

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	Panoramica	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	Avvio della GCMS	4
2.1	Accensione (ON) dell'alimentazione.....	4
2.2	Layout delle aree operative	5
2.3	Ispezione degli materiali di consumo e delle parti soggette a manutenzione	6
2.4	Configurazione del sistema	7
2.4.1	Impostazione dei moduli utilizzati per l'analisi.....	7
2.5	Avvio del sistema di vuoto.....	11
2.6	Controllo manuale delle perdite di vuoto	13
2.7	Sintonizzazione automatica.....	15
2.7.1	Impostazione delle condizioni di analisi.....	15
2.7.2	Esecuzione della sintonizzazione automatica	16
2.7.3	Verifica dei risultati della sintonizzazione automatica	20
3	Flusso 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	Analisi qualitativa	26
4.1	Selezione di una cartella	26
4.2	Creazione di un file di metodo	28
4.2.1	Impostazione dei parametri del campionatore automatico.....	28

4.2.2	Impostazione dei parametri di gascromatografia (GC).....	29
4.2.3	Impostazione dei parametri di spettrometria di massa (MS).....	30
4.2.4	Impostazione dei parametri di ricerca per similarità.....	31
4.2.5	Salvataggio del file del metodo.....	32
4.3	Ripetizione della sintonizzazione automatica.....	32
4.4	Analisi sequenziale.....	33
4.4.1	Creazione di un file di lotto.....	33
4.4.2	Salvataggio di file di lotto.....	36
4.4.3	Esecuzione dell'analisi sequenziale.....	36
4.5	Analisi dei dati.....	37
4.5.1	Caricamento dei file di dati.....	37
4.5.2	Visualizzazione degli spettri di massa.....	38
4.5.3	Ricerca per similarità.....	39
4.5.4	Modifica della tabella del processo di analisi spettrale.....	40
4.5.5	Salvataggio dei file di dati.....	42
4.6	Stampa di rapporti di analisi qualitativa.....	43
4.6.1	Caricamento dei formati di rapporto.....	43
4.6.2	Modifica dei formati di rapporto.....	44
4.6.3	Elaborazione dei rapporti.....	47

5 **Analisi quantitativa** **48**

5.1	Creazione 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 sequenziale.....	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 dei 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....	63
5.3.3	Verifica e correzione dei risultati di quantificazione.....	65
5.4	Stampa di rapporti di analisi quantitativa.....	69
5.4.1	Creazione e produzione di rapporti di analisi quantitativa.....	69

6 **Arresto dell'unità GCMS** **72**

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

Appendice A Formato del file **74**

Appendice B Visualizza della Guida **75**

B.1 Visualizza della Guida dalla barra dei menu75

B.2 Visualizza della Guida con il tasto F1.....75

Appendice C Analisi singola (iniezione manuale) **76**

Appendice D File di lotto **78**

D.1 Generazione automatica dei nomi di file78

D.2 Modifica di un file di lotto79

D.3 Aggiunta di file di lotto (coda di lotti).....81

D.3.1 Creazione di file di lotto da aggiungere81

D.3.2 Aggiunta di file di lotto.....82

Appendice E Riduzione della portata del gas vettore durante lo standby **83**

E.1 Modalità ecologica83

E.1.1 Impostazione manuale della modalità 83

E.1.2 Impostazione della modalità mediante processazione del lotto 84

E.2 Riduzione della portata del gas vettore durante lo standby.....85

E.2.1 Creazione di un file di metodo che riduce la portata del gas vettore 85

E.2.2 Creazione di file di lotto.....86

Appendice F Integrazione di picco per cromatogramma di corrente ionica totale (TIC) **89**

Appendice G Ricerche indice **94**

Appendice H Visualizza dei cromatogrammi di massa (MC) **96**

H.1 Visualizza dei cromatogrammi dagli spettri di mass 97

H.2 Visualizza dei cromatogrammi dalle tabelle dei frammenti.....98

Appendice I Modifica dei parametri per l'analisi quantitativa 100

Appendice J Stampa dei rapporti 102

- J.1** Stampa di immagini (Stampa di spettri e cromatogrammi visualizzati in Windows) 102
- J.2** Creazione di rapporti..... 104
 - J.2.1 Utilizzo dei modelli 104
 - J.2.2 Utilizzo dei file di rapporti creati in precedenza 105
 - J.2.3 Impostazione manuale del contenuto del rapporto..... 105

Appendice 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

Appendice 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
 - L.1.2 Verifica e correzione delle curve di calibrazione 116
 - L.1.3 Verifica e correzione dei risultati quantitativi di campioni sconosciuti..... 116
- L.2** Salvataggio di file di dati 117

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.

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.



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

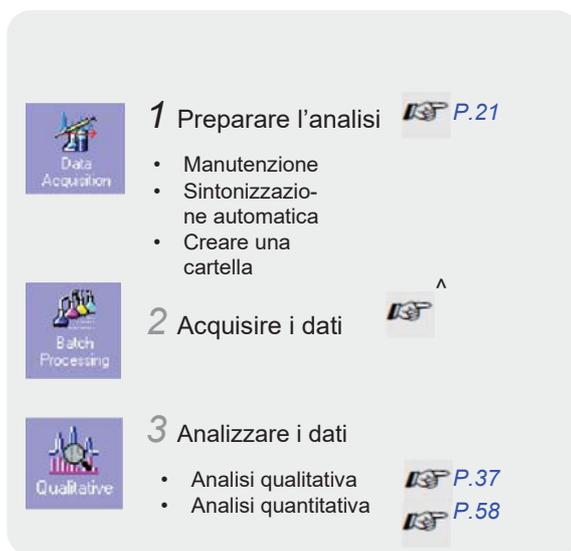
GCMSsolution è costituito dai programmi descritti di seguito.

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

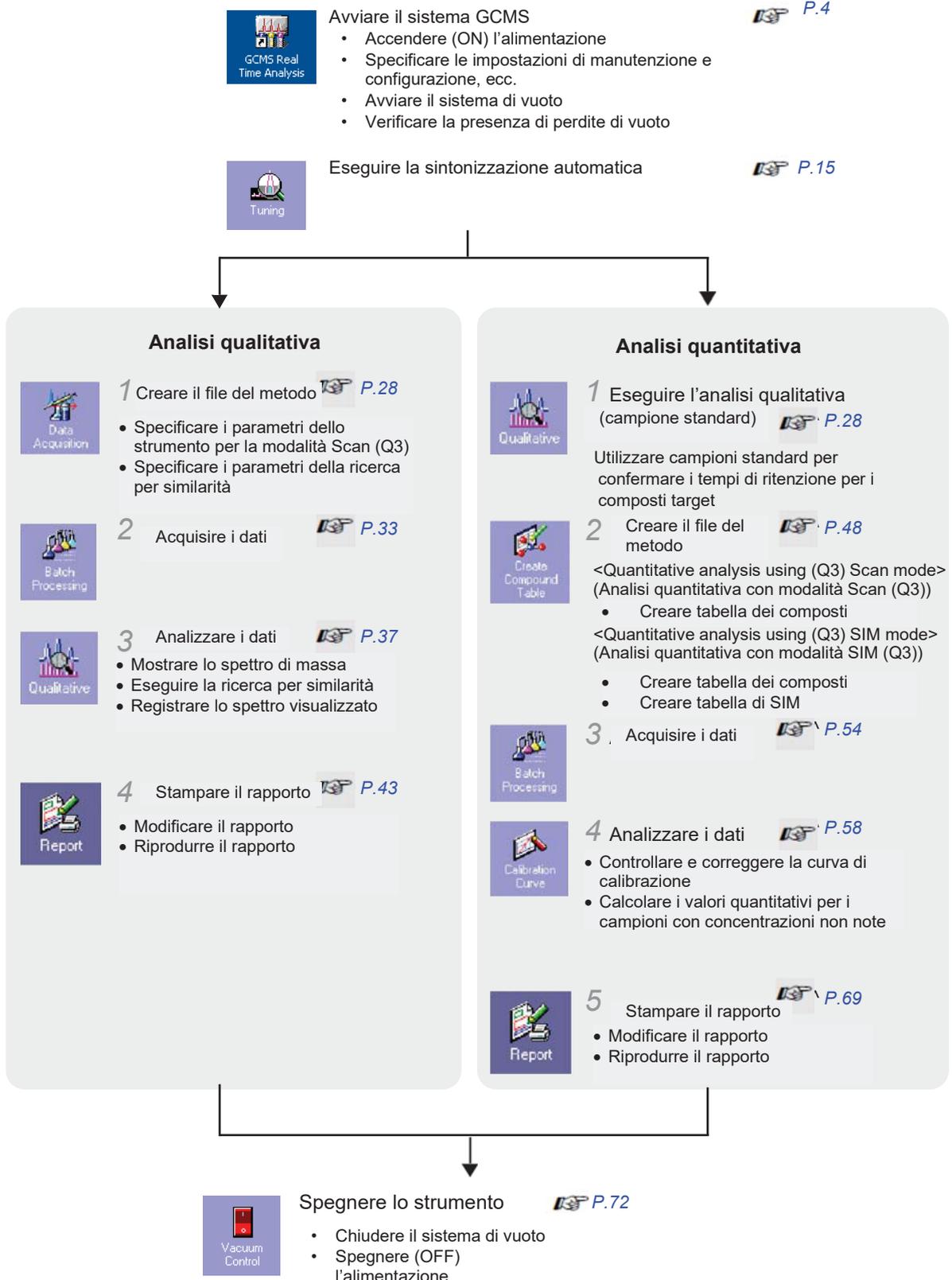
Icona	Nome	Descrizione
	GCMS Real Time Analysis	Utilizzato per avviare e spegnere lo strumento, effettuare impostazioni di configurazione ed eseguire analisi.
	GCMS Analysis Editor	Utilizzato per creare e modificare file di metodi e file di lotto durante l'analisi.
	GCMS Postrun Analysis	Utilizzato per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

Icona	Nome	Descrizione
	GCMS Browser	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

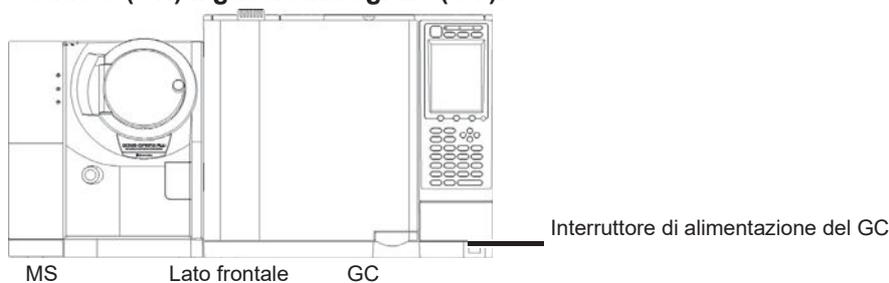
2.1 Accendere (ON) l'alimentazione

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

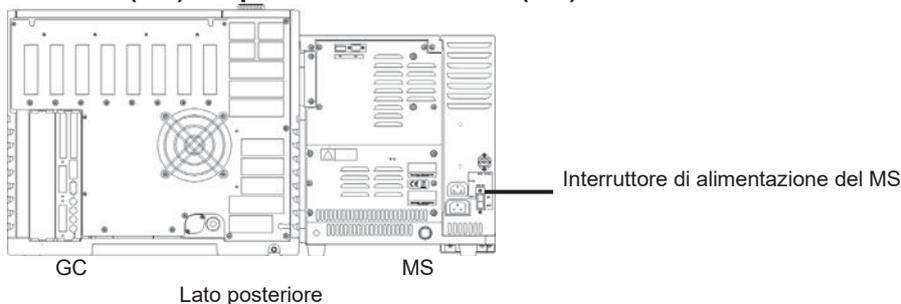
Accendere (ON) qualsiasi unità di pretrattamento del campione collegata al sistema prima di accendere (ON) il sistema GCMS.

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).

1 Accendere (ON) il gascromatografo (GC).



2 Accendere (ON) lo spettrometro di massa (MS).



3 Accendere (ON) il PC, la stampante e il monitor.



4 Fare doppio clic sull'icona (GCMS Real Time Analysis).

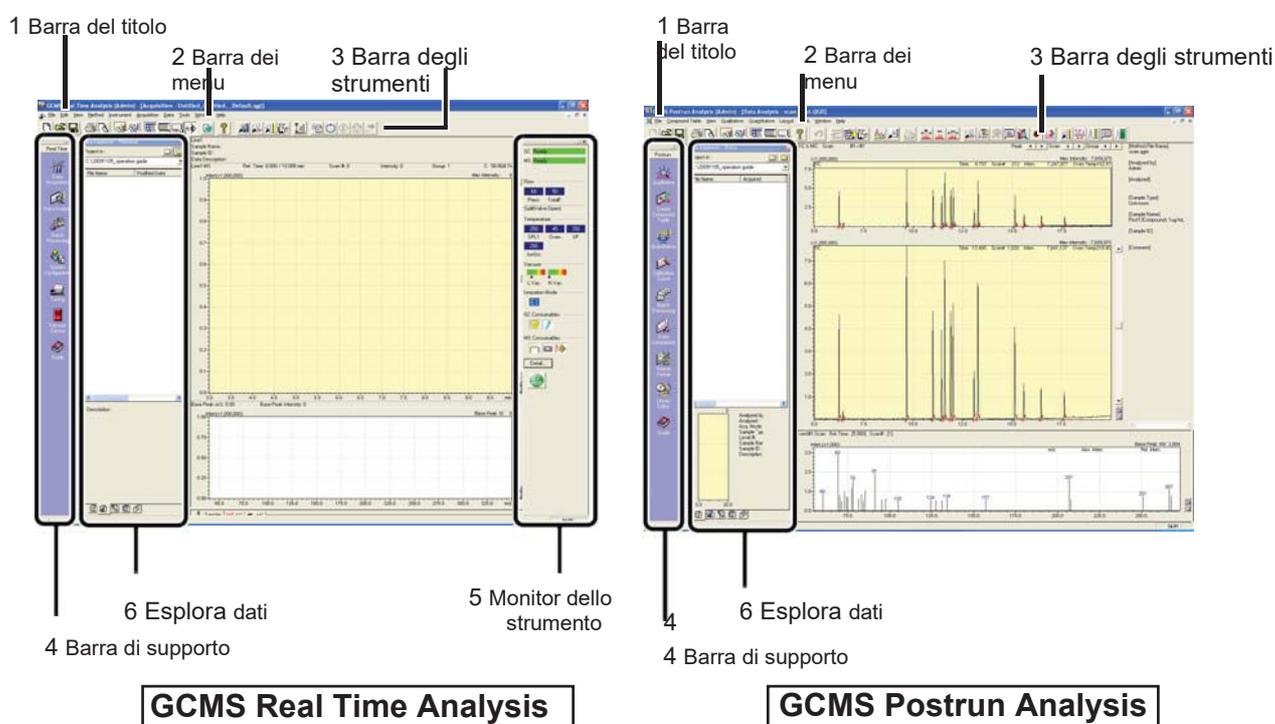
Il programma [GCMS Real Time Analysis] si avvia.

5 Fare clic su [OK].



2

2.2 Layout delle aree operative



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



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.

1 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 quando 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.

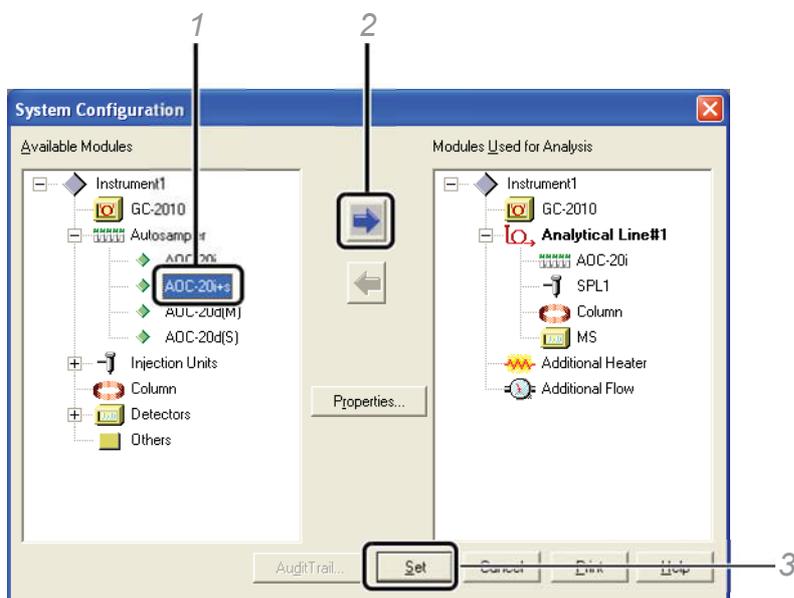
1

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



2

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)].



■ 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). Spegnerne (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)].

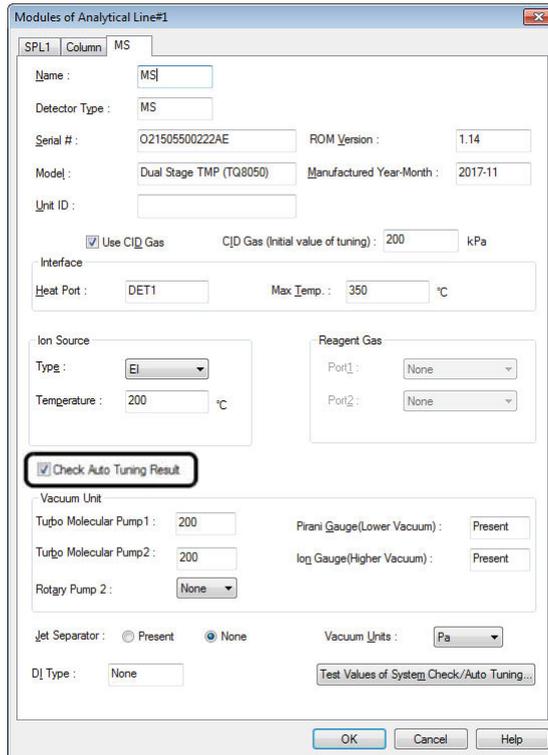
- 3 Fare clic su [OK].
Tornare alla finestra secondaria [System Configuration (Configurazione del sistema)].
- 4 Fare clic su [Set (Imposta)].
La configurazione è stata ora impostata per non utilizzare il gas CID. D'ora in poi, i parametri relativi al gas CID non verranno visualizzati.



■ 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.

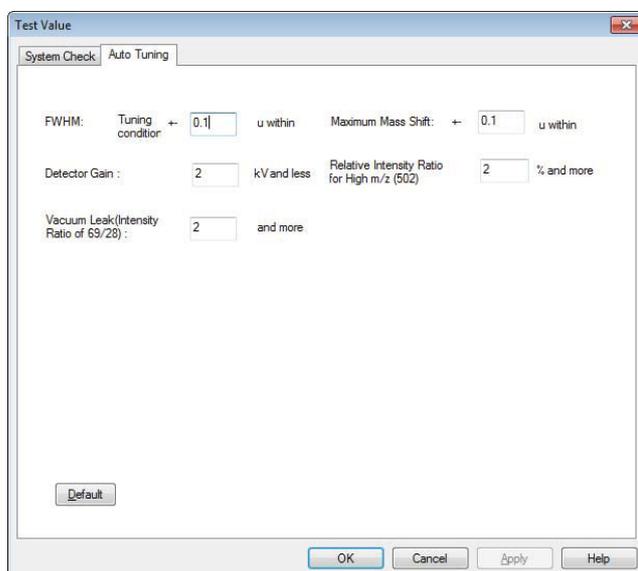
- 1 Fare doppio clic sull'icona  (MS) in [Modules Used for Analysis (Moduli utilizzati per l'analisi)].
- 2 Selezionare [Check Auto Tuning Result (Controlla risultato della sintonizzazione automatica)].



The screenshot shows the 'Modules of Analytical Line#1' dialog box with the 'MS' tab selected. The 'Check Auto Tuning Result' checkbox is highlighted with a red box. The dialog contains the following fields and options:

- Name: MS
- Detector Type: MS
- Serial #: O21505500222AE ROM Version: 1.14
- Model: Dual Stage TMP (TQ8050) Manufactured Year-Month: 2017-11
- Unit ID: (empty)
- Use CIQ Gas C/D Gas (Initial value of tuning): 200 kPa
- Interface: Heat Port: DET1 Max Temp.: 350 °C
- Ion Source: Type: EI Temperature: 200 °C
- Reagent Gas: Port1: None Port2: None
- Check Auto Tuning Result
- Vacuum Unit: Turbo Molecular Pump 1: 200 Pirani Gauge(Lower Vacuum): Present Turbo Molecular Pump 2: 200 Ion Gauge(Higher Vacuum): Present Rotary Pump 2: None
- Jet Separator: Present None Vacuum Units: Pa
- DJ Type: None Test Values of System Check/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.



Nome	Spiegazione	Predefinito
FWHM	Specifica il limite massimo dello scostamento dell'FWHM dei picchi di spettro in corrispondenza di m/z 69, 219 e 502 dal valore impostato.	0,1
Detector Gain (Guadagno del rivelatore)	Specifica il limite massimo della tensione del rivelatore impostato mediante sintonizzazione automatica.  NOTA Sebbene la tensione del rivelatore sullo strumento reale sia un valore negativo, il software gestisce il parametro come un valore positivo.	2
Vacuum Leak (Intensity Ratio of 69/ 28) (Perdita di vuoto (rapporto di intensità di 69/28))	Specifica il limite minimo del rapporto di intensità tra m/z 69 (PFTBA) e m/z 28 (azoto).  NOTA <ul style="list-style-type: none"> 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 m/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. 	2
Spostamento di massa massimo	Specifica il limite massimo dello spostamento dell'asse di massa.	0,1
Relative Intensity Ratio for High m/z (502) (Rapporto di intensità relativa per m/z elevata (502))	Specifica il limite inferiore dell'intensità relativa per m/z 69 nella gamma di massa elevata (m/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.

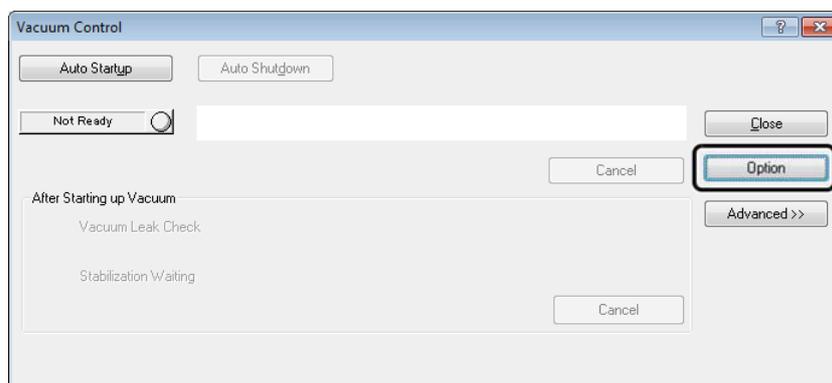
- 1** Fare clic sull'icona [Vacuum Control (Controllo del vuoto)] sulla barra di supporto [Real Time (Tempo reale)].

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

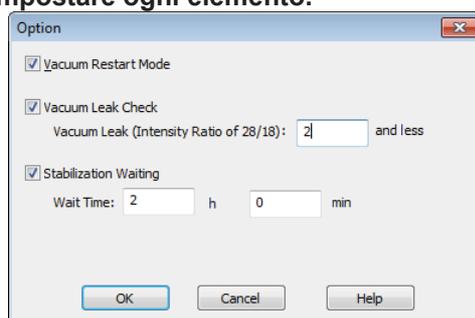


- 2** Fare clic su [Option (Opzione)].

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



- 3** Impostare ogni elemento.



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 (m/z 28) e acqua (m/z 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. <ul style="list-style-type: none"> AOC-20, AOC-5000/6000: Rapporto di intensità di 2 Altra apparecchiatura accessoria/periferica: Rapporto di intensità di 5 <p>NOTA</p> <p>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.</p>
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 EI 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.

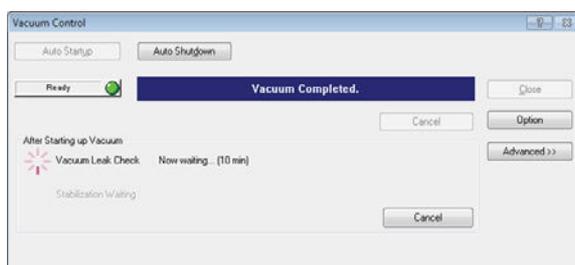
4 Fare clic su [OK].

La finestra [Option (Opzione)] si chiude.

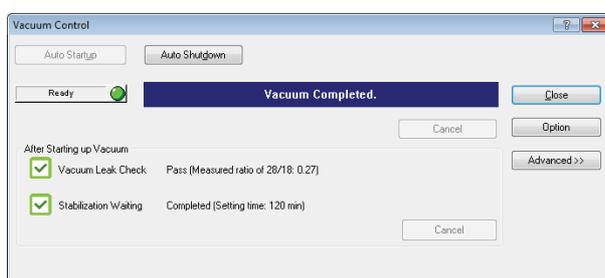
5 Fare clic su [Auto Start (Avvio automatico)].

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.



6 Controllare il risultato.



NOTA

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.

2**7**

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.

1

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

2

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

Si apre la finestra [Tuning (Sintonizzazione)].

