.

Selezionare il programma adatto allo scopo (ad es. analisi o elaborazione dei dati).

Icona	Nome	Descrizione
GCMS Real Time Analysis	GCMS Real Time Analysis	Utilizzato per avviare e spegnere lo strumento, effettuare impostazioni di configurazione ed eseguire analisi.
GCMS Analysis Editor	GCMS Analysis Editor	Utilizzato per creare e modificare file di metodi e file di lotto durante l'analisi.
GCMS Postrun Analysis	GCMS Postrun Analysis	Utilizzato per eseguire analisi qualitative e quantitative, stampare rapporti ed eseguire altre attività che coinvolgono l'elaborazione dei dati.



Icona	Nome	Descrizione
GCMS Browser	GCMS Browser	Utilizzato per eseguire analisi qualitative e quantitative, stampare rapporti ed eseguire altre attività di elaborazione dati per più file di dati.

1.2 Diagramma di flusso delle operazioni di analisi di routine



1.3 Diagramma di flusso delle analisi qualitative e quantitative



2 Avvio del gascromatografo

2.1 Accendere (ON) l'alimentazione

Accendere (ON) qualsiasi periferica o accessorio collegato al sistema, prima di accendere (ON) il sistema GCMS principale.

Accendere (ON) qualsiasi unità di pretrattamento del campione collegata al sistema prima di accendere (ON) il sistema GCMS.

Quando si utilizza un modello serie TQ, aprire la valvola di alimentazione del gas CID (gas argon) e alimentare il gas CID richiesto per le misurazioni in modalità MRM (Monitoraggio di reazioni multiple).





2.2 Layout delle aree operative



GCMS Real Time Analysis

GCMS Postrun Analysis

N.	Nome	Programma GCMS	Spiegazione
1	Barra del titolo	Real Time (Tempo reale), Analysis Editor (Editor di analisi), Postrun Analysis (Analisi post-sessione analitica) e Browser (Sfoglia)	Visualizza il nome del programma, processo e file attualmente in esecuzione o in fase di elaborazione.
2	Barra dei menu	Real Time (Tempo reale), Analysis Editor (Editor di analisi), Postrun Analysis (Analisi post-sessione analitica) e Browser (Sfoglia)	Visualizza i menu dei comandi corrispondenti alla finestra attualmente aperta.
3	Barra degli strumenti	Real Time (Tempo reale), Analysis Editor (Editor di analisi), Postrun Analysis (Analisi post-sessione analitica) e Browser (Sfoglia)	Visualizza i pulsanti dello strumento di comando corrispondenti alla finestra attualmente aperta.

N. Nome **Programma GCMS** Spieg azion e 4 Barra di supporto Real Time (Tempo reale), Le icone dei comandi sono disposte in ordine di Analysis Editor (Editor di sequenza operativa tipica. La barra di supporto analisi), Postrun Analysis viene denominata in base alla finestra attualmente (Analisi post-sessione analitica) aperta. Ad esempio, quando la finestra [Batch e Browser (Sfoglia) (Lotto)] è aperta, la barra di supporto è denominata barra di supporto [Batch]. 5 Instrument Monitor Real Time Analysis (Analisi in Visualizza i valori dei parametri dello strumento (Monitor dello strumento) tempo reale) analitico in tempo reale. 6 Data Explorer (Esplora Real Time (Tempo reale), Utilizzato per caricare facilmente dati analitici o file dati) Analysis Editor (Editor di di metodi. Elenca i file nella cartella selezionata, in analisi), Postrun Analysis base al tipo di file. (Analisi post-sessione analitica) e Browser (Sfoglia)



2 Avvio di GCMS

La barra di supporto, il monitor dello strumento ed esplora dati possono essere visualizzati o nascosti selezionando [Show/Hide (Mostra/Nascondi)] nel menu [View (Visualizza)].

2.3 Ispezione degli materiali di consumo e delle parti soggette a manutenzione

Controllare lo stato degli materiali di consumo del GCMS utilizzando la procedura descritta di seguito.

Spostare il puntatore del mouse sull'icona di un articolo dei materiali di consumo nel monitor dello strumento per visualizzare lo stato corrente e il punto di sostituzione consigliato per l'articolo corrispondente.

Quando un articolo dei materiali di consumo si avvicina alla frequenza di utilizzo massima consigliata, lo sfondo dell'icona corrispondente diventa di colore nero per avvisare l'utente.



Questa nota viene mostrata quando il puntatore del mouse viene spostato sull'icona del setto. Ciò significa che il setto è stato utilizzato 13 volte su un massimo di 100 volte.



NOTA

Quando si sostituisce la colonnina di analisi o guando un articolo dei materiali di consumo ha superato il punto di sostituzione consigliato, eseguire la manutenzione facendo riferimento a "Appendice K Manutenzione" P.108.

A seconda del contenuto dell'analisi, la frequenza di sostituzione appropriata può essere maggiore della frequenza consigliata.

2.4 Configurazione del sistema

Controllare e impostare i moduli utilizzati per l'analisi utilizzando le procedure descritte di seguito. Se la colonna è stata modificata, immettere le informazioni sulla colonna utilizzando la procedura nella finestra [MS Navigator (Navigatore MS)].

2.4.1 Impostazione dei moduli utilizzati per l'analisi.

Fare clic sull'icona [System Configuration (Configurazione del sistema)] nella barra di supporto [Real Time (Tempo reale)].



Verificare che i componenti mostrati nell'area [Modules Used for Analysis (Moduli utilizzati per l'analisi)] corrispondano ai moduli effettivi nel sistema GC/MS che devono essere utilizzati per l'analisi.



Se i moduli da utilizzare per l'analisi corrente non corrispondono ai moduli mostrati in questa finestra, impostare come mostrato nell'esempio seguente:

- 1 Selezionare [AOC-20i+s] nell'area [Available Modules (Moduli disponibili)] se, ad esempio, AOC-20i deve essere utilizzato con AOC-20 per l'analisi.
- 2 Fare clic su per registrare il modulo in [Modules Used for Analysis (Moduli utilizzati per l'analisi)].
- 3 Fare clic su [Set (Imposta)].



Hint TQ

Impostazione del gas di dissociazione indotta da collisione (CID)

Per il modello della serie GCMS-TQ, l'impostazione predefinita è l'uso del gas CID (argon gas). Spegnere (OFF) il gas CID per eseguire l'analisi utilizzando solo la modalità Q3 Scan o Q3 SIM.

- 1 Fare doppio clic su 🛄 (MS) alla voce [Modules Used for Analysis (Moduli utilizzati per l'analisi)].
- 2 Deseleziona la casella di controllo [Use CID gas (Utilizza gas CID)].

PL1 Column MS					
<u>N</u> ame :	MS				
Detector Type :	MS				
<u>S</u> erial # :	O21505500222AE		ROM Version :		1.14
Model :	Dual Stage TMP (TG	28050)	Manufactured Yea	ar-Month :	2017-11
<u>U</u> nit ID :	,				
Use C) Gas (Initial v	alue of tuning) : 2	00	kPa
Interface	DET1	Max Te	mp : 350	۰c	
				C	
Ion Source			Reagent Gas		
Typ <u>e</u> :	El 🔻		Port <u>1</u> :	None	¥
Temperature : 2	200 °C		Port <u>2</u> :	None	Ŧ
Check Auto Tun	ing Result				
Vacuum Unit Tu <u>r</u> bo Molecular Pur	mp1: 200	Pi	rani <u>G</u> auge(Lower	Vacuum) :	Present
Tur <u>b</u> o Molecular Pur	mp2: 200	lo	<u>n</u> Gauge(Higher V	acuum) :	Present
Rotary Pump 2 :	None 🔻				
Jet Separator :) Present Nor	ne	Vacuum <u>U</u> nits	: Pa	•
D <u>I</u> Type : None	e		Test Values of	Syste <u>m</u> Cheo	:k/Auto Tunin

3 Fare clic su [OK].

Tornare alla finestra secondaria [System Configuration (Configurazione del sistema)].

4 Fare clic su [Set (Imposta)].

La configurazione è stata ora impostata per non utilizzare il gas CID. D'ora in poi, i parametri relativi al gas CID non verranno visualizzati.



Giudicare automaticamente i risultati della sintonizzazione automatica

Quando la sorgente ionica del rivelatore MS è EI, i risultati della sintonizzazione automatica possono essere valutati automaticamente. Configurare le impostazioni utilizzando la procedura seguente.

- 1 Fare doppio clic sull'icona 🛄 (MS) in [Modules Used for Analysis (Moduli utilizzati per l'analisi)].
- 2 Selezionare [Check Auto Tuning Result (Controlla risultato della sintonizzazione automatica)].

L1 Column M	S				
<u>N</u> ame :	MS				
Detector Type :	MS				
<u>S</u> erial # :	02150550	0222AE	ROM Version :		1.14
Model :	Dual Stage	e TMP (TQ8050)	Manufactured Y	ear-Month :	2017-11
<u>U</u> nit ID :					
Vise Use	CI <u>D</u> Gas	CID Gas (Ir	nitial value of tuning) :	200	kPa
Interface					
<u>-l</u> eat Port :	DET1	J	Max <u>T</u> emp. : 350	°C	
lon Source			- Reagent Gas		
Typ <u>e</u> :	El	•	Port <u>1</u> :	None	
Temperature :	200		Port2 :	None	*
Check Auto Tu	ning Result	١			
Vacuum Unit	nerg measure)			
Tu <u>t</u> bo Molecular Pu	ump1: 20	0	Pirani Gauge(Low	er Vacuum) :	Present
Tur <u>b</u> o Molecular Pu	ump2 : 20	0	lon Gauge(Higher	Vacuum) :	Present
Rotary Pump 2 :	No	one 🔻			
et Separator : (Present	None	Vacuum <u>U</u> ni	ts : Pa	•
Type: No	ne		Test Values of	f Syste <u>m</u> Cher	ck/Auto Tuning

3 Fare clic su [Test Values of System Check/Auto Tuning (Valori di collaudo di Verifica sistema/Sintonizzazione automatica)] e aprire la pagina della scheda [Auto Tuning (Sintonizzazione automatica)].

Impostare i criteri per giudicare i risultati della sintonizzazione automatica.

est Value						
System Check Auto Tuning						
FWHM: Tuning ↔ conditior	0.1	u within	Maximum Mass Shift:	÷	0.1	u within
Detector Gain :	2	kV and less	Relative Intensity Ratio for High m/z (502)		2	% and more
Vacuum Leak(Intensity Ratio of 69/28) :	2	and more				
Default						
		C	OK Cancel		Apply	Help

Nome	Spiegazione	Predefinito
FWHM	Specifica il limite massimo dello scostamento dell'FWHM dei picchi di spettro in corrispondenza di	0,1
	m/z 69, 219 e 502 dal valore impostato.	
Detector Gain (Guadagno del rivelatore)	Specifica il limite massimo della tensione del rivelatore impostato mediante sintonizzazione automatica.	2
	M NOTA	
	Sebbene la tensione del rivelatore sullo strumento reale sia un valore negativo, il software gestisce il parametro come un valore positivo.	
Vacuum Leak (Intensity Ratio of	Specifica il limite minimo del rapporto di intensità tra <i>m/z</i> 69 (PFTBA) e <i>m/z</i> 28 (azoto).	2
69/28) (Perdita di	M NOTA	
vuoto (rapporto di intensità di 69/28))	 Il valore di riferimento dei criteri varia in base all'unità di pretrattamento. Impostare i criteri in base all'unità di pretrattamento seguendo i valori seguenti. Pyrolyzer, OPTIC-4: rapporto di intensità 1 Altre unità di pretrattamento: rapporto di intensità 2 Quando si utilizza il sistema avanzato di tecnologia del flusso (come il sistema di divisione del rivelatore o il backflush), l'intensità per <i>m</i>/z 28 può essere più grande di quando si utilizza il sistema standard. Pertanto, non è consigliabile selezionare [[Vacuum Leak (Intensity Ratio of 69/28)] ([Perdita di vuoto (Rapporto di intensità di 69/28)]) per il controllo. 	
Spostamento di massa massimo	Specifica il limite massimo dello spostamento dell'asse di massa.	0,1
Relative Intensity Ratio for High <i>m</i> /z (502) (Rapporto di intensità relativa per <i>m</i> /z elevata	Specifica il limite inferiore dell'intensità relativa per <i>m</i> /z 69 nella gamma di massa elevata (<i>m</i> /z 502).	2

4 Fare clic su [OK] per chiudere la finestra secondaria [System Configuration (Configurazione del sistema)]. Consultare "2.7.2 Esecuzione della sintonizzazione automatica" per eseguire la sintonizzazione automatica.

2.5 Avvio del sistema di vuoto

Aprire la valvola della bombola del gas vettore per alimentare il gas vettore.

Se il gas vettore viene controllato da apparecchiature accessorie/periferiche, utilizzare tale apparecchiatura per alimentare il gas vettore prima di avviare il sistema di vuoto.



Fare clic sull'icona [Vacuum Control (Controllo del vuoto)] sulla barra di supporto [Real Time (Tempo reale)].

Si apre la finestra [Vacuum Control (Controllo del vuoto)].





Fare clic su [Option (Opzione)].

Si apre la finestra secondaria [Option (Opzione)].

Vacuum Control	
Auto Startup Auto Shutdown	
Not Ready	
	Cancel
After Starting up Vacuum	
Vacuum Leak Check	Advanced >>
Stabilization Waiting	
	Cancel



Impostare ogni elemento.

Option	
Vacuum Restart Mode	
Vacuum Leak Check	
Vacuum Leak (Intensity Ratio	of 28/18): 2 and less
V Stabilization Waiting	
Wait Time: 2 h	0 min
OK	Cancel Help

Nome	Spiegazione
Vacuum Restart Mode (Modalità di riavvio del vuoto)	Specifica se avviare automaticamente il sistema del vuoto quando la distribuzione dell'alimentazione viene ripristinata dopo uno spegnimento temporaneo del sistema causato da un'interruzione dell'alimentazione, ecc. Si noti, tuttavia, che il sistema del vuoto non si avvierà indipendentemente dall'impostazione, se il sistema del vuoto si è già arrestato prima dello spegnimento dello strumento a causa di una mancanza di corrente.
Vacuum Leak Check (*1) (Controllo delle perdite di vuoto (*1))	 Consente di verificare la perdita di vuoto confrontando le intensità di azoto (<i>m/z</i> 28) e acqua (<i>m/z</i> 18), al termine dell'avvio automatico del sistema del vuoto. Il valore indicativo per il rapporto di intensità varia a seconda dell'apparecchiatura accessoria/periferica. Impostare il valore utilizzando la seguente linea guida. AOC-20, AOC-5000/6000: Rapporto di intensità di 2 Altra apparecchiatura accessoria/periferica: Rapporto di intensità di 5
	ΝΟΤΑ
	Quando si utilizza il sistema avanzato di tecnologia del flusso (come il sistema di divisione del rivelatore o il backflush), l'intensità per m/z 28 può essere maggiore rispetto a quando si utilizza il sistema standard. Pertanto, non è consigliabile utilizzare questa funzione per il controllo delle perdite.
Stabilization Waiting (Tempo di attesa per la stabilizzazione)	La sintonizzazione automatica viene di solito eseguita per stabilizzare il grado di vuoto dell'MS per circa due ore per l'analisi qualitativa e per circa quattro ore per l'analisi quantitativa dopo l'avvio del sistema del vuoto. Questa voce consente di impostare il tempo di attesa prima di raggiungere la stabilizzazione.

(*1) L'impostazione è disponibile solo quando la sorgente ionica è El e il gas vettore è He. In altri casi, consultare "2.6 Verifica manuale della perdita di vuoto" P.13 per verificare eventuali perdite di vuoto.



Fare clic su [OK].

La finestra [Option (Opzione)] si chiude.



Fare clic su [Auto Start (Avvio automatico)].

L'indicatore di avvio lampeggia, viene visualizzata la barra di avanzamento e viene avviata la sequenza di avvio del sistema del vuoto. I vari componenti si avviano in sequenza, come indicato nella barra di avanzamento e quando il sistema del vuoto è pronto per il funzionamento, viene visualizzato il messaggio "Vacuum Completed" (Vuoto completato).

Quando viene impostato il controllo delle perdite di vuoto o il tempo di attesa per la stabilizzazione, l'operazione viene eseguita automaticamente al completamento dell'avvio automatico del sistema di vuoto.





Controllare il risultato.



2

NOTA 14

Quando il risultato del controllo delle perdite del vuoto fallisce, è possibile che vi sia una perdita d'aria. Cerca la posizione della perdita, facendo riferimento al manuale di istruzioni.

Fare clic su [Close (Chiudi)] per chiudere la finestra [Vacuum Control (Controllo del vuoto)].

2.6 Controllo manuale delle perdite di vuoto

Quando viene eseguito un controllo automatico delle perdite di vuoto "2.5 Avvio del sistema per vuoto" la seguente operazione non è necessaria.



Attendere 10 minuti dopo l'avvio del sistema di vuoto.



Fare clic sull'icona [Tuning (Sintonizzazione)] sulla barra di supporto [Real Time].

Si apre la finestra [Tuning (Sintonizzazione)].





Fare clic sull'icona [Peak Monitor View (Vista monitoraggio dei picchi)] nella barra di supporto [Tuning (Sintonizzazione)].

Si apre la finestra [Peak Monitor (Monitoraggio dei picchi)].





- 1 Fare clic sul pulsante freccia nell'impostazione [Monitor Group (Gruppo di monitoraggio)] e selezionare [Water, Air (Acqua, Aria)] dall'elenco.
- 2 Fare clic su (Filament ON/OFF) per accendere (ON) il filamento. I picchi verranno visualizzati nelle tre finestre.
- 3 Modificare gradualmente la tensione del rivelatore facendo clic sui pulsanti freccia su o giù in modo che l'altezza del picco

per m/z 18 (acqua) corrisponda alla metà dell'altezza della finestra dello schermo.

4 Confrontare le altezze del picco per m/z 18 (acqua) e m/z 28 (azoto).

Verificare che l'altezza del picco per m/z 28 (azoto) non sia più del doppio di quella per m/z 18 (acqua).

M NOTA

Se l'altezza di picco per *m*/*z* 28 (azoto) è più del doppio di quello per *m*/*z* 18 (acqua), è possibile che vi sia una perdita d'aria. Cercare la posizione della perdita. Fare riferimento alla Guida dell'utente del sistema per i dettagli su come verificare la presenza di perdite di vuoto.

5 Fare clic su (Filament ON/OFF) per spegnere (OFF) il filamento.



Fare clic sul pulsante X nell'angolo in alto a destra per chiudere la finestra [Tuning (Sintonizzazione)].

Viene visualizzato il messaggio [Save current tuning file? (Salva il file di sintonizzazione corrente?)]. Fare clic su [No].



GCMS R	eal Time Analysis		
2	[0311] Save current Tur	ning File?	
\checkmark	C:\GCMSsolution\System	m\Tune1_defau	lt.qgt
(<u>Y</u> e	s No	Cancel	Help

Fare clic sull'icona [Top (Superiore)] sulla barra di supporto.

2.7 Autotuning (Sintonizzazione automatica)

Attendere circa 2 ore (prima di iniziare l'analisi qualitativa) o 4 ore (prima di avviare l'analisi quantitativa) dopo aver avviato il sistema del vuoto e quindi eseguire la sintonizzazione automatica utilizzando le procedure descritte di seguito.

Eseguire la sintonizzazione automatica periodicamente, anche con il sistema di vuoto in funzione.



Creare nuovamente le curve di calibrazione dopo aver eseguito la sintonizzazione automatica.

2.7.1 Impostazione delle condizioni di analisi

Se non sono state create condizioni di analisi, iniziare da "2.7.2 Esecuzione della sintonizzazione automatica" P.16.

Se è già stato creato un file del metodo, i parametri possono essere specificati nello strumento secondo la seguente procedura.



Tuttavia, i parametri per un'apparecchiatura accessoria/periferica, ad eccezione dell'autoiniettore/del campionatore automatico AOC-20, non possono essere specificati utilizzando la seguente procedura. Quando si utilizza un'apparecchiatura accessoria/periferica, impostare i parametri sull'apparecchiatura stessa o utilizzare il software specifico per tale apparecchiatura/dispositivo.



Fare clic sull'icona [Data Acquisition (Acquisizione dati)] nella barra di supporto [Real Time (Tempo reale)].

Si apre la finestra [Acquisition (Acquisizione)].



٦.		
	4	

Fare clic su 🚰 (Open (Apri)) sulla barra degli strumenti.

Si apre la finestra secondaria [Open Method File (Apri file del metodo)].





Selezionare il file del metodo da caricare, quindi fare clic su [Open (Apri)].

Il file del metodo è caricato.

🙀 Open Method	File			
Look in:	📗 Training	•	G 🤌 📂 🛄 -	
(Piz)	Name	*	Date modified	Туре
2	Herbicide	_Scan_example.qgm	12/02/2014 7:16 PM	GC/MS M
Recent Places	Herbicide	_SIM_example.qgm	12/02/2014 2:15 PM	GC/MS M
Desktop				
Libraries				
Computer				
(h)				
Network	•			۱.
Network	File name:	Herbicide_Scan_example.qgm	· (Open
	Files of type:	GCMS Method File (*.qgm)	- 1	Cancel



NOTA

Se il messaggio "The hardware configuration for this method is different from the current instrument configuration. The measurement condition in the method file is modified according to the current instrument

configuration" (La configurazione hardware per questo metodo è diversa dalla configurazione corrente dello strumento. Le condizioni di misurazione nel file del metodo vengono modificate in base allo strumento

corrente), fare clic su [OK] e fare clic su 📕 (Save (Salva)) sulla barra degli strumenti.