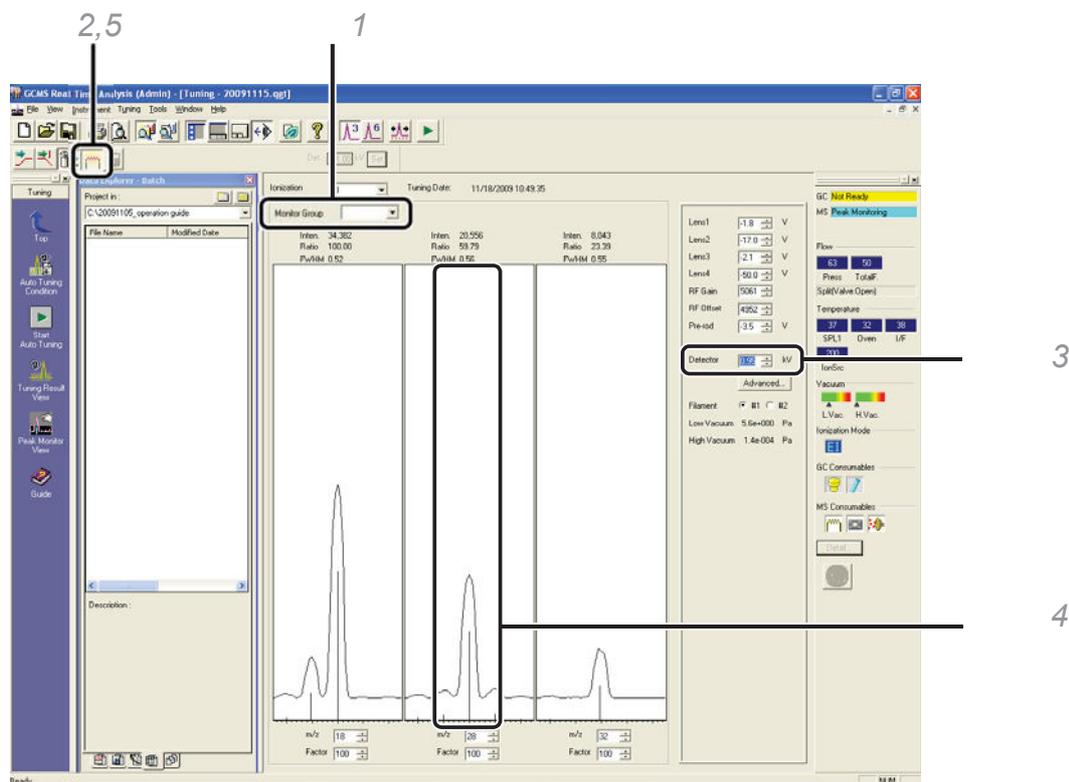
**3**

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)].



4 Verificare la presenza di perdite di vuoto.



- 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).

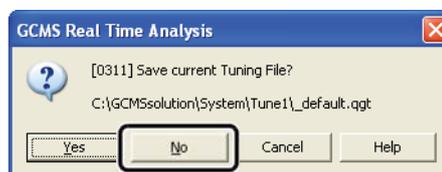
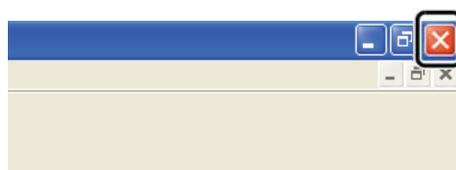
NOTA

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.

5 Fare clic sul pulsante 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].



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.

NOTA

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.

NOTA

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.

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

Si apre la finestra [Acquisition (Acquisizione)].

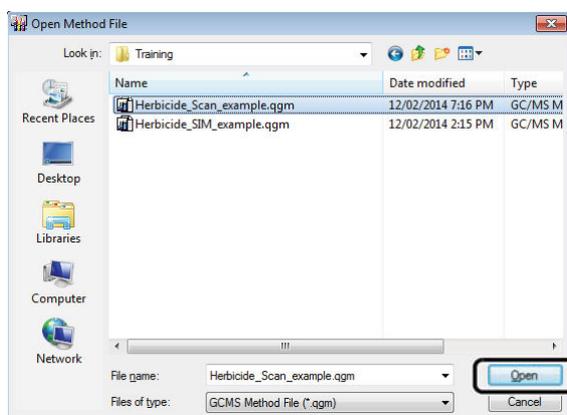


2 Fare clic su (Open (Apri)) sulla barra degli strumenti.

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



- 3** Selezionare il file del metodo da caricare, quindi fare clic su [Open (Apri)].
Il file del metodo è caricato.



NOTA

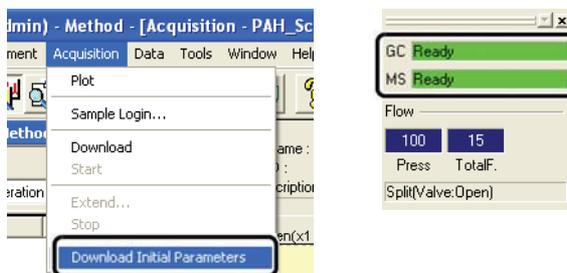
Se il messaggio "The hardware configuration for this method is different from the current instrument configuration. The measurement condition in the method file is modified according to the current instrument configuration" (La configurazione hardware per questo metodo è diversa dalla configurazione corrente dello strumento. Le condizioni di misurazione nel file del metodo vengono modificate in base allo strumento

4

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.



2.7.2 Esecuzione della sintonizzazione automatica

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



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

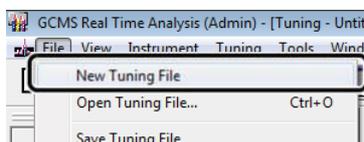
Si apre la finestra [Peak Monitor (Monitoraggio dei picchi)].



2

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

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

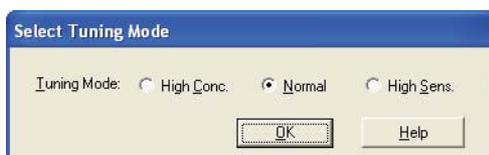


■ Selezionare la modalità di sintonizzazione appropriata per l'applicazione

TQ QP

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 μ A), standard (60 μ A, predefinita) o alta sensibilità (150 μ A)
- QP2010 SE: Alta concentrazione (20 μ A) o standard (60 μ A, predefinita)



■ Eseguire la sintonizzazione automatica anche con CID Gas OFF

TQ

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

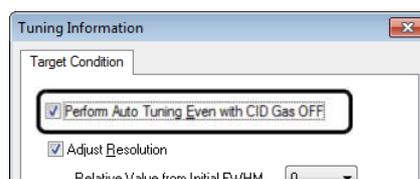


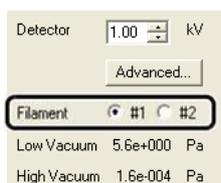
Tabella: Tempo stimato necessario per la sintonizzazione automatica

Configurazione di sistema	Condizioni di sintonia	Modalità acquisizione			Tempo
		Q3 Scan	Q3 SIM	MRM	
Utilizzare gas CID	Eseguire la sintonizzazione automatica anche con CID Gas OFF				
<input type="checkbox"/>		Possibile	Possibile	Impossibile	5 minuti circa
<input type="checkbox"/>	<input type="checkbox"/>	Possibile *1	Possibile *1	Possibile	7 minuti circa
<input checked="" type="checkbox"/>	<input checked="" type="checkbox"/>	Possibile	Possibile	Possibile	7 minuti circa (Tempo consigliato)

*1 : Analisi ad alta sensibilità

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

4 Seleziona il filamento da utilizzare.



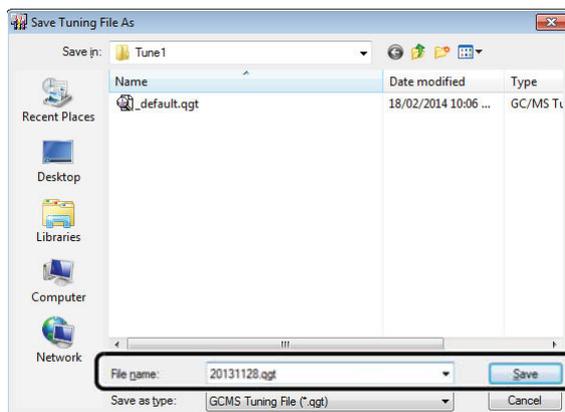
5 Fare clic sull'icona [Start Auto Tuning (Avvia sintonizzazione automatica)] sulla barra di supporto [Tuning (Sintonizzazione)].



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

Viene avviata la sintonizzazione automatica.

Al termine della sintonizzazione automatica, viene stampato un rapporto.



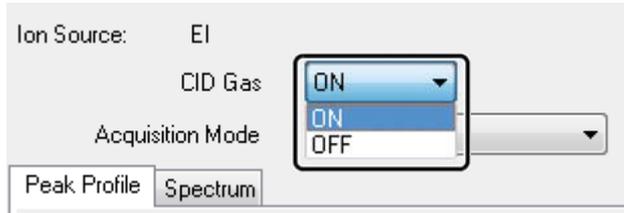
7

Fai clic su  (Salva) sulla barra degli strumenti.

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.

2

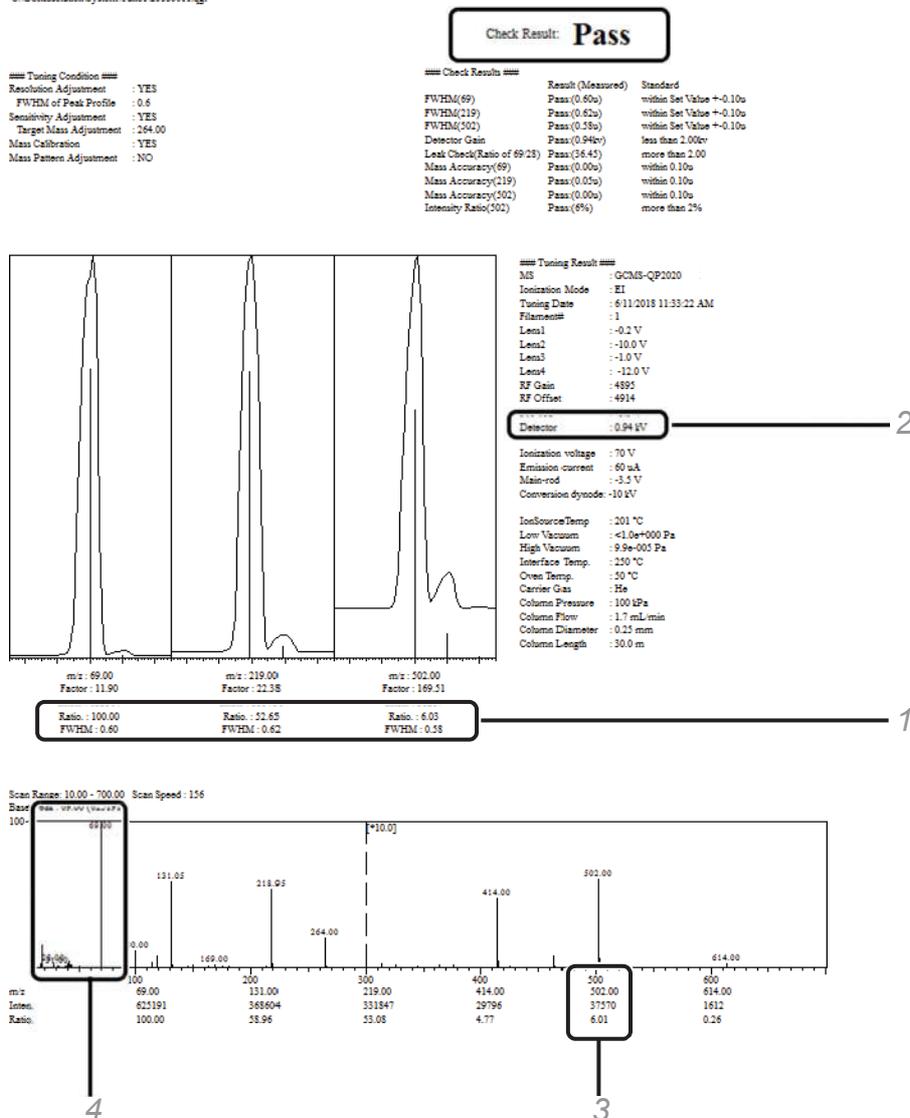


2.7.3 Verifica dei risultati della sintonizzazione automatica

1

Controllare il risultato del giudizio di auto-tuning.

C:\GCMSolution\System\Tune1\20180611.gct



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.



NOTA

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.

3

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

3.1 Prepararsi all'analisi

TQ QP

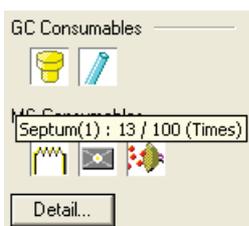
Quando la modalità ecologica è impostata nel programma [GCMS Real Time Analysis (Analisi GCMS in tempo reale)], fare clic su [Cancel (Annulla)].



1

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](#).



2

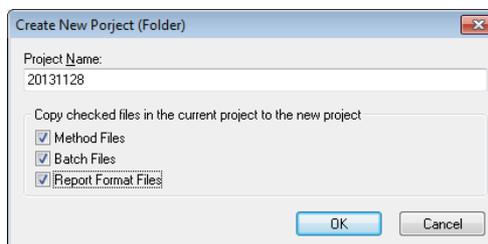
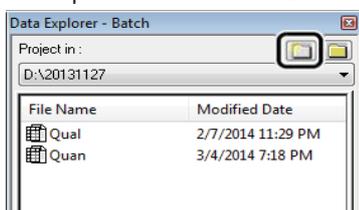
Eeguire la sintonizzazione automatica.

Eeguire 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.

3

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.



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.

1

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

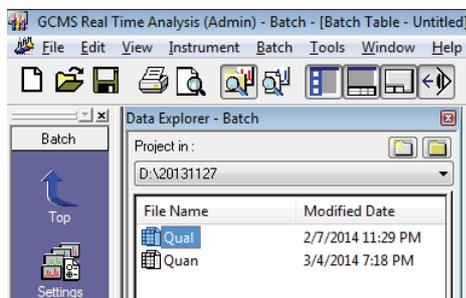
Si apre la finestra [Batch Table (Tabella di lotti)].



2

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.qcm	Methylene Chloride
2	2	Sample1	UNK-0001	0:Unknown		Herbicide_Scan.qcm	Sample
3	3	Sample2	UNK-0002	0:Unknown		Herbicide_Scan.qcm	Sample

(Esempio di una tabella dei lotti per analisi quantitativa)

Folder: D:\20131127							
	Vial#	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File
1	1	Methylene Chloride		0:Unknown	IT QT	Herbicide_SIM.qcm	Methylene Chloride
2	2	STD 5ppb	STD-0001	1:Standard(I)	IT QT	Herbicide_SIM.qcm	STD 5
3	3	STD 10ppb	STD-0002	1:Standard	IT QT	Herbicide_SIM.qcm	STD 10
4	4	STD 50ppb	STD-0003	1:Standard	IT QT	Herbicide_SIM.qcm	STD 50
5	5	STD 100ppb	STD-0004	1:Standard	IT QT	Herbicide_SIM.qcm	STD 100
6	6	Sample1	UNK-0001	0:Unknown	IT QT	Herbicide_SIM.qcm	Sam
7	7	Sample2	UNK-0002	0:Unknown	IT QT	Herbicide_SIM.qcm	Sam

3 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:\20131127							
	Vial#	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File
1	1	Methylene Chloride		0:Unknown	IT QT	Herbicide_SiMqem	Methylene Chloride
2	2	STD 5ppb	STD-0001	1:Standard(I)	IT QT	Herbicide_SiMqem	STD 5ppb
3	3	STD 10ppb	STD-0002	1:Standard	IT QT	Herbicide_SiMqem	STD 10ppb
4	4	STD 50ppb	STD-0003	1:Standard	IT QT	Herbicide_SiMqem	STD 50ppb
5	5	STD 100ppb	STD-0004	1:Standard	IT QT	Herbicide_SiMqem	STD 100ppb
6	6	Sample1	UNK-0001	0:Unknown	IT QT	Herbicide_SiMqem	Sample1
7	7	Sample2	UNK-0002	0:Unknown	IT QT	Herbicide_SiMqem	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

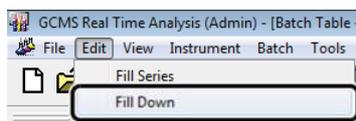
Menu	Spiegazione
Copy Row	Copia la riga selezionata.
Add Row	Aggiunge una riga alla fine.
Insert Row	Inserisce una nuova riga sopra la riga selezionata.
Paste Row	Incolla la riga copiata.
Delete Row	Elimina la riga selezionata.

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

Folder: D:\20131127							
	Vial#	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File
1	1	Methylene Chloride		0:Unknown	IT QT	Herbicide_SiMqem	Methylene Chloride
2	2	STD 5ppb	STD-0001	1:Standard(I)	IT QT	Herbicide_SiMqem	STD 5ppb
3	3	STD 10ppb	STD-0002	1:Standard	IT QT	Herbicide_SiMqem	STD 10ppb
4	4	STD 50ppb	STD-0003	1:Standard	IT QT	Herbicide_SiMqem	STD 50ppb
5	5	STD 100ppb	STD-0004	1:Standard	IT QT	Herbicide_SiMqem	STD 100ppb
6	6	Sample1	UNK-0001	0:Unknown	IT QT	Herbicide_SiMqem	Sample1
7	7	Sample2	UNK-0002	0:Unknown	IT QT	Herbicide_SiMqem	Sample2
8	1			0:Unknown	IT QT		
9	1			0:Unknown	IT QT		
10	1			0:Unknown	IT QT		

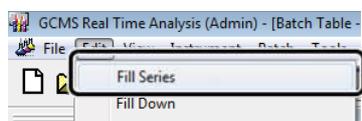
5 Selezionare [Fill Down (Ricopia in basso)] nel menu [Edit (Modifica)].

Viene copiato l'intero contenuto della prima riga.



6 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.



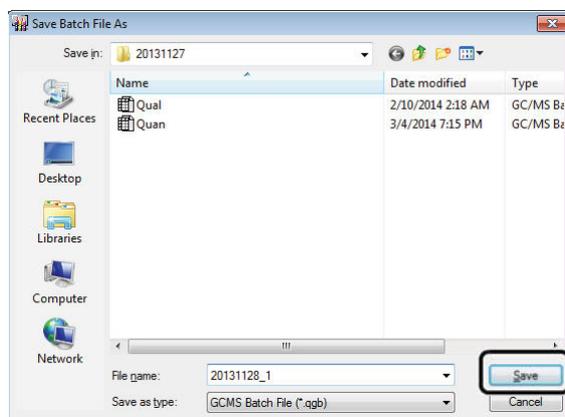
Per modificare collettivamente le righe specificate senza modificarne altre, fare clic con il tasto destro sulla cella nella prima riga e fare clic su [Fill Down] o [Fill Series].

Folder: D:\20131127

	Vial#	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File
1	1	Methylene Chloride		0:Unknown	IT QT	Herbicide_SIM.qgm	Methylene Chloride
2	2	STD 5ppb	STD-0001	1:Standard(1)	IT QT	Herbicide_SIM.qgm	STD 5ppb
3	3	STD 10ppb	STD-0002	1:Standard	IT QT	Herbicide_SIM.qgm	STD 10ppb
4	4	STD 50ppb	STD-0003	1:Standard	IT QT	Herbicide_SIM.qgm	STD 50ppb
5	5	STD 100ppb				Herbicide_SIM.qgm	STD 100ppb
6	6	Sample1				Herbicide_SIM.qgm	Sample1
7	7	Sample2				Herbicide_SIM.qgm	Sample2
8	1						
9	1						
10	1						

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

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



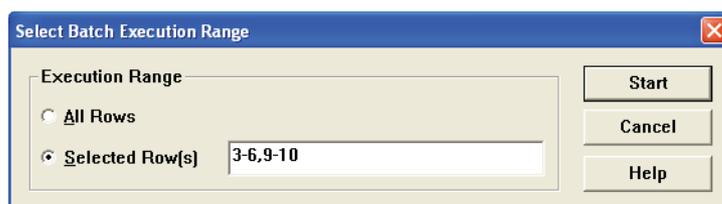
9 Impostare il solvente di risciacquo della siringa e i campioni nel campionatore automatico.

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.



- 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.

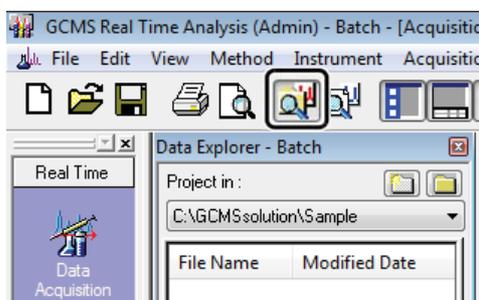
Fare riferimento a ["Appendice L Browser quantitativo" P.114](#) durante la quantificazione di più campioni.

4

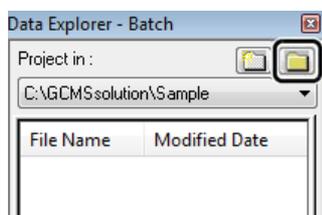
Analisi qualitativa

4.1 Selezionare una cartella

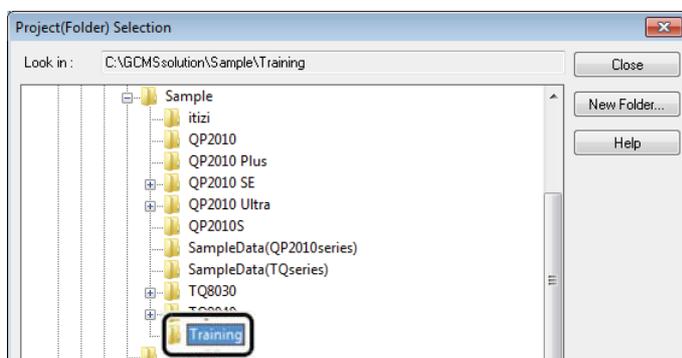
- 1 Avviare il programma [GCMS Real Time Analysis].
- 2 Fare clic sull'icona  (Data Explorer (Esplora dati)) sulla barra degli strumenti per visualizzare Esplora dati.



- 3 Fare clic su  (Project (Folder) Selection [Selezione (cartella) progetto]). Si apre la finestra [Project (Folder) Selection (Selezione (cartella) progetto)].



- 4 Fare clic sulla cartella da utilizzare.

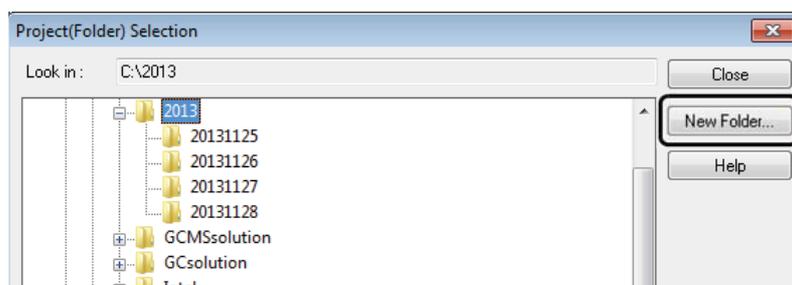


- 5 Fare clic su [Close (Chiudi)].



■ Creare una cartella

- 1 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)].



- 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)].



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.

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

Si apre la finestra [Acquisition (Acquisizione)].

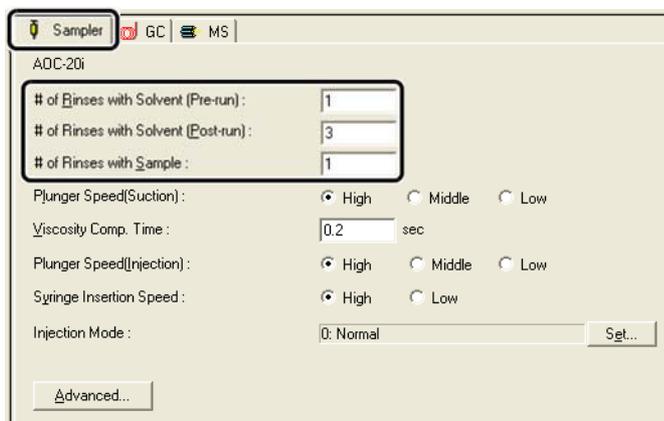


2 Selezionare [New Method File (Nuovo file di metodo)] nel menu [File].



4.2.1 Impostazione dei parametri del campionatore automatico

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



4.2.2 Impostazione dei parametri GC

1 Fare clic sulla scheda [GC] e impostare le condizioni di analisi.

Rate	Final Temperature	Hold Time
0	80.0	1.00
1	180.0	0.00
2	220.0	0.00
3	320.0	3.00

- 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)].



NOTA

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.

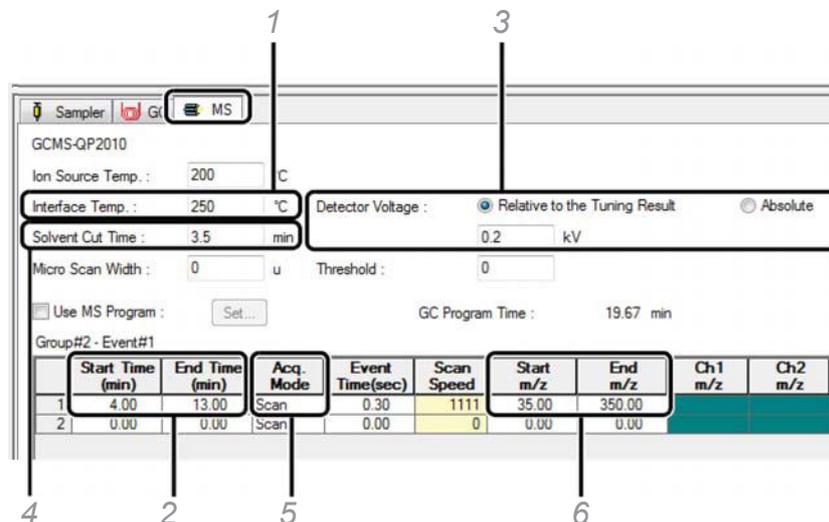
- 4 Selezionare [Pressure (Pressione)] quando il metodo richiede una modalità di pressione costante, quindi selezionare [Linear Velocity (Velocità lineare)] quando il metodo richiede una modalità di velocità lineare costante per il gas vettore. Quando non è disponibile alcun metodo di riferimento, selezionare [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 automaticamente. Impostazioni di pressione tipiche per gas vettore

Colonna capillare a foro medio (diam. int. 0,25 mm)		Colonna capillare a foro semi-largo (diam. int. 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

- 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 Fare clic sulla scheda [MS] e impostare le condizioni di analisi.



- 1 Ingresso [Temp. interfaccia] (Da 200 a 300 °C).
- 2 Immettere [Start Time (Ora inizio)] e [End Time (Ora fine)] secondo la nota seguente.

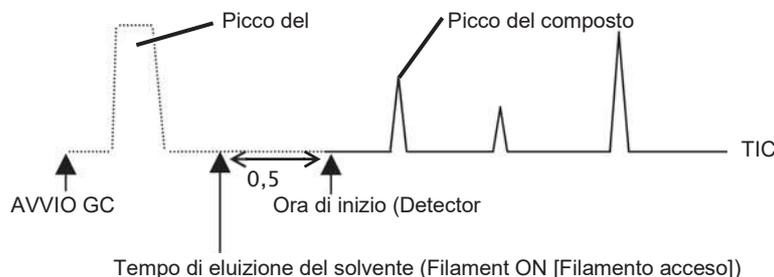


NOTE

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").

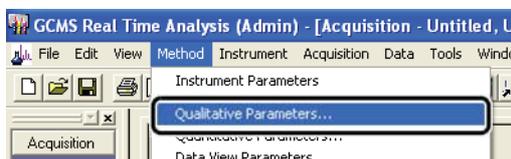
Correlazione tra i valori di Start Time (Ora inizio) e Solvent Elution Time (Ora di eluizione del solvente)



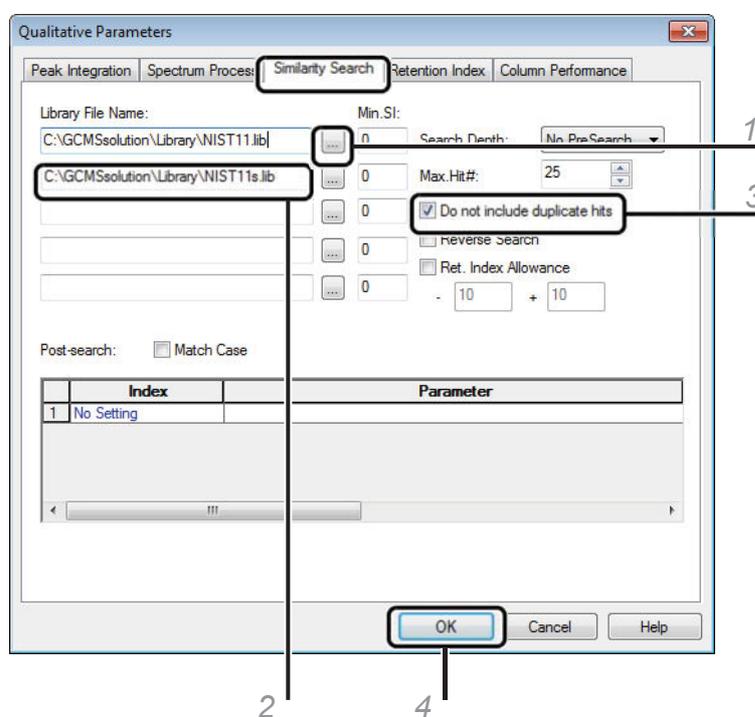
- 5 Selezionare [Scan (Scansione)] (Per i modelli della serie TQ, selezionare la modalità Scan Q3).
- 6 Immettere l'intervallo di massa da misurare, dove [Start m/z] è il limite di massa inferiore e [End m/z] è il limite di massa superiore. Il valore tipico di [Start m/z] è 35 e il valore tipico di [End 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

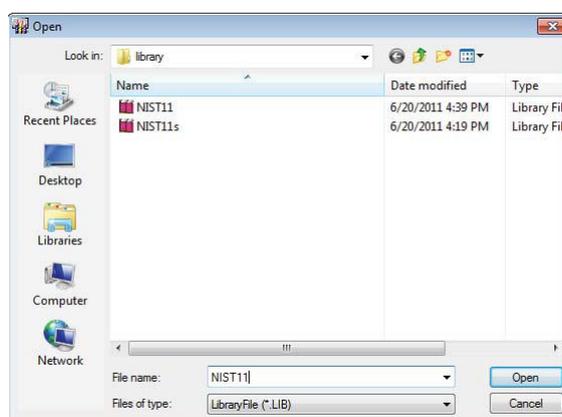
- 1 Selezionare [Qualitative Parameters (Parametri qualitativi)] nel menu [Method (Metodo)].
Si apre la finestra [Qualitative Parameters (Parametri qualitativi)].



- 2 Fare clic sulla scheda [Similarity Search (Ricerca per similarità)] e impostare le condizioni di ricerca.



- 1 Fare clic su . Si apre la finestra [Open File (Apri file)].

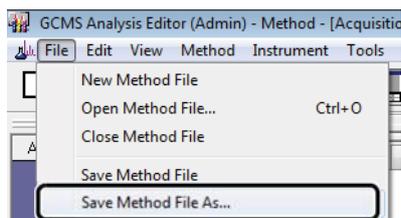


Aprire la libreria da utilizzare.

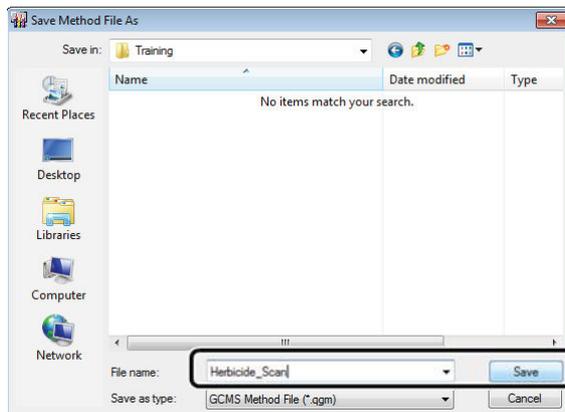
- 2 Per rimuovere una libreria dalla selezione, evidenziare il nome del file della libreria trascinando il mouse su di essa, quindi premere il tasto [Delete (Elimina)].
- 3 Selezionare [Do not include duplicate hits (Non includere risultati duplicati)].
- 4 Dopo aver completato le impostazioni, fare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

4.2.5 Salvataggio del file del metodo

- 1 Selezionare [Save Method File As (Salva file del metodo come)] nel menu [File].



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



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

1 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)].



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

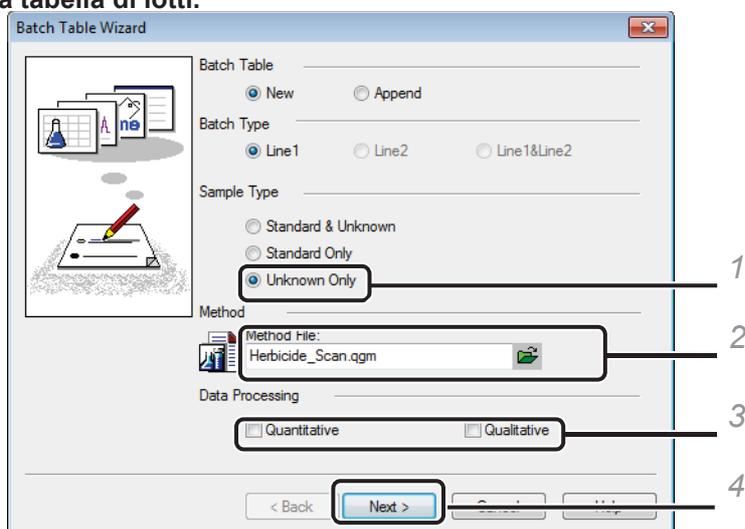


3 Fare clic sull'icona [Wizard (Procedura guidata)] sulla barra di supporto [Batch (Lotto)].

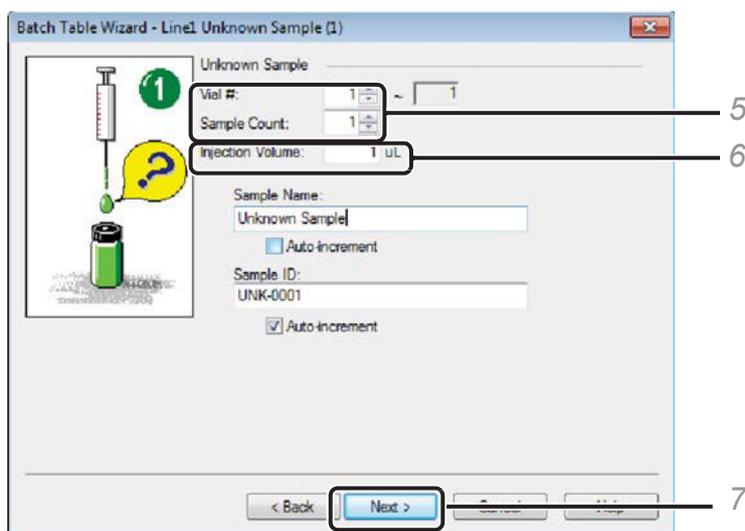
Si apre la finestra [Batch Table Wizard (Procedura guidata tabella di lotti)].



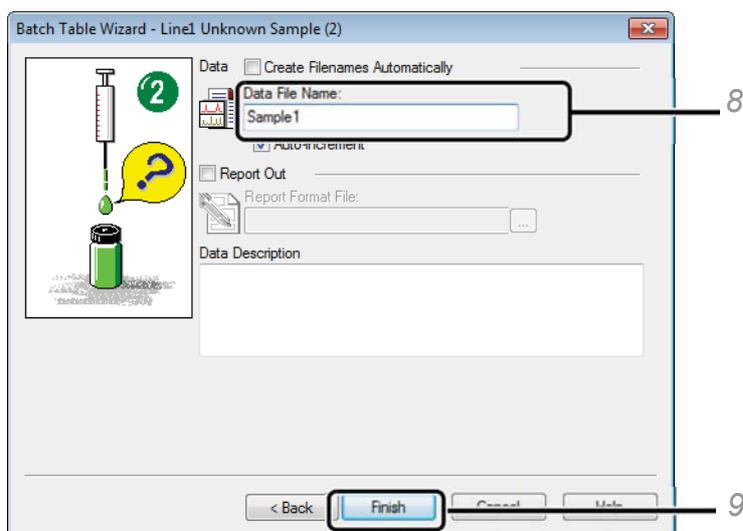
4 Con l'opzione Procedura guidata tabella di lotti, effettuare le impostazioni appropriate e creare una tabella di lotti.



- 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)].



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



- 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.

Folder: 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



Hint

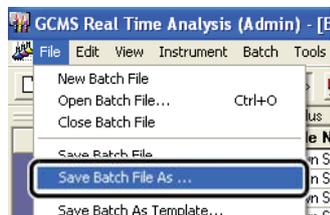
Si consiglia di misurare il bianco (solvente, ecc.) prima di iniziare l'analisi.

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).

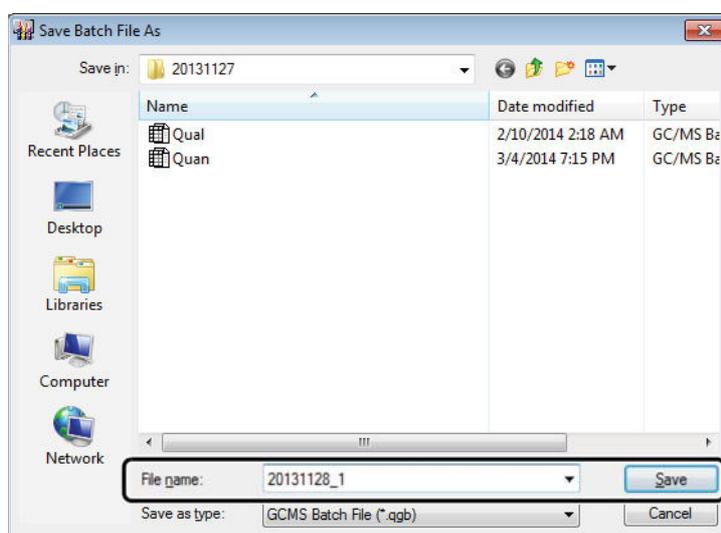
Folder: C:\GCMSsolution\Sample\Training								
	Vial#	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File	
1	10	Methylene Chloride	UNK-0001	0:Unknown		Herbicide_Scan.qgm	Methylene Chloride.qgd	
2	1	Unknown Sample	UNK-0001	0:Unknown		Herbicide_Scan.qgm	Sample1.qgd	

4.4.2 Salvataggio di file di lotto

- 1 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.



4.4.3 Esecuzione dell'analisi sequenziale

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

- 2 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.*



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

Viene avviato il programma [GCMS Postrun Analysis].

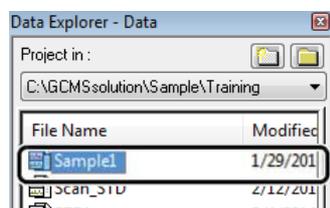
2 Fare clic sull'icona [Qualitativo] sulla barra di supporto [Postrun].



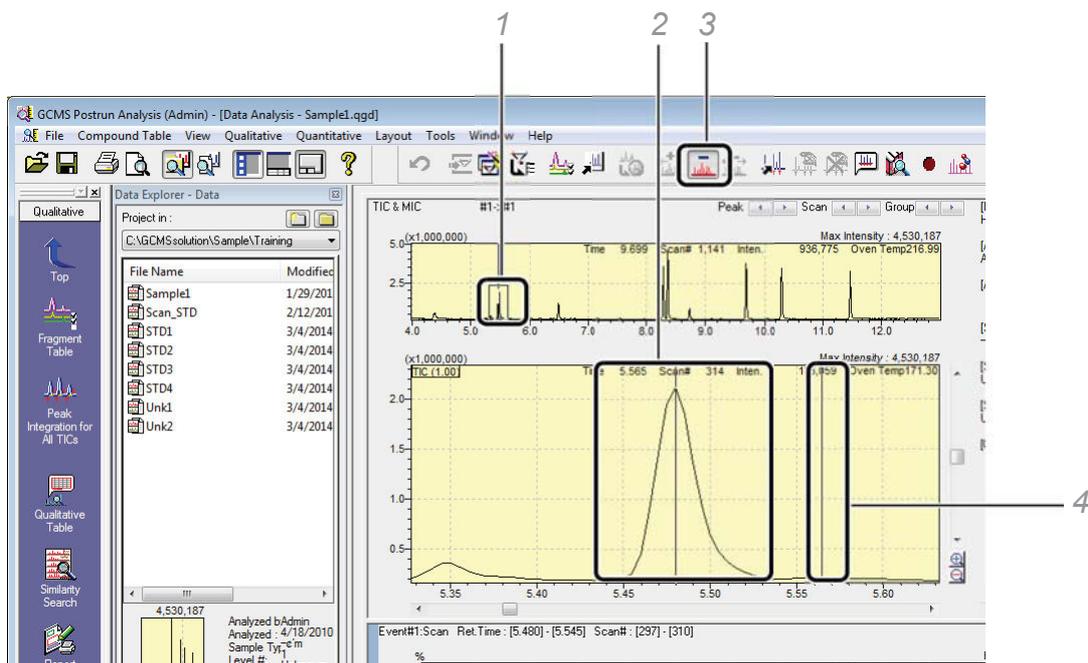
4.5.1 Caricamento dei file di dati

1 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.*



4.5.2 Visualizza degli spettri di massa

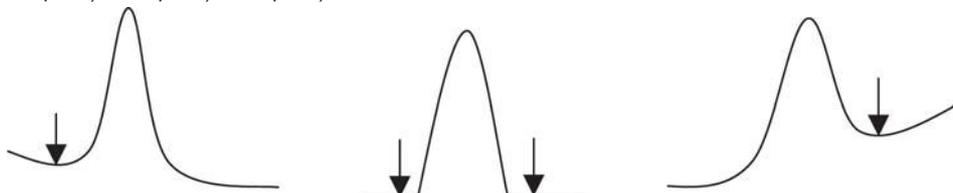


- 1 Specificare un intervallo nella finestra TIC trascinando il mouse in modo che sia la cima del picco che la linea di base siano evidenziate.
Trascina il mouse in modo da visualizzare sia la cima che la linea di base. Per annullare lo zoom, fai clic con il pulsante destro del mouse nella finestra MC 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  per selezionare uno spettro di massa che non mostra picchi rossi.

4.5.3 Ricerca per similarità

1 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)].

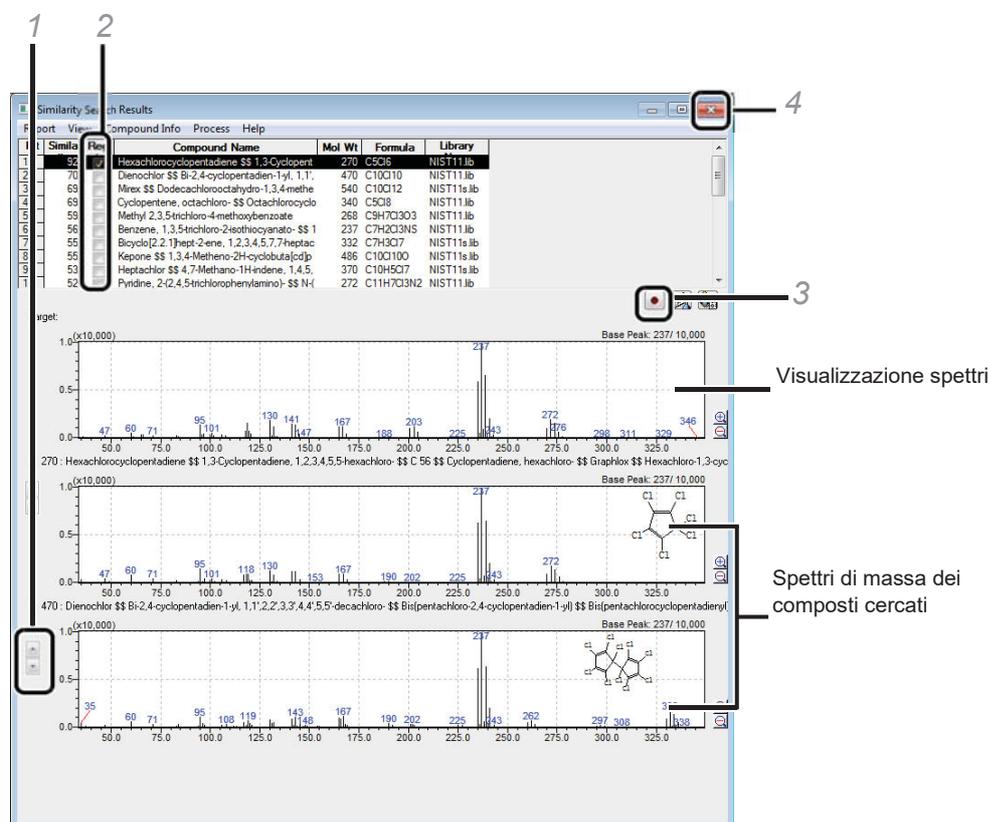


Il doppio clic destro sugli spettri di massa esegue anche una ricerca per similarità.

2 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  (Register Target Spectrum to Spectrum Process Table [Registrare la tabella del processo di analisi da spettro target a spettro]).

Lo spettro di massa è registrato.



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

1 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)].

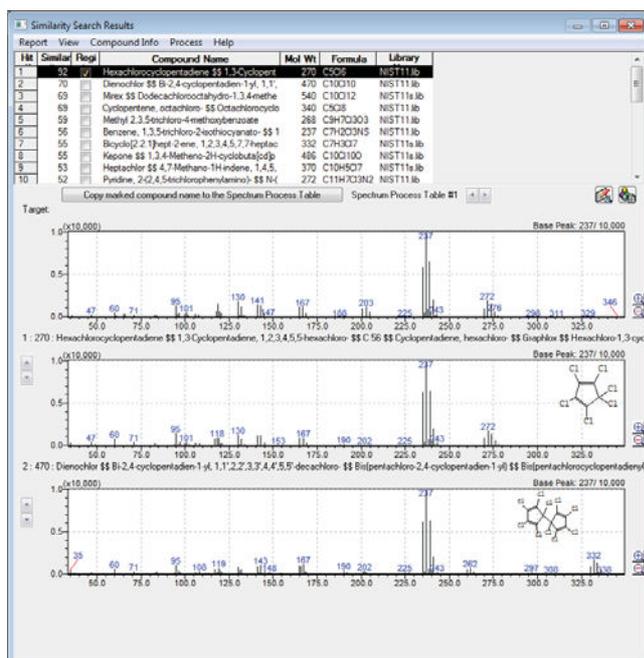


2 Fai clic su  (Maximize (Ingrandisci)).

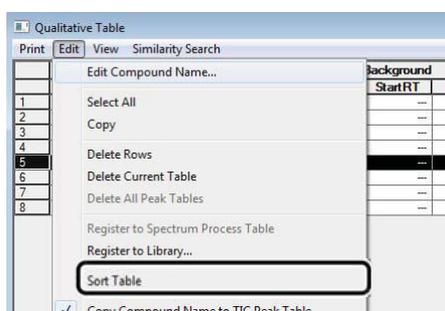
3 Fare doppio clic su [Done (Fine)] nella prima riga della tabella dei processi di analisi spettrale.

	Spectrum			Background			Search	Report	Event	Name
	Ret. Time	Start Tm	End Tm	Ret. Time	StartRT	EndRT				
1	5.480	---	---	5.545	---	---	Done	<input checked="" type="checkbox"/>	1	Hexachlorocyclopentadiene
2	6.495	---	---	6.540	---	---	Done	<input checked="" type="checkbox"/>	1	Acenaphthene-d10
3	8.290	---	---	8.325	---	---	Done	<input checked="" type="checkbox"/>	1	Simazine
4	8.365	---	---	8.395	---	---	Done	<input checked="" type="checkbox"/>	1	Atrazine
5	8.730	---	---	8.760	---	---	Done	<input checked="" type="checkbox"/>	1	Anthracene-D10-
6	9.690	---	---	9.725	---	---	Done	<input checked="" type="checkbox"/>	1	Alachlor
7	10.300	---	---	10.335	---	---	Done	<input checked="" type="checkbox"/>	1	Metolachlor
8	11.470	---	---	11.520	---	---	Done	<input checked="" type="checkbox"/>	1	Butachlor

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



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

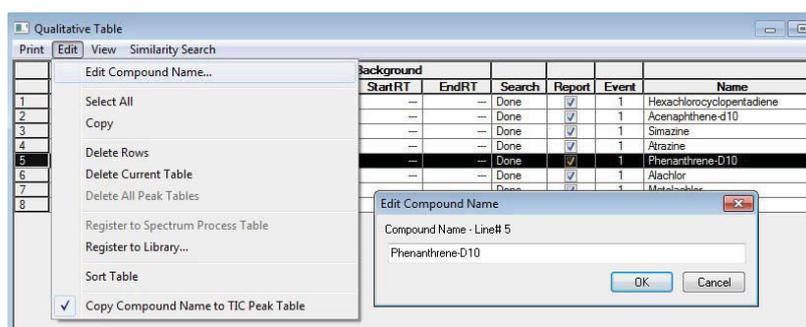


4

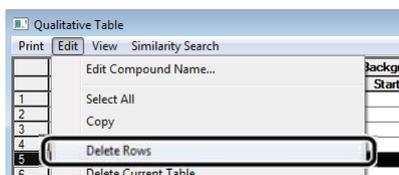
Al termine del controllo, chiudere la finestra [Similarity Search Results (Risultati ricerca per similarità)].



- 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].



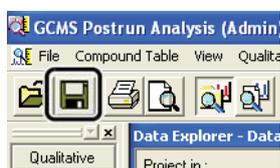
- Per eliminare una riga nella tabella di elaborazione dello spettro, selezionare la riga desiderata e fare clic su [Delete Rows (Elimina righe)] nel menu [Edit (Modifica)].



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

4.5.5 Salvataggio dei file di dati

- 1 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.

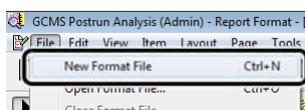
4.6.1 Caricamento dei formati di rapporto

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

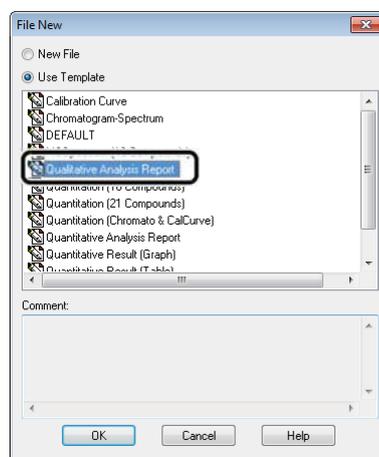


Si apre la finestra [Data Report (Rapporto di dati)].