Selezionare [Download Initial Parameters (Scarica parametri iniziali)] nel menu [Acquisition (Acquisizione)].

I parametri impostati vengono trasferiti allo strumento. Quando i valori dei parametri diventano uguali alle impostazioni, [GC: Ready (GC: Pronto)] e [MS: Ready (MS: Pronto)] sono visualizzati.

lmin)	- Method	- [Acq	uisiti	on - PAH	_Sc			<u> </u>
ment	Acquisition	Data	Tools	Window	Hel	GC Rea	dy	
ਜ ਨ	Plot			1	q	MS Read	dy	
<u> </u>	Sample L	ogin		1		Flow —		
letho	Download	d		ar	ne:	100	15	
	Start):		Press	TotalF.	
eration	Extend			cri	iptioi	Split(Valv	e:Open)	
	Stop			er	níx1			
	Downloar	d Initial	Parame	ters	<u></u>			

2.7.2 Esecuzione della sintonizzazione automatica



Fare clic sull'icona [Tuning (Sintonizzazione)] sulla barra di supporto [Real Time]. Si apre la finestra [Tuning (Sintonizzazione)].





Fare clic sull'icona [Peak Monitor View (Vista monitoraggio dei picchi)] nella barra di supporto [Tuning (Sintonizzazione)].

Si apre la finestra [Peak Monitor (Monitoraggio dei picchi)].





Selezionare [New Tuning File (Nuovo file di ottimizzazione)] nel menu [File].

Si apre la finestra secondaria [Select Tuning Mode (Selezionare modalità di sintonizzazione)].





Selezionare la modalità di sintonizzazione appropriata per l'applicazione



Quando si utilizza una serie TQ, il modello QP2010 Ultra, QP2010 SE o QP2020 e la creazione di un nuovo file di ottimizzazione, scegliere la modalità di ottimizzazione appropriata per il livello di concentrazione dei composti target da misurare. Poiché il file di ottimizzazione viene creato con una corrente di emissione corrispondente alla modalità selezionata, ciò consente di misurare campioni con un intervallo dinamico appropriato.

- TQ series, QP2010 Ultra o QP2020: Alta concentrazione (20 μA), standard (60 μA, predefinita) o alta sensibilità (150 μA)
- QP2010 SE: Alta concentrazione

Alta concentrazione	(20	μA) o	standard	(60	μA,	predefinita	1)
---------------------	-----	-------	----------	-----	-----	-------------	----

Select Tuning	Mode		1
<u>I</u> uning Mode:	C High Conc.		
		<u>o</u> k	Help

Eseguire la sintonizzazione automatica anche con CID Gas OFF



Quando si utilizza un modello serie TQ, è possibile scegliere un metodo di ottimizzazione in base alla modalità di misurazione.



ining Information	
Target Condition	
Perform Auto Tuning Even with CID Gas OFF	Ì
Adjust <u>Besolution</u>	
Relative Value from Initial <u>F</u> WHM 0	•



Configura- zione di sistema	Condizioni di sintonia	Ма	odalità acqui	sizione	Tempo
Utilizzare gas CID	Eseguire la sintonizzazione automatica anche con CID Gas OFF	Q3 Scan	Q3 SIM	MRM	
		Possibile	Possibile	Impossibile	5 minuti circa
		Possibile *1	Possibile *1	Possibile	7 minuti circa
	V	Possibile	Possibile	Possibile	7 minuti circa (Tempo consigliato)

Tabella: Tempo stimato necessario per la sintonizzazione automatica

*1 : Analisi ad alta sensibilità

Per i modelli della serie GCMS-QP, la sintonizzazione automatica richiede circa 3 minuti.



Seleziona il filamento da utilizzare.

Detector	1.0	00	÷	kV
	A	dva	nce	d
Filament	•	#1	0	#2
Low Vacuum	5.	6e+I	000	Pa
High Vacuum	1	.6e-I	004	Pa



Fare clic sull'icona [Start Auto Tuning (Avvia sintonizzazione automatica)] sulla barra di supporto [Tuning (Sintonizzazione)].





Immettere un nome file e fare clic su [Save (Salva)].

Viene avviata la sintonizzazione automatica. Al termine della sintonizzazione automatica, viene stampato un rapporto.

🙀 Save Tuning Fi	ile As			X
Save in:	鷆 Tune1		• 🧿 🦸 📂 🛄 •	
ea	Name	A.	Date modified	Туре
Recent Places	Default.q	gt	18/02/2014 10:06	GC/MS Tι
Libraries				
Computer				
	1			
Network	File name:	20131128.oct	•	Save
Ľ	Save as type:	GCMS Tuning File (*.qgt)	•	Cancel



Fai clic su 📕 (Salva) sulla barra degli strumenti.

M NOTA TQ

Se [Esegui sintonizzazione automatica anche con CID Gas OFF] non è selezionato, selezionare [ON] nell'elenco a discesa [CID Gas] per visualizzare i risultati della sintonizzazione.

Ion Source: El	
CID Gas	ON -
Acquisition Mode	ON OFF
Peak Profile Spectrum	

2.7.3 Verifica dei risultati della sintonizzazione automatica



PHint

Quando i risultati di virata non sono impostati per essere giudicati nella configurazione del sistema, controllare i risultati di auto-tuning utilizzando la procedura seguente.

- 1 Verificare che i valori FWHM (larghezza intera a metà massimo) siano compresi nell'intervallo da 0,5 a 0,7.
- 2 Verificare che la tensione del rivelatore non superi i 2 kV.
- 3 Verificare che il rapporto di intensità relativa per *m*/z 502 è almeno del 2% (per QP2010S e SE: 1%).
- 4 Verificare che l'intensità di picco per m/z 69 è almeno il doppio di quello per m/z 28.

ΝΟΤΑ

Se vengono rilevate eventuali irregolarità sopra, le possibili cause potrebbero includere una perdita di vuoto, connessioni scadenti della colonna o fonte di ioni contaminata.

Consultare "Appendice K Manutenzione" P.108 per implementare misure correttive.

Flusso di analisi di routine

Questo capitolo descrive una serie di operazioni di analisi di routine che utilizzano i file dei metodi e i file di lotto esistenti.

3.1 Prepararsi all'analisi

TQ QP

Quando la modalità ecologica è impostata nel programma [GCMS Real Time Analysis (Analisi GCMS in tempo reale)], fare clic su [Cancel (Annulla)].

Ecology Mode	
eco	
D D D D D	
Cancel Help	

Ispezione dei materiali di consumo e delle parti soggette a manutenzione.

Quando un articolo dei materiali di consumo ha superato il punto di sostituzione consigliato o quando la colonna richiede manutenzione, eseguire la manutenzione facendo riferimento a *"Appendice K Manutenzione" P.108*.





Eseguire la sintonizzazione automatica.

Eseguire la sintonizzazione automatica periodicamente (una volta ogni due settimane, ad esempio) anche con il sistema del vuoto in funzione, facendo riferimento a *"2.7.2 Esecuzione della sintonizzazione automatica" P.16.* Quando deve essere eseguita un'analisi quantitativa, creare nuovamente le curve di calibrazione dopo la sintonizzazione automatica.

Creazione di una nuova cartella.

[Create New Project (Folder)] (Creare nuovo progetto (Cartella)) può essere utilizzato per creare una nuova cartella allo stesso livello di directory attualmente aperto in Data Explorer (Esplora dati) e per copiare i file di destinazione

oopiaro i i		Create New Porject (Folder)	×
Data Explorer - Batch Project in :		Project <u>N</u> ame: 20131128	
File Name D. V20131127 File Name Qual Quan	Modified Date 2/7/2014 11:29 PM 3/4/2014 7:18 PM	Copy checked files in the current project to the new project Method Files Batch Files Report Format Files	
		OK Cancel	

3.2 Modifica di un file di lotto

Per le analisi di routine, potrebbe essere più conveniente caricare un file di lotto in uscita e modificarlo parzialmente. La seguente procedura descrive come modificare collettivamente le informazioni nelle righe specificate.

Fare clic sull'icona [Batch Processing (Processazione del lotto)] sulla barra di supporto [Real Time (Tempo reale)].

Si apre la finestra [Batch Table (Tabella di lotti)].





Fare clic sull'icona [Batch Processing (Processazione del lotto)] sulla barra di supporto [Real Time (Tempo reale)].

Si apre la finestra [Batch Table (Tabella di lotti)].



(Esempio di una tabella dei lotti per analisi qualitativa)

Folder: D:	:\20131127						
	Vial#	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File
1	1	Methylene Chloride		0:Unknown		Herbicide_Scan.ggm	Methylene Chloride
2	2	Sample1	UNK-0001	0:Unknown		Herbicide_Scan.ggm	Sample
3	3	Sample2	UNK-0002	0:Unknown		Herbicide_Scan.ggm	Sample

(Esempio di una tabella dei lotti per analisi quantitativa)

Folder: D	:\2013112	.7					
	Vial#	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File
1	1	Methylene Chloride		0:Unknown	ΠQT	Herbicide_SIM.ggm	Methylene Chlo
2	2	STD 5ppb	STD-0001	1:Standard:(I)	IT QT	Herbicide_SIM.ggm	STD 8
3	3	STD 10ppb	STD-0002	1:Standard	IT QT	Herbicide_SIM.ggm	STD 10
4	4	STD 50ppb	STD-0003	1:Standard	ΠQT	Herbicide_SIM.ggm	STD 50
5	5	STD 100ppb	STD-0004	1:Standard	ΠQT	Herbicide_SIM.ggm	STD 100
6	6	Sample1	UNK-0001	0:Unknown	ΠQT	Herbicide_SIM.ggm	Sam
7	7	Sample2	UNK-0002	0:Unknown	ΠQT	Herbicide_SIM.ggm	Sam



Aggiungere o eliminare le righe in base al numero di campioni analizzati.

1 Fare clic sul numero di riga da modificare per evidenziare l'intera riga.

Folder: D	:\2013112	?7					
	Vial#	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File
1	1	Methylene Chloride		0:Unknown	ΠΩΤ	Herbicide_SIM.ggm	Methylene Chloride
2	2	STD 5ppb	STD-0001	1:Standard:(I)	ΠΩΤ	Herbicide_SIM.ggm	STD 5ppb
3	3	STD 10ppb	STD-0002	1:Standard	ΠΩΤ	Herbicide_SIM.ggm	STD 10ppb
4	4	STD 50ppb	STD-0003	1:Standard	ΠQT	Herbicide_SIM.ggm	STD 50ppb
5	5	STD 100ppb	STD-0004	1:Standard	ΠQT	Herbicide_SIM.ggm	STD 100ppb
6	6	Sample1	UNK-0001	0:Unknown	IT QT	Herbicide_SIM.ggm	Sample1
[7	5	Sample2	0NK-0002	U:Unknown	ារបា	Herbicide SIM.ggm	Sample2

2 Fare clic con il tasto destro del mouse sulla riga selezionata e selezionare il comando di modifica appropriato dal menu visualizzato.

Copy Row Add Row Insert Row Paste Row Delete Row

Menu Spiegazione			
Copy Row	Copia la riga selezionata.		
Add Row	Aggiunge una riga alla fine.		
Insert Row	Inserisce una nuova riga sopra la riga selezionata.		
Paste Row	Incolla la riga copiata.		
Delete Row	Elimina la riga selezionata.		



Trascinare il mouse dalla riga del campione sconosciuto alla riga specificata con i numeri di serie.

Folder: D	.\2013112	./					
	Vial#	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File
1	1	Methylene Chloride		0:Unknown	ΠΩΤ	Herbicide_SIM.ggm	Methylene Chloride
2	2	STD 5ppb	STD-0001	1:Standard:(I)	ΠΩΤ	Herbicide_SIM.ggm	STD 5ppb
3	3	STD 10ppb	STD-0002	1:Standard	ΠΩΤ	Herbicide_SIM.ggm	STD 10ppb
4	4	STD 50ppb	STD-0003	1:Standard	ΠΩΤ	Herbicide_SIM.ggm	STD 50ppb
5	5	STD 100ppb	STD-0004	1:Standard	ΠΩΤ	Herbicide_SIM.ggm	STD 100ppb
Ռ	Б	Sample	UNK-UUU	U:Unknown	ារបា	Herbicide_SIM.ggm	Sample1
7	7	Sample2	UNK-0002	0:Unknown	IT QT	Herbicide_SIM.ggm	Sample2
8	1			0:Unknown	IT QT		
9	1			0:Unknown	IT QT		
10	1			0:Unknown	ПОТ		

1		
		5
	U	

Selezionare [Fill Down (Ricopia in basso)] nel menu [Edit (Modifica)].

Viene copiato l'intero contenuto della prima riga.





Selezionare [Fill series (Ricopia serie)] nel menu [Edit (Modifica)].

I parametri modificati verranno aggiunti con i numeri di serie. Modificare il nome del campione, ecc. se necessario.

GCMS	Real Time Analysis (Admin) - [Batch Table -
🖉 File	Tata Man Tantana Datah Tasla
	Fill Series
	Fill Down

PHIN

Per modificare collettivamente le righe specificate senza modificarne altre, fare clic con il tasto destro sulla cella nella prima riga e fare clic su [Fill Down] o [Fill Series].

Folder: D	:\2013112	27					
	Vial#	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File
1	1	Methylene Chloride		0:Unknown	IT QT	Herbicide_SIM.ggm	Methylene Chloride
2	2	STD 5ppb	STD-0001	1:Standard:(I)	IT QT	Herbicide_SIM.ggm	STD 5ppb
3	3	STD 10ppb	STD-0002	1:Standard	IT QT	Herbicide_SIM.ggm	STD 10ppb
4	4	STD 50ppb	STD-0003	1:Standard	IT QT	Herbicide_SIM.ggm	STD 50ppb
5	5	STD 100ppb				Herbicide_SIM.ggm	STD 100ppb
6	6	Sample 1	Fill Series			Herbicide_SIM.ggm	Sample 1
7	7	Sample2	Fill Down			Herbicide_SIM.ggm	Sample2
8	1						
9	1	_	Cut	(Ttrl+ X		
10	1		Cut				
			Copy	(Ctrl+C		

Selezionare [Save Batch File As (Salva file di lotto con nome)] nel menu [File].

Aprire la cartella in cui è stato salvato il file del metodo, immettere un nome e salvare il file.





Impostare il solvente di risciacquo della siringa e i campioni nel campionatore automatico.

10

Fare clic sull'icona [Start (Avvio)] sulla barra di supporto [Batch (Lotto)].

L'analisi ha inizio. Quando viene visualizzato il messaggio "Do you want to go into the ecology mode after batch processing ends?" (Passare alla modalità ecologica al termine dell'elaborazione del lotto?) viene visualizzato il messaggio, fare clic su [Yes (Sì)].





- Per interrompere l'elaborazione del lotto, fare clic sull'icona (Stop) sulla barra di supporto [Batch (Lotto)].
- Per eseguire solo le righe specificate, selezionare le righe facendo clic o trascinando il mouse, quindi avviare l'analisi.

Select Batch Execution Range	×
Execution Range	Start
C All Rows	Cancel
• Selected Row(s) 3-6,9-10	Help

 Per dettagli su come creare automaticamente i nomi dei file di dati o su come modificare le impostazioni per l'acquisizione continua dei dati durante la misurazione, fare riferimento a "Appendice D File di lotto" P.78.

3.3 Analisi DANA

^ Riferimento

Fare riferimento a *"4.5 Analisi dei dati" P.37* quando si esegue un'analisi qualitativa. Fare riferimento a *"5.3 Analisi dei dati" P.58* quando si esegue un'analisi quantitativa.
Fare riferimento a *"Appendice L Browser quantitativo" P.114* durante la quantificazione di più campioni.



4.1 Selezionare una cartella





Fare clic sull'icona (Data Explorer (Esplora dati) sulla barra degli strumenti per visualizzare Esplora dati.

🙀 GCMS Real Ti	me Analysis (Ad	lmin) - Batch - [Acquisit
الله File Edit	View Method	Instrument Acquisit
🗅 📂 🔚	a 🕻 🖉	ala 🗉 🖾
X	Data Explorer - E	Batch 🗵
Real Time	Project in :	
145	C:\GCMSsoluti	on\Sample 🔹
Data	File Name	Modified Date
Acquisition		



Fare clic suImage: (Project (Folder) Selection [Selezione (cartella) progetto]).Si apre la finestra [Project (Folder) Selection (Selezione (cartella) progetto)].





Fare clic sulla cartella da utilizzare.

Look in : C:\GCMSsolution\Sample\Training		Close
Sample itizi QP2010 Plus QP2010 Plus QP2010 Ultra QP2010 Ultra QP2010 Ultra QP2010S QP2010 Ser QP2010S SampleData(QP2010series) SampleData(TQseries) QP2010 Training Markets	E	New Folder.



Creare una cartella

Fare clic sul disco rigido o sulla cartella desiderati, quindi fare clic su [New Folder (Nuova cartella)].Si apre la finestra [Create New Folder (Crea nuova cartella)].

Project(Fold	der) Selection	— ×	3
Look in :	C:\2013	Close	
	E	New Folder	
		Help	
	GCMSsolution		
	GCsolution		

2 Digitare un nome per la cartella e fare clic su [OK].

Viene creata una cartella nell'unità o nella cartella selezionata al passaggio 1 e viene restituita la finestra [Progetto (Selezione cartella)].

Create New Folder				
Create New Folder under the				
C:\2013				
Please input new folder name				
20131129				
OK Cancel Help				

4.2 Creazione di un file di metodo

Impostare i parametri dello strumento (ad es. Campionatore automatico, GC, MS) e i parametri di ricerca per similarità utilizzando la procedura descritta di seguito.



Fare clic sull'icona [Data Acquisition (Acquisizione dati)] nella barra di supporto [Real Time (Tempo reale)].

Si apre la finestra [Acquisition (Acquisizione)].





Selezionare [New Method File (Nuovo file di metodo)] nel menu [File].

GCN 🖁	IS Rea	al Tim	e Analy	sis (Admin) - [Ac
Juli, File	File Edit View Method Instrument				Acquis
	lew Me	thod Fi	le		
	lose M	ethod F	-ile	Curro	Ē
🚽 s	ave Me	ethod F	ile		

4.2.1 Impostazione dei parametri del campionatore automatico

Fare clic sulla scheda [Sampler (Campionatore)] e specificare il numero di risciacqui appropriati per il campione.

Sampler 🔂 GC 🚭 MS AOC-20i				
# of <u>B</u> inses with Solvent (Pre-run) : # of Binses with Solvent (<u>Post-run</u>) : # of Rinses with <u>S</u> ample :	1 3 1	-		
Plunger Speed(Suction) : Viscosity Comp. Time :	High 0.2	C Middle sec	C Low	
Plunger Speed(Injection) : Syringe Insertion Speed :	HighHigh	C Middle C Low	C Low	
Injection Mode :	0: Normal			S <u>e</u> t
Advanced				

4.2.2 Impostazione dei parametri GC



- 1 Immettere una temperatura iniziale per il forno a colonna (da 40 a 100 °C).
- 2 Immettere una temperatura di iniezione in base al punto di ebollizione del composto target (Da 200 a 300 °C).
- 3 Selezionare [Split (Dividi)] o [Splitless (Non suddiviso)].

🦻 ΝΟΤΑ

Selezione della modalità di iniezione

- Split (Dividi): Selezionare questa modalità se la concentrazione del composto target è elevata. Come linea guida approssimativa, selezionare questa modalità quando la concentrazione del composto target è maggiore di 10 ng/µl.
- Splitless (Non suddiviso): Selezionare questa modalità se la concentrazione del composto target è bassa. Come linea guida approssimativa, selezionare questa modalità quando la concentrazione del composto target è inferiore a 10 ng/µl.
- 4 Selezionare [Pressure (Pressione)] quando il metodo richiede una modalità di pressione costante, quindi selezionare [Linear Velocity (Velocità lineare)]

quando il metodo richiede una modalità di velocità lineare costante per il gas vettore. Quando non è disponibile alcun metodo di riferimento, selezionare [Linear Velocity (Velocità lineare)].

5 Quando non è disponibile alcun metodo di riferimento, consultare la tabella "Typical Pressure Settings for Carrier Gas" (Impostazioni tipiche della pressione per il gas vettore) per impostare un valore iniziale per la pressione. La velocità lineare verrà impostata

Colonna capill (diam. in	are a foro medio t. 0,25 mm)	Colonna capillar (diam. in	e a foro semi-largo t. 0,32 mm)
30 m 60 m		30 m	60 m
Da 75 a 150 kPa Da 100 a 250 kPa		Da 30 a 50 kPa	Da 50 a 100 kPa

automaticamente. Impostazioni di pressione tipiche per gas vettore

- 6 Se si seleziona "Split" (Dividi) come modalità di iniezione, immettere un rapporto di divisione. Se si seleziona "Splitless" (Non suddiviso), inserire "-1.0".
- 7 Impostare le condizioni appropriate per separare il composto target da altri picchi.

4.2.3 Impostazione dei parametri MS



1 Ingresso [Temp. interfaccia] (Da 200 a 300 °C).

2 Immettere [Start Time (Ora inizio)] e [End Time (Ora fine)] secondo la nota seguente.

NOTE

In assenza di informazioni sul tempo di eluizione del picco del solvente, impostare [Start Time (Ora inizio)] su zero minuti e impostare [End Time (Ora fine)] sul valore [GC Program Time (Ora programma di GC)]. Dopo un'analisi di un campione standard o del solvente e dopo aver ottenuto il profilo del picco del solvente, modificare [Start Time (Ora inizio)] in un momento successivo alla fine del picco del solvente (vedere la figura mostrata a pagina 24).

- 3 Fare clic su [Relative to the Tuning Result (Rispetto al risultato di sintonizzazione)]. Se l'intensità di picco è troppo bassa, modificare il valore nell'intervallo da +0,1 a +0,3., se necessario. L'aumento della tensione del rivelatore di 0,1 kV aumenta l'intensità di picco di 2-4 volte.
- 4 Immettere un valore inferiore di 0,5 minuti all'impostazione [Start Time (Ora inizio)]. (Se il valore risultante è inferiore a zero, immettere "0").

Correlazione tra i valori di Start Time (Ora inizio) e Solvent Elution Time (Ora di eluizione del solvente)



Tempo di eluizione del solvente (Filament ON [Filamento acceso])

- $5\,$ Selezionare [Scan (Scansione)] (Per i modelli della serie TQ, selezionare la modalità Scan Q3).
- 6 Immettere l'intervallo di massa da misurare, dove [Start m/z] è il limite di massa inferiore e [End m/z] è il limite di massa superiore. Il valore tipico di [Start m/z] è 35 e il valore tipico di [End m/z] è il peso molecolare più elevato dei composti target nel campione più un margine di errore (+15).

4.2.4 Impostazione dei parametri di ricerca per similarità

Selezionare [Qualitative Parameters (Parametri qualitativi)] nel menu [Method (Metodo)].

Si apre la finestra [Qualitative Parameters (Parametri qualitativi)].

🎇 GCMS Real Tim	e Analy	sis (Admin)) - [Acquis	ition -	Untit	led, U
🚛 File Edit View	Method	Instrument	Acquisition	Data	Tools	Windo
	😂 🖬 🎒 [Instrument Parameters					_ +
	Qualit	ative Paramet	ters			
Acquisition	Data 1	view Paramete	eters			



Fare clic sulla scheda [Similarity Search (Ricerca per similarità)] e impostare le

condizioni di ricerca.

_
/
~
3

🖉 Open					- X	
Look in:	🅌 library 💌			G 🌶 📂 🗔 •		
(Alex)	Name	^		Date modified	Туре	
Recent Places	NIST11			6/20/2011 4:39 PM 6/20/2011 4:19 PM	Library Fi Library Fi	
Desktop						
Libraries						
Computer						
Network	<			*		
	File name:	NIST11		-	Open	
	Files of type:	LibraryFile (*.LIB)		•	Cancel	

Aprire la libreria da utilizzare.
- 2 Per rimuovere una libreria dalla selezione, evidenziare il nome del file della libreria trascinando il mouse su di essa, quindi premere il tasto [Delete (Elimina)].
- 3 Selezionare [Do not include duplicate hits (Non includere risultati duplicati)].
- 4 Dopo aver completato le impostazioni, fare clic su [OK] per tornare alla finestra originale.

4.2.5 Salvataggio del file del metodo

Selezionare [Save Method File As (Salva file del metodo come)] nel menu [File]. GCMS Analysis Editor (Admin) - Method - [Acquisition of the second secon File Edit View Method Instrument Tools New Method File C Open Method File... Ctrl+O **Close Method File** ۵ Save Method File Save Method File As... Immettere un nome file e fare clic su [Save (Salva)]. Save Method File As Save in: 🚺 Training - 🗿 🏚 📂 🗔 Date modified Name Type 9 No items match your search. Recent Places Desktop Librari Compute a Save File na Herbicide Scan Save as t GCMS Method File (*.qgm) Cancel

4.3 Ripetizione della sintonizzazione automatica

Se la sintonizzazione automatica non è stata eseguita nelle condizioni di analisi, eseguire le procedure descritte di seguito "2.7 Sintonizzazione automatica" P.15.

4.4 Analisi sequenziale

Creare un file di lotto necessario per l'analisi qualitativa ed eseguire analisi sequenziali utilizzando le procedure descritte di seguito.

4.4.1 Creazione di un file di lotto



Fare clic sull'icona [Batch Processing (Processazione del lotto)] sulla barra di supporto [Real Time (Tempo reale)].

Si apre la finestra [Batch Table (Tabella di lotti)].





Selezionare [New Batch File (Nuovo file di lotto)] nel menu [File].

🌃 GCMS Real Time Analysis (Admin) - [Batcl									
些	File	Edit	View	Instrument	Batch	Tools	Win		
Г	New Batch File								
	0	реп в	accin mile	Ca	ITU				
	Close Batch File								



Fare clic sull'icona [Wizard (Procedura guidata)] sulla barra di supporto [Batch (Lotto)].

Si apre la finestra [Batch Table Wizard (Procedura guidata tabella di lotti)].



Con l'opzione Procedura guidata tabella di lotti, effettuare le impostazioni appropriate e

creare una tabella di lotti.

Batch Table Wizard				×
	Batch Table	C Append		_
	Batch Type	C Line2	C Line1&Line2	
	Sample Type	& Unknown		
	 Standard Standard Unknown 	Only Only		
	Method	can ggm		
	Data Processing			_
	Quantitati	ve	Qualitative	
	< Back	Next >		

- 1 Fare clic su [Unknown Only (Solo non noti)].
- 2 Fare clic su 🖻 e specificare il file del metodo da utilizzare.
- 3 Deselezionare entrambi gli elementi [Data Processing (Elaborazione dei dati)].
- 4 Fare clic su [Next (Avanti)].

Batch Table Wizard - Line1 Unknown Sample (1)	5
Injection Volume: 1 Sample Name:	uL6
Unknown Sample	
CNK-0001 VAto-increment	
< Back	ext > 7

- 5 Immettere [Vial # (N. flaconcino)] e [Sample Count (Conteggio campione)].
- 6 Immettere [Injection Volume (Volume di iniezione)].
- 7 Fare clic su [Next (Avanti)].

Batch Table Wizard - Line1 Unknow	n Sample (2)	
Data Construction	Create Filenames Automatically	8
	< Back Finish	9

8 Inserire [Data File Name (Nome file di dati)].

Se il nome del file termina con un numero, i file vengono denominati in sequenza.

Fare clic su [Finish (Fine)]. Viene visualizzata la tabella di lotti. Modificare la tabella di lotti come richiesto.

older: C:\GCMSsolution\Sample\Training									
Vial	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File	Level#	Inj. Volume	
1 1	Unknown Sample	UNK-0001	0:Unknown		Herbicide_Scan.qgm	Sample1.qgd	1	1	



9

Si consiglia di misurare il bianco (solvente, ecc.) prima di iniziare l'analisi.

- 1. Inserire una riga sopra la prima riga.
- 2. Copiare una riga per il campione non noto e incollarla nella prima riga.
- 3. Modificare i campi Vial # (Numero del flaconcino), Sample Name (Nome del campione) e Data File (Nome del file dei dati).

I	Folder: C:	older: C:\GCMSsolution\Sample\Training									
		Vial#	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File			
	1	10	Methylene Chloride	UNK-0001	0:Unknown		Herbicide_Scan.qgm	Methylene Chloride.qgd			
	2	1	Unknown Sample	UNK-0001	0:Unknown		Herbicide_Scan.qgm	Sample1.qgd			

4.4.2 Salvataggio di file di lotto

Selezionare [Save Batch File As (Salva file di lotto con nome)] nel menu [File].





2

Aprire la cartella in cui è stato salvato il file del metodo, immettere un nome e salvare il file.

Save Batch File	e As				×
Save in:	20131127		•	G 🤌 📂 🛄 -	
(Per	Name	^		Date modified	Туре
Recent Places	∰Qual ∰Quan			2/10/2014 2:18 AM 3/4/2014 7:15 PM	GC/MS Ba GC/MS Ba
Libraries					
Computer					
Network		W,			•
	File name:	20131128_1			Save
	Save as type:	GCMS Batch File (*.qgb)		↓	Cancel

4.4.3 Esecuzione dell'analisi sequenziale

Impostare il solvente di risciacquo della siringa e i campioni nel campionatore

automatico.

Fare clic sull'icona [Start (Avvio)] sulla barra di supporto [Batch (Lotto)]. L'analisi ha inizio.



4.5 Analisi dei dati

Utilizzare la procedura descritta di seguito per eseguire l'elaborazione di dati qualitativi di base per i dati misurati in modalità Scansione, ad esempio per visualizzare spettri di massa, eseguire sottrazioni di fondo ed eseguire ricerche di somiglianza.

^ Riferimento

Per analizzare qualitativamente più componenti, vedere "Appendice F Integrazione di picco per la corrente ionica totale Cromatogramma (TIC) "P.89.





Fare doppio clic sull'icona (GCMS Postrun Analysis).

Viene avviato il programma [GCMS Postrun Analysis].



Fare clic sull'icona [Qualitativo] sulla barra di supporto [Postrun].



4.5.1 Caricamento dei file di dati



Fare doppio clic sul file di dati da analizzare.

Si apre il file di dati. Se la cartella richiesta non viene trovata, consultare "4.1 Selezione di una cartella" P.26.

Data Explorer - Data	X					
Project in :						
C:\GCMSsolution\Sample\Training -						
File Name	Modified					
🔤 Sample1	1/29/201					
iscan_siv	2/12/201					

4.5.2 Visualizza degli spettri di massa



1 Specificare un intervallo nella finestra TIC trascinando il mouse in modo che sia la cima del picco che la linea di base siano evidenziate.

Trascina il mouse in modo da visualizzare sia la cima che la linea di base. Per annullare lo zoom, fai clic con il pulsante destro del mouse nella finestra MC e seleziona [Annulla zoom] dal menu a comparsa.

- 2 Spostare il puntatore del mouse nella parte superiore del picco e fare doppio clic.
- 3 Clic 📠 (Sottrazione dello spettro) sulla barra degli strumenti.
- 4 Fare doppio clic sulla posizione di elaborazione in background.



Con i seguenti tipi di picchi, elaborare le parti indicate dalle frecce come sfondo.

Esempio 1) Esempio 2) Esempio 3)

Lo spettro di sfondo può essere sottratto da una delle posizioni.

Se un picco rosso appare su uno spettro di massa, indica che il picco è saturo. Questo spettro ha un modello diverso (rapporto di intensità) dallo spettro di massa per i composti target. In tal caso,

fai clic sui pulsanti freccia sinistra e destra Scan e per selezionare uno spettro di massa che non mostra picchi rossi.

4.5.3 Ricerca per similarità

Fare clic sull'icona [Similarity Search (Ricerca per similarità)] sulla barra di supporto [Qualitative (Analisi qualitativa)].

Si apre la finestra [Similarity Search Results (Risultati ricerca per similarità)].



2

Il doppio clic destro sugli spettri di massa esegue anche una ricerca per similarità.

Controllare i risultati della ricerca per similarità.

Eventuali picchi sovrapposti possono causare la visualizzazione di indici di similarità inferiori ai rispettivi valori effettivi. Per confermare la purezza dei picchi, consultare *"Appendice H Visualizzazione dei cromatogrammi di massa (MC)" P.96.*



1 Utilizzare per alternare gli spettri di massa per i composti trovati.



- 2 Selezionare la casella di controllo per il composto pertinente per inserire un nome del composto nella tabella degli spettri.
- 3 Dopo aver verificato gli spettri di massa, fare clic su Process Table [Registrare la tabella del processo di analisi da spettro target a spettro]). Lo spettro di massa è registrato.

- D-

Registrando lo spettro di massa target nella tabella del processo di analisi spettrale, è possibile ricontrollare i risultati della ricerca per similarità o riprodurli nel rapporto.

4 Chiudere la finestra [Similarity Search Results (Risultati ricerca per similarità)].

4.5.4 Modifica della tabella del processo di analisi spettrale



Fare clic sull'icona [Qualitative Table (Tabella dell'analisi qualitativa)] sulla barra di supporto [Qualitative Table (Tabella dell'analisi qualitativa)].

Si apre la finestra [Qualitative Table (Tabella dell'analisi qualitativa)].





Fai clic su (Maximize (Ingrandisci)).

Fare doppio clic su [Done (Fine)] nella prima riga della tabella dei processi di analisi spettrale.

💷 Qu	alitative Table									-	×
Print	Edit View Sim	nilarity Search									-
	S	Spectrum			Background						_
	Ret.Time	Start Tm	End Tm	Ret.Time	StartRT	EndRT	Carmh	Report	Event	Name	1 11
1	5.480	-		5.545		24	Done	V	1	Hexachlorocyclopentadiene	
2	6.495			6.540			-	V	1	Acenaphthene-d10	
3	8.290	() 		8.325			Done	V	1	Simazine	
4	8.365		(777)	8.395			Done	1	1	Atrazine	=
5	8.730		1.000	8.760			Done	1	1	Anthracene-D10-	
6	9.690		277	9.725			Done	1	1	Alachlor	
7	10.300	6222	8222	10.335		024	Done	1	1	Metolachlor	
8	11.470	1000	1000	11.520		1.444	Done	V	1	Butachlor	
											- 28
											-
4 1	Spectrum Proce	ess /			•				m		•

Si apre la finestra [Similarity Search Results (Risultati ricerca per similarità)].



PHI

Per ordinare la tabella dei processi di analisi spettrale in ordine cronologico, fare clic su [Sort Table (Ordina tabella)] nel menu [Edit (Modifica)].

Print	Edit View Similarity Search	
	Edit Compound Name	Background
		StartRT
<u>1</u>	Select All	
	Сору	
	Delete Rows	
	Delete Current Table	
	Delete All Peak Tables	
k	Delete Part Fear Fabres	
	Register to Spectrum Process Table	
	Register to Library	
	Sort Table	



Al termine del controllo, chiudere la finestra [Similarity Search Results (Risultati ricerca

per similarità)].

PHint

 Per modificare un nome composto, selezionare la riga desiderata e fare clic su [Edit Compound Name (Modifica nome composto)] nel menu [Edit (Modifica)]. Immettere il nome composto nella finestra [Edit Compound Name (Modifica nome composto)] visualizzata e fare clic su [OK].

Edit	View Similarity Search			_				
	Edit Compound Name	Background						
1		StartRT	EndRT	Search	Report	Event	Name	
0	Select All			Done	V	1	Hexachlorocyclopentadiene	
	Conv		(110)	Done		1	Acenaphthene-d10	
	сору		1000	Done		1	Simazine	
	Delete Rows			Done	V	1	Atrazine	
	Delete nows			Done	V	1	Phenanthrene-D10	
	Delete Current Table			Done	V	1	Alachlor	
	Delete All Peak Tables	Edit Compound Name						
	Register to Spectrum Process Table	Compound Name - Line# 5						
	Register to Library	Phenanthrene-D10						
	Sort Table						K Canad	



• Per eliminare una riga nella tabella di elaborazione dello spettro, selezionare la riga desiderata e fare clic su [Delete Rows (Elimina righe)] nel menu [Edit (Modifica)].

💷 Qualit	tative Table	
Print E	dit View Similarity Search	
\square	Edit Compound Name	Backgr
1	Select All	Stan
2	Сору	
4	Delete Rows	9
6	Delete Current Table	



Chiudere la finestra [Qualitative Table (Tabella qualitativa)].

4.5.5 Salvataggio dei file di dati



Fare clic su 📕 (Save (Salva)) sulla barra degli strumenti.

La tabella qualitativa viene salvata nel file di dati.



4.6 Stampa di rapporti di analisi qualitativa

È conveniente utilizzare un modello per creare un rapporto dei dati analizzati. A seconda dei dati, modificare l'area del cromatogramma da visualizzare nel report o modificare il numero di composti da visualizzare nel report dei risultati della ricerca di somiglianza.

4.6.1 Caricamento dei formati di rapporto



Fare clic sull'icona [Report (Rapporto)] sulla barra di supporto [Qualitative (Analisi qualitativa)].



Si apre la finestra [Data Report (Rapporto di dati)].



Fare clic su [New File Format (Nuovo file di formato)] nel menu [File].

Si apre la finestra [File New (Nuovo file)].

QL GC	MS Postr	un Ana	lysis (A	dmin) - R	eport Fo	ormat - [l
Fil	e Fdit	View	Item	Lavout	Page	Tools
1	New i	Format	File		Ctrl	+N
	open	rvima			Cur	TV F
	Close	Format	File			5



Selezionare [Use Template (Utilizza modello)] e selezionare il formato [Qualitative Analysis Report (Rapporto di analisi qualitativa)].

File New	×
🔘 New File	
 Use Template 	
Salibration Curve	~
Chromatogram-Spectrum	
DEFAULT	
Qualitative Analysis Report	E
Caliquantitation (To compounds)	
🙀 Quantitation (21 Compounds)	
SQ Quantitation (Chromato & CalCurve)	
Quantitative Arialysis Reput Quantitative Besult (Granh)	
Cumitative Devult (Table)	
	P
Comment:	
	~
	Ŧ
<pre></pre>	•
OK Cancel Help	



Fare clic su [OK].

Si apre il formato [Qualitative Analysis Report (Rapporto di analisi qualitativa)].

4.6.2 Modifica dei formati di rapporto

Fare doppio clic sul cromatogramma.

Si apre la finestra [GCMS Chromatogram Properties (Proprietà cromatogramma GCMS)].





Fare clic sulla scheda [Chromato (Cromatogramma)].

GCMS Chromatog	ram Properties	$\overline{\mathbf{X}}$
Genera	Graph File	
	-	



Nell'area [Area], deselezionare [Auto] per l'asse X e inserire l'intervallo di tempo.

GCMS Chromatogram Properties	X
General Chromato Graph File	
<u>Iype</u> Overlap <u> </u>	
Group O	
TIC_MIC_ <m_ z@group-event="">, Separately</m_>	
Area Y ✓ Auto Normalize 4 . 25 min 100000	
Line Wighth : 1 🚽 OC(C) Detector Ch1 💌	
OK Cancel Annly Heln	
OK Cancel Apply Help	



Fare clic su [OK].

Fare clic sull'icona della pagina successiva sulla barra degli strumenti per visualizzare

la seconda pagina.



Fare doppio clic sulla voce di visualizzazione [Library (Libreria)]. Si apre la finestra [GCMS Library Properties (Proprietà libreria GCMS)].



1	

Fare clic sulla scheda [Result (Risultato)].

GCMS Library Properties	s	X
ResultTable	ResultColumn	File
General Position	TargetSpectrum Result	ResultSpectrum
Position	Title	
Left 25.7 mm	Enable Left -	
<u>T</u> op 27.8 mm	Library	



Immettere il [Maximum Compound Number (Numero massimo di composti)] (numero massimo di risultati della ricerca da visualizzare).

GCMS Library Properties					
ResultTable General Posi	ResultColumr tion TargetS	n Resu pectrum R	ultStruct File		
⊽ Sp <u>e</u> ctrum	Position X 0 mm Y 0 mm	Size X 150 Y 35	If the checked items are not displayed, confirm whether they mm are within the [Size] of [Result] in [Position]		
☐ <u>T</u> able	Position X 0 mm Y 35.5 mm	Size X 150 Y 40	tab. nm		
I Structure	Position X 120 Y 10	Size X 30 Y 20	mm		
 Print the Hi Print <u>Only</u> 5 	t <u>C</u> ompounds Specified Compound	Maximum Comp	ound Number:		
	ОК	Cancel	Apply Help		

PHint

- Selezionando [Print the Hit Compounds (Stampa i composti con risultati)] viene stampato il rapporto per il numero massimo di risultati di ricerca da visualizzare in ordine a partire dalla similarità più elevata.
- Selezionando [Print Only Specified Compound (Stampa solo composto specificato)] viene stampato il rapporto per i composti selezionati per la registrazione nella ricerca per similarità.



Fare clic su [OK].

4.6.3 Elaborazione di rapporti

Fare clic sull'icona [Preview (Anteprima)] sulla barra di supporto [Data Report (Rapporto di dati)].

Si apre la finestra di anteprima di stampa.





Dopo aver verificato il contenuto del rapporto, fare clic su [Print (Stampa)] per

<complex-block>



Fare clic su 🔲 (Save (Salva)) sulla barra degli strumenti.

Il rapporto viene salvato come parte del file di dati.





Analisi quantitativa

5.1 Creazione di un file di metodo

Facendo riferimento a *"4 Analisi qualitativa" P.26*, analizzare i campioni standard (comprese le sostanze standard interne quando si utilizza il metodo standard interno per l'analisi) e registrare i tempi di ritenzione e gli spettri di massa dei composti target nella tabella dei processi di analisi spettrale.

5.1.1 Creazione di una tabella di composti



Avviare il programma [GCMS Postrun Analysis] e fare clic sull'icona [Compound Table (Tabella di composti)] nella barra di supporto [Postrun (Post-sessione analitica)]. Si apre la finestra [Create Compound Table (Crea tabella di composti)].

Postrun Qualitative Create Compound Table



Da Data Explorer (Esplora dati), fare doppio clic sul file di dati in cui è stata salvata la tabella dei processi di analisi spettrale per i composti target.



	_	
		K.
-	О	

Fare clic sull'icona [Wizard (New) (Procedura guidata (Nuovo)] nella barra di supporto [Compound Table (Tabella di composti)].