- 2 Fare clic su [New File Format (Nuovo file di formato)] nel menu [File].
Si apre la finestra [File New (Nuovo file)].



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

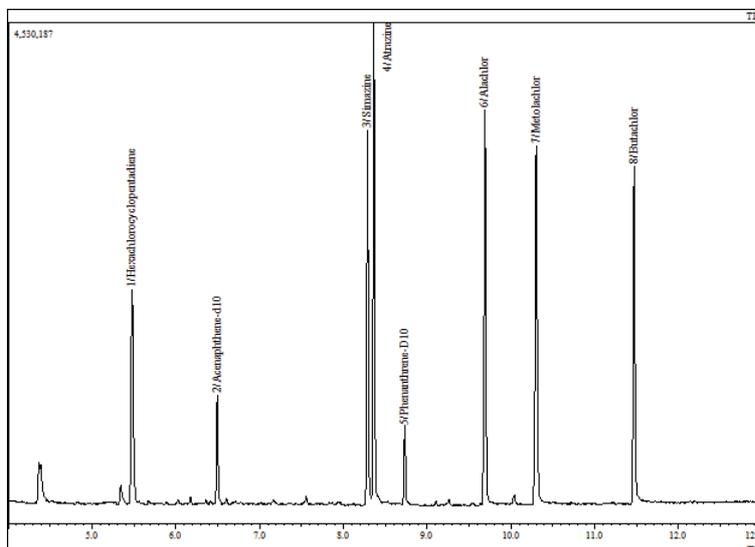


- 4 Fare clic su [OK].
Si apre il formato [Qualitative Analysis Report (Rapporto di analisi qualitativa)].

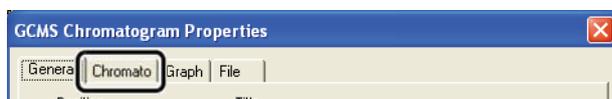
4.6.2 Modifica dei formati di rapporto

1 Fare doppio clic sul cromatogramma.

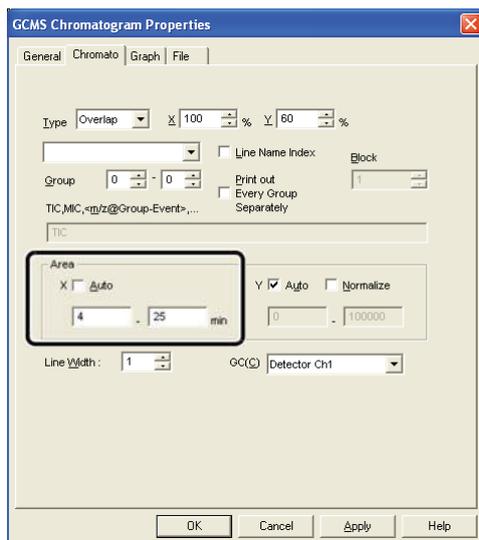
Si apre la finestra [GCMS Chromatogram Properties (Proprietà cromatogramma GCMS)].



2 Fare clic sulla scheda [Chromato (Cromatogramma)].

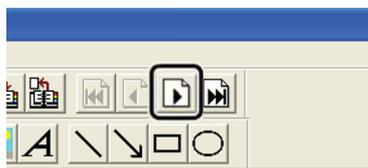


3 Nell'area [Area], deselezionare [Auto] per l'asse X e inserire l'intervallo di tempo.



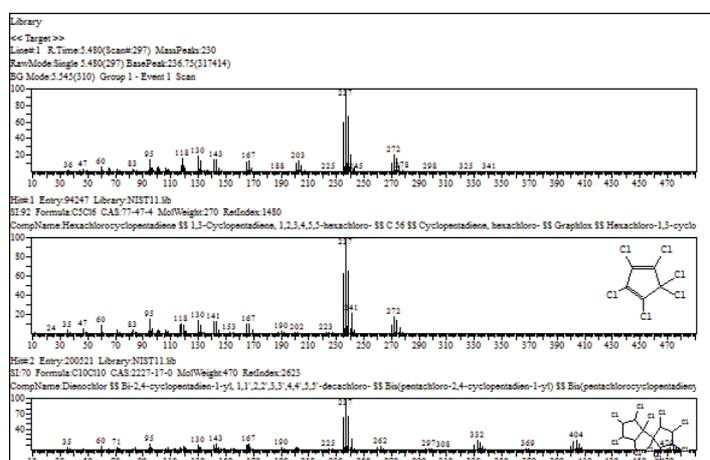
4 Fare clic su [OK].

5 Fare clic sull'icona della pagina successiva sulla barra degli strumenti per visualizzare la seconda pagina.

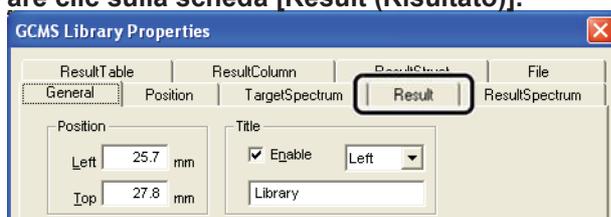


6 Fare doppio clic sulla voce di visualizzazione [Library (Libreria)].

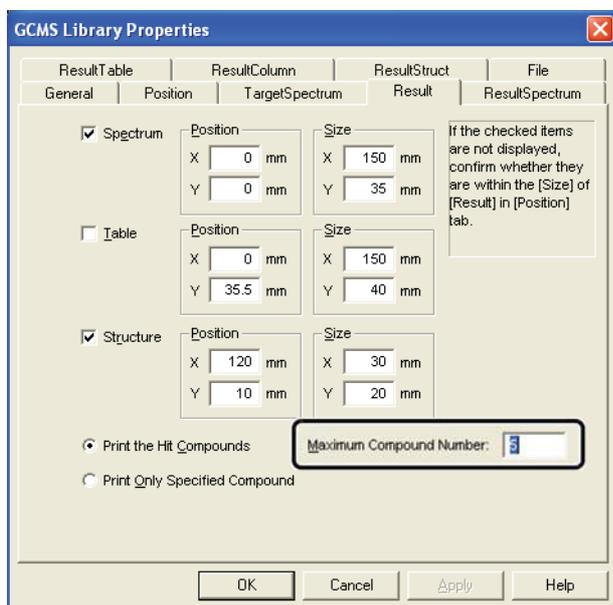
Si apre la finestra [GCMS Library Properties (Proprietà libreria GCMS)].



7 Fare clic sulla scheda [Result (Risultato)].



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



- 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.

9 Fare clic su [OK].

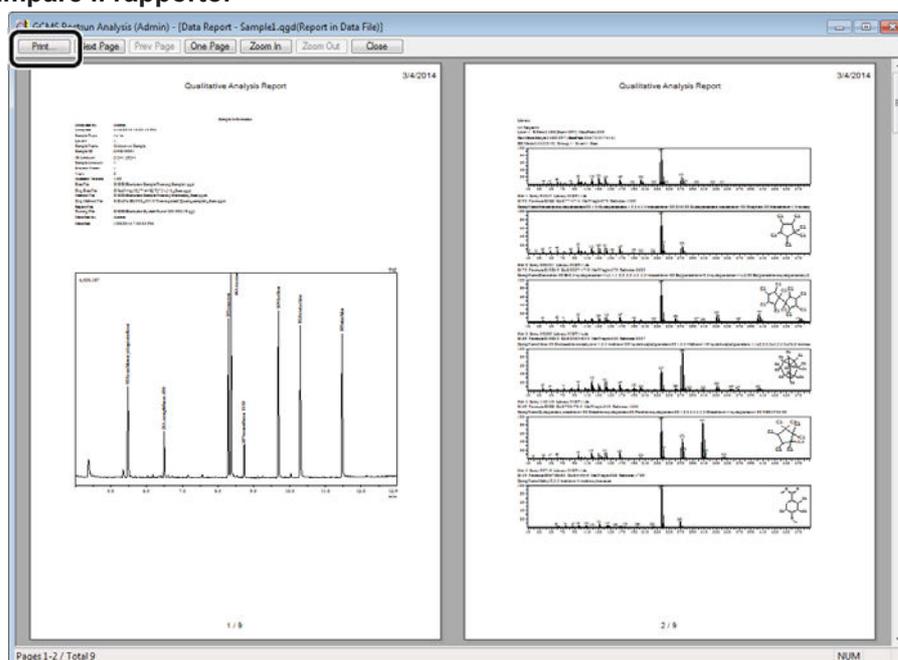
4.6.3 Elaborazione di rapporti

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

Si apre la finestra di anteprima di stampa.



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



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

Il rapporto viene salvato come parte del file di dati.



5

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.

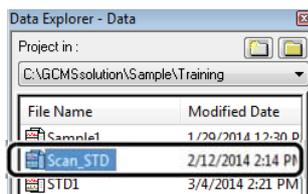
5.1.1 Creazione di una tabella di composti

- 1 **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)].



- 2 **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.**

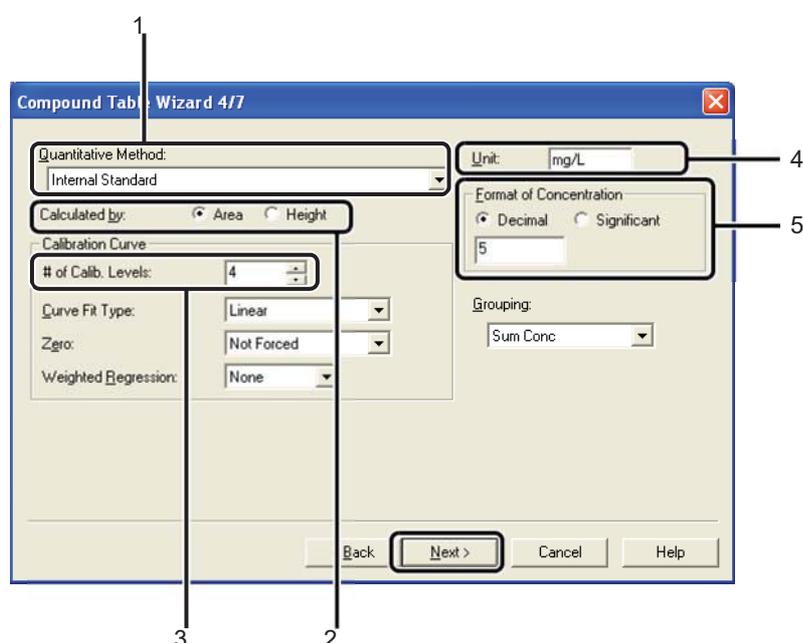


- 3 **Fare clic sull'icona [Wizard (New) (Procedura guidata (Nuovo))] nella barra di supporto [Compound Table (Tabella di composti)].**

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



- 4 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].
- 5 Fare clic su [Next (Avanti)] nella finestra [Compound Table Wizard (Procedura guidata tabella di composti) 2/7].
- 6 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].
- 7 Specificare il tipo di curva di calibrazione, il metodo quantitativo e altri parametri come richiesto, quindi fare clic su [Next (Avanti)].



5

N.	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 calibrazione)	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 (Avanti)].

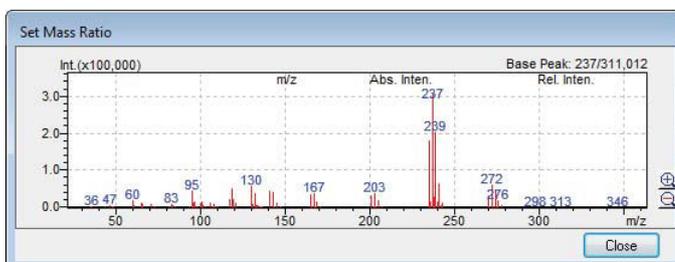
N.	Elemento	Spiegazione
1	Standard	Impostare le concentrazioni dei campioni standard. Se la concentrazione varia con il composto, apportare le correzioni necessarie dopo aver completato la procedura guidata.
2	Internal Standard (Standard interno)	Imposta la concentrazione dello standard interno.
3	# of Reference Ions (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 m/z 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)].

- 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.



5

10 Fare clic su [Finish (Fine)].

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

ID#	Name	Type	ISTD Gr	m/z	Ret. Time	Ret. Index	Unit	Ref. Ions	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	mg/L		0.005	0.01	0.05	0.1	1	

11

View

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

NOTA

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

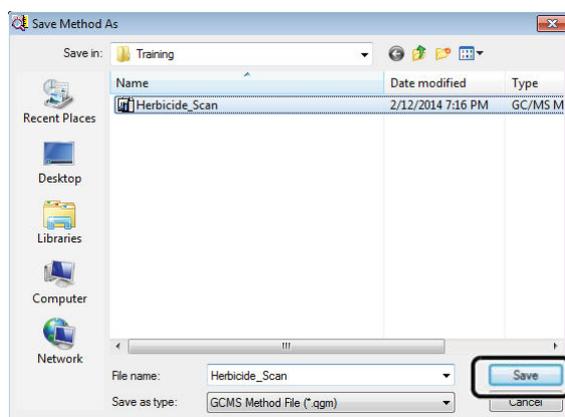
Fare clic sull'icona [Save Compound Table (Salva tabella di composti)] sulla barra di supporto [Compound Table (Tabella composti)].

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



13 Fare clic su [Save (Salva)].

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



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

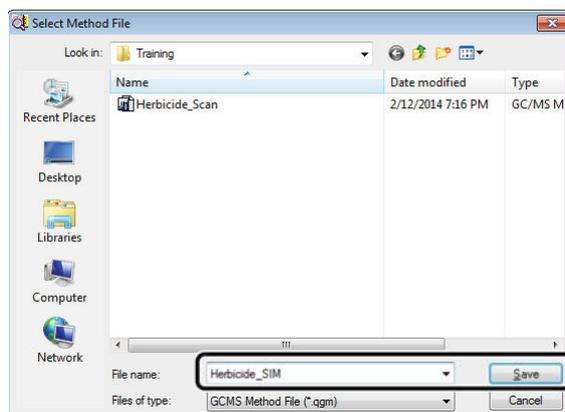
1 Fare clic sull'icona [Create MS Table [COAST] nella barra di supporto [Compound Table (Tabella composti)].

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



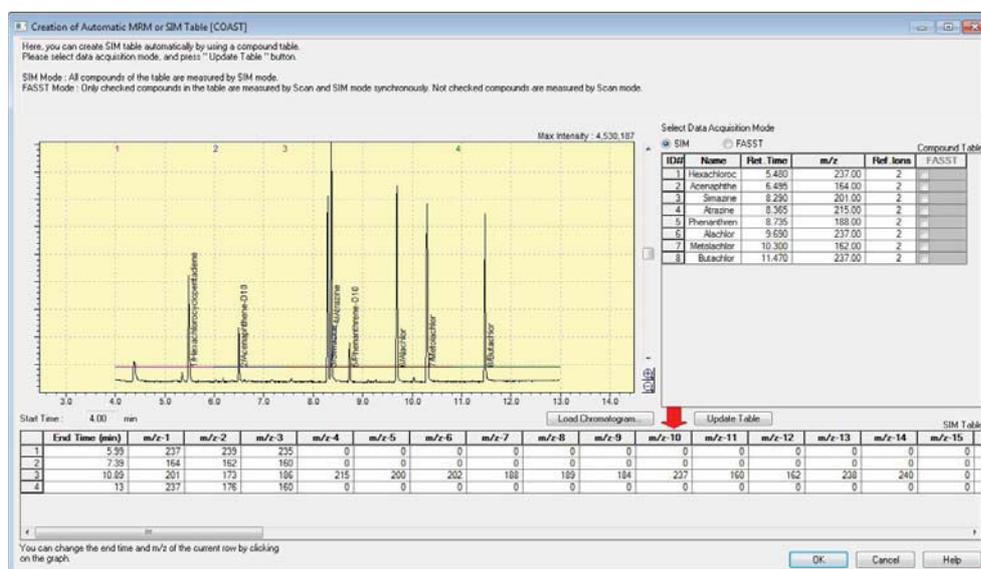
2 Immettere un nome file e fare clic su [Save (Salva)].

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



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

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



Hint

- **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.

5 Al termine, fare clic su [OK].

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

5

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.

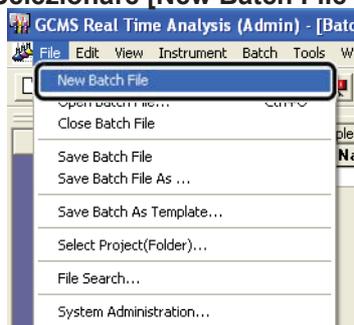
5.2.1 Creazione di un file di lotto

- 1 **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)].



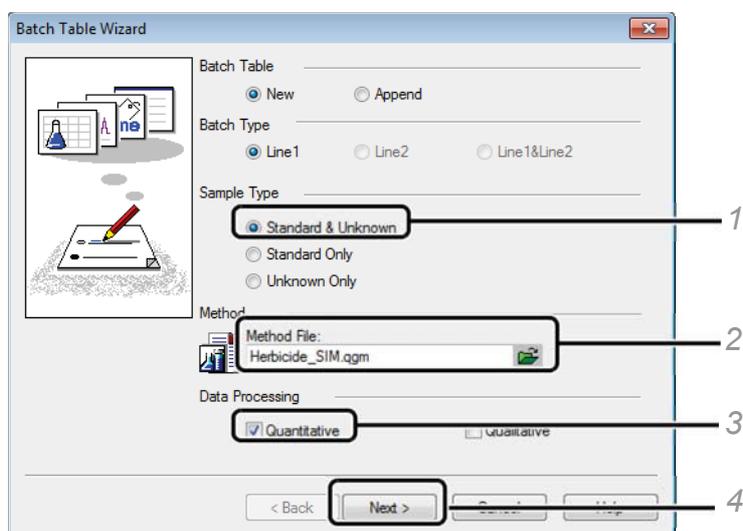
- 2 **Selezionare [New Batch File (Nuovo file di lotto)] nel menu [File].**



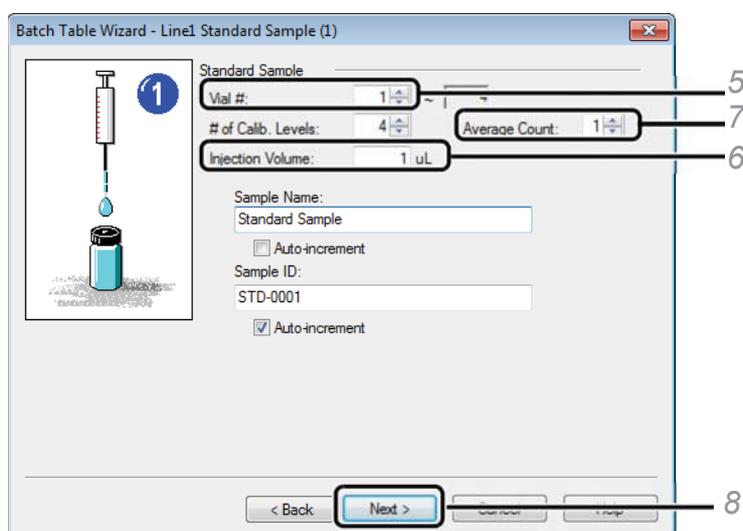
- 3 **Fare clic sull'icona [Wizard (Procedura guidata)] sulla barra di supporto [Batch (Lotto)].**
Si apre la finestra [Batch Table Wizard (Procedura guidata tabella di lotti)].



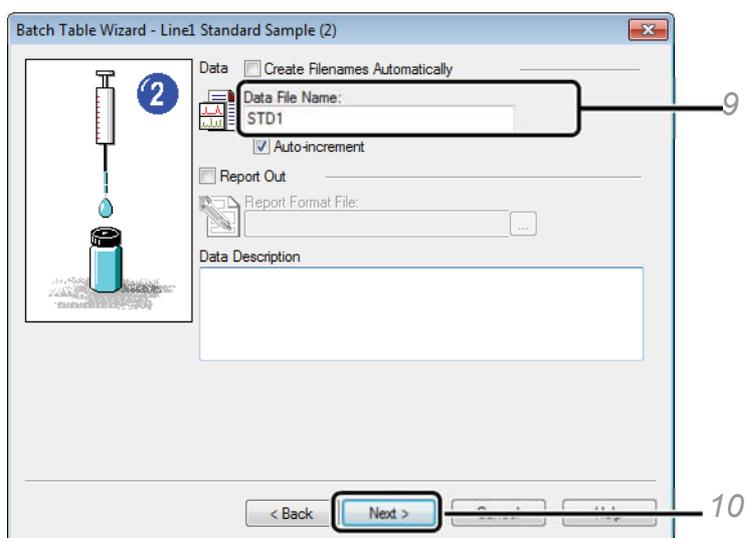
4 Effettuare le impostazioni appropriate con la Creazione guidata tabella batch e quindi creare una tabella batch.



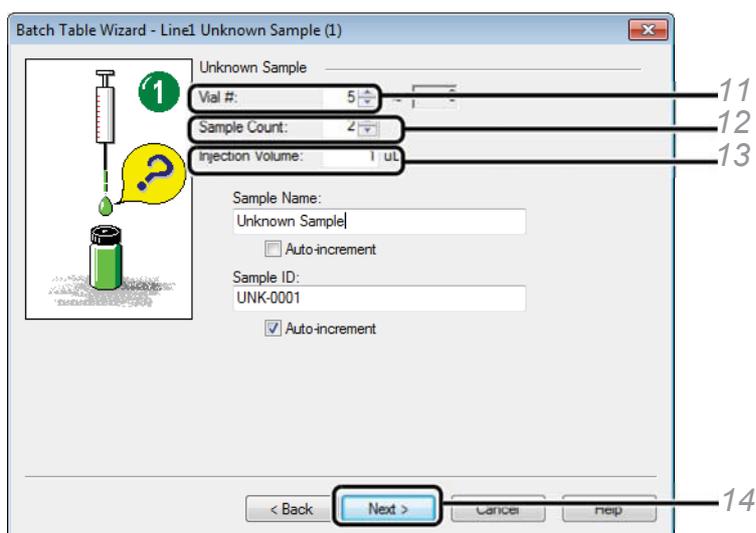
- 1 Seleziona [Standard e Sconosciuto].
- 2 Fare clic su  e specificare il file del metodo da utilizzare.
- 3 Seleziona [Quantitativo].
- 4 Fare clic su [Next (Avanti)].



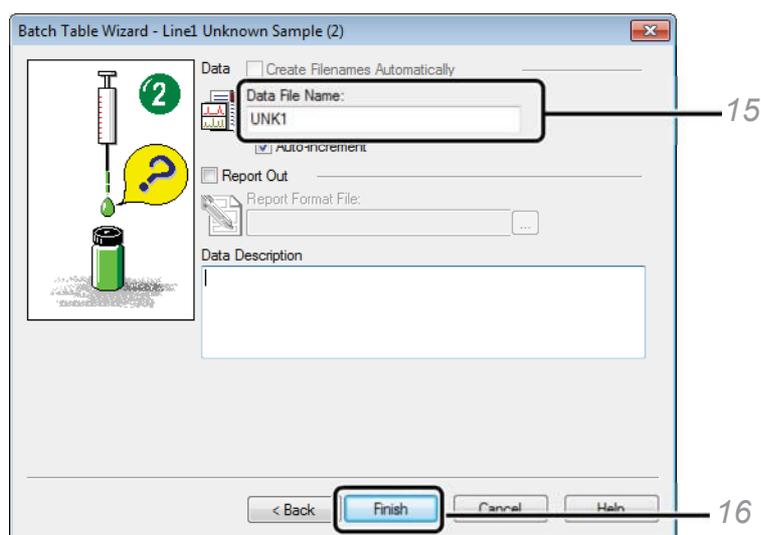
- 5 Immettere [Vial #].
Il numero di punti di calibrazione viene caricato automaticamente dal metodo.
- 6 Immettere [Injection Volume (Volume di iniezione)].
- 7 Immettere [Conteggio medio] (ossia, il numero di ripetizioni).
- 8 Fare clic su [Next (Avanti)].



- 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)].



- 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:\GCMSsolution\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)	IT QT	Herbicide_SIM.gcm	STD1.qgd	1	1
2	2	Standard Sample	STD-0002	1:Standard	IT QT	Herbicide_SIM.gcm	STD2.qgd	2	1
3	3	Standard Sample	STD-0003	1:Standard	IT QT	Herbicide_SIM.gcm	STD3.qgd	3	1
4	4	Standard Sample	STD-0004	1:Standard	IT QT	Herbicide_SIM.gcm	STD4.qgd	4	1
5	5	Unknown Sample	UNK-0001	0:Unknown	IT QT	Herbicide_SIM.gcm	UNK1.qgd	1	1
6	6	Unknown Sample	UNK-0002	0:Unknown	IT QT	Herbicide_SIM.gcm	UNK2.qgd	1	1



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

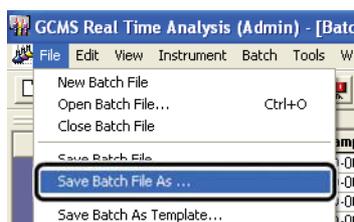
1. Inserire una riga sopra la prima riga.
2. Copiare una riga per il campione non noto e incollarla nella prima riga.
3. Modificare il numero di flaconcino, il nome del campione e il nome del file dei dati.