Si apre la finestra [Compound Table Wizard (Procedura guidata tabella di composti)].



Selezionare [Use current Spectrum Process Table (Utilizza la tabella di processo di analisi spettrale corrente)], quindi fare clic su [Next (Avanti)] nella finestra [Compound Table Wizard (Procedura guidata tabella di composti) 1/7].

Fare clic su [Next (Avanti)] nella finestra [Compound Table Wizard (Procedura guidata tabella di composti) 2/7].

6

1.

Δ

5

Selezionare una riga nella tabella, controllare lo spettro di massa per ciascun composto e fare clic su [Next (Avanti)]

nella finestra [Compound Table Wizard (Procedura guidata tabella di composti) 3/7].

Specificare il tipo di curva di calibrazione, il metodo quantitativo e altri parametri come richiesto, quindi fare clic su [Next (Avanti)].

Compound Table W	Vizard 4/7	
Quantitative Method: Internal Standard Calculated by: Calibration Curve # of Calib. Levels: Qurve Fit Type: Zgro: Weighted Regression	Area Height Area Height Area Height Area Grouping: Sum Concertation Back Next > Cancel Help Area Cancel Help Are	— 4 — 5

Ν.	Elemento	Spiegazione
1	Quantitative Method (Metodo quantitativo)	External Standard (Standard esterno): la quantificazione viene eseguita utilizzando una curva di calibrazione ottenuta dalla quantità assoluta (concentrazione) e dall'area o dal valore di altezza del composto target in un campione standard. Internal Standard (Standard interno): viene aggiunto uno standard interno al campione, il campione viene analizzato e la quantificazione viene eseguita utilizzando la relazione tra la sensibilità relativa e il rapporto quantitativo rispetto al composto standard interno.
2	Calcolato da	Seleziona [Area] o [Height (Altezza)]. Normalmente, selezionare [Area].
3	# of Calib. Levels (N. dei livelli di caliibrazione)	Immettere il numero dei livelli di concentrazione della curva di calibrazione.
4	Unit (Unità)	Impostare l'unità di concentrazione utilizzata per i rapporti.
5	Format of Concentration (Formato di concentrazione)	Imposta il numero di cifre utilizzate per indicare le concentrazioni.

8

Applicare le impostazioni appropriate per le concentrazioni e gli ioni di misurazione e fare clic su [Next



N.	Elemento	Spiegazione	
1	Standard	Impostare le concentrazioni dei campioni standard. Se la concentrazione varia con il composto, apportare le correzioni necessarie dopo aver completato la procedura guidata.	
2	Internal Standard (Standard interno)	Imposta la concentrazione dello standard interno.	
3	# of Reference lons (Numero di ioni di riferimento)	Immettere il numero di ioni di riferimento utilizzati per eseguire l'identificazione del picco.	
4	Decimal for mass (Decimale per massa)	Determinare il numero di posizioni decimali per i valori <i>m/z</i> dello ione target e lo ione di riferimento. Selezionando [1 decimale] si aumenta il livello di sensibilità.	

9

Impostare il tipo, il nome del composto, lo ione target e lo ione di riferimento per ciascuna sostanza. Dopo aver inserito le informazioni richieste per tutti i composti, fare clic su [Next (Avanti)].

ID#: 1 Edit all fields Retention Time: 5.480 min Ret. Index: 0 1 Type: Target 2 Compound Name 3 Ref. lot	as necessary. To d type countin and set st in the field.	the type, planet a new type non	
Retention Time: 5.480 min drop down lis Ret. Index: 0 Type: Target 2 Ref. lor 3 Ref. for	tin the field.	Rel Inten.	
Ret. Index: 0	Type m/z lon 237	tel Inten.	
Type: Target I Target 2 Ref.lor Compound Name	lon 237	100.00	
Compound Name	220	and the second descent of the second descent d	
Compound Name	233	66.12	
	1 235	58.83	
A Not us	ed 241	20.83	
Hexachiorocyclopentadiene S Not us	ed 2/2	10.00	
Set name Set name	ed 130	18.63	
7 Not us	ed 118	16.57	
Hexachlorocyclopentadien >> 8 Not us	ed 274	15.89	
9 Not us	ed 95	14.62	
10 Not us	ed 141	14.61	

- 1 Cambia il composto visualizzato cambiando il numero ID.
- 2 Selezionare [Target (Destinazione)] nell'elenco [Type (Tipo)]. Selezionare [I.S.] quando si imposta uno standard interno.

- 3 Cambia il tipo e valore m/z.
 - Per modificare il tipo, fare clic sulla cella per il tipo da modificare e selezionare "Target Ion" (Ione target), "Ref. Ion" (ione di riferimento) o "Not used" (Non utilizzato).
 - Per modificare il valore di massa, fare clic nella cella contenente quel valore, fare clic sul pulsante freccia risultante, puntare il cursore sul picco desiderato sullo spettro di massa, quindi fare doppio clic su di esso.

Int.(x100,000)					B	ase Peak: 23	7/311,012
-		m/z	Abs. In	ten.	10.000	Rel. Inter	1.
3.0-				-231			
				289			
2.0							
103							
1.0	95	130 167	203	n 8	272		-
36 47 60	83	h h h h	14		276	298 313	346
50	100	150	200	250		300	m/z

10

Fare clic su [Finish (Fine)].

Viene creata una tabella di composti. Correggere il contenuto della tabella di composti come richiesto.

														6 0 View
ID#	Name	Туре	ISTD Gr	m/z	Ret.Time	Ret. Index	Unit	Ref.lons	Conc.1	Conc.2	Conc.3	Conc.4	Event	STD
1	Hexachlorocyclopentadiene	Target	1	237.00	5.480	0	mg/L	239.00-235.00	0.005	0.01	0.05	0.1	1	Regis
2	Acenaphthene-D10	ISTD	1	164.00	6.495	0	mg/L	162.00-160.00	0.1	0.1	0.1	0.1	1	Regis
3	Simazine	Target	1	201.00	8.290	0	mg/L	173.00-186.00	0.005	0.01	0.05	0.1	1	Regis
4	Atrazine	Target	2	215.00	8.365	0	mg/L	200.00-202.00	0.005	0.01	0.05	0.1	1	Regis
5	Phenanthrene-D10	ISTD	2	188.00	8.735	0	mg/L	189.00-184.00	0.1	0.1	0.1	0.1	1	Regis
6	Alachlor	Target	2	237.00	9.690	0	mg/L	160.00-188.00	0.005	0.01	0.05	0.1	1	Regis
7	Metolachlor	Target	2	162.00	10.300	0	mg/L	238.00-240.00	0.005	0.01	0.05	0.1	1	Regis
8	Butachlor	Target	2	237.00	11.470	0	mg/L	176.00-160.00	0.005	0.01	0.05	0.1	1	Regis
9		Target	2	TIC	0.000	0	ma/L		0.005	0.01	0.05	0.1	1	

11

63 View

Fare clic per impostare la tabella di composti sulla modalità di visualizzazione.

Per correggere nuovamente la tabella di composti, accedere alla modalità di modifica facendo clic

su Edit nell'angolo in alto a destra del tavolo.

12

Fare clic sull'icona [Save Compound Table (Salva tabella di composti)] sulla barra di supporto [Compound Table (Tabella composti)].

Il file del metodo utilizzato per acquisire i dati verrà selezionato automaticamente.







Fare clic su [Save (Salva)].

Questo completa la procedura per la creazione di un metodo quantitativo per la modalità di scansione.

Save Method	As			2
Save in:	鷆 Training		- G 🤌 📂 🛄-	
(Piz)	Name	*	Date modified	Туре
Recent Places	Herbicide	Scan	2/12/2014 7:16 PM	GC/MS
Desktop				
Libraries				
Computer				
Network	•		-	_
	File name:	Herbicide_Scan	-	Save

PHint

Se è richiesta una maggiore sensibilità, utilizzare la seguente procedura per creare un metodo di analisi quantitativa per la modalità SIM.

5.1.2 Creazione di una tabella SIM

Fare clic sull'icona [Create MS Table [COAST] nella barra di supporto [Compound Table (Tabella composti)].

Si apre la finestra [Select Method File (Seleziona file del metodo)].





Immettere un nome file e fare clic su [Save (Salva)].

Si apre la finestra [Creation of Automatic MS Table [COAST] (Creazione della tabella MS automatica [COAST])].

🔆 Select Method	l File				X
Look in:	鷆 Training		•	G 🤌 📂 🛄 🗸	
(Piz)	Name	^		Date modified	Туре
Recent Places	Herbicide	_Scan		2/12/2014 7:16 PM	GC/MS M
Desktop					
Cibraries					
Computer					
Network	•				F
NEWOIK	File name:	Herbicide_SIM		-	Save
	Files of type:	GCMS Method File (*.qgr	n)	•]	Cancel

Fare clic su [] (Maximize (Ingrandisci)) nella finestra [Creation of Automatic MS Table [COAST] (Creazione della tabella MS automatica [COAST])].

Una tabella SIM viene creata automaticamente. Controllare il cromatogramma e la tabella SIM e, se necessario, modificare la tabella con riferimento alla seguente procedura.





Per garantire una sensibilità sufficiente:

Per garantire una sensibilità sufficiente, è meglio specificare non più di 20 *m/z* valori per riga (ossia, per gruppo).

Se necessario, modificare la tabella SIM.

• Per modificare le righe della tabella (ossia, i gruppi):

Per modificare le righe della tabella (ossia, i gruppi), fare clic con il tasto destro del mouse sulla riga desiderata e selezionare quanto segue dal menu visualizzato.

- · Aggiungi riga : Aggiunge una riga in fondo alla tabella.
- Inserisci riga: Inserisce una nuova riga sopra la riga selezionata.
- Elimina riga: Elimina la riga selezionata.
- Per dividere i gruppi:

Per dividere i gruppi, utilizzare la seguente procedura. (Esempio: Dividere il Gruppo 3 in due gruppi)

- 1. Fai clic sulla terza riga della tabella SIM.
- 2. Fare clic con il tasto destro sulla tabella e selezionare [Inserisci riga].
- 3. Fare clic sulla riga inserita e trascinare il mouse sul cromatogramma per specificare e ingrandire l'area desiderata.
- 4. Fai clic vicino al centro dei picchi etichettati con nomi composti. Il gruppo 3 è diviso in due gruppi.



Al termine, fare clic su [OK].

Viene creato un metodo per l'analisi quantitativa della modalità SIM.

5.2 Analisi sequenziale

Creare un file di lotto necessario per l'analisi quantitativa ed eseguire l'analisi sequenziale utilizzando la procedura descritta di seguito.

5.2.1 Creazione di un file di lotto



Avviare il programma [GCMS Real Time Analysis] e fare clic sull'icona [Batch Processing (Processazione del lotto)] sulla barra di supporto [Real Time (Tempo reale)]. Si apre la finestra [Batch Table (Tabella di lotti)].





Selezionare [New Batch File (Nuovo file di lotto)] nel menu [File].





Fare clic sull'icona [Wizard (Procedura guidata)] sulla barra di supporto [Batch (Lotto)]. Si apre la finestra [Batch Table Wizard (Procedura guidata tabella di lotti)].





Effettuare le impostazioni appropriate con la Creazione guidata tabella batch e quindi creare una tabella batch.

Batch Table Wizard				— ×	
	Batch Table	Append			
	Batch Type O Line1	C Line2	O Line1&Line2		
	Sample Type	Unknown Ny nly			- 1
	Method File: Herbicide_SIM	.qgm	E		-2
	Data Processing)		_	- 3
	< Back	Next >	[] [. 4

- 1 Seleziona [Standard e Sconosciuto].
- 2 Fare clic su 🖻 e specificare il file del metodo da utilizzare.
- 3 Seleziona [Quantitativo].
- 4 Fare clic su [Next (Avanti)].

Batch Table Wizard - Line1 Standard Sample (1)	
Standard Samole Vial #: 100	5 7
Sample Name: Standard Sample Auto-increment Sample ID: CTD 0001	0
SID-0001	
< Back Next >	_ 8

- 5 Immettere [Vial #]. Il numero di punti di calibrazione viene caricato automaticamente dal metodo.
- 6 Immettere [Injection Volume (Volume di iniezione)].
- 7 Immettere [Conteggio medio] (ossia, il numero di ripetizioni).
- 8 Fare clic su [Next (Avanti)].

Batch Table Wizard - Line	1 Standard Sample (2))
	Data Create Filenames Automatically Data File Name: STD1 Auto-increment Report Out Report Format File: Data Description	9
	< Back Next >	10

9 Inserire [Data File Name (Nome file di dati)].
 Se il nome del file termina con un numero, i file vengono denominati in sequenza.

10 Fare clic su [Next (Avanti)].

Batch Table Wizard - Line1	L Unknown Sample (1)	
	Unknown Sample	11 12 13
	< Back Next > Cancer nep	14

- 11 Immettere [Vial # (N. del flaconcino)].
- 12 Immettere [Sample Count (Conteggio campioni)].
- 13 Immettere [Injection Volume (Volume di iniezione)].
- 14 Fare clic su [Next (Avanti)].



- 15 Inserire [Data File Name (Nome file di dati)].
 - Se il nome del file termina con un numero, i file vengono denominati in sequenza.

16 Fare clic su [Finish (Fine)].

Viene visualizzata la tabella di lotti.

Folder: C:	GCMSso	lution\Sample\Training							
	Vial#	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File	Level#	Inj. Volume
1	1	Standard Sample	STD-0001	1:Standard:(I)	ITQT	Herbicide_SIM.qgm	STD1.qgd	1	1
2	2	Standard Sample	STD-0002	1:Standard	ITQT	Herbicide_SIM.qgm	STD2.qgd	2	1
3	3	Standard Sample	STD-0003	1:Standard	IT QT	Herbicide_SIM.qgm	STD3.qgd	3	1
4	4	Standard Sample	STD-0004	1:Standard	ITQT	Herbicide_SIM.qgm	STD4.qgd	4	1
5	5	Unknown Sample	UNK-0001	0:Unknown	ITQT	Herbicide_SIM.qgm	UNK1.qgd	1	1
6	6	Unknown Sample	UNK-0002	0:Unknown	ITQT	Herbicide_SIM.qgm	UNK2.qgd	1	1



Si consiglia di misurare il bianco (solvente, ecc.) prima di iniziare l'analisi.

- 1. Inserire una riga sopra la prima riga.
- 2. Copiare una riga per il campione non noto e incollarla nella prima riga.
- 3. Modificare il numero di flaconcino, il nome del campione e il nome del file dei dati.

	Vial#	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File
1	10	Blank	UNK-0001	0:Unknown	ITQT	Herbicide_SIM.qgm	Blank.qgd
2	1	Standard Sample	STD-0001	1:Standard:(I)	ITQT	Herbicide_SIM.qgm	STD1.qgd
3	2	Standard Sample	STD-0002	1:Standard	ITQT	Herbicide_SIM.qgm	STD2.qgd
4	3	Standard Sample	STD-0003	1:Standard	ITQT	Herbicide_SIM.qgm	STD3.qgd
5	4	Standard Sample	STD-0004	1:Standard	ITQT	Herbicide_SIM.qgm	STD4.qgd
6	5	Unknown Sample	UNK-0001	0:Unknown	ITQT	Herbicide_SIM.qgm	UNK1.qgd
7	6	Unknown Sample	UNK-0002	0:Unknown	ITQT	Herbicide_SIM.qgm	UNK2.qgd

5.2.2 Salvataggio di file di lotto

1

Selezionare [Save Batch File As (Salva file di lotto con nome)] nel menu [File].





5.2.3 Esecuzione dell'analisi sequenziale



Impostare il solvente di risciacquo della siringa e i campioni nel campionatore automatico. Fare clic sull'icona [Start (Avvio)] sulla barra di supporto [Batch (Lotto)]. L'analisi ha inizio.



5.3 Analisi dei dati

5.3.1 Verifica e correzione delle curve di calibrazione



Avviare il programma [GCMS Postrun Analysis] e fare clic sull'icona [Calibration Curve (Curva di calibrazione)] nella barra di supporto [Postrun (Post-sessione analitica)]. Si apre la finestra [Curva di calibrazione].





Fare doppio clic sul file del metodo utilizzato nell'analisi da Data Explorer (Esplora dati).





Selezionare un composto nella tabella dei composti e fare clic sul livello della curva di calibrazione.

Controllare la curva di calibrazione creata e il cromatogramma.



^ Riferimento

Se non vengono identificati o rilevati picchi, eseguire l'identificazione o l'integrazione del picco con riferimento a *"Identificazione manuale e integrazione manuale dei picchi" P.61.*

Per modificare il metodo utilizzato per tracciare le curve di calibrazione, consultare "Appendice I Modifica dei parametri per l'analisi quantitativa" P.100.



Solo dopo aver corretto le curve di calibrazione, fare clic su III (Save (Salva)) sulla barra degli strumenti per salvare il file del metodo.



PHint

l picchi rilevati nei cromatogrammi dopo l'integrazione automatica dei picchi avranno segni di rilevamento dei picchi ($\psi \uparrow$).

I picchi rilevati vengono sottoposti a identificazione in base ai tempi di ritenzione e ai rapporti ionici

(🔻 contrassegno di identificazione del picco).



Cromatogramma	Contromisura
Non vengono rilevati picchi.	Contromisura Eseguire l'integrazione manuale dei picchi. (P.62)



Identificazione manuale e integrazione di picco manuale

Se non vengono identificati o rilevati picchi, eseguire l'identificazione o l'integrazione dei picchi utilizzando la procedura descritta di seguito.

Identificazione manuale



Fare clic con il tasto destro in un cromatogramma e selezionare [Manual Identification (Identificazione manuale)] dal menu visualizzato.

Viene visualizzata una barra.







Fare clic sul picco da identificare.





Integrazione manuale dei picchi



Fare clic con il tasto destro del mouse in un cromatogramma e selezionare [Manual Peak Integrate... (Integrazione manuale dei picchi...)] dal menu visualizzato.

Viene visualizzata una barra.





Trascinare il mouse dal punto iniziale al punto finale del picco.

Si apre la finestra [Select Base Line (Seleziona basale)].





Selezionare il basale e fare clic su [OK].

Il picco è integrato e identificato.

Select Base Line	X
C Link Point	
Horizontal	
⊂ <u>N</u> ew Baseline	
OK Cano	cel <u>H</u> elp

Lo stesso processo può essere realizzato eseguendo le seguenti operazioni sul cromatogramma.

Processo	Operazion	Spiegazione
	е	
Identificazione manuale	[Maiusc] + [Ctrl] + tasto destro	Identifica i picchi integrati.
Integrazione manuale dei picchi	[Maiusc] + tasto destro del mouse e trascina	Collega il punto iniziale e il punto finale come base.
Integrazione manuale dei picchi	[Ctrl] + tasto destro del mouse e trascina	Collega i punti con la linea di base orizzontale.

5.3.2 Nuova quantificazione a seguito di correzione di una curva di calibrazione

Dopo aver corretto una curva di calibrazione, quantificare nuovamente i dati per i campioni con concentrazioni sconosciute.

Fare clic sull'icona [Batch Processing (Processazione del lotto)] sulla barra di supporto [Postrun (Post-sessione analitica)].

Si apre la finestra [Batch Table (Tabella di lotti)].



2

Selezionare [New Batch File (Nuovo file di lotto)] nel menu [File].



5 Analisi quantitativa



Fare clic sull'icona [Select Data File (Seleziona file di dati)] nella barra di supporto [Batch (Lotto)].

Si apre la finestra [Select Data File (Seleziona file di dati)].





Fare clic sul file di dati per il campione con concentrazioni sconosciute, per le quali

Il file di dati è selezionato.

🔆 Select Data Fil	e			×
Look in:	鷆 Training		- 🕝 🦸 📂 🛄 -	
(Per	Name	17	Date modified	Туре
2	Sample1		1/29/2014 12:30 PM	GC/MS [
Recent Places	Scan_STD		2/12/2014 2:14 PM	GC/MS [
	STD1		3/4/2014 3:22 PM	GC/MS [
÷	STD2		3/4/2014 3:22 PM	GC/MS [
Desktop	STD3		3/4/2014 3:22 PM	GC/MS [
	STD4		3/4/2014 3:22 PM	GC/MS [
6758	Unk1		3/4/2014 2:21 PM	GC/MS [
Libraries	Unk2		3/4/2014 2:21 PM	GC/MS [
Computer Computer Network	•	III -		р ок
	Files of type:	GCMS Data File (*.qgd)		Cancel
Selected Data File : C.\GCMS solution\Sample\Training\Unk1.qgd C.\GCMS solution\Sample\Training\Unk2.qgd Down				



Fare clic su [OK].

6

Viene visualizzata una tabella dei lotti. Assegnare un nome al file del lotto e salvarlo.

	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File	Level#
1	Unknown Sample1	UNK-0001	1:Standard	ITQT	Herbicide_SIM.qgm	Unk1.qgd	1
2	Unknown Sample2	UNK-0002	1:Standard	ITQT	Herbicide SIM.ggm	Unk2.ggd	1



Fare clic sull'icona [Start (Avvio)] sulla barra di supporto [Batch (Lotto)]. I dati vengono nuovamente quantificati utilizzando la curva di calibrazione corretta.



5.3.3 Verifica e correzione dei risultati di quantificazione

Controllare i risultati di quantificazione per i campioni con concentrazioni sconosciute.



Fare clic sull'icona [Quantitative (Analisi quantitativa)] sulla barra di supporto [Postrun (Post-sessione analitica)].





Fare doppio clic sul file di dati da verificare da Data Explorer (Esplora dati).

Si apre il file di dati da verificare.

🔇 GCMS Postru	n Analysis (Admin) -	Data - [Data Ana
👫 File Comp	ound Table View	Qualitative Qu
2 🔒 🖉	3 🖪 醚 🕸	
X	Data Explorer - Data	
Quantitative	Project in :	
	\Sample\Training	
Тор	File Name	Modif
		3/4/20
2	Unk1	= /4/20 /4/20
Load Method		3/4/20



Fare clic sulla scheda [Results (Risultati)] in [Compound Table View (Visualizza tabella dei composti)].

Vengono visualizzati i risultati della quantificazione.

							66	View 📝 Edit
ID#	Name	Туре	ISTD Gr	m/z	Ret.Time	Ret. Index	Unit	Ref.l ^
1	Hexachlorocyclopentadiene	Target	1	237.00	5.480	0	mg/L	239.00-2
2	Acenaphthene-D10	ISTD	1	164.00	6.495	0	mg/L	162.00-1
3	Simazine	Target	1	201.00	8.290	0	mg/L	186.00-1
4	Atrazine	Target	2	215.00	8.365	0	mg/L	200.00-2
5	Phenanthrene-D10	ISTD	2	188.00	8.735	0	mg/L	189.00-1
6	Alachlor	Target	2	237.00	9.690	0	mg/L	160.00-1
7	Metolachlor	Target	2	238.00	10.300	0	mg/L	162.00-2
8	Butachlor	Target	2	237.00	11.470	0	mg/L	160.00-1
Param: Results StoupParam's (Group <								

Visualizzare la finestra secondaria degli spettri standard e la finestra secondaria dei dati di riferimento nell'area [Quantitative View (Visualizza analisi quantitativa)].

Se necessario, vedi *"Visualizza di spettri standard"* P.67 *,"Visualizzazione dei dati di riferimento"* P.68 per visualizzare informazioni sui composti identificati.





Fare clic sul nome di un composto nella tabella di composti e controllare il cromatogramma nella [Quantitative View (Visualizza analisi quantitativa)].

Controllare i risultati mentre si visualizzano i segni di identificazione/rilevamento del picco e basale nel cromatogramma.



^ Riferimento

Se necessario, eseguire l'identificazione o l'integrazione di picco con riferimento a *"Identificazione manuale dei picchi" P.61.*



Lo stesso processo può essere realizzato più facilmente eseguendo le seguenti operazioni sul cromatogramma.

Processo	Operazione	Spiegazione
Identificazione manuale	[Maiusc] + [Ctrl] + tasto destro	Identifica i picchi integrati.
Integrazione manuale dei picchi	[Maiusc] + tasto destro del mouse e trascina	Collega il punto iniziale e il punto finale come base.

Processo	Operazione	Spiegazione
Integrazione manuale dei picchi	[Ctrl] + tasto destro del mouse e trascina	Collega i punti con la linea di base orizzontale.
Elimina risultati di identificazione	[Maiusc] + [Ctrl] + doppio clic destro	Annulla l'identificazione e rimuove i risultati di calcolo quantitativi.

Quando i picchi sono integrati per la quantificazione, vengono visualizzate le concentrazioni calcolate dalla curva di calibrazione.

Tuttavia, se non viene visualizzata alcuna concentrazione, le stringhe di caratteri mostrate di seguito vengono visualizzate in base alla causa.

Stringa di caratteri visualizzata	Spiegazione
Mancata rilevazione di picchi.	L'integrazione quantitativa dei picchi non ha determinato picchi rilevati.
Non è stato trovato alcun picco nell'intervallo Window / Band.	Non sono stati rilevati picchi nell'intervallo di tempo di conservazione specificato per l'identificazione.
Il rapporto dello ione di riferimento non corrisponde.	Il picco non viene identificato a causa della differenza tra i valori del rapporto ionico di riferimento specificati e misurati che eccedono l'intervallo consentito.
Sotto l'indice di somiglianza minima.	Il picco non viene identificato perché la somiglianza misurata è inferiore all'impostazione di somiglianza specificata, quando la corrispondenza del modello di massa è specificata nei parametri di identificazione.
Nessun picco è identificato.	I risultati dell'identificazione automatica sono stati eliminati manualmente.
	Quando la curva di calibrazione è quadratica e l'area è maggiore del valore massimo locale (o inferiore al valore minimo locale), viene visualizzato "" poiché non è possibile calcolare la concentrazione. Il componente target potrebbe non essere compreso nell'intervallo di misurazione. Conferma il picco.

6

Dopo aver verificato i risultati, fare clic su (Save (Salva)) sulla barra degli strumenti. Il file di dati viene salvato.



-PHin

Visualizza di spettri standard

I dati possono essere analizzati più facilmente confrontando lo spettro visualizzato con uno spettro standard.

Quando si utilizza la modalità di scansione per le misurazioni, i dati possono essere analizzati più facilmente confrontando lo spettro visualizzato con uno spettro standard.

1 Fare clic su [Spectrum View (Visualizza spettro)] - [Display Setting (Impostazioni display)] nel menu [View (Visualizza)]. Se viene visualizzata la finestra [Spectrum Graph Display Setting (Impostazioni visualizzazione grafico spettro)], selezionare [Display Standard Spectrum (Visualizza spettro standard)].

Viene visualizzato lo spettro standard.

Lo spettro standard può essere nascosto ripetendo il passaggio 1 descritto sopra.

Quando lo spettro misurato viene ingrandito mediante trascinamento, lo spettro standard viene ingrandito di conseguenza.


-PHint

Visualizzazione dei dati di riferimento

I composti possono essere identificati dalla forma di cromatogrammi, dai tempi di ritenzione e da altre informazioni ottenute facendo riferimento ai dati di misurazione di campioni standard o campioni reali (campioni spiked).

1 Selezionare [Open Reference Data File (Apri file di dati di riferimento)] nel menu [File] per aprire il file di dati a cui si fa riferimento. Vengono visualizzati i dati di riferimento.

🔆 GCN	S Postrun Analysis (Admin) - Data - [Data	Analys
SE File	Compound Table View Qualitative	Quar
Ľ	Open Data File Close Data File	-
Q	Save Data File Save Data File As	TIC
	Load Method Save Method As	6
	Open Reference Data File]



1 Fare clic su [Close Reference Data File (Chiudi file di dati di riferimento)] nel menu [File] e specificare il file di riferimento da chiudere.

Il file di dati di riferimento si chiude.

🔆 GCN	/IS Postrun Analysis (A	Admin)	- Data - [Data	Analysis - Un	k1.qgd]
🔒 🗜 File	Compound Table	View	Qualitative	Quantitative	Layout Tools \
	Open Data File Close Data File			. ?	0
Q	Save Data File Save Data File As			TIC & MIC 8 3(x100	#4->#4
L	Load Method Save Method As			0.0	4.5 5.0
	Close Reference Dat	ta File	•	STD1.	qgd(1)
	Export Data			All Da	та

NOTA

È possibile visualizzare fino a tre file di dati di riferimento. I picchi di dati di riferimento non possono essere integrati.

Correzione dell'asse di intensità

1 Fare clic con il tasto destro in [Quantitative View (Visualizza analisi quantitativa)] e selezionare [Fix the Intensity Axis to this Data (Correggi l'asse dell'intensità su questi dati)] nel menu visualizzato per fissare l'asse di intensità.



5.4 Stampa di rapporti di analisi quantitativa

È conveniente utilizzare un modello per creare un rapporto dei dati analizzati.

5.4.1 Creazione e produzione di rapporti di analisi quantitativa



Fare clic sull'icona [Report (Rapporto)] sulla barra di supporto [Quantitative (Analisi quantitativa)].

Si apre la finestra [Data Report (Rapporto di dati)].



2

Fare clic su [New File Format (Nuovo file di formato)] nel menu [File].

Si apre la finestra [File New (Nuovo file)].

🔇 GCN	IS Postr	un Ana	lysis (A	dmin) - [[)ata Rep	ort - Un
File	Fdit	View	Item	Lavout	Page	Tools
г	New F	ormat	File		Ctrl	+N
	Open	Format	File		Ctrl	+0
	Close Format File					- And
_	Save F	ormat	File			

5 Analisi quantitativa



Selezionare [Use Template (Utilizza modello)] e selezionare il formato [Quantitative Analysis

a)].

File New	\mathbf{x}
C <u>N</u> ew File ● <u>U</u> se Template	
Quantitation (10 Compounds) Quantitation (21 Compounds)	^
Quantitative Analysis Report Im Quantitative Tresser (Crapri) Quantitative Result (Table) Similarity Search Result	
Comment:	
	<
<	
OK Cancel <u>H</u> elp	



Fare clic su [OK].

Si apre il formato [Quantitative Analysis Report (Rapporto di analisi quantitativa)].



Fare clic sull'icona [Preview (Anteprima)] sulla barra di supporto [Data Report (Rapporto di dati)].

Si apre la finestra di anteprima di stampa.



6

Dopo aver verificato il contenuto del rapporto, fare clic su [Print (Stampa)] per





Fai clic su 📕 (Save (Salva)) sulla barra degli strumenti.

Il rapporto viene salvato come file di dati.





6.1 Arresto del sistema di vuoto



Fare clic sull'icona [Vacuum Control (Controllo del vuoto)] sulla barra di supporto [Real Time (Tempo reale)].

Si apre la finestra [Vacuum Control (Controllo del vuoto)].





Fare clic su [Auto Shutdown (Spegnimento automatico)].

Il sistema di vuoto si spegne.

Vacuum Control		? 💌
Auto Startup Auto Shutdown		
Ready 🥥		
	Cancel	Option
After Starting up Vacuum		Advanced >>
Vacuum Leak Check		Advanced >>
Stabilization Waiting		
	Cancel	

	-
4	
-	. 1

Quando viene visualizzato [Completato], fare clic su [Chiudi].

Auto Startup Auto Shuto	Jown	
Not Ready	Completed.	Close
	Cance	Option
After Starting up Vacuum		
Vacuum Leak Check		Advanced>>
Stabilization Waiting		
	Cance	el

6.2 Spegnimento (OFF) dell'alimentazione

Spegnere (OFF) l'alimentazione eseguendo la procedura per accendere (ON) l'alimentazione al contrario.

Se è collegata un'apparecchiatura accessoria/periferica, spegnere (OFF) per ultimo l'alimentazione dell'apparecchiatura accessoria/periferica.

Riferimento

Consultare "2.1 Accensione (ON) dell'alimentazione" P.4 per dettagli su come accendere (ON) l'alimentazione.



Chiudere il programma [GCMS Real Time Analysis] e tutti gli altri programmi in esecuzione.



Spegnere (OFF) il PC, la stampante e il monitor.



Spegnere (OFF) l'alimentazione dell'unità MS.



Spegnere (OFF) l'alimentazione dell'unità GC.



GCMSsolution utilizza i formati di file descritti di seguito.

Tipo di file	Icona	Estensione	Contenuto del file
File di dati		.qgd	 Oltre ai dati grezzi acquisiti (ad es. cromatogrammi e spettri), vengono salvate le seguenti informazioni. Risultati del calcolo come valori di area e concentrazioni Informazioni sullo stato come la temperatura del forno e lo stato di errore al momento dell'acquisizione dei dati Contenuto dei file dei metodi utilizzati nell'analisi (comprese le impostazioni di configurazione utilizzate per l'analisi) Contenuto del file di formato del rapporto (quando vengono generati i rapporti) Contenuto dei file di lotto (quando viene eseguita la processazione del lotto) Contenuto del file di sintonizzazione utilizzato nell'analisi
File del metodo		.qgm	Le condizioni di analisi, i parametri di integrazione di picco, le tabelle composte, ecc. vengono salvate. Poiché le impostazioni di configurazione vengono salvate quando il metodo viene modificato, le impostazioni di configurazione vengono controllate quando viene caricato il file del metodo per assicurarsi che siano conformi alle impostazioni correnti. Le curve di calibrazione create vengono inoltre salvati nel file del metodo.
File del formato del rapporto		.qgr	Le informazioni sul formato del rapporto utilizzate per generare un rapporto, come le informazioni sul layout e le impostazioni dettagliate, vengono salvate. Una volta creato un file in formato report, può essere utilizzato ripetutamente per riprodurre il rapporto finale dello stesso formato.
File di lotto		.qgb	Le tabelle di lotti utilizzate per eseguire l'elaborazione sequenziale automatica vengono salvate. Gli stessi file possono essere utilizzati sia nel programma [GCMS Real Time Analysis] che nel programma [GCMS Postrun Analysis].
File di sintonizzazione		.qgt	Le condizioni utilizzate per eseguire la sintonizzazione dello strumento (tuning) e i risultati della sintonizzazione vengono salvate.
File della libreria		lib	Questi file vengono utilizzati per registrare le informazioni composte e i dati spettrali utilizzati per eseguire ricerche per similarità. Le librerie sono costituite da librerie pubbliche (ad es. NIST e Wiley) e librerie private.



Se non si sa come eseguire una procedura, consultare la Guida in linea utilizzando una delle procedure descritte di seguito.

B.1 Visualizzazione della Guida dalla Barra dei menu

Fare clic su [Contents (Sommario)] nel menu [Help (Guida)] visualizzato nella barra dei menu di una finestra per visualizzare la [Finestra Guida GCMS].

😵 GCMS Help Window			×
Image: Hide Image: Hide Image: Hide Image: Hide Stop	Home Print	Dif- Options	
Contents Index Search		Introduction	*
 Introduction Software Reference Common Operation Operation Hints Q&A Technical Explanations 		Congratulations on your purchase of the Shimadzu Gas Chromatography Mass Spectrometer. When using the instrument, please read the Instruction Manual carefully. This Help material was written with the assumption that the reader has some knowledge of MS-Windows. For information on the names and terminology associated with MS-Windows, please refer to the MS-Windows user documentation. If you are using MS-Windows for the first time, please read the MS-Windows user documentation prior to reading this Help material.	Ŧ

Ricerca dalla scheda [Contents (Sommario)]

1 Fare doppio clic sull'argomento applicabile.

Ricerca dalla scheda [Index (Indice)]

- 1 Digita la parola applicabile.
- 2 Selezionare l'argomento applicabile e fare clic su [View (Visualizza)].

Ricerca dalla scheda [Search (Cerca)]

- 1 Digitare la parola applicabile e fare clic su [Search (Cerca)].
- 2 Selezionare l'argomento applicabile e fare clic su [View (Visualizza)].

B.2 Visualizza della guida con il tasto F1



Premere il tasto [F1] sulla tastiera.

Viene visualizzata la guida per la finestra aperta.

Appendice Analisi singola (iniezione manuale)

Utilizzare la procedura descritta di seguito quando si analizzano i campioni uno a uno utilizzando il campionatore automatico o quando si esegue l'analisi mediante iniezione manuale.



Avviare il programma [GCMS Real Time Analysis], quindi fare clic sull'icona [Data Acquisition (Acquisizione dati)] sulla barra di supporto [Real Time (Tempo reale)]. Si apre la finestra [Acquisition (Acquisizione)].





Fare doppio clic sul file del metodo da utilizzare in Data Explorer (Esplora dati).

Project in : (
\Sample\Training	•
File Name	Modifie
Herbicide_Scan	2/12/20



Fare clic sull'icona [Sample Login (Accesso ai campioni)] sulla barra di supporto

[Acquisition (Acquisizione)].



Acquisition Information					
Sample Name :	Sample1				
Sample ID :					
Data File :	Sample1.qgd			2	
Baseline Data :				2	
Data Description :				*	
	*				
ampler —					
Vial # :	1				
Injection Volume :	1 ul	Syringe Capacity :	0	uL	
Multi Inj. Times :	1				
Funing File :				<u>a</u>	

Si apre la finestra [Sample Login (Accesso ai campioni)].

- 1 Immettere [Sample Name (Nome del campione)] e [Data File (File di dati)].
- 2 Quando si utilizza un campionatore automatico, immettere [Vial # (N. flaconcino)] in cui è impostato il campione e [Injection Volume (Volume di iniezione)].
- 3 Fare clic su [OK].

- Di-

Il [Tuning File (File di sintonizzazione)] non è impostato di solito. Se viene lasciato vuoto, verrà utilizzato il file di sintonizzazione salvato nella sintonizzazione precedente.

4

Quando si utilizza un campionatore automatico, impostare la siringa per il risciacquo del solvente e dei campioni nelle posizioni specificate.



Fare clic sull'icona [Download (Scarica)] sulla barra di supporto [Acquisition (Acquisizione)].

Le impostazioni del file del metodo vengono trasferite allo strumento. Una volta completata la preparazione per GC e MS, l'icona [Start (Avvio)] diventa verde, a indicare che può essere selezionata.

Se si utilizza il campionatore automatico modello AOC-20i, l'analisi si avvia automaticamente.



-PHin

- Nella modalità di iniezione manuale, iniettare il campione e quindi premere [START (AVVIO)] sulla tastiera dell'unità GC.
- Se si utilizzano apparecchiature accessorie/periferiche, avviare prima tali apparecchiature, quindi fare clic sull'icona (Start (Avvio)).
- Per interrompere l'analisi prima del completamento, fare clic sull'icona 😡 (Stop (Arresta)) sulla barra di supporto [Acquisition (Acquisizione)].

File di lotto

D.1 Generazione automatica dei nomi di file

Nella finestra [Settings (Impostazioni)] visualizzata quando si fa clic su [Settings (Impostazioni)] nella barra di supporto [Batch (Lotto)], i nomi dei file di dati possono essere generati automaticamente. Le impostazioni vengono salvate nel file di lotto.



Appendice

Inizio il programma [GCMS Real Time Analysis]. Fare clic sull'icona [Settings (Impostazioni)] sulla barra di supporto [Batch (Lotto)].



2

Specificare il formato dei nomi dei file di dati da creare automaticamente.



- 1 Fare clic sulla scheda [Data Filename (Nome del file di dati)].
- 2 Seleziona la casella di controllo [Create filenames automatically with (Crea nomi dei file automaticamente con)].
- 3 Aggiungere o eliminare elementi nella casella [Selected Items (Elementi selezionati)].
- 4 Fare clic su [OK].

Al termine delle impostazioni, la colonna [Data File (File di dati)] nella tabella di lotti viene evidenziata in giallo.

Esempio: Generazione automatica di nomi di file di dati inserendo [Batch Start Date (Data di inizio del lotto)] e [Sample Name (Nome del campione)] nella casella [Select Items (Elementi selezionati)]

Batch Start Date (Data di inizio del lotto)	Nome del campione	File di dati (.qgd)	
	Standard 1ppb	20131220_Standard 1ppb_1	
00404000	10ppb standard	20131220_Standard 10ppb_2	
20131220	100ppb standard	20131220_Standard 100ppb_3	
	Sconosciuto	20131220_Unknown_4	
	Sconosciuto	20131220_Unknown_5	



I simboli che non possono essere utilizzati in un nome file di dati, come "/" non devono essere inclusi nei nomi di esempio.

D.2 Modifica di un file di lotto

e (dt Yew Instrument (stch Loois Wodow (sep	
Machatian 20091115 aperation guide 20091115 La	
C1GCMSsolution/20091115_operation guide	Teon Analysis Teon Method File Data File Levellt Ini Volume ISTD And Report Datast Report File Turing File
Methylene Chicade UNK 0001 0 Unknow Standard Sample STD-0001 1 Standard	A 17 0 T PHF_514 opp 2009115_bark001 opd 1 1 6.4vell Con Part 30 17 0 T PHF_514 opp 2009115_5105 opd 1 1 6.4vell Con Part
4 Standard Sample STD-0002 EStandard 5 Standard Sample STD-0003 EStandard 5 Standard Sample STD-0004 EStandard	11 01 PAPUER gan 2007115 5170 gad 2 1 Beneti Can Phint 11 01 PAPUER gan 2007115 5170 gad 3 1 Beneti Can Phint 11 01 PAPUER gan 20071115 5170 gad 4 1 Beneti Can Phint
1 Blank UNK-0001 0-Unknown 6 Unknown Sample UNK-0002 0-Unknown	Quando le analisi sono in corso, vengono
Duta Equiner Method	visualizzate sia la finestra IBatch Table (Tabella
Atch Project in :	dei lotti)] che la finestra [Acquisition
File Name Modified Date	(Acquisizione)] Por passare alla finestra [Batch 1014
PAH, Stan 11/16/2009 4:30 PM	100 TC+100 TC+100
ing:	0.25-
àng là	0.00
inter BB Fizzanti	
	50 7.5 10.0 12.5 15.0 17.5 20.0 22.5 min 200 Base Peak m/z 165.00 Base Peak internety 2009
	10 ⁴ /100(000) Bete Peet 165/ 2.038
······································	100 ¹ 1000 1025 1026 1025 1000 1025 1000 1025 1000 mm
	🕴 Sampler 😈 60 🕿 MS
	Inj. Port: SPL1 Inj. Heat Port: INJ1
2	Colum Qven Temp. 450 °C °C m
etrod K	B Interction Mode Splitters • W Harrison and Annual Harrison and Annual Harrison MS Comunality
Description :	Sampling Time: 100 min ti
iude	Program Cogeni Mode : Linear Velocity • Column Oven Temperature •
	Pense: 67.7 iPa Rate reading Hold Time 5
	Tetel Days 10.0 at June 11.45.00 120.0 0.00

1 Fare clic sulla tabella

2 Fare clic sull'icona [Pause/Restart (Pausa/Riavvia)] sulla barra di supporto [Batch (Lotto)].Si apre la finestra [Batch Table (Tabella di lotti)], che consente di modificare le righe non eseguite.