Folder: C:\GCMSsolution\Sample\Training									
	Vial#	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File	Level#	Inj. Volume
1	10	Blank	UNK-0001	0:Unknown	IT QT	Herbicide_SIM.gcm	Blank.qgd		
2	1	Standard Sample	STD-0001	1:Standard (I)	IT QT	Herbicide_SIM.gcm	STD1.qgd		
3	2	Standard Sample	STD-0002	1:Standard	IT QT	Herbicide_SIM.gcm	STD2.qgd		
4	3	Standard Sample	STD-0003	1:Standard	IT QT	Herbicide_SIM.gcm	STD3.qgd		
5	4	Standard Sample	STD-0004	1:Standard	IT QT	Herbicide_SIM.gcm	STD4.qgd		
6	5	Unknown Sample	UNK-0001	0:Unknown	IT QT	Herbicide_SIM.gcm	UNK1.qgd		
7	6	Unknown Sample	UNK-0002	0:Unknown	IT QT	Herbicide_SIM.gcm	UNK2.qgd		

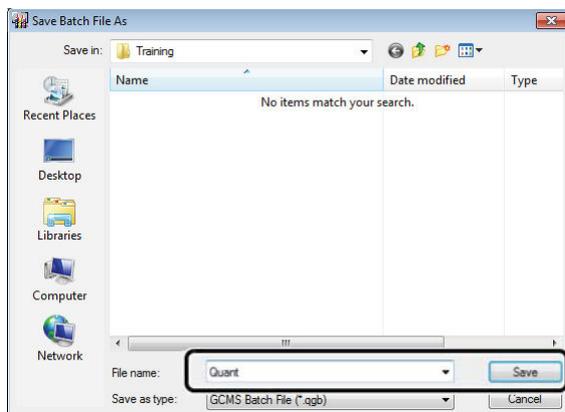
5.2.2 Salvataggio di file di lotto

1

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



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



5.2.3 Esecuzione dell'analisi sequenziale

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



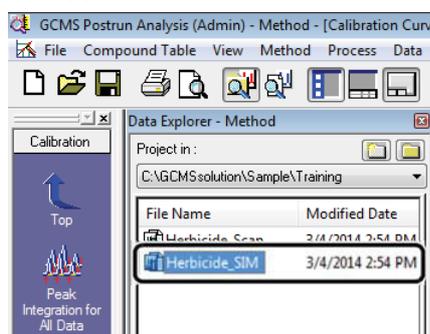
5.3 Analisi dei dati

5.3.1 Verifica e correzione delle curve di calibrazione

- 1** 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].

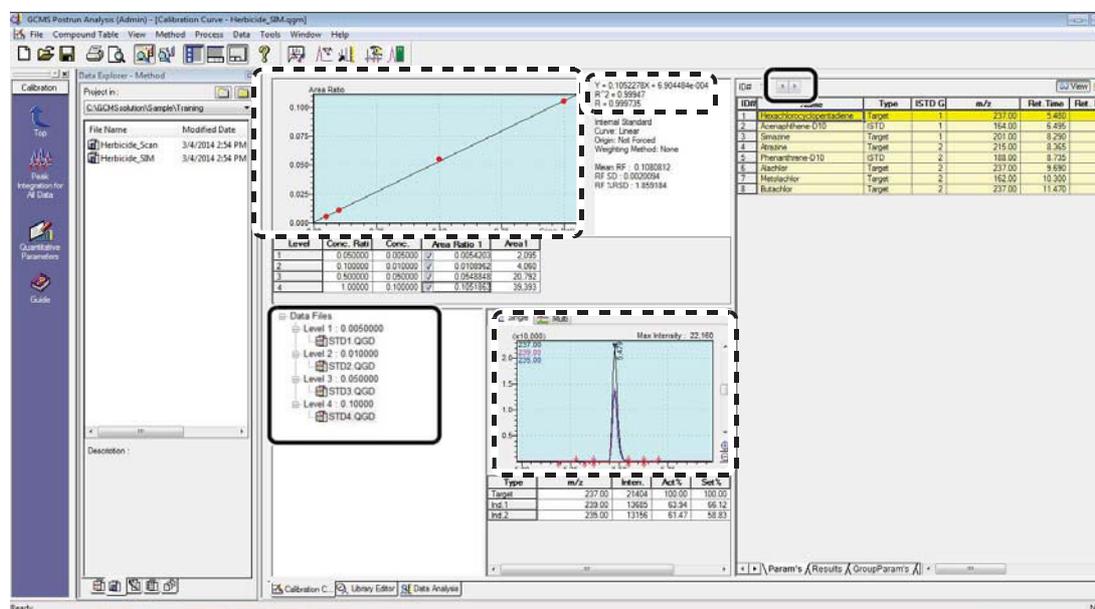


2 Fare doppio clic sul file del metodo utilizzato nell'analisi da Data Explorer (Esplora dati).



3 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.

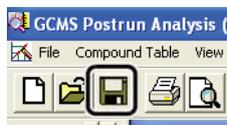


^ Riferimento

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.

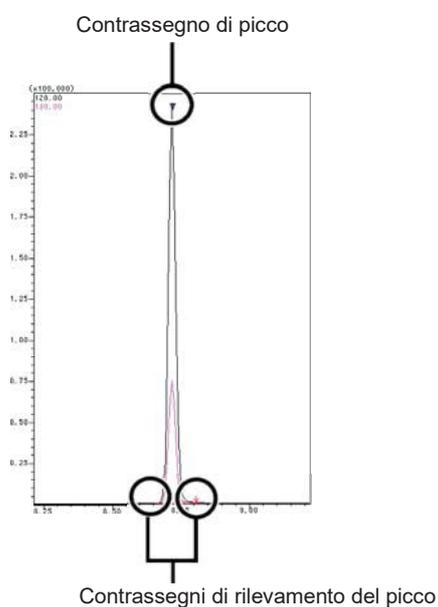
Per modificare il metodo utilizzato per tracciare le curve di calibrazione, consultare *"Appendice I Modifica dei parametri per l'analisi quantitativa"* P.100.

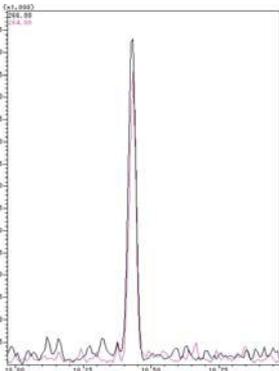
4 Solo dopo aver corretto le curve di calibrazione, fare clic su  (Save (Salva)) sulla barra degli strumenti per salvare il file del metodo.

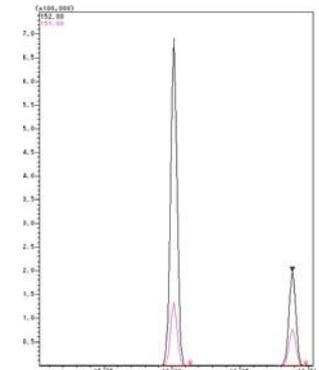
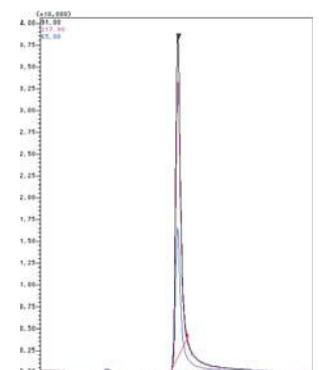


I picchi rilevati nei cromatogrammi dopo l'integrazione automatica dei picchi avranno segni di rilevamento dei picchi (↓↑).

I picchi rilevati vengono sottoposti a identificazione in base ai tempi di ritenzione e ai rapporti ionici (▼ contrassegno di identificazione del picco).



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

Cromatogramma	Contromisura
<p>I picchi vengono rilevati ma vengono identificati picchi diversi.</p> 	<p>Eseguire l'identificazione manuale. (P.61)</p>
<p>I picchi vengono rilevati e identificati ma l'integrazione dei picchi non viene eseguita correttamente.</p> 	<p>Eseguire l'integrazione manuale dei picchi. (P.62)</p>

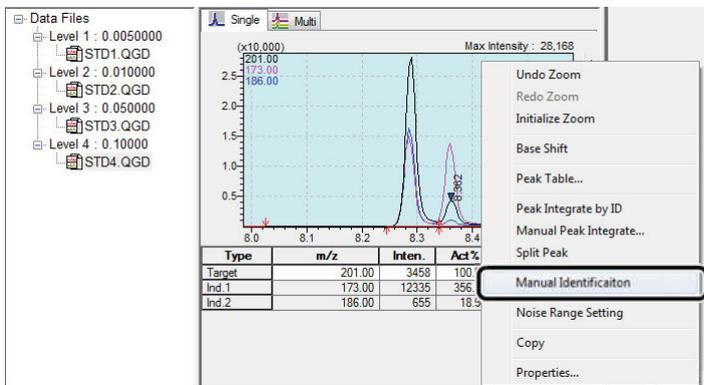
■ Identificazione manuale e integrazione di picco manuale

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

Identificazione manuale

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

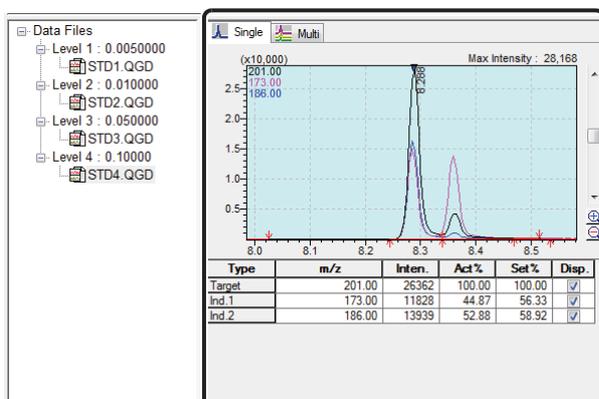
Viene visualizzata una barra.



Type	m/z	Inten.	Act%
Target	201.00	3458	100
Ind. 1	173.00	12335	356
Ind. 2	186.00	655	18.9

2 Fare clic sul picco da identificare.

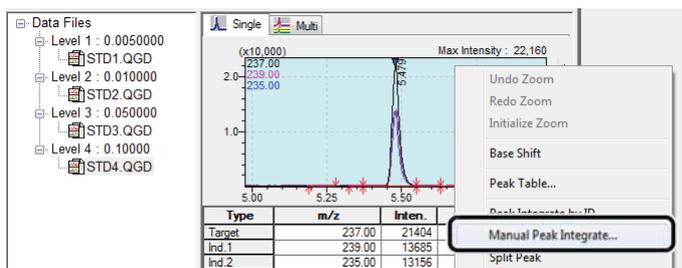
Il picco è identificato.



Integrazione manuale dei picchi

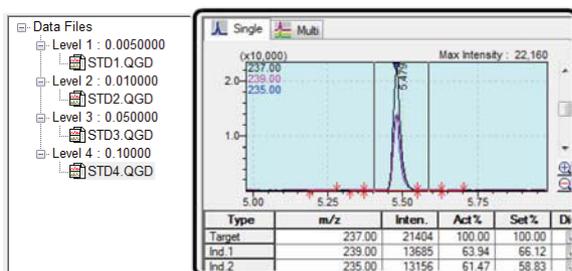
1 Fare clic con il tasto destro del mouse in un cromatogramma e selezionare [Manual Peak Integrate... (Integrazione manuale dei picchi...)] dal menu visualizzato.

Viene visualizzata una barra.



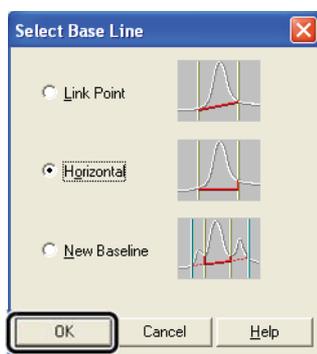
2 Trascinare il mouse dal punto iniziale al punto finale del picco.

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



3 Selezionare il basale e fare clic su [OK].

Il picco è integrato e identificato.



NOTE

Lo stesso processo può essere realizzato 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.
Integrazione manuale dei picchi	[Ctrl] + tasto destro del mouse e trascina	Collega i punti con la linea di base orizzontale.

5

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.

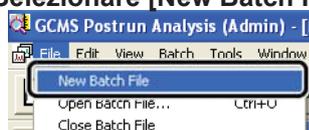
1 Fare clic sull'icona [Batch Processing (Processazione del lotto)] sulla barra di supporto [Postrun (Post-sessione analitica)].

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



2

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



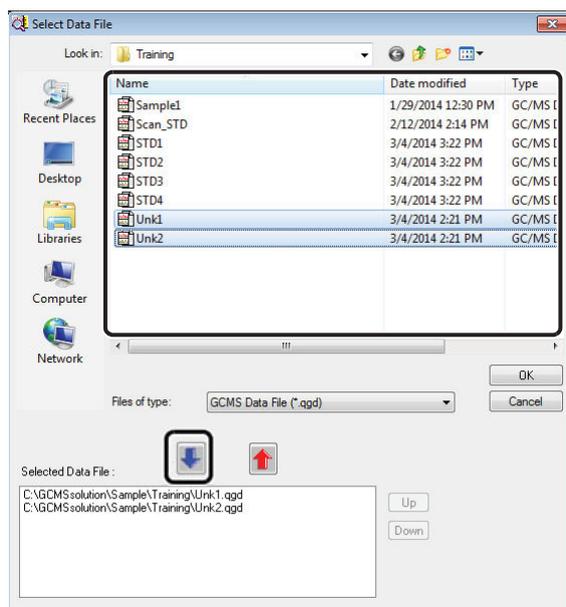
3 Fare clic sull'icona [Select Data File (Seleziona file di dati)] nella barra di supporto [Batch (Lotto)].

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



4 Fare clic sul file di dati per il campione con concentrazioni sconosciute, per le quali deve essere eseguita una nuova quantificazione e fare clic (Add (Aggiungi)).

Il file di dati è selezionato.



5 Fare clic su [OK].

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

Folder: C:\GCMSsolution\Sample\Training							
	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File	Level#
1	Unknown Sample1	UNK-0001	1:Standard	IT QT	Herbicide_SIM.qgm	Unk1.qgd	1
2	Unknown Sample2	UNK-0002	1:Standard	IT QT	Herbicide_SIM.qgm	Unk2.qgd	1

- 7** 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

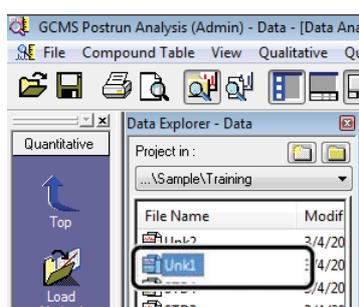
Controllare i risultati di quantificazione per i campioni con concentrazioni sconosciute.

5

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



- 2** Fare doppio clic sul file di dati da verificare da Data Explorer (Esplora dati).
Si apre il file di dati da verificare.



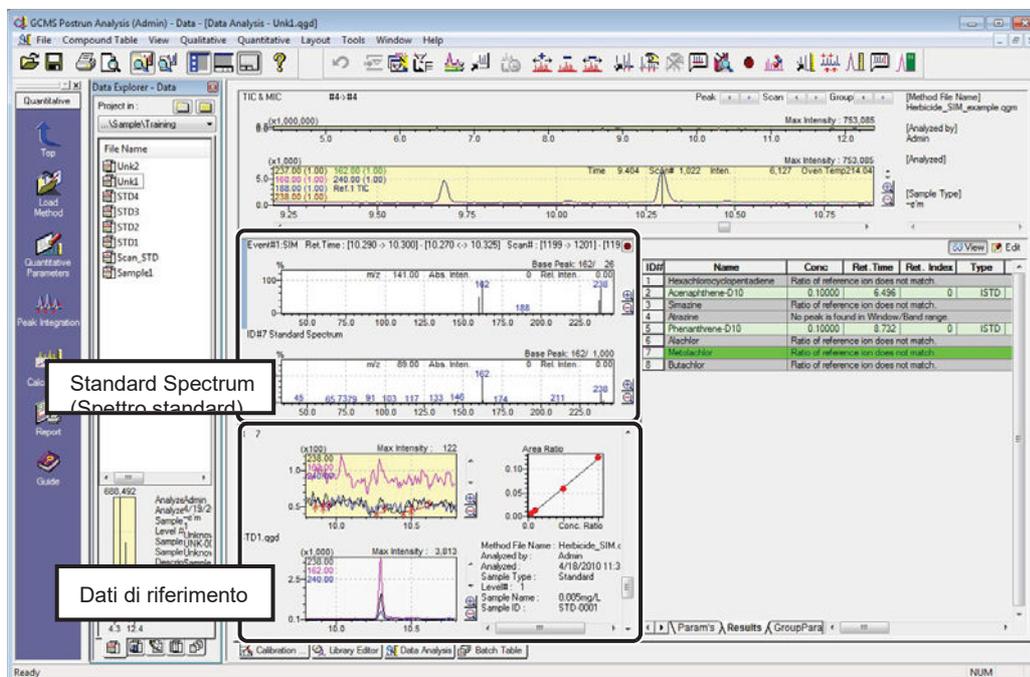
- 3** Fare clic sulla scheda [Results (Risultati)] in [Compound Table View (Visualizza tabella dei composti)].

Vengono visualizzati i risultati della quantificazione.

ID#	Name	Type	ISTD Gr	m/z	Ret. Time	Ret. Index	Unit	Ref. I
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

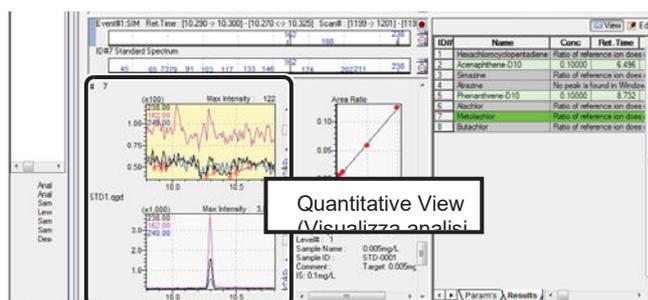
4 Visualizzare la finestra secondaria degli spettri standard e la finestra secondaria dei dati di riferimento nell'area [Quantitative View (Visualizza analisi quantitativa)].

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



5 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 e integrazione 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.

NOTE

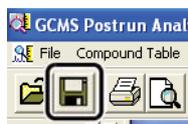
Quando i picchi sono integrati per la quantificazione, vengono visualizzate le concentrazioni calcolate dalla curva di calibrazione.

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.

5

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



■ Visualizza di spettri standard

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

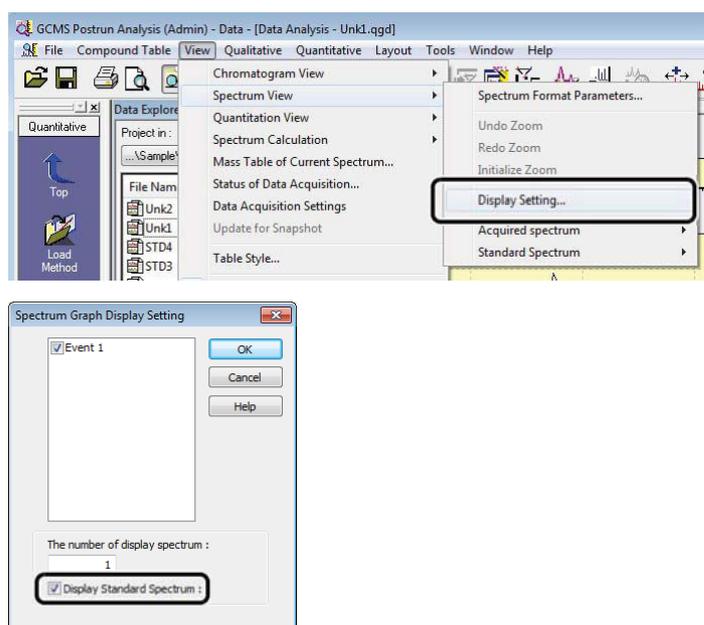
Quando si utilizza la modalità di scansione per le misurazioni, i dati possono essere analizzati più facilmente confrontando lo spettro visualizzato con uno spettro standard.

- 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.

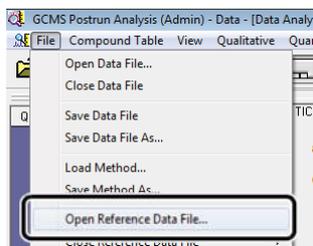
Quando lo spettro misurato viene ingrandito mediante trascinamento, lo spettro standard viene ingrandito di conseguenza.



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).

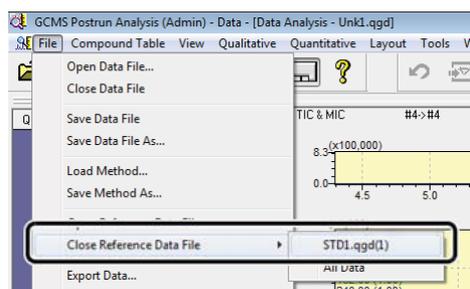
- 1 Selezionare [Open Reference Data File (Apri file di dati di riferimento)] nel menu [File] per aprire il file di dati a cui si fa riferimento. Vengono visualizzati i dati di riferimento.



Chiusura dei dati di riferimento

- 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.

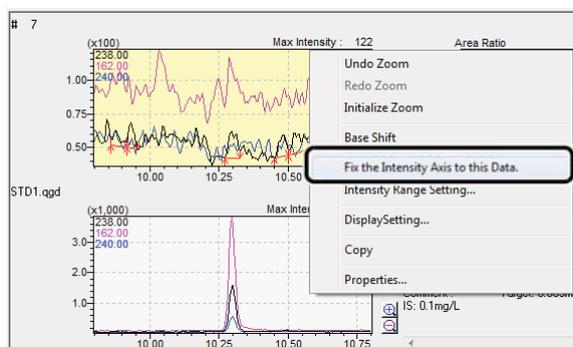


NOTA

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

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

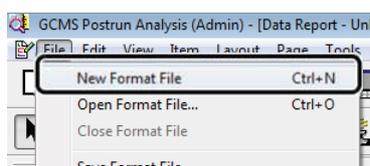
- 1 Fare clic sull'icona [Report (Rapporto)] sulla barra di supporto [Quantitative (Analisi quantitativa)].

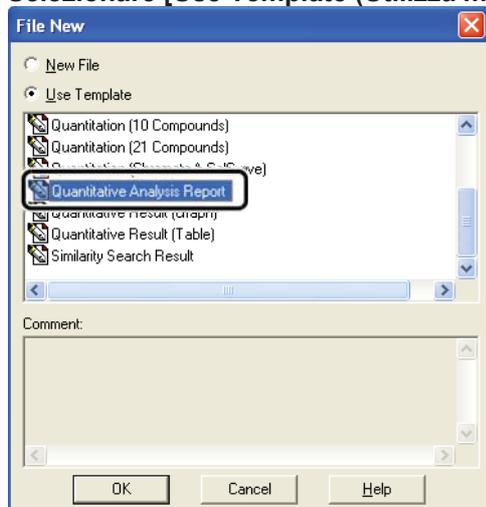
Si apre la finestra [Data Report (Rapporto di dati)].



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

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



3**Selezionare [Use Template (Utilizza modello)] e selezionare il formato [Quantitative Analysis****a)].****4****Fare clic su [OK].**

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

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

Si apre la finestra di anteprima di stampa.



6

Arresto del GCMS

6.1 Arresto del sistema di vuoto

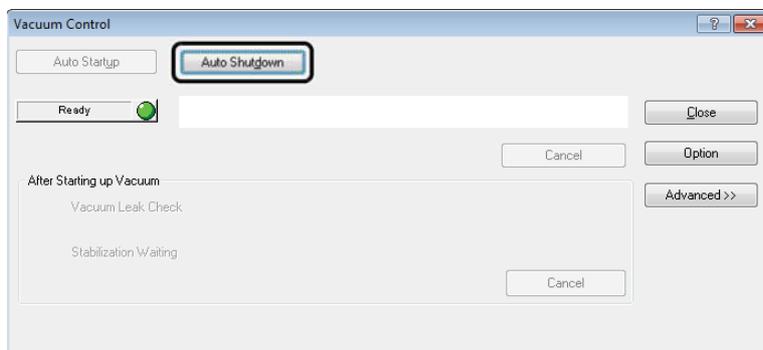
- 1 Fare clic sull'icona [Vacuum Control (Controllo del vuoto)] sulla barra di supporto [Real Time (Tempo reale)].

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

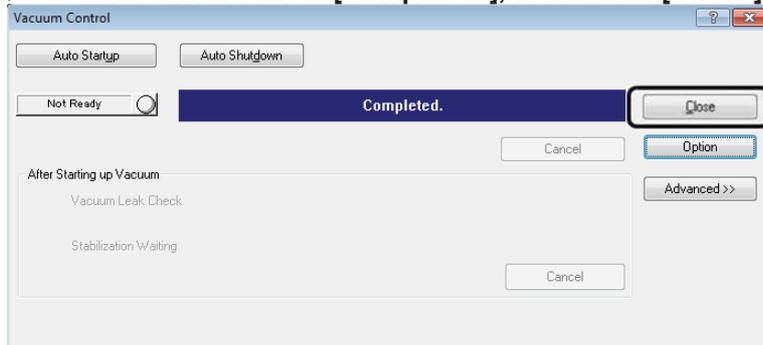


- 2 Fare clic su [Auto Shutdown (Spegnimento automatico)].

Il sistema di vuoto si spegne.



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



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.

- 1** Chiudere il programma [GCMS Real Time Analysis] e tutti gli altri programmi in esecuzione.
- 2** Spegnere (OFF) il PC, la stampante e il monitor.
- 3** Spegnere (OFF) l'alimentazione dell'unità MS.
- 4** Spegnere (OFF) l'alimentazione dell'unità GC.