L'analisi delle righe attualmente analizzate continuerà ad essere eseguita.

D File di lotto



Modifica la tabella di lotti.

Fare clic con il tasto destro del mouse sulla riga da modificare, quindi selezionare [Add Row (Aggiungi riga)], [Delete Row (Elimina riga)] o altre azioni nel menu visualizzato.

È possibile modificare anche il numero di flaconcino, il nome del file di dati o altre informazioni.





Δ

Fare clic su 📕 (Save (Salva)) sulla barra degli strumenti.



Fare clic sull'icona [Pause/Restart (Pausa/Riavvia)] sulla barra di supporto [Batch (Lotto)]. L'analisi si riavvia.





Alcune apparecchiature accessorie/periferiche potrebbero impedire l'utilizzo di questa funzione.

D.3 Aggiunta di file di lotto (coda di lotti)

D.3.1 Creazione di file di lotto da aggiungere



Fare doppio clic sull'icona

Editor (GCMS Analysis Editor).

Viene avviato il programma [GCMS Analysis Editor].



Fare clic sull'icona [Batch Processing (Processazione del lotto)] sulla barra di supporto [Real Time (Tempo reale)].

Si apre la finestra [Batch Table (Tabella di lotti)].





Crea il file di lotto da aggiungere.

GCMS Analys	sis Editor (Admin) - (Batch	Table - Untitled]											a 🔀
Ble Ldk ye	w Instrument Batch Loois	Window Help										-	. 8 ×
0688		8											
	Data Explorer - Batch	×	Folder: C	GUMSE	kubon/\20091115_op	eration guide	110.5		dia	2			1000000
Batch	Develop	65/63		Vial#	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File	Levela	Inj. Volume	ISTE
Contract of the local division of the local	Project in .	السارات.	1	6.	Unknown Sample	UNK-0001	0.Unknown	IT OT	PAH_SIM.ogm	20091115_sample3.gpd	1	1	(Level1
1	C:\GCMSsolution\20091115_o	peration guide 🔹	2	7	Unknown Sample	UNK-0002	0.Unknown	ITOT	PAH_SIM.ogm	20091115_sample4.gpd	1	1	(Level1
			3 .	8	Unknown Sample	UNK-0003	0.Unknown	IT QT	PAH_SIM ogm	20091115_sample5 gpd	1	1	[Lovel1
Ten	File Name Modifi	ed Date	4	9	Unknown Sample	UNK-0004	0.Unknown	IT QT	PAH_SIM.ggm	20091115_sample6.gpd	1	1	(Level1
100	11/10 11/10	/2009 0:34 AM	5	10	Unknown Sample	UNK-0005	0:Unknown	ITQT	PAH_SIM.ggm	20091115_sample7.ggd	1	1	[Level1
- 100	10000000000000000000000000000000000000	1260030000	6	11	Unknown Sample	UNK-0006	0.Unknown	IT QT	PAH_SIM.ggm	20091115_sample8.gpd	1	1	(Level1
			7	12	Unknown Sample	UNK-0007	0.Unknown	10 11	PAH_SIM.ogm	20091115_sample9.gpd	1	1	(Level1
			8	13	Unknown Sample	UNK-0008	0.Unknown	11 01	PAH_SIM.ggm	20091115_sample10.gpd	1	1	[Level]
bellrigt			9	14	Unknown Sample	UNK-0009	0.Unknown	IT QT	PAH_SIM.ogm	20091115_sample11 gpd	1	1	(Level1
TIS IN			10	15	Unknown Sample	UNK-0010	OUnknown	IT QT	PAH_SIM.ogm	20091115_sample12.god	1	1	(Level1



Denominare e salvare il file di lotto.

🙀 Save Batch File	e As			×
Save in:	📗 Training	•	G 🦸 📂 🛄 -	
ea	Name	^	Date modified	Туре
Recent Places		No items match your	search.	
Desktop				
Libraries				
Computer				
	•	ш		+
Network	File name:	Quant	•	Save
	Save as type:	GCMS Batch File (*.qgb)	-	Cancel

ΝΟΤΑ

- L'analisi non inizierà se lo stesso nome del file di dati viene utilizzato più di una volta o se il file del metodo specificato non esiste.
- · La coda batch non viene attivata fino alla chiusura del programma [GCMS Analysis Editor].

Chiudere il programma [GCMS Analysis Editor].

D File di lotto

D.3.2 Aggiunta di file di lotto



Avviare il programma [GCMS Real Time Analysis].

Fare clic sulla finestra [Batch Table (Tabella di lotti)].

Il contenuto della barra degli strumenti, della barra dei menu e della barra di supporto cambia.

W GCM	5 Real 1 Edit Ye	fime Analysis (Ad w Method Instrum	min) - [Acqui vent <u>A</u> cquistion	sition PAH SI Data Look 3	M.qgm, 2009111 Indow Lielp	5 blank001.qgd	(Line1), BU008-200911	17-RFchan	ge.qgl]				- a	×
		600	N	.	1 2 1	副計画民	11 100							
CAGEMS	solution	20091115 upera	lion quide\20(91115 1.gob										×
CHUCK C	Viall	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File	Levelt	Inj. Volume	ISTD Amt.	Report Output	Report File	Tuning File	2
1		Methylene Chiorde	UNK-0001	0.Uninown	11 01	PAH_SIM.ggm	20031115_blank.001.opd			Elevel1 Con	Fiel		and the second	41
2	2	Standard Sample	STD-0001	1.Standard(I)	IT QT	PAH_SIM.ggm	20091115_STD5.gpd	1	1	[Level1 Con	F Pint			1
3	3	Standard Sample	STD-0002	1:Standard	ITQT	PAH_SIM.ggm	20091115_STD6.gpd	2	1	(Level1 Con	Print P			1
4	4	Standard Sample	STD-0003	1:Standard	ITQT	PAH_SIM.ggm	20091115_STD7.ggd	3	1	(Level1 Con	F Print			1
5	5	Standard Sample	STD-0004	1:Standard	ITQT	PAH_SIM.ggm	20091115_STD8.ggd	4	1	(Level1 Con	Print			1
6	1	Blank.	UNK-0001	0.Unknown	IT OT	PAH_SIM.ggm	20091115_sample3.gpd	1	1	(Level) Con	Print			1
7	6	Unknown Sample	UNK-0002	0.Unknown	ITQT	PAH_SIM.ggm	20091115_cample4.gpd	1	1	Level1 Con	F Port			8
Acquis	tion	Data Explorer - Me	sthod	×	Line1 Sample Name : Methy	lene Chloride							12	



Selezionare [Batch Queue (Coda di lotti)] nel menu [Batch (Lotto)].

Si apre la finestra [Batch Queue (Coda di lotti)].

e Analysis	(Admi	n) - Ba	atch - [B	atch T	able - 2	200911	15_1.	
Instrument	Batch	Tools	Window	Help				
3 d	Star Pau	t se						
ta Explorer	Stop)					0	
roject in :	Bate	th Queu	ie					
\20091115_	Settings							
File Name	Ente	ers Ecol	ogy Mode (when en	ding Rea	ltime Bato	th _	



Fare clic su [Add (Aggiungi)] per aprire il file di lotto da aggiungere.

C:\GCMSsolution\2 C:\GCMSsolution\2	20091115_operation guide\20091115_3.qgb 20091115_operation guide\20091115_2.qgb		Add
			<u>R</u> emove
			Move Up
			Move <u>D</u> own
	0K Cancel	Apply	Help

PHint

Se sono stati aggiunti più file di lotto, modificarne l'ordine facendo clic sul file di lotto desiderato, quindi su [Move Up (Sposta su)] o [Move Down (Sposta giù)]. Quindi l'analisi inizia in questo ordine dall'alto.



Al termine della modifica, fare clic su [OK].

Appendice Riduzione della portata del gas vettore durante lo standby

Si consiglia di ridurre la portata del gas vettore al termine dell'analisi per ridurre il consumo di gas vettore.

E.1 Modalità Ecologia TQ QP

L'utilizzo della modalità ecologica riduce il consumo di energia e il consumo di gas vettore durante l'attesa per l'analisi.

Per annullare la modalità ecologica, fare clic su [Cancel (Annulla)] nella finestra [Ecology Mode (Modalità ecologica)].

Quando la modalità ecologica viene annullata, vengono ripristinate le impostazioni prima di passare alla modalità ecologica.

Ecology Mode	
eco	
Cancel Help	

E.1.1 Impostazione manuale della modalità



Fare clic sull'icona [Ecology Mode (Modalità ecologica)] sul monitor dello strumento. Si apre una finestra di messaggio.





Fare clic su [Yes (Sì)].

Si apre la finestra [Ecology Mode (Modalità ecologica)] e la modalità passa alla modalità ecologica. Dopo essere passati alla modalità ecologica, la temperatura del forno a colonna e la portata totale del gas vettore diminuiscono. (Per il modello serie TQ, l'alimentazione del gas CID si arresta).

GCMS Real Time Analysis	
[1135] Do you want to go into the	ecology mode?
	Help

ΝΟΤΑ

La finestra [Ecology Mode (Modalità ecologica)] viene visualizzata in modalità ecologica. Annullare la modalità ecologica prima di utilizzare [Analisi in tempo reale GCMS] per eseguire operazioni in altre finestre.

E.1.2 Impostazione della modalità mediante l'elaborazione batch

Ciò consente di passare allo strumento in modalità ecologica al termine dell'intera analisi sequenziale.



Fare clic sull'icona [Batch Processing (Processazione del lotto)] sulla barra di supporto [Real Time (Tempo reale)].

Si apre la finestra [Batch Table (Tabella di lotti)].





Crea e salva un file di lotto.

🍿 GCMS Real	lime Analysis (Adm	in) - Batch - [Batch Tabl	e - 20091	115_1	qgb]							- IF 🛛
Die Edit yn	ew Instrument Batch	Lools Window Help										_ @ X
	60.		0	8								
A	Data Explorer - Bate	h 🔀	Folder C	\GCMSa	olution\20091115_ope	sation guide						
Balch			1000	Vial#	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File	Lev	00.0
ACCOUNTS ON TAXABLE PARTY.	Project in		1	1	Methylene Chloride	UNK-0001	0.Unknown	IT OT	PAH_SIM.ggm	20091115 blank.god		GL Maady
	\20091115_operati	ion guide •	2	2	Standard Sample	STD-0001	1.Standard (I)	IT OT	PAH_SIM.ggm	20091115_STD1.gpd		MS Read
	Componente a didicità		3	3	Standard Sample	STD 0002	1:Standard	IT QT	PAH_SIM.ggm	20091115_STD2.gpd		
Ten	File Name	Modified Date	4	4	Standard Sample	STD 0003	1:Standard	IT QT	PAH_SIM.ggm	20091115_STD3.gpd		
TOP	10 20091115_1	11/18/2009 6:34 AM	5	5	Standard Sample	STD-0004	1:Standard	ITQT	PAH_SIM.ggm	20091115_STD4.gpd		Flow
1000	ff120091115 2	11/10/2009 9:00 AM	6	1	Blank	UNK-0001	0.Unknown	IT OT	PAH_SIM.ggm	20091115_sample1.ggd		
	Constant States	2004/2002/2002/2002	7	6	Unknown Sample	UNK-0002	0.Unknown	IT OT	PAH_SIM.ggm	20091115_sample2.gpd		68 50
			8	2	Unknown Sample	UNK-0003	0.Unknown	IT QT	PAH_SIM qgm	20091115_sample3.ggd		Press TotalF.
Settrage			9	8	Unknown Sample	UNK-0004	0.Unknown	ITOT	PAH_SIM.ggm	20091115_sample4 gpd		Palat/shin Onna)
			10	9	Unknown Sample	UNK-0005	0.Unknown	IT QT	PAH_SIM.ggm	20091115_sample5.gpd		aberto giver other ()
			11	10	Unknown Sample	UNK-0006	0.Unknown	IT QT	PAH_SIM.ggm	20091115_sample6.gpd		Temperature
Wizard												250 45 250 SPL1 Oven I/F



Selezionare [Entra in modalità ecologica quando si termina il batch in tempo reale] nel menu

 		-
Batch is	(Admin) - Batch - [Batch Table - 20091115_1	
Instrument	Batch Tools Window Help	
50	Start Pause	
ata Explorer	Stop	ol
Project in :	Batch Queue	h
\20091115_	Settings	E
File Name	Enters Ecology Mode when ending Realtime Batch	J



Fare clic sull'icona [Start (Avvio)] sulla barra di supporto [Batch (Lotto)].





Quando viene visualizzato il messaggio di conferma della modalità ecologica, fare clic su [Sì]. La modalità passa alla modalità ecologica al termine dell'analisi sequenziale, inclusa la coda batch.



ΜΟΤΑ

L'impostazione puo essere annullata ripetendo il passaggio 3, ma lasciare l'impostazione così com'è.

E.2 Riduzione della portata del gas vettore durante lo standby

Per i modelli QP2010, QP2010 Plus e QP2010S, eseguire le seguenti operazioni.

E.2.1 Creazione di un file di metodo che riduce la portata del gas vettore

Ad esempio, di seguito viene descritto come creare un file di metodo che riduce la portata totale a 20 ml/min.



Avviare il programma [GCMS Real Time Analysis], quindi in Data Explorer (Esplora dati), fare doppio clic sul file del metodo da utilizzare per l'analisi sequenziale.



F

2

Modificare [Total Flow (Flusso totale)] su 20 ml/min, quindi denominare e salvare il file del

metodo.

j. Port : SPL1	1 Inj. H	Heat Port :	INJ1			
umn Oven Temp. :	80.0	°C ™	300			
ection Temp. :	250.0	°C	200			
ection Mode :	Splitless -	•	100			
mpling Time :	1.00	min	0.0 2.5	5.0 7.5 10.0	12.5 15.0	17.5
arrier Gas : He Pr	rim. Press. : 500-90	0	Program	Column Quan Tomport	-	
ow Control Mode :	Linear Veloc	ity 🔻	- Togram .	Column Overn Temperat	ule +	
ressure :	113.8	kPa	Rate	Final Temperature	Hold Time	<u>^</u>
otal Flow :	20.0	nL/min	1 20.00	180.0	0.00	
olumn Flow :	1.67	mL/min	2 10.00	220.0	0.00	
near Velocity :	47.6	cm/sec	3 15.00	320.0	3.00	*
urge Flow ·	3.0	ml /min	Total Program	Time : 19.67	min	
olit Ratio	-1.0	7	Name Rtx-5M	AS Thickness	: 0.25 um _	
			Longth : 20.0	m Diameter	0.25 mm	Cot
Save Method F	File As				0.231	3
Save Method F Save in:	File As			 ✓ Ø Ø Ø ™ … 	• Ture	
Save Method F Save in:	File As Training Name	*		Control	Type	Jer.
Save Method Recent Places	File As Training Name Itizi Itizi	Scan		 G Ø P P III Date modified 3/4/2014 1:18 PN 2/12/2014 7:16 P 	Type A File fold M GC/MS	ler M
Save Method f Save in:	File As Training Name Name Herbicide_S	• Scan		 Control 1 Control 1 Date modified 3/4/2014 1:18 PN 2/12/2014 7:16 P 	Type A File fold M GC/MS	ler M
Save Method F Save in: Recent Places	File As Training Name itizi Herbicide_S	^ Scan		 Control 1 Control 1 Date modified 3/4/2014 1:18 PN 2/12/2014 7:16 P 	Type 1 File fold M GC/MS	ler M
Save Method F Save in: Recent Places Desktop	File As Training Name Mame	^ Scan		 O Date modified 3/4/2014 1:18 PN 2/12/2014 7:16 P 	Type 4 M GC/MS	ler M
Save Method F Save in: Recent Places Desktop	File As Training Name Mame	Scan		 O Date modified 3/4/2014 1:18 PN 2/12/2014 7:16 P 	Type Type M File fold M GC/MS	er M
Save Method F Save in: Recent Places Desktop Libraries	File As Training Name Mame Mare	Scan		 O provide the second sec	Type Tile fold M GC/MS	ler M
Save Method P Save in: Recent Places Desktop Libraries	File As Training Name Name Itizi Herbicide_S	¢ Scan		 Golden I Golden I Date modified 3/4/2014 1:18 PN 2/12/2014 7:16 P 	Type Type M File fold M GC/MS	ler M
Save Method P Save in: Recent Places Desktop Libraries Computer	File As Training Name Mame Training Name Name Name	Scan		 Golden I Golden I Date modified 3/4/2014 1:18 PN 2/12/2014 7:16 P 	Type Tile fold M GC/MS	ler M
Save Method F Save in: Recent Places Desktop Libraries Computer	File As Training Name Mame Training Name Name Name	5can		 Golden I Date modified 3/4/2014 1:18 PN 2/12/2014 7:16 P 	Type Tile fold M GC/MS	ler M
Save Method F Save in: Recent Places Desktop Libraries Computer	File As Training Name itizi Herbicide_S	Scan	TH I	 Called 1 Called 1 Date modified 3/4/2014 1:18 PN 2/12/2014 7:16 P 	Type Type A File fold M GC/MS	ler M
Save Method F Save in: Recent Places Desktop Libraries Computer Ocmputer	File As Training Name itizi Herbicide_S File name:	Scan	TI Scan Jow	 Galacia - Control - Con	Type Type A File fold M GC/MS	ler M
Save Method F Save in: Recent Places Desktop Libraries Computer Ocmputer	File As Training Name itizi Herbicide_S File name: Save as bone:	Scan Herbicide,		 Calification Date modified 3/4/2014 1:18 PN 2/12/2014 7:16 P 	Type Type A File fold M GC/MS	ler M

E.2.2 Creazione di file di lotto



Fare clic sull'icona [Batch Processing (Processazione del lotto)] sulla barra di supporto [Real Time (Tempo reale)].

Si apre la finestra [Batch Table (Tabella di lotti)].



4	1		k.
	ľ)
4	1	1	

In Data Explorer (Esplora dati), fare doppio clic sul file di lotto da utilizzare per l'analisi sequenziale.

Data Explorer - Batcl	h 🗵
Project in :	
\Sample\Training]
File Name	м
Batch1	3



Fare clic con il tasto destro sulla tabella batch e selezionare [Table Style (Stile tabella)] dal menu visualizzato.

Si apre la finestra [Table Style (Stile tabella)].

	Vial#	Sample Name	Sample ID Samp	le Tvoe Analvsis Type	Meth
	1	Methylene Chloride	Fill Series		Herbicide
2	2	Unknown Sample	Fill Down		Herbicide
3			C++	CHL Y	
			Cut	Ctri+X	
			Сору	Ctrl+C	
			Paste	Ctrl+V	
			Clear		
			Select All		
			Copy Row		
			Add Row		
			Insert Row		
			Paste Row		
			Delete Row		
			Input Col. Data		
			Browse Data		
			Edit Method		
			Edit Papart Format		
			Edit Report Format		
			Wizard		
			Settings		
			Table Style	1	



Fare clic su [Run Mode (Modalità Sessione analitica)] nell'elenco [Hide Items (Nascondi elementi)], quindi fare clic su [Add>> (Aggiungi >>)] e [OK].

Una colonna [Run Mode (Modalità Sessione analitica)] viene aggiunta alla fine della pianificazione di lotti.

Table Style			×
Column Order Font			1
Hide Items	D)isplay Items	
Fun Mode Sample Amt. Dil Factor System Check User Prog. Sampler File Action Barcode Baseline Data F Option 1 Option 2 Option 3	Add >>	Vial# Sample Name Sample ID Sample ID Sample Type Analysis Type Method File Data File Level# Init Volume ISTD Amt. Report Output Report File Tuning File Dath Description	Up Down
		ОК	Cancel



Modifica il file di lotto.

Aggiungere una riga alla fine e seleziona un file del metodo creato in *"Appendice E.2.1 Creazione di un file di metodo che riduce la portata del gas vettore" P.85.*

Non è necessario modificare le impostazioni del numero di fiala, del numero di livello e del volume di iniezione dai valori predefiniti. Immettere un nome di file di dati che non sia uguale a qualsiasi altra riga.

older: C:	\GCMSsolution\Sample\Tr	aining				
	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File
1	Methylene Chloride	UNK-0001	0:Unknown		Herbicide_Scan.qgm	Blank.qgd
2	Unknown Sample	UNK-0001	0:Unknown		Herbicide_Scan.qgm	Sample1.qgd
3	low		0:Unknown		Herbicide_Scan_low.qgm 🕄	low.qgd
4			0:Unknown	ITQT		



Fare clic sulla cella [Run Mode (Modalità Sessione analitica)] per la riga che specifica il file del metodo che riduce la portata, quindi fare clic sul pulsante freccia visualizzato.

Si apre la finestra [Run Mode (Modalità Sessione analitica)].

Folder: C	:\GCMSsolution\Sam	ole\Training					
	Data File	Report File	Tuning File	Data Description	EPA Sample#	Ext. Volume	Run Mode
1	Blank.ggd					1	DL AQ DP
2	Sample1.qgd					10	DETRUT
3	low.qgd					1	DL AQ DP
4						1 0	

Configurare le impostazioni [Run Mode (Modalità Sessione analitica)] come mostrato di seguito, quindi fare clic su [OK].