Appendice **A** Formato del file

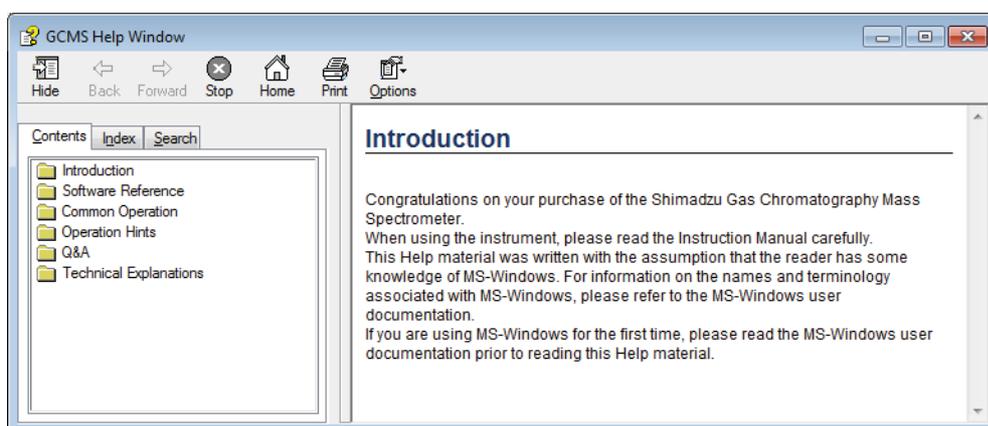
GCMSsolution utilizza i formati di file descritti di seguito.

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. <ul style="list-style-type: none"> • 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

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



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

- 1 Premere il tasto [F1] sulla tastiera.
Viene visualizzata la guida per la finestra aperta.

Analisi singola (iniezione manuale)

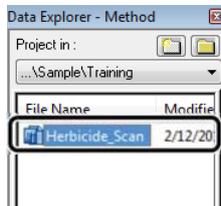
Utilizzare la procedura descritta di seguito quando si analizzano i campioni uno a uno utilizzando il campionatore automatico o quando si esegue l'analisi mediante iniezione manuale.

- 1** 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)].



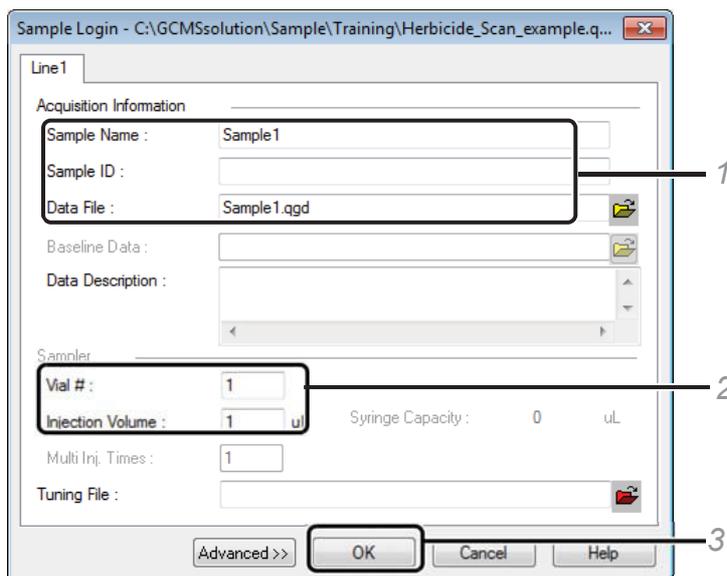
- 2** Fare doppio clic sul file del metodo da utilizzare in Data Explorer (Esplora dati).



- 3** Fare clic sull'icona [Sample Login (Accesso ai campioni)] sulla barra di supporto [Acquisition (Acquisizione)].



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].



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.

5 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.



- 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)].

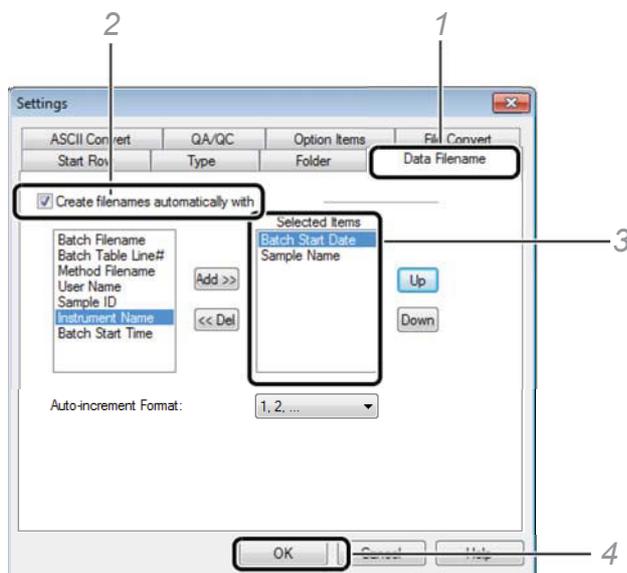
D.1 Generazione automatica dei nomi di file

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.

- 1** 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)
20131220	Standard 1ppb	20131220_Standard 1ppb_1
	10ppb standard	20131220_Standard 10ppb_2
	100ppb standard	20131220_Standard 100ppb_3
	Sconosciuto	20131220_Unknown_4
	Sconosciuto	20131220_Unknown_5

**NOTA**

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

1

Modifica un file di lotto.

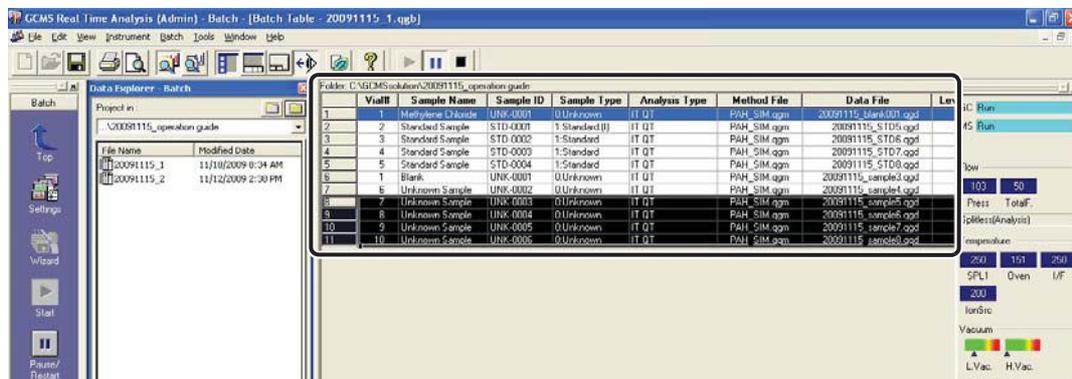
- 1 Fare clic sulla tabella
- 2 Fare clic sull'icona [Pause/Restart (Pausa/Riavvia)] sulla barra di supporto [Batch (Lotto)].
Si apre la finestra [Batch Table (Tabella di lotti)], che consente di modificare le righe non eseguite.

**NOTA**

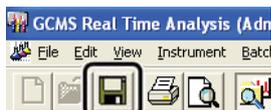
L'analisi delle righe attualmente analizzate continuerà ad essere eseguita.

2 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.



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



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



NOTA

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

1

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

Viene avviato il programma [GCMS Analysis Editor].

2

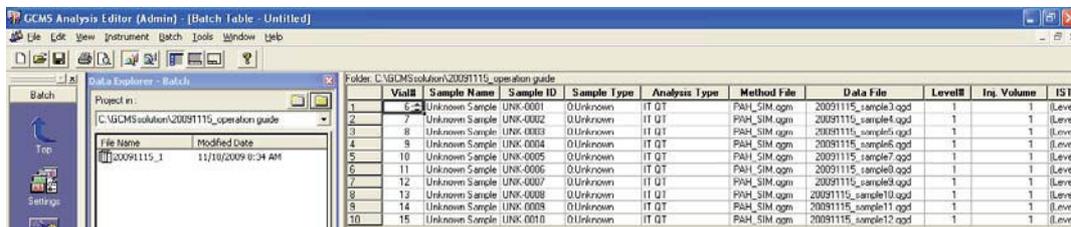
Fare clic sull'icona [Batch Processing (Processazione del lotto)] sulla barra di supporto [Real Time (Tempo reale)].

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



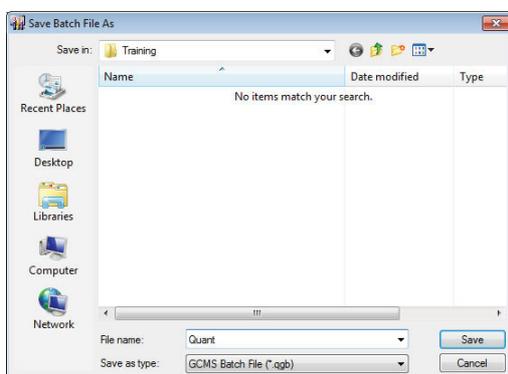
3

Crea il file di lotto da aggiungere.



4

Denominare e salvare il file di lotto.



NOTA

- 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].

5

Chiudere il programma [GCMS Analysis Editor].

D.3.2 Aggiunta di file di lotto

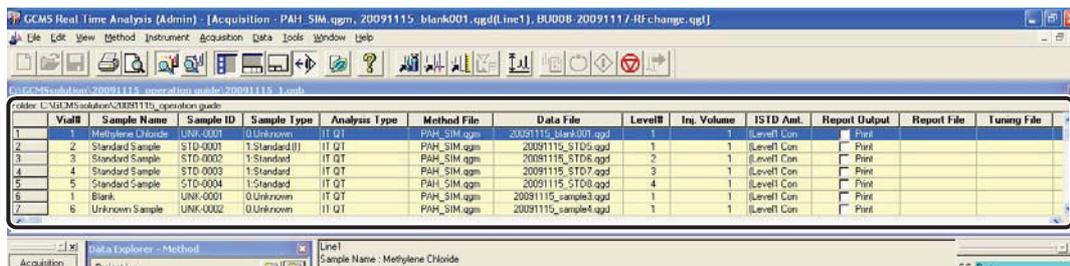
1

Avviare il programma [GCMS Real Time Analysis].

2

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

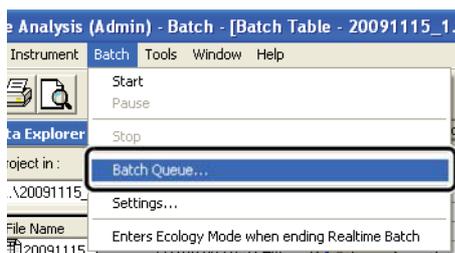
Il contenuto della barra degli strumenti, della barra dei menu e della barra di supporto cambia.



3

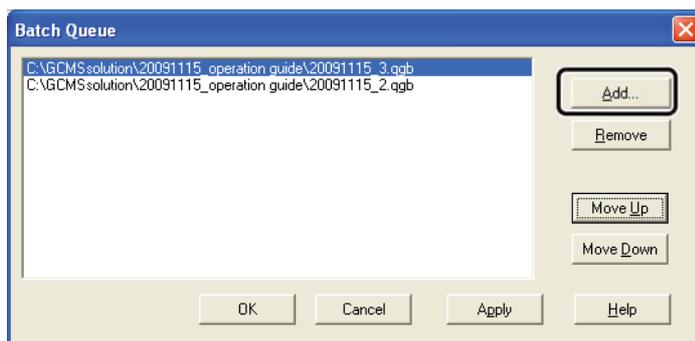
Selezionare [Batch Queue (Coda di lotti)] nel menu [Batch (Lotto)].

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



4

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



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.

5

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

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.



E.1.1 Impostazione manuale della modalità

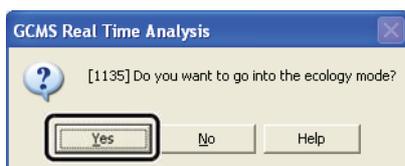
- 1 Fare clic sull'icona [Ecology Mode (Modalità ecologica)] sul monitor dello strumento.**
Si apre una finestra di messaggio.



- 2 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).





NOTA

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

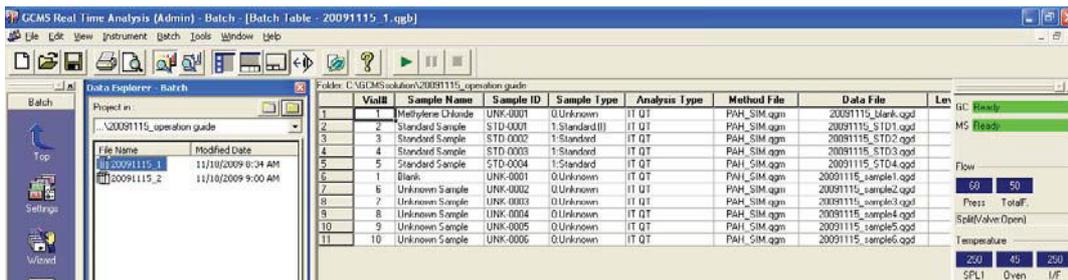
Ciò consente di passare allo strumento in modalità ecologica al termine dell'intera analisi sequenziale.

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

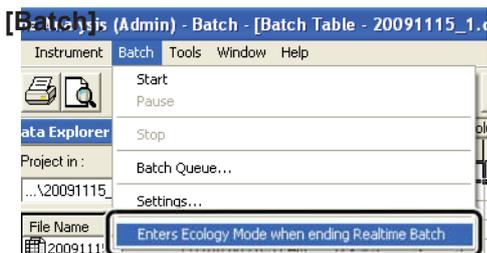
Si apre la finestra [Batch Table (Tabella di lotti)].



2 Crea e salva un file di lotto.



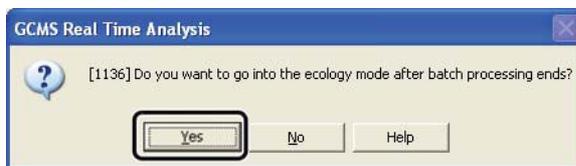
3 Selezionare [Entra in modalità ecologica quando si termina il batch in tempo reale] nel menu



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



5 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.



NOTA

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

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

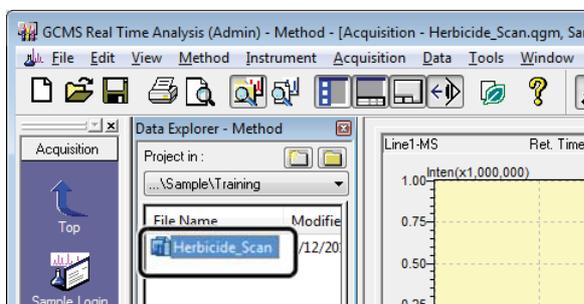
Per i modelli QP2010, QP2010 Plus e QP2010S, eseguire le seguenti operazioni.

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.

E

1 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.



2

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

Sampler GC MS

Inj. Port : SPL1 Inj. Heat Port : INJ1

Column Oven Temp. : 80.0 °C

Injection Temp. : 250.0 °C

Injection Mode : Splitless

Sampling Time : 1.00 min

Carrier Gas : He Prim. Press. : 500-900

Flow Control Mode : Linear Velocity

Pressure : 113.8 kPa

Total Flow : 20.0 mL/min

Column Flow : 1.67 mL/min

Linear Velocity : 47.6 cm/sec

Purge Flow : 3.0 mL/min

Split Ratio : -1.0

Program : Column Oven Temperature

Rate	Final Temperature	Hold Time
0	80.0	1.00
1	20.00	180.0
2	10.00	220.0
3	15.00	320.0

Total Program Time : 19.67 min

Column

Name Ftx-5MS Thickness : 0.25 um

Length : 30.0 m Diameter : 0.25 mm

Save Method File As

Save in: Training

Name	Date modified	Type
itizi	3/4/2014 1:18 PM	File folder
Herbicide_Scan	2/12/2014 7:16 PM	GC/MS M

File name: Herbicide_Scan_low

Save as type: GCMS Method File (*.qgm)

Buttons: Save, Cancel

E.2.2 Creazione di file di lotto

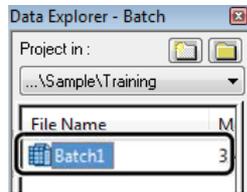
1

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)].

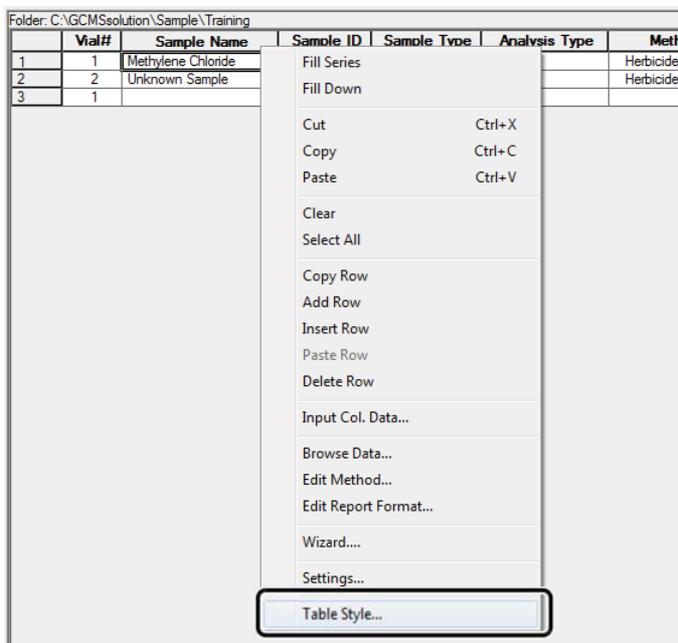


- 2** In Data Explorer (Esplora dati), fare doppio clic sul file di lotto da utilizzare per l'analisi sequenziale.



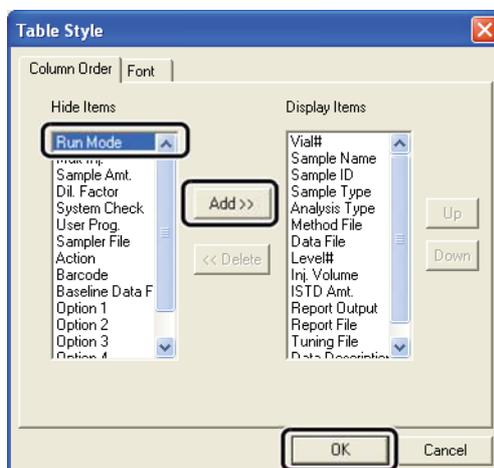
- 3** Fare clic con il tasto destro sulla tabella batch e selezionare [Table Style (Stile tabella)] dal menu visualizzato.

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



- 4** 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.



5 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.

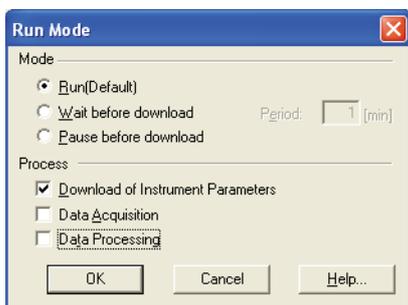
Folder: C:\GCMSsolution\Sample\Training						
	Sample Name	Sample ID	Sample Type	Analysis Type	Method File	Data File
1	Methylene Chloride	UNK-0001	0:Unknown		Herbicide_Scan.qgm	Blank.qgd
2	Unknown Sample	UNK-0001	0:Unknown		Herbicide_Scan.qgm	Sample1.qgd
3	low		0:Unknown		Herbicide_Scan_low.qgm	low.qgd
4			0:Unknown	IT QT		

6 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\Sample\Training							
	Data File	Report File	Tuning File	Data Description	EPA Sample#	Ext. Volume	Run Mode
1	Blank.qgd					1	DL AQ DP
2	Sample1.qgd					1	
3	low.qgd					1	DL AQ DP
4						1	

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



8 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.



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

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

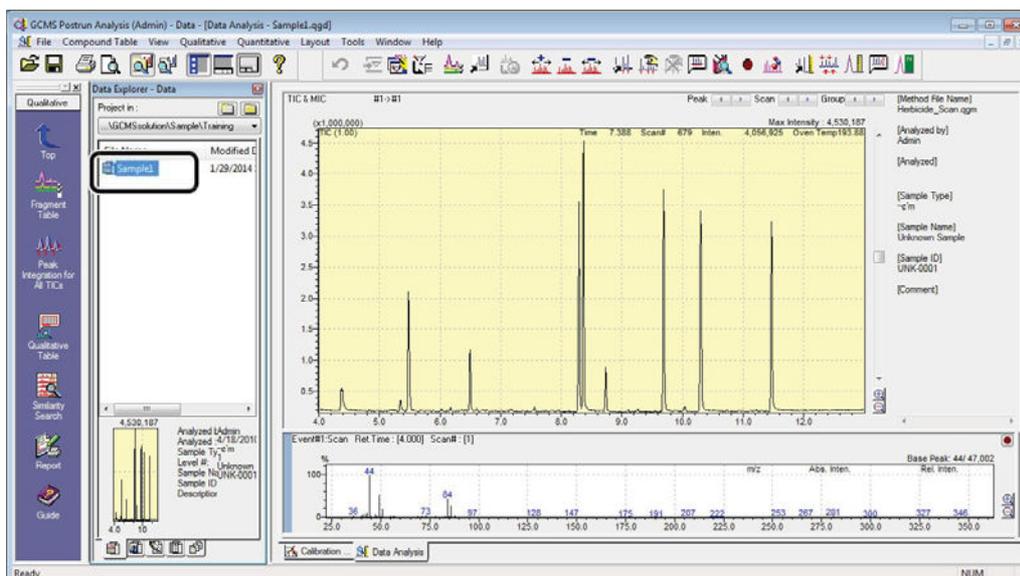


1 Fare doppio clic sull'icona **GCMS Postrun Analysis** (GCMS Postrun Analysis).
Viene avviato il programma [GCMS Postrun Analysis].

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



3 Aprire il file di dati.

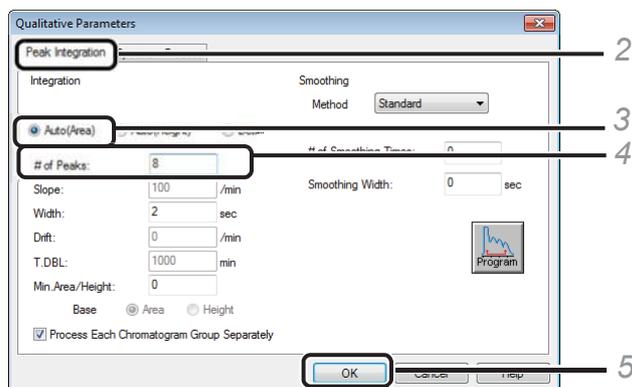


4 Impostare i parametri di integrazione di picco ed eseguire l'integrazione di picco per l'intero TIC.

- 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)].



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

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

- 1

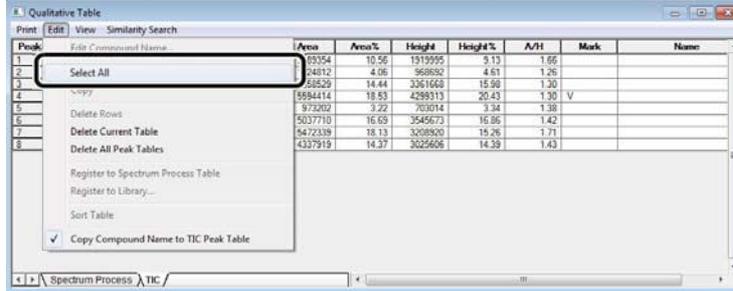
Peak#	Ret. Time	Start Tm	End Tm	m/z	Area	Area%	Height	Height%	A/H	Mark	Name
1	5.479	5.445	5.535	TIC	31892554	10.56	1919995	9.13	1.66		
2	6.484	6.465	6.530	TIC	1244912	4.65	969892	4.61	1.04		
3	8.290	8.285	8.335	TIC	4385829	14.44	3361688	15.98	1.30		
4	8.984	8.335	8.410	TIC	5594414	18.53	4299315	20.43	1.30	V	
5	9.733	8.700	9.765	TIC	972202	3.22	703014	3.34	1.38		
6	9.689	9.655	9.735	TIC	5037710	16.69	3545673	16.88	1.42		
7	10.299	10.260	10.350	TIC	5472339	18.13	3208920	15.26	1.71		
8	11.470	11.435	11.520	TIC	4337919	14.37	3025605	14.39	1.43		

- 2

- 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.

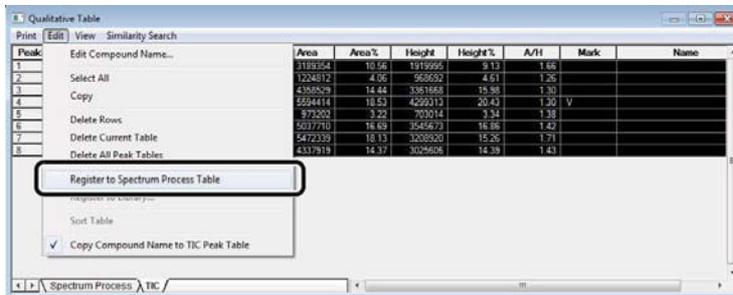
6

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



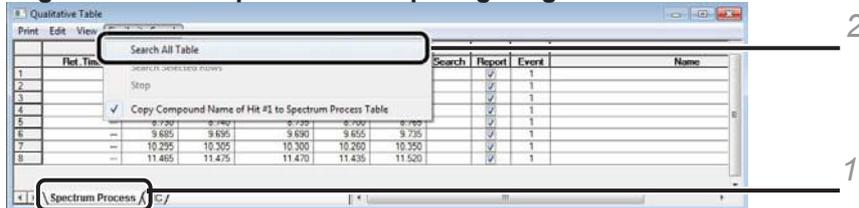
7

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

Eseguire la ricerca per similarità per ogni riga.



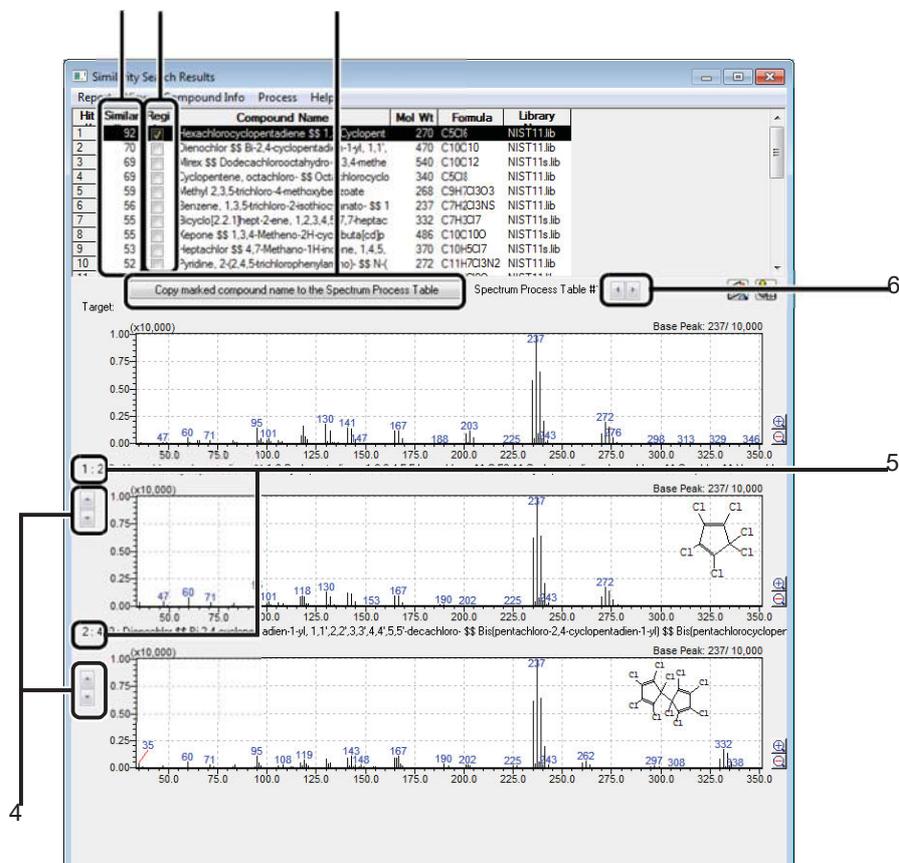
1 Fare clic sulla scheda [Spectrum Process (Processo di analisi spettrale)] nella finestra [Qualitative Table (Tabella qualitativa)].

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)].



9

Fare doppio clic sulla prima riga e controllare i risultati della ricerca per similarità in ordine.

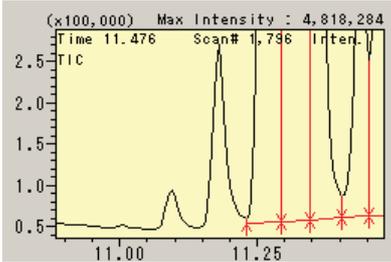
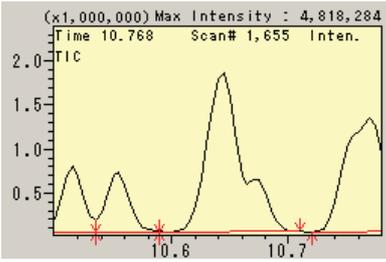
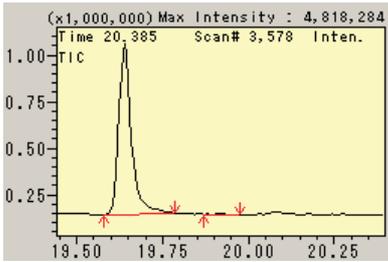


N.	Spiegazione
1	Similarity (Similarità): Più questo valore è vicino a 100, maggiore è la similarità negli spettri di massa.
2	Per inserire un nome composto nella tabella dello spettro, selezionare la casella per il composto pertinente.
3	Fare clic per copiare i nomi composti selezionati nella tabella 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.



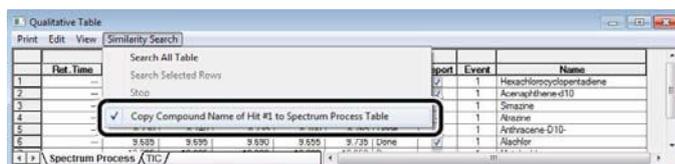
■ Modifica della tabella TIC

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

Fenomeni	Azione correttiva
<p>Mancata rilevazione di picchi.</p> 	<p>Fare clic su [Manual Peak Integrate (Integrazione manuale dei picchi)] - [TIC] nel menu [Qualitative (Analisi qualitativa)] per eseguire l'integrazione di picco dei composti target.</p>
<p>Identificazione di più picchi sovrapposti come un singolo picco.</p> 	<p>Fare clic su [Split Peak (Dividi picco)] nel menu [Qualitative (Analisi qualitativa)] e spostare il puntatore del mouse nella posizione desiderata per la divisione del picco.</p>
<p>Rilevazione di picchi non necessari.</p> 	<p>Eliminare le righe dalla tabella dei picchi TIC.</p>



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



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.



Appendice **G** Ricerche indice

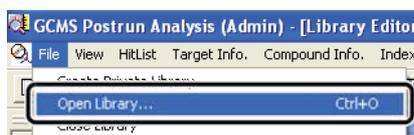
Nella libreria è possibile cercare informazioni relative ai composti target (ad es. spettri e informazioni sulla struttura).

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

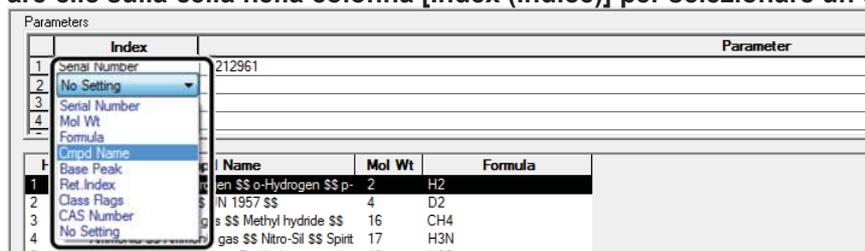
Si apre la finestra [Library Editor (Modifica Libreria)].



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



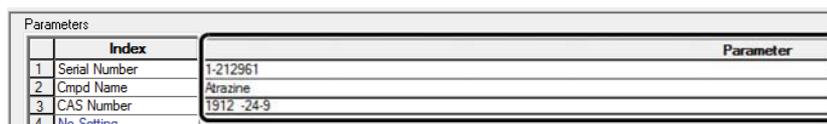
3 Fare clic sulla cella nella colonna [Index (Indice)] per selezionare un elemento.



Parameters	
Index	Parameter
1	Serial Number 212961
2	No Setting
3	Serial Number
4	Mol Wt
	Formula
	Cmpd Name
H	Base Peak
1	Ret. Index
2	Class Flags
3	CAS Number
4	No Setting

Peak Name	Mol Wt	Formula
1-1957-1	2	H2
1-1957-2	4	D2
1-1957-3	16	CH4
1-1957-4	17	H3N
1-1957-5	18	H2O

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

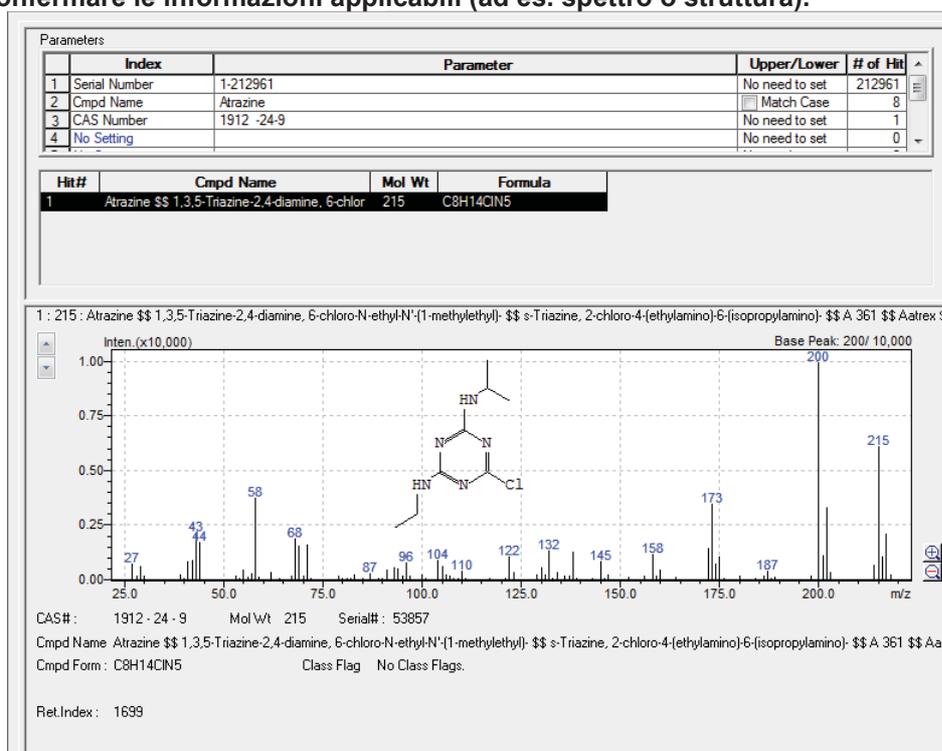


Parameters	
Index	Parameter
1	Serial Number 1-212961
2	Cmpd Name Atrazine
3	CAS Number 1912-24-9
4	No Setting

- 5** Fare clic su [Start (Avvio)] nel menu [Index Search (Ricerca indice)].
I risultati vengono visualizzati.



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

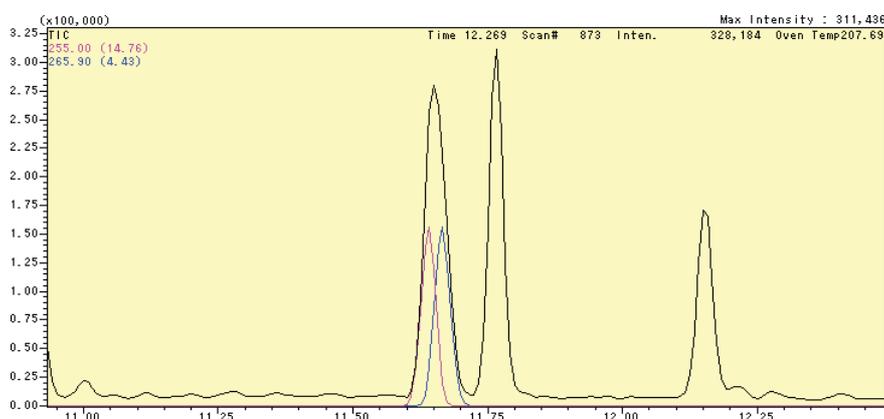


Visualizzazione dei cromatogrammi di massa (MC)

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

■ Conferma della purezza dei picchi

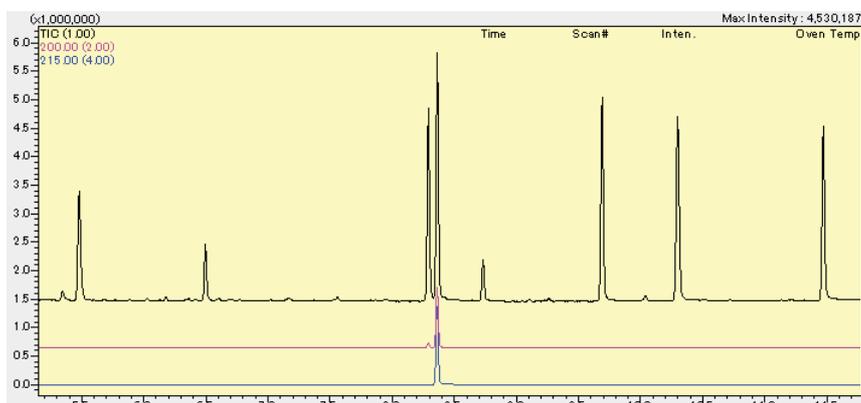
La visualizzazione di cromatogrammi di massa può essere utilizzata per verificare la presenza di due o più picchi sovrapposti o, in altre parole, per verificare la purezza di un picco nel cromatogramma.



■ 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.

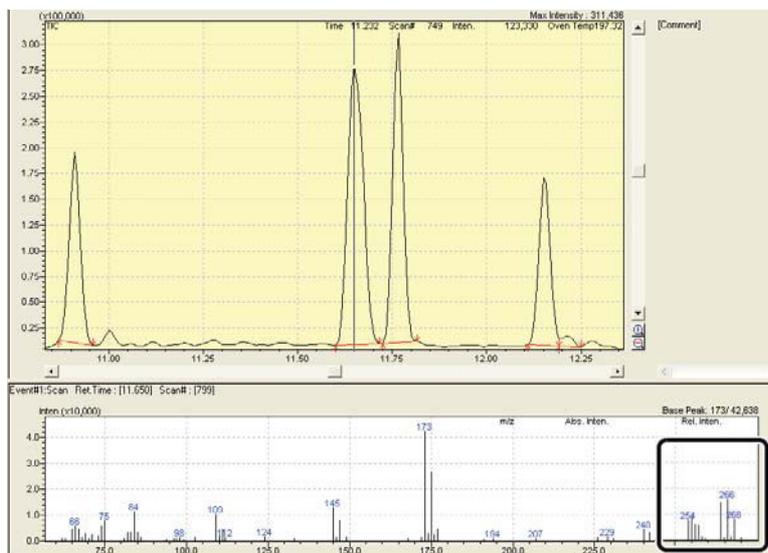


Eseguire l'operazione come descritto di seguito.

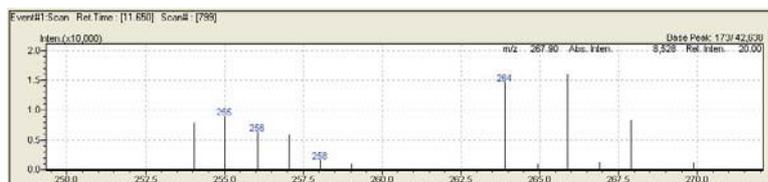
- 1 Eseguire "Ricerche indice" P.94 per controllare gli spettri di massa dei composti target.
- 2 Controllare da uno a tre ioni nella regione m/z alta.
- 3 Inserire i valori m/z nella tabella dei frammenti e visualizzare i cromatogrammi di massa.
- 4 Eseguire ricerche per similarità per gli spettri di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

H.1 Visualizzazione dei cromatogrammi dagli spettri di massa

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



- 2 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.



- Per nascondere il cromatogramma di massa, deselegionare 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

1

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

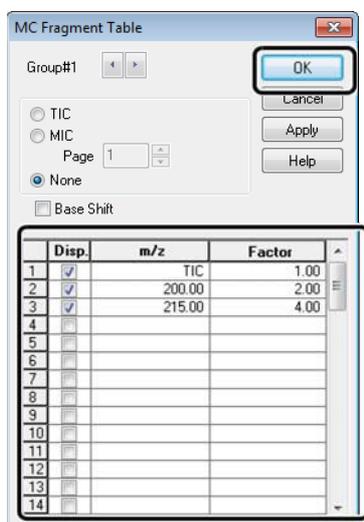
Si apre la finestra [MC Fragment Table (Tabella di frammenti MC)].



2

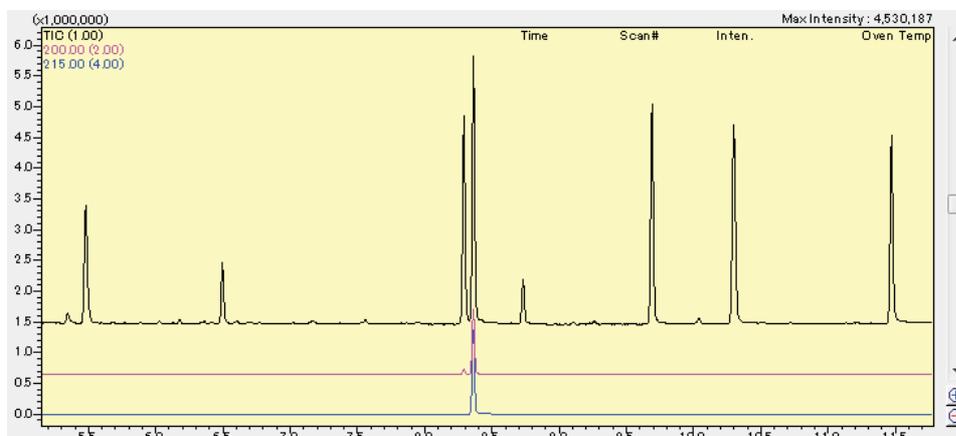
Immettere i valori applicabili nelle colonne [m/z] e [Factor (Fattore)], selezionare le celle corrispondenti nella colonna [Disp.] e fare clic su [OK].

Un cromatogramma di massa viene visualizzato nella finestra MC.

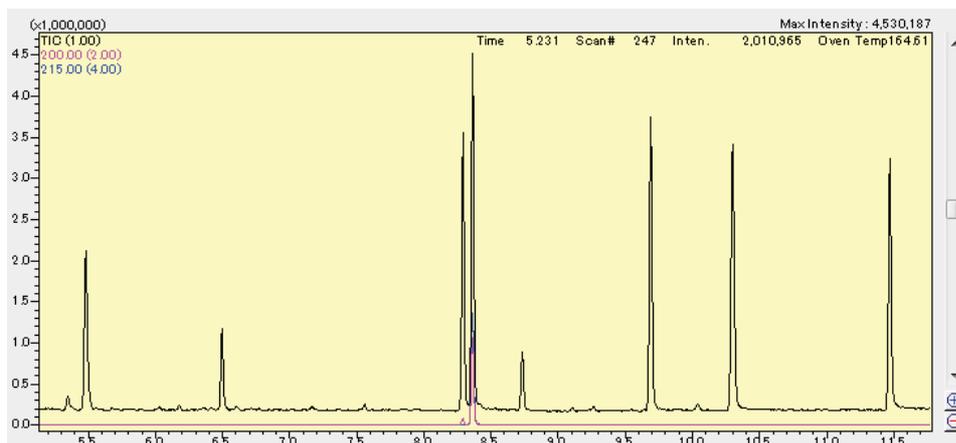


La schermata può essere modificata come mostrato di seguito abilitando/disabilitando [Base Shift (Spostamento della base)] nella tabella.

- With Base Shift (Con spostamento della base)



- Without Base Shift (Senza spostamento della base)



Modifica dei parametri per l'analisi quantitativa

Modificare i parametri dell'analisi quantitativa secondo necessità.

1

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

2

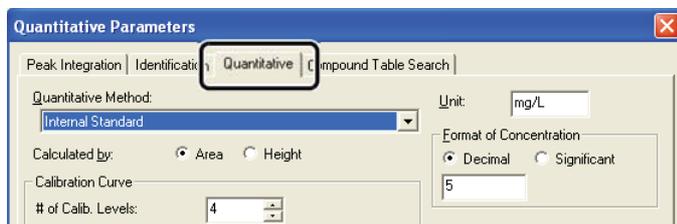
Fare clic sull'icona [Quantitative Parameters (Parametri quantitativi)] sulla barra di supporto [Calibration (Calibrazione)].

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



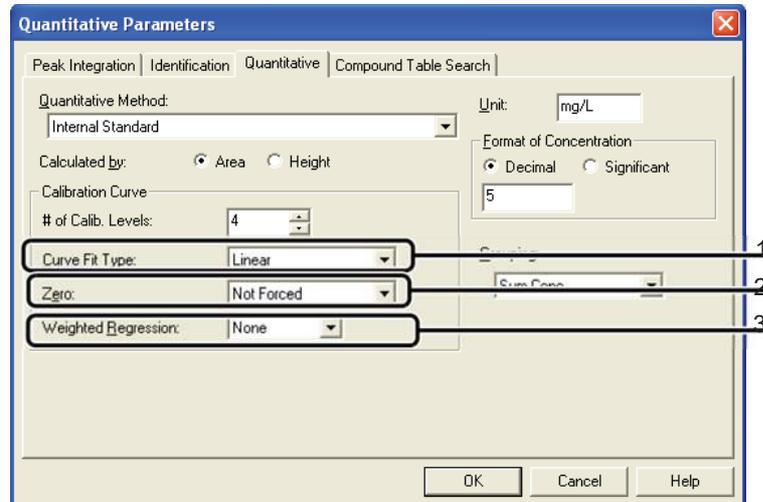
3

Fare clic sulla scheda [Quantitative (Quantitativi)].



4

Modificare le impostazioni [Curve Fit Type (Tipo adattamento della curva)], [Zero] e [Weighted Regression (Regressione ponderata)], se necessario.



N.	Elemento	Spiegazione
1	Curve Fit Type (Tipo di adattamento della curva)	<p>Specifica come tracciare la curva di calibrazione.</p> <p>Linear (Lineare): Determina la curva di calibrazione come una linea retta dai valori ottenuti.</p> <p>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.</p> <p>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.</p> <p>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.</p>
2	Zero	<p>Selezionare [Not Forced (Non forzato)] o [Force Through (Forzato)]. Normalmente, selezionare [Not Forced (Non forzato)].</p>
3	Weighted Regression (Regressione ponderata)	<p>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.</p> <p>[1/C²]: Le formule sono ponderate dall'inverso del valore di concentrazione al quadrato.</p> <p>[1/C]: Le formule sono ponderate dall'inverso del valore di concentrazione.</p> <p>[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).</p> <p>[1/A]: Le formule sono ponderate dall'inverso dell'area.</p>

5

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

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

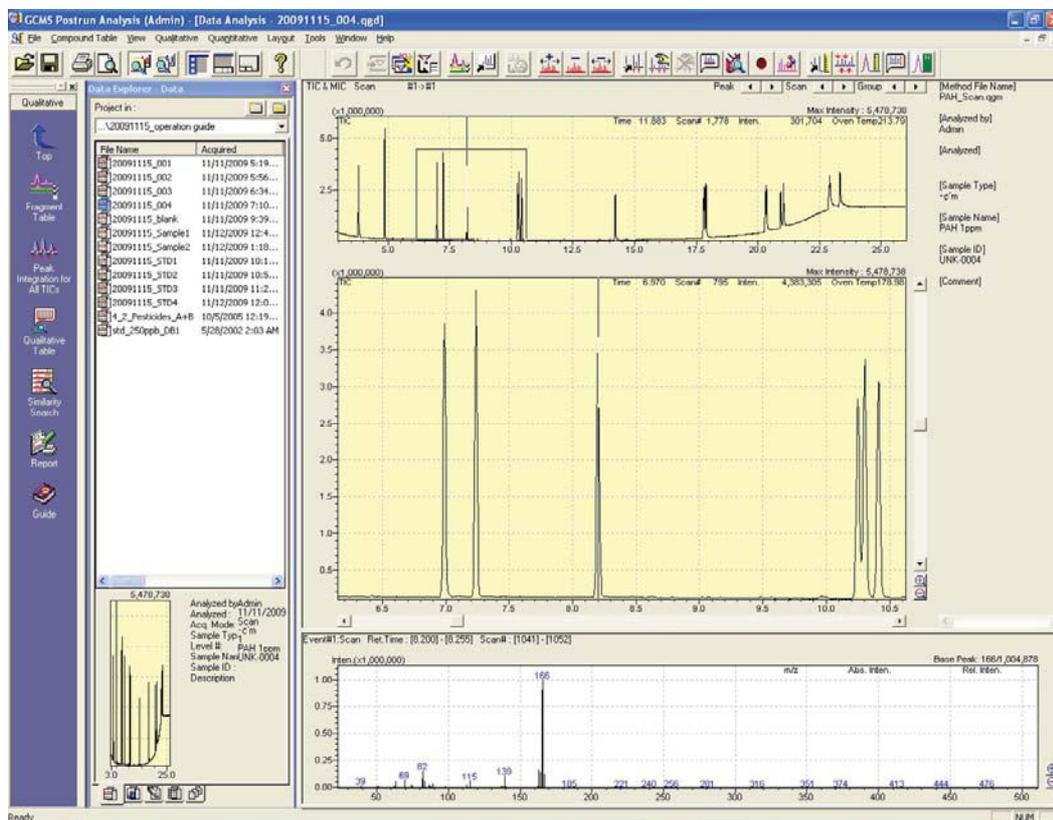
J Stampa di rapporti

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.

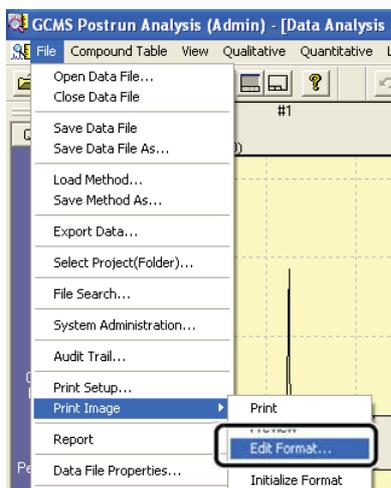
J.1 Stampa di immagini (stampa di spettri e cromatogrammi visualizzati in Windows)

- 1 Richiamare i dati applicabili nella finestra [Data Analysis (Analisi dei dati)] nelle modalità di elaborazione qualitativa o quantitativa del programma [GCMS Postrun Analysis].
- 2 Visualizza del cromatogramma e dello spettro di massa nella finestra nel modo desiderato per il rapporto.