Run Mode 🛛 🔀
Mode
Eun(Default)
C Wait before download Period: 1 [min]
C Pause before download
Process
Download of Instrument Parameters
Data Acquisition
🗖 Data Processing
OK Cancel <u>H</u> elp



Assegna un nome e salva il file di lotto, quindi fai clic sull'icona [Start (Avvio)] sulla barra di supporto [Batch (Lotto)].

Durante questo processo, il file del metodo per ridurre la portata del gas vettore viene caricato quando viene raggiunta l'ultima riga e l'acquisizione continua dei dati termina quando la portata raggiunge 20 ml/min.



Appendice Integrazione di picco per cromatogramma di corrente ionica totale (TIC)

Quando qualitativamente si analizzanopiù componenti, eseguire l'integrazione di picco come descritto di seguito per semplificare l'operazione di analisi.





Fare doppio clic sull'icona

(GCMS Postrun Analysis). Viene avviato il programma [GCMS Postrun Analysis].



Fare clic sull'icona [Qualitativa (Analisi quantitativa)] sulla barra di supporto [Postrun (Post-sessione analitica)].





Aprire il file di dati.





Impostare i parametri di integrazione di picco ed eseguire l'integrazione di picco per l'intero TIC.

1 Fare clic sull'icona [Peak Integration for All TICs (Integrazione di picchi per tutti i TIC)] sulla barra di supporto [Qualitative (Analisi qualitativa)].



2 Fare clic sulla scheda [Peak Integration (Integrazione di picchi)] nella finestra [Quantitative Parameters (Parametri quantitativi)].

Integration			Smoothing Method Standard	•	
Auto(Area)	and the state of the		# of Croathing Times:	0	
# of Peaks: Slope:	8	/min	Smoothing Width:	0 sec	
Width:	2	sec			
Drift:	0	/min		Brown	
T.DBL:	1000	min		Program	
Min.Area/Height:	0				
Base (🔊 Area 🛛 🔘	Height			

- 3 Fare clic su [Auto(Area)].
- 4 Impostare un valore in [# of Peaks (N. di picchi)].
- 5 Fare clic su [OK].



Aprire la tabella dei picchi TIC e controllare i picchi rilevati.



1 Fare clic sull'icona [Quantitative Table (Tabella dell'analisi quantitativa)] sulla barra di supporto [Qualitative (Analisi qualitativa)].

Si apre la finestra [Qualitative Table (Tabella dell'analisi qualitativa)].

 $2\,$ Fare clic sulla scheda [TIC]. I risultati per l'integrazione di picco ora possono essere controllati.



Fare clic su [Select All (Seleziona tutto)] nel menu [Edit (Modifica)].

	Edit Compound Name	Area	Area%	Height	Height%	A/H	Mark	Name
	199 - 790.	1.89354	10,56	1919995	9.13	1.65		
	Select All	24812	4.06	968692	4.61	1.25		
-	8. determin	,58529	14.64	3361668	15.98	1.30		
		5594414	18.53	4299313	20.43	1,30	V	
	Delate Reve	973202	3.22	703014	3.34	1.38		
	Delete nows	5037710	16.69	3545673	16.86	1.42		
	Delete Current Table	5472339	18.13	3208920	15.26	1.71		
	Delete All Deals Tables	4337919	14.37	3025606	14.39	1.43		
	Register to Spectrum Process Table							
	Register to Library							
	Register to Library Sort Table							

⁷

Fare di nuovo clic sul menu [Edit (Modifica)], quindi fare clic su [Register to Spectrum Process Table (Registra nella tabella dei processi di analisi spettrale)].

8	Edit Compound Name	Area	Area%	Height	Height%	A/H	Mark	Name	
		3189354	10.56	1919995	9.13	1.66			
	Select All	1224812	4.06	968692	4.51	1.26			
£	Copy	4358529	14 44	3361668	15.58	1 30			
1		5594414	18.53	4239313	20.43	1 30	v		
1	Delete Rows	5037710	16.69	3545673	16.55	1 42			
1	Delete Current Table	5472339	18.13	3206920	15.26	1.71			
	Delete All Peak Tables	4337919	14.37	3025605	14.39	1.43			
	Register to Spectrum Process Table								
	Sort Table								
	Copy Compound Name to TIC Peak Table								

```
8
```

Eseguire la ricerca per similarità per ogni riga.

		Search All Tal	ble				-				
Bet.Tim		Search Search	ea nows			_	Search	Report	Event	Name	
		Stop					-	0	1		
		23.54K						1	1		
4		Copy Compo	ound Name of H	it #1 to Spectrum	n Process Tal	ple		1	1		
	T	0.750	0.740	0.735	0.700	0.7071	1	1	1	1	
-	•	9.685	9.695	9,690	9.655	9.735		1	1		
	•	10.295	10.305	10.300	10.260	10.350		1	1		
	•	11.465	11.475	11.470	11,435	11.520		9	1		

1 Fare clic sulla scheda [Spectrum Process (Processo di analisi spettrale)] nella finestra [Qualitative Table (Tabella qualitativa)].

2 Fare clic su [Search All Table (Cerca in tabella completa)] nel menu [Similarity Search (Ricerca per similarità)]. [Done (Fine)] viene visualizzato nella cella [Search (Cerca)].





Ν.	Spiegazione
1	Similarity (Similarità): Più questo valore è vicino a 100, maggiore è la similarità negli spettri di massa.
2	Per inserire un nome composto nella tabella dello spettro, selezionare la casella per il composto pertinente.
3	Fare clic per copiare i nomi composti selezionati nella tabella dello spettro.
4	Utilizzare per alternare gli spettri di massa per i composti trovati.
5	Numeri di risultati per i composti trovati.
6	Consente il passaggio tra i risultati della ricerca per ogni riga nella tabella di analisi spettrale.



Modifica della tabella TIC

Se i picchi non possono essere rilevati correttamente dall'integrazione automatica dei picchi, intraprendere le seguenti azioni.



-Ô-

Copiare il nome composto Hit n. 1 nella tabella dei processi dell'analisi spettrale

rint	Edit View	Sim	ilarity Searc	6							-
	Ret.Time		Search All Table Search Selected Rows						Event	Name	_
1	-								1	Hexachlorocyclopentadiene	
2	-	9	Stop						1	Acenaphthene-d10	
3	·	-	The Design of the second		the second second	A CONTRACTOR OF STREET	entre of the feature		1	Smazine	
4	-	\checkmark	Copy Con	npound Nam	e of Hit #1 to	Spectrum	Process Table	1	1	Atrazine	
5		1		A 14111		A PIRTY	A 1977 11 1978		1	Anthracene-D10-	
5		_	96351	9.655.1	3 630 (3(655)	3 735 (Done)	100	1	Alaching	_

Se si seleziona [Copy Compound Name of Hit #1 to Spectrum Process Table (Copia nome composto del risultato n. 1 nella tabella dei processi dell'analisi spettrale)], è possibile inserire automaticamente il nome del composto che è stato individuato per primo nella ricerca per similarità. Tuttavia, è necessario confermare che il primo composto individuato è in realtà il composto target perché potrebbe non esserlo.



Nella libreria è possibile cercare informazioni relative ai composti target (ad es. spettri e informazioni sulla struttura).



Fare clic sull'icona [Library Editor (Modifica libreria)] sulla barra di supporto [Postrun (Postsessione analitica)].

Si apre la finestra [Library Editor (Modifica Libreria)].





Fare clic su [Open Library (Apri libreria)] nel menu [File] per aprire la libreria da utilizzare. La libreria si apre.

Q.	GCM	S Pos	trun A	nalysis (Adr	nin) - [Library	Editor
Q	File	View	HitList	Target Info.	Compound Info.	Index
						-
-1	0	pen Lib	rary		Ctrl+	0
	-	1030 610	rary			_



Fare clic sulla cella nella colonna [Index (Indice)] per selezionare un elemento.

ł	Para	meters						
		Index	-				Parameter	
	1	Senal Number	212961					
	2	No Setting						
	3	Serial Number						
	4	Mol Wt						
4	-	Formula	-					_
[F	Cmpd Name Base Peak	Name	Mol Wt	1	Formula		-
	1	Ret.Index	en \$\$ o-Hydrogen \$\$ p-	2	H2			
ſ	2	Class Flags	N 1957 \$\$	4	D2			
	3	CAS Number	g s \$\$ Methyl hydride \$\$	16	CH4			
	4	No Setting	gas \$\$ Nitro-Sil \$\$ Spirit	17	H3N			
- 1	E	101-1 00 101-1-	an Distilla damatas on la	10	1120			



Immettere le informazioni per l'elemento indice nella colonna [Parameter (Parametro)] per la riga in cui è stato selezionato l'elemento indice.

Para	meters		
	Index		Parameter
1	Serial Number	1-212961	
2	Cmpd Name	Atrazine	
3	CAS Number	1912 -24-9	
4	No Setting	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	



Ķ

Fare clic su [Start (Avvio)] nel menu [Index Search (Ricerca indice)].

I risultati vengono visualizzati.

GCMS Postru	n Analysis (Admin) - [L	ibrary Editor - NIST	11.li	b (212,	.961 Spectrum)]			
🝳 File 🛛 View	HitList Target Info.	Compound Info.	Inc	dex Sea	arch Tools Windo	w He	lp	
🗅 🖻 🔚	<i>5</i> 🗋 🚰	¥ 🔳	C	Sta	t)	P
Postrun	Data Explorer - Data			Exp	p ort Search Results			
	CONCrete Version				Index			
AL.	\GLMSsolution\Sam	pie (Training •		1	Serial Number	1-212	2961	
<u>linia.</u>	File Name	Modified [2	Cmpd Name	Atraz	ine	
Qualitative		woulled		3	CAS Number	1912	-24-9	
40	🔚 Sample1	1/29/2014		4	No Setting	_		



Confermare le informazioni applicabili (ad es. spettro o struttura).



sol

Appendice Visualizzazione dei cromatogrammi di massa (MC)

La visualizzazione del cromatogramma di massa appropriato durante l'analisi dei dati per l'analisi qualitativa semplifica l'analisi.

Conferma della purezza dei picchi

La visualizzazione di cromatogrammi di massa può essere utilizzata per verificare la presenza di due o più picchi sovrapposti o, in altre parole, per verificare la purezza di un picco nel cromatogramma.



Ricerca dei picchi di composti target tra più picchi

In alcuni casi, i picchi dei composti target non possono essere confermati in un cromatogramma di corrente ionica totale (TIC).

Se i picchi spettrali di massa caratteristici (ad es. *m/z*) dei composti target sono noti, la visualizzazione dei cromatogrammi di massa semplifica il controllo della posizione dei picchi del composto target nel cromatogramma.



Eseguire l'operazione come descritto di seguito.

- 1 Eseguire "Ricerche indice" P.94 per controllare gli spettri di massa dei composti target.
- 2 Controllare da uno a tre ioni nella regione m/z alta.
- 3 Inserire i valori *m*/z nella tabella dei frammenti e visualizzare i cromatogrammi di massa.
- 4 Eseguire ricerche per similarità per gli spettri di massa dei picchi target.

H.1 Visualizzazione dei cromatogrammi dagli spettri di massa

Nello spettro di massa, specificare e ingrandire l'intervallo contenente i picchi desiderati trascinando il mouse.





Spostare il puntatore del mouse sul picco spettrale da visualizzare e fare doppio clic.

Un cromatogramma di massa viene visualizzato nella finestra MC, ingrandito di una velocità di ingrandimento impostata automaticamente.

2.0-						m/z 267.90 /	bs. hien.	3,528 Rel. Inten.	20.00
1						264			
0		265							
-		256							
			258						
10-1	1 ache		arte	1	and c'				1.0



- Per nascondere il cromatogramma di massa, deselezionare la cella pertinente nella colonna [Disp.] nella finestra [MC Fragment Table (Tabella dei frammenti di MC)].
- Per annullare l'ingrandimento, fare clic con il pulsante destro del mouse sullo spettro di massa e selezionare [Undo Zoom (Annulla zoom)] dal menu visualizzato.

H.2 Visualizzazione dei cromatogrammi dalle tabelle dei frammenti

Fare clic sull'icona [Fragment Table (Tabella dei frammenti)] sulla barra di supporto [Qualitative (Analisi qualitativa)].

Si apre la finestra [MC Fragment Table (Tabella di frammenti MC)].





Immettere i valori applicabili nelle colonne [m/z] e [Factor (Fattore)], selezionare le celle corrispondenti nella colonna [Disp.] e fare clic su [OK].

Un cromatogramma di massa viene visualizzato nella finestra MC.

MC F	ragment 1	[able		×			
Gro	up#1	•	OK				
0	TIC		Lancel				
0	міс		Apply				
-	Page 1						
0	None						
	lo our						
	Base Shif	t					
F	Disp.	m/z	Factor	•			
1		TIC	1.00				
2		200.00	2.00	E			
3	V	215.00	4.00	UU.			
_	and a second second second second						
4	0						
4 5							
4 5 6							
4 5 6 7							
4 5 6 7 8							
4 5 6 7 8 9							
4 5 6 7 8 9 10							
4 5 6 7 8 9 10 11							
4 5 6 7 8 9 10 11 12							
4 5 6 7 8 9 10 11 12 13							

La schermata può essere modificata come mostrato di seguito abilitando/disabilitando [Base Shift (Spostamento della base)] nella tabella.

• With Base Shift (Con spostamento della base)



• Without Base Shift (Senza spostamento della base)



Appendice

Modifica dei parametri per l'analisi quantitativa

Modificare i parametri dell'analisi quantitativa secondo necessità.



Avviare il programma [GCMS Postrun Analysis] e aprire il file del metodo.

Fare clic sull'icona [Quantitative Parameters (Parametri quantitativi)] sulla barra di supporto [Calibration (Calibrazione)].

Si apre la finestra [Quantitative Parameters (Parametri quantitativi)].



3

Fare clic sulla scheda [Quantitative (Quantitativi)].

Quantitative Parameters	×
Peak Integration Identification Quantitative c) mpound Table Se Quantitative Method:	earch
Internal Standard ▼ Calculated by:	Eormat of Concentration
# of Calib. Levels: 4	5



Modificare le impostazioni [Curve Fit Type (Tipo adattamento della curva)], [Zero]

e [Weighted Regression (Regressione ponderata)], se necessario.



Ν.	Elemento	Spiegazione
1	Curve Fit Type (Tipo di adattamento della curva)	Specifica come tracciare la curva di calibrazione. Linear (Lineare): Determina la curva di calibrazione come una linea retta dai valori ottenuti. Point to Point (Punto a punto): I punti sono collegati da una linea spezzata. Non
		viene visualizzata alcuna formula per le curve di calibrazione punto a punto. Quadratic (Quadratico): La curva si adatta a ciascun punto utilizzando un'equazione quadratica. Richiede almeno tre punti sulla curva di calibrazione. Per due punti o meno, la curva viene calcolata come lineare. Mean RF (RF media): Innanzitutto, determina le linee rette che passano attraverso l'origine e ciascun punto. Quindi, trova la media semplice delle
		pendenze per ogni linea.
2	Zero	Selezionare [Not Forced (Non forzato)] o [Force Through (Forzato)]. Normalmente, selezionare [Not Forced (Non forzato)].
3	Weighted Regression (Regressione ponderata)	Un tipico metodo dei minimi quadrati per tracciare curve di calibrazione potrebbe comportare un errore di quantificazione che è maggiore quanto più bassa è la concentrazione nel punto di calibrazione. In generale, quando la curva di calibrazione ha un ampio intervallo dinamico (la concentrazione massima è almeno 50 volte superiore al limite minimo di quantificazione), le formule vengono ponderate per ridurre la ponderazione dei punti di concentrazione più elevata della curva di calibrazione. In genere, le formule sono ottimizzate controllando il coefficiente di correlazione e il rapporto di contributo. [1/C2]: Le formule sono ponderate dall'inverso del valore di concentrazione al quadrato. [1/C]: Le formule sono ponderate dall'inverso del valore di concentrazione.
		[1/A2]: Le formule sono ponderate dall'inverso del valore di area al quadrato (o del valore di altezza quando viene specificata un'altezza per i dati utilizzati).[1/A]: Le formule sono ponderate dall'inverso dell'area.



Al termine delle modifiche, fare clic su [OK].

Le curve di calibrazione vengono corrette in base ai parametri modificati.

Appendice

2

Stampa di rapporti

I rapporti possono essere emessi da GCMSsolution utilizzando i due metodi descritti di seguito.

- Image printing (Stampa di immagini): L'immagine nella finestra visualizzata viene automaticamente convertita in un rapporto.
- Report creation (Creazione del rapporto): Un formato del rapporto viene impostato e prodotto manualmente.

J.1 Stampa di immagini (stampa di spettri e cromatogrammi visualizzati in Windows)

Richiamare i dati applicabili nella finestra [Data Analysis (Analisi dei dati)] nelle modalità di elaborazione qualitativa o quantitativa del programma [GCMS Postrun Analysis].

Visualizza del cromatogramma e dello spettro di massa nella finestra nel modo desiderato per il rapporto.





Scegliere [Print Image (Stampa immagine)] nel menu [File] e selezionare [Edit Format (Modifica formato)].

Si apre la finestra [Report (Rapporto)].





Regolare le dimensioni secondo necessità.





Dopo la modifica, fare clic sull'icona [Print (Stampa)] nella barra di supporto [Report (Rapporto)].

Il rapporto viene riprodotto.

Report
Тор
Preview
Print



Dopo aver inviato il rapporto, chiudere la finestra [Report (Rapporto)].
J.2 Creazione di rapporti

Con la creazione di rapporti, i rapporti vengono riprodotti dopo aver impostato i formati dei rapporti o utilizzando modelli creati in precedenza.

Elaborare e salvare in anticipo i risultati da riprodurre (come le informazioni spettrali).



Aprire i dati applicabili nella finestra [GCMS Postrun Analysis (Analisi post-sessione analitica di GCMS)] – [Data Analysis (Analisi dei dati)].

Lo stesso rapporto viene prodotto sia per le finestre qualitative che quantitative.



Keport

Fare clic sull'icona (Report (Rapporto)) sulla barra di supporto [Qualitative (Analisi qualitativa)] o [Quantitative (Analisi quantitativa)].

Si apre la finestra [Data Report (Rapporto di dati)].

J.2.1 Utilizzo di modelli



Selezionare [New File Format (Nuovo file di formato)] nel menu [File].





Selezionare [Use Template (Utilizza modello)], selezionare il modello pertinente e fare clic su [OK].

ile New			2	
🔿 New File				
Use Template				
ST Calibration Curren				
Chromatogram Spectrum			-	
MSSpeedrum (10 Compounde)				
Compounds)				
Superitation (21 Compounds)				
Quantitation (Chromato & CalCurve)				
🕅 Quantitation (chromato d Calcarro)				
<			>	
Comment				
Chroamtgram in a Framgmen	t Table settings		-	
Spectrum in a Spectrum Proc	cess Table settir	igs of the Qualitative T	abl	
			~	
<			>	
OK				

PHint

Se questa finestra di selezione non viene visualizzata, selezionare [Option (Opzione)] nel menu [Tool (Strumento)] per visualizzare la finestra [Setting Options (Opzioni di impostazione)] e, nella scheda [New File (Nuovo file)], selezionare [Prompt on File New (Richiedi nuovo file)] per il file del formato per il rapporto.

J.2.2 Utilizzo dei file di rapporti precedentemente creati

In Data Explorer (Esplora dati), fare doppio clic sul file di rapporto da utilizzare.

Data Explorer - Report	t Format 🛛 🔀
Project in :	
\20091115_operation	guide 💌
File Name	Modified Date
Calibration Curve	7/9/2001 1:57 PM
Chromatogram-S	11/11/2005 10:10 AM
MSSpectrum (10	11/22/2005 3:03 PM
🔊 nida	2/3/2006 6:15 PM
Pest	1/24/2006 9:58 AM
Quantitation (10	1/24/2006 9:59 AM
Quantitation (21	1/24/2006 9:59 AM
Quantitation (Ch	1/24/2006 10:00 AM
Quantitative Res	1/24/2006 10:00 AM
Quantitative Res	7/17/2001 3:24 PM
Similarity Search	11/11/2005 10:11 AM
Similarity Search	11/11/2005 10:11 AM

J.2.3 Manually Setting Report Content (Impostazione manuale del contenuto del rapporto)



1

Fare clic sui pulsanti sulla barra degli strumenti per le informazioni da stampare o selezionare gli elementi desiderati nel menu [Item (Elemento)].

Icona	Nome	Spiegazione
	Informazioni di esempio	Selezionare per stampare informazioni di esempio.
Ð	Metodo	Selezionare per stampare i metodi.
	Tabella di picco	Selezionare per stampare le tabelle dei picchi nelle tabelle qualitative.
JUL	Cromatogramma	Selezionare per stampare i cromatogrammi (TIC, MIC e MC).
	Grafico dello spettro	Selezionare per stampare gli spettri di massa registrati nelle tabelle di elaborazione dello spettro.
	Tabella di massa	Selezionare per stampare le tabelle di massa per gli spettri registrati nelle tabelle di elaborazione dello spettro.
ŝ.	Grafico quantitativo	Selezionare per stampare i cromatogrammi e i valori quantitativi ottenuti nei risultati quantitativi.
R	Tabella quantitativa	Selezionare per stampare le tabelle ottenute in risultati quantitativi.
K	Curva di calibrazione	Selezionare per stampare le curve di calibrazione.
Ś	Messa a punto	Selezionare per stampare i risultati di sintonizzazione ottenuti quando viene eseguita l'acquisizione dei dati. Selezionare l'icona [Tuning GC/MS] o [Tuning GC/MS/MS].
۱ <u>۱</u>	Ricerca in libreria	 Selezionare per stampare i risultati della ricerca della libreria ottenuti per gli spettri di massa registrati nelle tabelle di spettro. Le ricerche devono essere eseguite nelle tabelle degli spettri.

J



Trascinare il mouse nella visualizzazione layout per specificare l'intervallo di stampa.

Si apre la finestra delle proprietà per l'elemento in fase di allestimento.



Riferimento

Fare riferimento alla Guida per i dettagli sulle impostazioni delle proprietà.

-PHint

Per visualizzare nuovamente una finestra delle proprietà, fare doppio clic sull'elemento corrispondente.



Fare clic sull'icona [Preview (Anteprima)] sulla barra di supporto [Data Report (Rapporto di dati)] e verificare il contenuto del rapporto in uscita.





Dopo aver verificato il contenuto del rapporto, fare clic su [Print (Stampa)] per generare il

Qualitative Analysis Report	11/18/2009	Qualitative Analysis Report	11/18/200
Stangen & Stangen & Margan & Marga			
Navara Ara Bastini Subara Mana Subara Ang Sana Subara Subar		Ref. January Alexandro 1999 (Section 2019) Construction of the Section of Construction of Con	***
	. 1	Capitant Blancker Di Malan (Marganadari Balanci Di Landari Angelan (Marganadari Balanci Di Landari Angelan (Marganadari Balanci Di Marganadari Malanci Di Malanci Di Capitantantana (Marganadari Balanci Di Capitantantana (Marganadari Balanci Di) Capitantantana (Marganadari Balanci Di)	
		and the second s	
da de	194 ₁₉₄		<u></u>
			<u>U</u>



Selezionare [Save Format File As (Salva formato file come)] nel menu [File] per denominare e salvare il file del rapporto.

Ciò consente di caricare il formato del rapporto in futuro per creare facilmente rapporti.



Appendice Manutenzione

Fare doppio clic sull'icona

K.1 Manutenzione

Sostituire o pulire i materiali di consumo e le parti di manutenzione secondo necessità, facendo riferimento alla finestra [MS Navigator (Navigatore MS)] utilizzando la procedura descritta di seguito.



1

Selezionare [Maintenance (Manutenzione)] nel menu [Help (Guida)].

Si apre la finestra [MS Navigator (Navigatore MS)].

Il programma [GCMS Real Time Analysis] si avvia.

, U	ntitled, _default.qgt]	
w	Help	
u. Is	Contents	5 (e)
=	Maintenance	
	About GCMS Analysis	[



Fare clic sullo strumento per il quale verrà eseguita la manutenzione.





Leggere attentamente le informazioni precauzionali e quindi fare clic sull'elemento applicabile nel menu di manutenzione.

Control of the second field of the second	MS Navigator	- 4
 How to Use Maintenance Help> Cicking a mem in «Maintenance Mem» opens the page for that mem. ([rage title)] is displayed at the top of the page. To view page content further down, we the scool but on the tight. Cicking an underlined per largens to the related page. To return to the previous page, cick [Back] at the bottom of the page, or click the browner [Back] buttom. erecautions During Maintenance> Be sure to allow the temporature of instrument parts to fall to 50 °C or below before performing maintenance. Were clean goines when performing maintenance using gauge moistened with acctone. After removing parts, place them on gauge to prevent them from becoming to a differe disasembling parts, be sure to remember their assembled states to prevent mistakes when they are re-assembled. Contract Contract Contract Page : Contract Co	성급 수· ··· 2025 Show Back Forward Part	
<text><list-item><list-item><list-item><list-item></list-item></list-item></list-item></list-item></text>	<how help="" maintenance="" to="" use=""></how>	
 (Igner titel) is displayed at the top of the page. • Or view page context finither down, use the scole bar on the right. • Cleaking an used-finished part jamps to the related page. • To return to the previous page, click [Back] at the bottom of the page, or click the browser [Back] button. OPECANTIONS During Maintenance 1. Be use to allow the temperature of instrument parts to full to 50°C or bolow before performing maintenance. 2. Were clean gloves when performing maintenance to grant molecular grant molecular distance of the top version page, click the prove them performing maintenance. 3. Be user to value of any off from the tools used for maintenance tuing grant molecular distance them. 4. When disassenabling removed parts, perform the same preventitive actions in a th Before disassenabling parts, be sure to remember their assembled states to prevent mistales when they are re-assembled. Context Context Context	Clicking a menu in <maintenance menu=""> opens the page for that menu.</maintenance>	
 To sive page content further down, use the scole but on the right. Cicking an underlined part jumps to the related page. To return to the previous page, click [Back] at the bottom of the page, or click the browser [Back] button. Percentions During Maintenance> Be use to allow the temperature of instrument parts to full to 50 °C or below before performing maintenance. Were clean glows whose proforming maintenance. And removing parts, just of them on gaure to prevent time from bocoming lost or dir. Whose dassembling removed parts, perform the same preventative actions as in A. Before disassembling parts, be sure to remember their assembled states to prevent ministers whon they are re-assembled. 	 [(page title)] is displayed at the top of the page. 	
• Clicking an underlined part jumps to the related page. • To return to the previous page, click [Back] at the bottom of the page, or click the browser [Back] button. CPrecautions During Maintenance> • Near clean gloves when proforming maintenance. • Were clean gloves when proforming maintenance to fail to 50 °C or below before performing maintenance. • Were clean gloves when proforming maintenance wing game motioned with actions. • Were clean gloves when proforming maintenance using game motioned with actions. • Were clean gloves when proforming maintenance wing game motioned with actions. • When classified and with time tools used for maintenance using game motioned with actions. • When classified and with time tools used for maintenance using game motioned with actions. • When classified areas the provent minickes when they are re-statematice. • When classified areas the prevent minickes when they are re-statematice. • When classified areas the prevent minickes when they are re-statematice. • When classified areas the prevent minickes when they are re-statematice. • When classified areas the prevent minickes when they are re-statematice. • When classified areas the prevent minickes when they are re-statematice. • When classified areas the prevent minickes when they are re-statematice. • When classified areas the prevent minickes when they are re-statematice. • When classified areas the prevent minickes when they are re-statematice. • When classified areas the prevent minickes when they are re-statematice. • When classified areas the prevent minickes when they are re-statematice. • When classified areas the prevent minickes when they are re-statematice. • When classified areas the prevent minickes when they are re-statematice. • Output the assembled areas to prevent minickes when they are re-statematice. • Output the statematice. •	· To view page content further down, use the scroll bar on the right.	
Precautions During Maintenance> I. Be use to allow the temperature of instrument parts to ful to 50 °C or below before performing maintenance. 2. Were clean gloves what performing maintenance using gaze moistened with actions. 2. Maintenance Menu> CMaintenance Menu> Cover a particular item or procedure, click the photo or tex.	 Chcking an underlined part jumps to the related page. To return to the previous page, click [Back] at the bottom of the page, or click the bit 	owser [Back] button.
Percautions During Maintenance> I Be use to allow the temperature of instrument parts to full to 50 °C or below before performing maintenance. We are clean gives when performing maintenance using gaze moistened with actions. Maintenance Memu> Notes a particular item or procedure, click the photo or tex. Maintenance Memu> Notes Spectrometer Uni Injection Uni Column Oven Injection Inj		
 1. Be user to allow the temperature of instrument parts to full to 50°C or below before performing maintenance. 2. Wer clean gives when performing maintenance using gaze moistened with actions. 3. Be are to vige dim of diff nom the look used for maintenance using gaze moistened with actions. 3. Mart rancoking parts, place them on gaze to prevent them from becoming loot or diff. 3. When dissuanding remore diparts, perform the same preventable accions at is A. Before dissuanting parts, be sure to remember their assemblied states to prevent miniciparts when they are re-assembled. 3. When dissuantiating remore diparts perform the same preventable accions at is A. Before dissuanting parts, be sure to remember their assemblied states to prevent miniciparts when they are re-assembled. 3. When dissuantiation of proceeding click the photo or text. 3. When Supectrometer Unit Injection Unit Column Own 5. Origination of the prevention of the photo or text. 	Precautions During Maintenance>	
 2. Were dem gives when performing matternet. 3. Be ure to wipe offany dif from the look used for maintenance using gaze moistened with actions. 4. After removing parts, place them on gaze to prevent them from becoming lost or dirty. 5. Work disassembling removed parts, perform the same preventitive actions in a k. Before disassembling parts, be sure to remember their assemblied states to prevent mistakes when they are re-assembled. 	1. Be sure to allow the temperature of instrument parts to fall to 50 °C or below before	performing maintenance.
 Be are to vipe off any diff from the tools used for maintenance using parse moistened with Actions. After removing parts, place them on games to prevent them from bocoming lost or dry. When disastending removed parts, perform the same preventative action as in 4. Before disastending parts, be sure to remember their assembled states to prevent mistakes when they are re-assembled. Minimtenance Menu> To view a particular item or procedure, click the photo or text. Muss Spacetrometer Unit Injection Unit Column Oven	2. Wear clean gloves when performing maintenance.	Francisco Barrantes
• After removing parts, parts of terms of game to prevent them is non becoming look of entry. • When dissuesting removed parts, perform the same preventitive acids as it is. Before dissuesting parts, be sure to remember their assembled states to prevent minickes when they are re-assembled. • Ministenance Menu> To view a particular item or procedure, click the photo or text. • Muss Spectrometer Unit Injection Unit Column Oven • Output Distribution of the prevent minister of the photo or text.	Be sure to wipe off any dirt from the tools used for maintenance using gauze moistene	d with acetone.
emember their assembled states to prevent mistakes when they are re-assembled. Adaintenance Menu> To view a particular item or procedure, click the photo or text. Mass Spectrometer Unit Injection Unit Column Oven	 After removing parts, place them on gauge to prevent them from becoming lost or dr. When disassembling removed parts, perform the same preventative action as in 4. Be 	ty. fore disassembling parts be sure to ful
Maintenance Menu> To view a particular item or procedure, click the photo or tex.	remember their assembled states to prevent mistakes when they are re-assembled.	
	Mass Spectrometer Unit Injection Unit Column O	
	11.12	



Eseguire la manutenzione seguendo le istruzioni visualizzate sullo schermo.

Fare clic sull'immagine per ingrandirla. Fare clic su [Back (Indietro)] nella finestra ingrandita per tornare alla finestra originale.



Per eseguire un altro elemento di manutenzione, fare clic su [Back (Indietro)] e ripetere la procedura dal passaggio 3. Dopo aver completato la manutenzione, chiudere la finestra [MS Navigator (Navigatore MS)].

Dopo aver eseguito la manutenzione, ripristinare le frequenze di utilizzo e i tempi di utilizzo utilizzando la procedura descritta in *"Appendice K.3 Modifica delle linee guida per la sostituzione di setti e inserti in vetro" P.112.*

K.2 Easy sTop TQ QP

L'utilizzo di Easy sTop consente di sostituire i setti e gli inserti in vetro senza arrestare il sistema di vuoto. Pertanto, riduce significativamente il tempo necessario per stabilizzare il sistema dopo la sostituzione ed elimina la necessità di sintonizzazione automatica.

Per proteggere le colonne, Easy sTop mantiene la temperatura dell'unità di iniezione del campione, del forno della colonna e dell'interfaccia a 70 °C o inferiore. Di conseguenza, possono essere necessari circa 30 minuti, a seconda delle impostazioni, per visualizzare gli inserti di vetro e i setti.



Fare doppio clic su una delle icone per i materiali di consumo nel monitor dello strumento.

La scheda [Consumable (Materiali di consumo)] si apre nella finestra [Monitor Setting (Impostazioni monitor)].





Fare clic su [Easy sTop].

Viene visualizzata la finestra [Easy sTop] e le temperature dell'unità di iniezione, del forno a colonna e dell'interfaccia diminuiscono. Quando ogni temperatura raggiunge 70 °C o inferiore, lo stato "Push the replace button" (Premere il pulsante di sostituzione) viene visualizzato nella finestra [Easy sTop].

nor serrings				
Line1 🗎 Consu	mable			
iC Consumables			MS Consumables	
urrent/Rough Stand SPI 1(IN.I#1)	lard for Exchar	nge	Current/Rough Standard for I	Exchange
Sentum:	45/100	times	Filament #1 :	74/1000 k
Glass Insert :	45/500	times	Filament #2 :	3/1000 h
			Ion Source :	77/1500 h
	(10		Detector :	77/6000 h
	4/U		Turbo Molecular Pump1 :	1059 h
	4/0		Turbo Molecular Pump2 :	1059 h
(INJ#3)				
Septum :		times	Rotary Pump 1 :	1060/15000 h
<u>G</u> lass Insert :		times	Rotary Pump 1 Oil :	1060/3000 h
			Rotary Pump 2 :	
		min	Rotary Pump 2 Oil :	
	E	û asy sTop	Total Bun :	1005 k
			rotarriur.	1065 1
				Report Consumphile



Fare clic su [Replace (Sostituisci)], quindi sostituire i setti o gli inserti di vetro nell'unità di iniezione del campione.

Per le procedure di sostituzione, consultare la procedura di sostituzione del setto o inserire la procedura di sostituzione nella finestra [MS Navigator (Navigator MS)].

39 31 0 p	Push the replace button
Please cli	Temperatures are low enough. ck the Replace button and then replace septa or glass inserts
Ē	

MOTA

Facendo clic su [Replace (Sostituisci)] si interrompe l'erogazione di gas vettore.

Se lasciato in quello stato per periodi prolungati, potrebbe ridurre le prestazioni della colonnina. Pertanto, sostituire i setti e gli inserti il più rapidamente possibile.



Dopo la sostituzione, fare clic su [Complete (Completa)] nella finestra [Easy sTop].

Se non vi sono perdite d'aria, l'unità di iniezione del campione, il forno a colonnina e le temperature dell'interfaccia ritornano alle temperature precedenti prima dell'avvio di Easy sTop.

Easy sT	q
	Replacing
Pleas	e click the Complete button after replacing comsumables.
	Complete Cancel Help



Ripristinare il contatore di utilizzo per il setto e l'inserto in vetro.

Per istruzioni su come ripristinare i contatori di utilizzo, consultare la procedura a pagina *112*, a partire dal passaggio 3.

K.3 Modifica delle linee guida di sostituzione per setti e inserti in vetro

Per i setti, la frequenza di sostituzione varia in base al diametro dell'ago della siringa. Il setto può essere usato circa 100 volte con la siringa raccomandata e circa 30 volte con una siringa gastight prima della sostituzione.

La frequenza di sostituzione dell'inserto in vetro varia a seconda del campione. Impostare le linee guida per la sostituzione in base al campione.

Fare clic sull'icona [System Configuration (Configurazione del sistema)] nella barra di supporto [Real Time (Tempo reale)].

Si apre la finestra [Configurazione del sistema].





K Manutenzione

Fare doppio clic su [SPL1] in [Moduli utilizzati per l'analisi].

Si apre la finestra [Moduli della linea analitica n. 1].

System Configuration	
Available Modules Instrument1 GC-2010 ⊕ 11111 Autosampler ⊕ -1 Injection Units ⊕ Detectors ⊕ 0 Uhers	Modules Used for Analysis Image: State of the state of th
Aud	jitTrail <u>S</u> et Cancel <u>Print</u> <u>H</u> elp



Fare clic su [Manutenzione porta di iniezione].

Si apre la finestra [Manutenzione porta di iniezione (SPL1)].

Modules of Analytical Line	e#1	X
SPL1 Column MS		
<u>N</u> ame :	SPLI	
Injection Unit <u>Type</u> :	SPL	
Carrier <u>G</u> as :	He	
	Injection Port Maintenance	
Heater		
Zone:	INJ1	
Maximum Temperature :	470 °C	
Flow		



Immettere le impostazioni [Septum Used Counts (Conteggi utilizzati per il setto)] e [Insert Used Counts (Inserisci conteggi utilizzati)].

Per ripristinare le impostazioni predefinite, fare clic su [Default (Impostazioni predefinite)].

Injection Port Maintenance(SPL1) 🛛 🛛 🔀				
Septum Used Counts :	100	<u>D</u> efault		
Insert Used Counts :	150	J		
OK	Cancel	Help		



Fare clic su [OK].

Viene visualizzata la finestra [Moduli della linea analitica n. 1].



Fare clic su [OK].

Viene visualizzata la finestra [Configurazione del sistema].



Fare clic su [Set (Imposta)].



Le linee guida per la sostituzione di setti e inserti in vetro vengono modificate.





Appendice

Browser quantitativo

L.1 Analisi dei dati tramite browser quantitativo

L'utilizzo di questo browser consente di analizzare quantitativamente più campioni contemporaneamente.



Ν.	Elemento	Spiegazione	
1	[Quantitative Result View (Visualizza risultati quantitativi)]	Utilizzare per verificare i risultati del calcolo quantitativo (area, concentrazioni, ecc.) di più file di dati. Fare clic su epi passare da un composto all'altro da visualizzare.	
2	[Compound Table View (Visualizza tabella dei composti)]	Fare clic sulla scheda [Results (Risultati)] per verificare i valori quantitativi di ciascun composto nel file di dati selezionato in [Quantitative Result View (Visualizza risultati quantitativi)].	
3	[Calibration Curve View (Visualizza curva di calibrazione)]	Visualizza una curva di calibrazione dell'ID selezionato in [Compound Table View (Visualizza tabella dei composti)].	
4	[Chromatogram View (Visualizza cromatogramma)]	Visualizza i cromatogrammi dei composti che si trovano nei file di dati selezionati in [Quantitative Result View (Visualizza risultati quantitativi)] e anche selezionati in [Compound Table View (Visualizza tabella dei composti)].	
5	Sample Type Toolbar (Barra degli strumenti del tipo di campione)	I file di dati per il tipo di campione specificato possono essere visualizzati in [Quantitative Result View (Visualizza risultati quantitativi)]. All: Tutti i tipi di campione, Std: Campioni standard, Unk: Campioni sconosciuti	

L.1.1 Caricamento dei dati utilizzando il browser quantitativo





Fare doppio clic sull'icona (Browser GCMS) sul desktop.

2

Fare clic sull'icona [Quant Browser sulla barra di supporto [Browser (Sfoglia)].





Fare clic sulla scheda [Batch (Lotto)] in Data Explorer (Esplora dati).





Trascinare e rilasciare il file di lotto utilizzato per l'analisi in [Quantitative Result View (Visualizza risultati quantitativi)].



I singoli file di dati possono essere trascinati e rilasciati per aprirli. Inoltre, fare clic con il pulsante destro del mouse sulla riga desiderata, quindi fare clic su [Delete (Elimina)] per eliminare un file di dati.

L.1.2 Verifica e correzione delle curve di calibrazione

Тор

Fare clic sull'icona [Modify Calibration Curve (Modifica curva di calibrazione)] sulla barra di supporto [Quant Browser





Controllare la curva di calibrazione e apportare le correzioni necessarie.

Riferimento

Fare riferimento a "5.3.1 Verifica e correzione delle curve di calibrazione" P.58 per la procedura operativa.



Fare clic sull'icona (Calibrazione)].

(Top (Superiore)) sulla barra di supporto [Calibration

Quando viene visualizzata la finestra [Quant Browser (Sfoglia analisi quantitativa)], il ricalcolo quantitativo viene eseguito in base alla curva di calibrazione corretta.

L.1.3 Verifica e correzione dei risultati quantitativi di campioni non noti



Riferimento

Se necessario, eseguire l'identificazione o l'integrazione di picco con riferimento a *"Identificazione manuale e integrazione manuale dei picchi" P.61*.

-PHint

Lo stesso processo può essere realizzato più facilmente eseguendo le seguenti operazioni sul cromatogramma.

Processo	Operazion e	Spiegazione
Identificazione manuale	[Maiusc] + [Ctrl] + tasto destro	Identifica i picchi integrati.
Integrazione manuale dei picchi	[Maiusc] + tasto destro del mouse e trascina	Collega il punto iniziale e il punto finale come base.
Integrazione manuale dei picchi	[Ctrl] + tasto destro del mouse e trascina	Collega i punti con la linea di base orizzontale.
Elimina risultati di identificazione	[Maiusc] + [Ctrl] + doppio clic destro	Annulla l'identificazione e rimuove i risultati di calcolo quantitativi.



L'asse di intensità in [Chromatogram View (Visualizza cromatogramma)] può essere corretta spostando il puntatore del mouse sul file di dati desiderato in [Quantitative Result View (Visualizza risultati quantitativi)], facendo clic con il pulsante destro del mouse, quindi facendo clic su [Fix the Intensity Axis to this Data (Correggi l'asse dell'intensità su questi dati)].

L.2 Salvataggio dei file di dati

Fare clic su (Save (Salva)) sulla barra degli strumenti. Il file di dati viene salvato.



Fare clic su [Save Browsing File As (Salva file di navigazione come)] nel menu [Layout].

Inserire un nome e salvare il file. Il file di navigazione (che memorizza le informazioni sui file di dati caricati) viene salvato.





Pagina lasciata intenzionalmente in bianco.