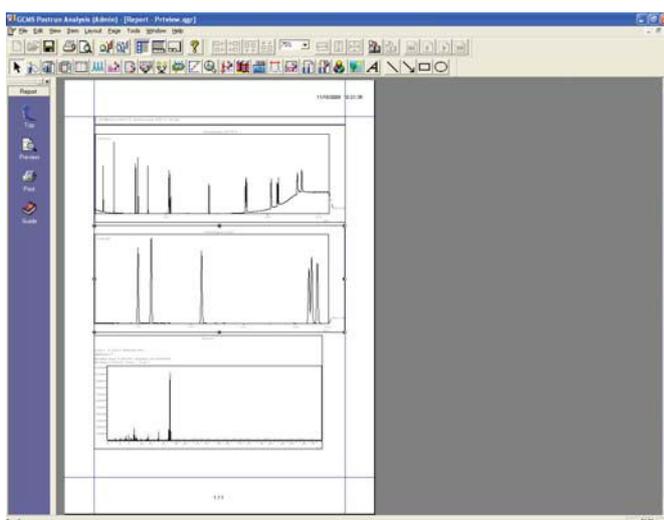


3 Scegliere [Print Image (Stampa immagine)] nel menu [File] e selezionare [Edit Format (Modifica formato)].

Si apre la finestra [Report (Rapporto)].



4 Regolare le dimensioni secondo necessità.



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

Il rapporto viene riprodotto.



6 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).

1 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.

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

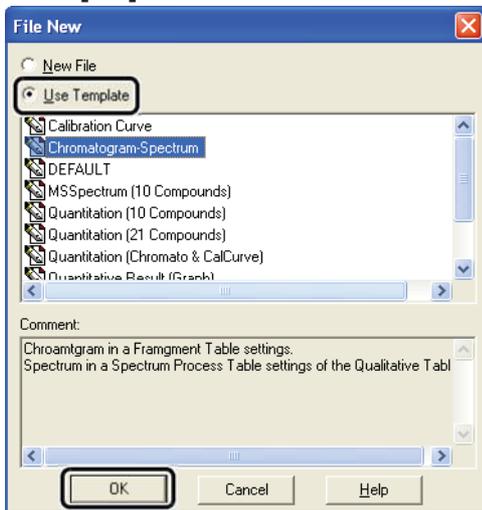
Si apre la finestra [Data Report (Rapporto di dati)].

J.2.1 Utilizzo di modelli

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



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

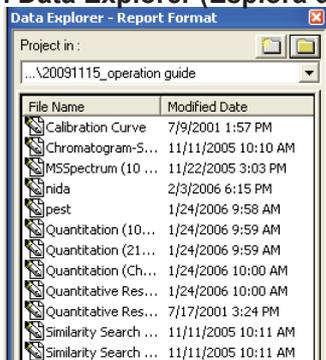


Se questa finestra di selezione non viene visualizzata, selezionare [Option (Opzione)] nel menu [Tool (Strumento)] per visualizzare la finestra [Setting Options (Opzioni di impostazione)] e, nella scheda [New File (Nuovo file)], selezionare [Prompt on File New (Richiedi nuovo file)] per il file del formato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

J.2.2 Utilizzo dei file di rapporti precedentemente creati

1

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



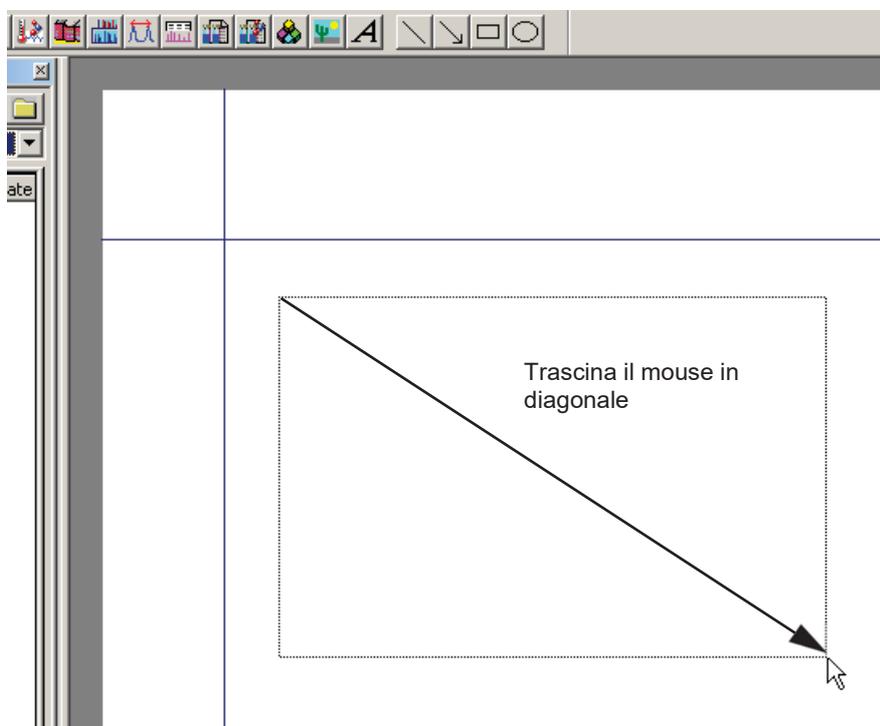
J.2.3 Manually Setting Report Content (Impostazione manuale del contenuto del rapporto)

1

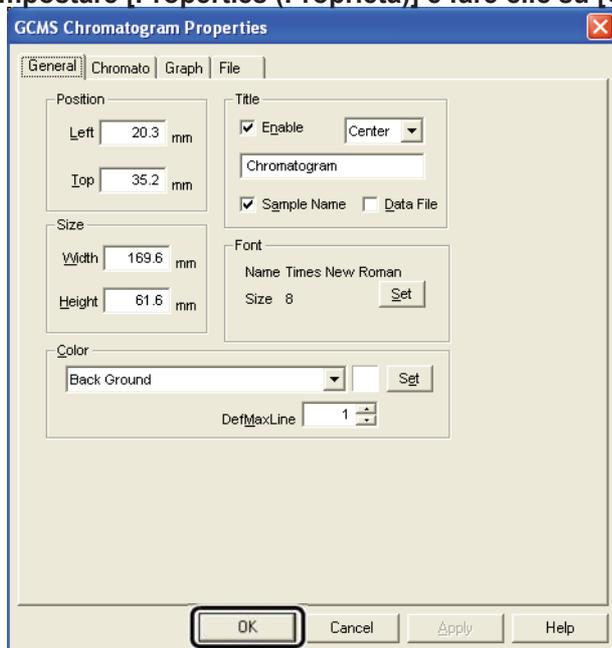
Fare clic sui pulsanti sulla barra degli strumenti per le informazioni da stampare o selezionare gli elementi desiderati nel menu [Item (Elemento)].

Icona	Nome	Spiegazione
	Informazioni di esempio	Selezionare per stampare informazioni di esempio.
	Metodo	Selezionare per stampare i metodi.
	Tabella di picco	Selezionare per stampare le tabelle dei picchi nelle tabelle qualitative.
	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.
	Grafico quantitativo	Selezionare per stampare i cromatogrammi e i valori quantitativi ottenuti nei risultati quantitativi.
	Tabella quantitativa	Selezionare per stampare le tabelle ottenute in risultati quantitativi.
	Curva di calibrazione	Selezionare per stampare le curve di calibrazione.
	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].
	Ricerca in libreria	Selezionare per stampare i risultati della ricerca della libreria ottenuti per gli spettri di massa registrati nelle tabelle di spettro. <ul style="list-style-type: none"> Le ricerche devono essere eseguite nelle tabelle degli spettri.

- 2** 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.



- 3** Impostare [Properties (Proprietà)] e fare clic su [OK].



Riferimento

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

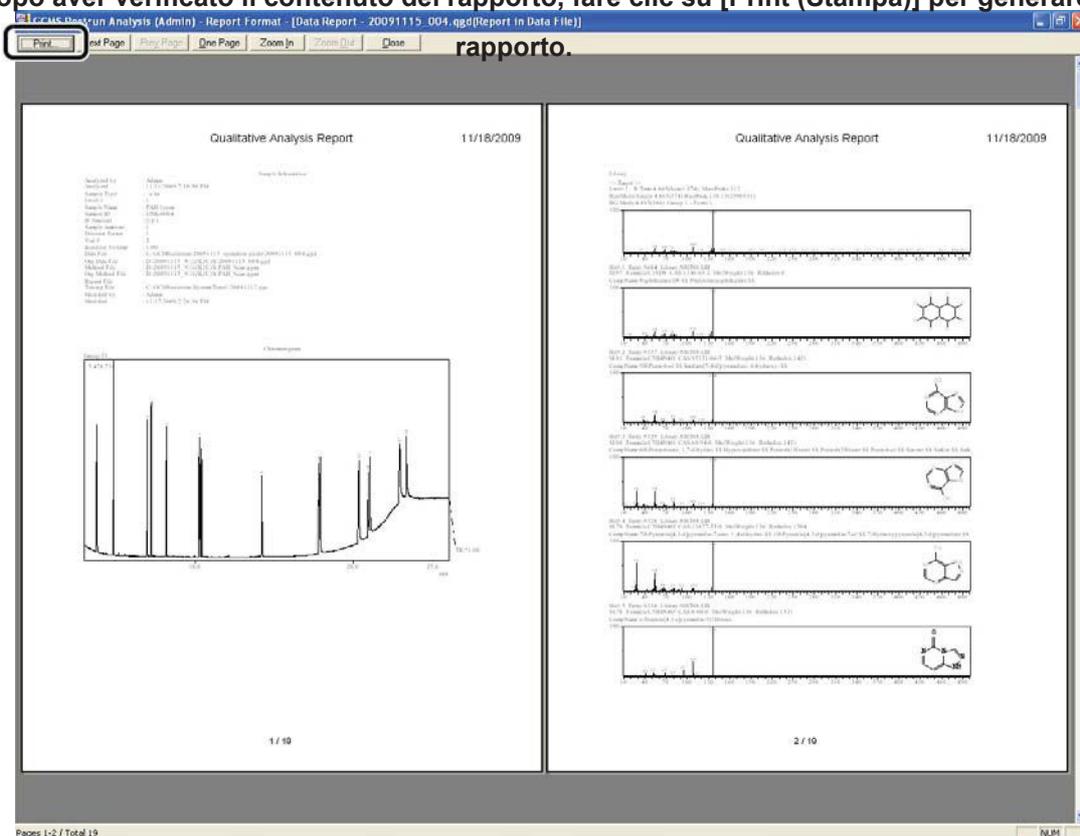


Per visualizzare nuovamente una finestra delle proprietà, fare doppio clic sull'elemento corrispondente.

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

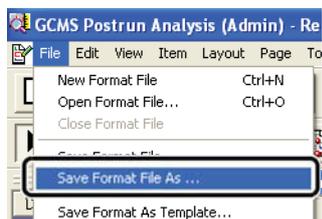


- 5** Dopo aver verificato il contenuto del rapporto, fare clic su [Print (Stampa)] per generare il rapporto.



- 6** 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.



K Manutenzione

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.

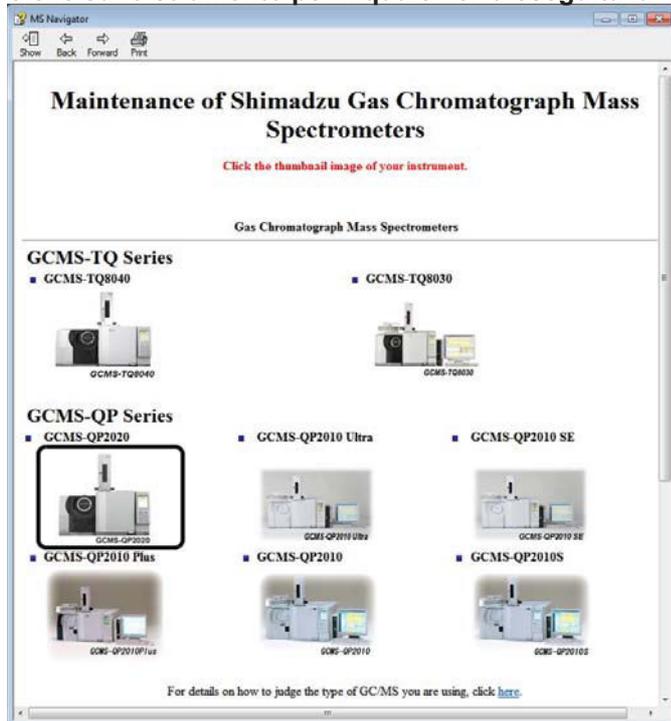


1 Fare doppio clic sull'icona (GCMS Real Time Analysis).
Il programma [GCMS Real Time Analysis] si avvia.

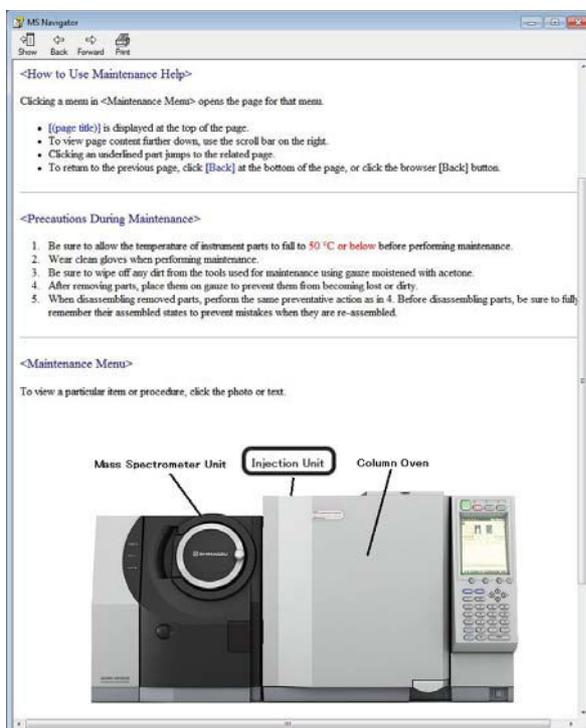
2 Selezionare [Maintenance (Manutenzione)] nel menu [Help (Guida)].
Si apre la finestra [MS Navigator (Navigatore MS)].



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

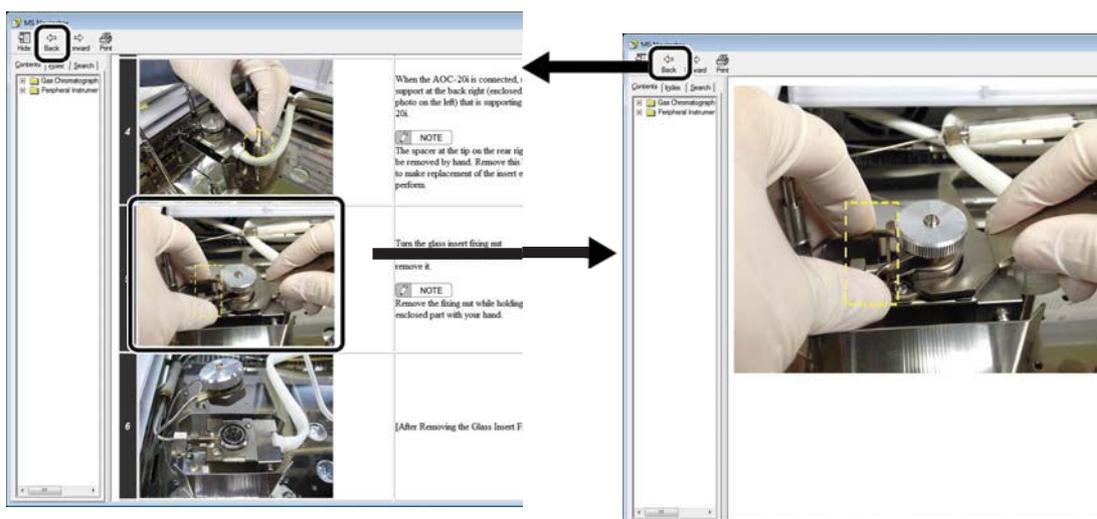


4 Leggere attentamente le informazioni precauzionali e quindi fare clic sull'elemento applicabile nel menu di manutenzione.



5 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

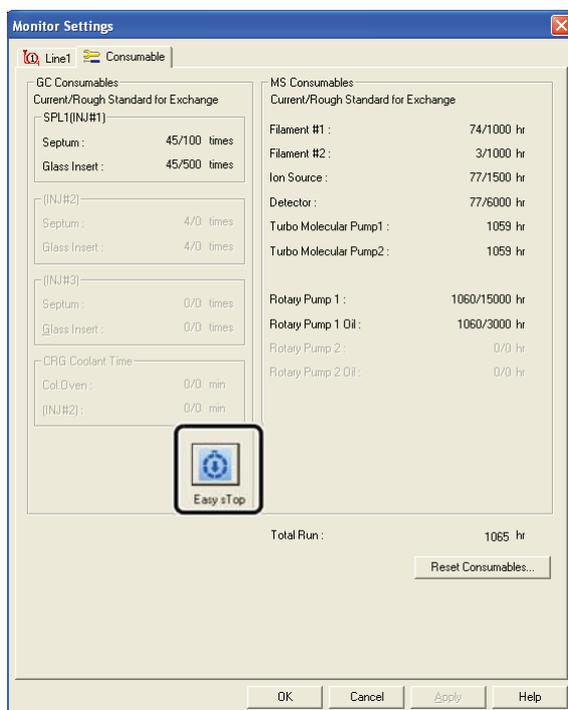
L'utilizzo di Easy sTop consente di sostituire i setti e gli inserti in vetro senza arrestare il sistema di vuoto. Pertanto, riduce significativamente il tempo necessario per stabilizzare il sistema dopo la sostituzione ed elimina la necessità di sintonizzazione automatica.

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.

- 1 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)].

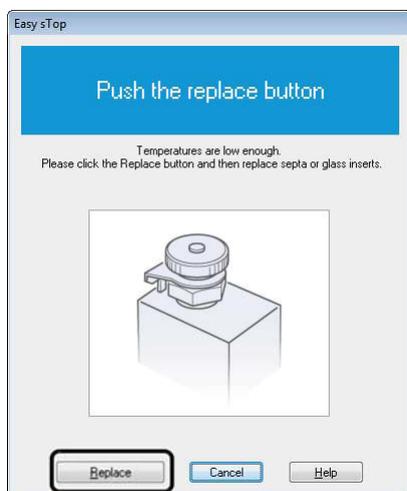


- 2 Fare clic su [Easy sTop].**
Viene visualizzata la finestra [Easy sTop] e le temperature dell'unità di iniezione, del forno a colonna e dell'interfaccia diminuiscono. Quando ogni temperatura raggiunge 70 °C o inferiore, lo stato "Push the replace button" (Premere il pulsante di sostituzione) viene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



3 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)].



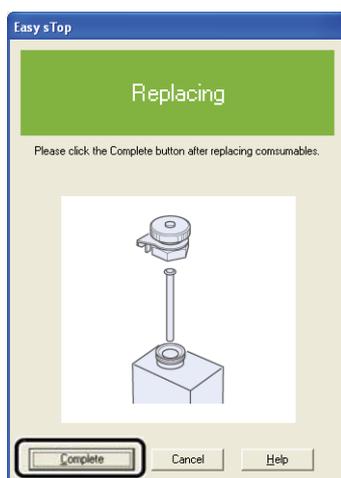
NOTA

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 colonna. Pertanto, sostituire i setti e gli inserti il più rapidamente possibile.

4 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 colonna e le temperature dell'interfaccia ritornano alle temperature precedenti prima dell'avvio di Easy sTop.



5 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.

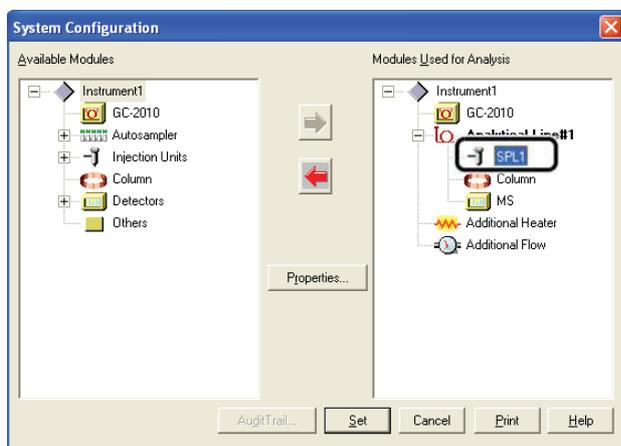
1 Fare clic sull'icona [System Configuration (Configurazione del sistema)] nella barra di supporto [Real Time (Tempo reale)].

Si apre la finestra [Configurazione del sistema].



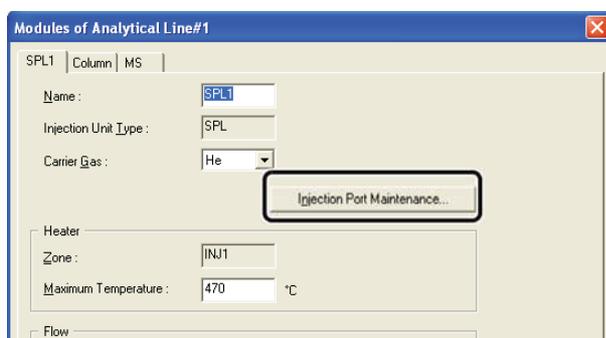
2 Fare doppio clic su [SPL1] in [Moduli utilizzati per l'analisi].

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



3 Fare clic su [Manutenzione porta di iniezione].

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



4 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)].



5 Fare clic su [OK].

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

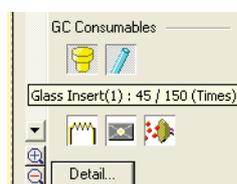
6 Fare clic su [OK].

Viene visualizzata la finestra [Configurazione del sistema].

7 Fare clic su [Set (Imposta)].



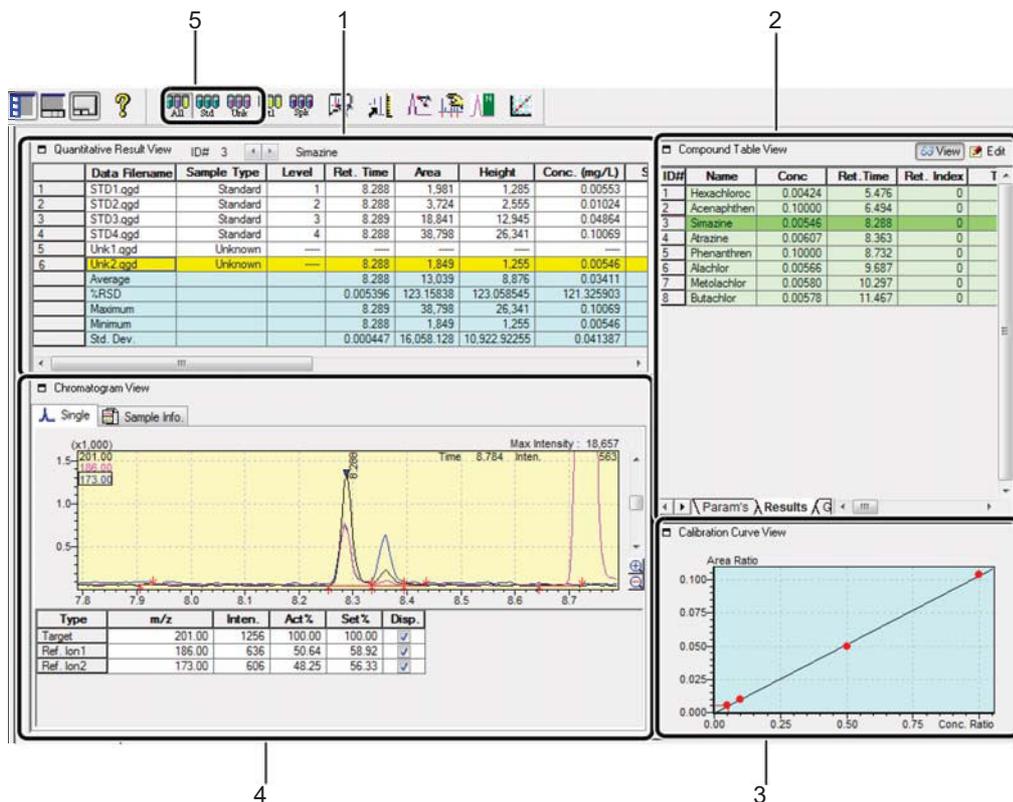
Le linee guida per la sostituzione di setti e inserti in vetro vengono modificate.



Browser quantitativo

L.1 Analisi dei dati tramite browser quantitativo

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



N.	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 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



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

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



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



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

 Screenshot dell'interfaccia del software. A sinistra, la finestra "Data Explorer - Batch" mostra un file "Batch1" evidenziato. Una freccia indica il movimento del file verso la finestra "Quantitative Result View" a destra. Questa finestra mostra una tabella con i risultati quantitativi e un grafico di cromatogramma.

ID#	Data Filename	Sample
1	STD1.qgd	St
2	STD2.qgd	St
3	STD3.qgd	St
4	STD4.qgd	St
5	Unk1.qgd	Un
6	Unk2.qgd	Un
Average		
%RSD		

Type	m/z	I
Target	237.00	
Ref. Ion1	239.00	
Ref. Ion2	235.00	



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

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



- 2 Controllare la curva di calibrazione e apportare le correzioni necessarie.

Riferimento

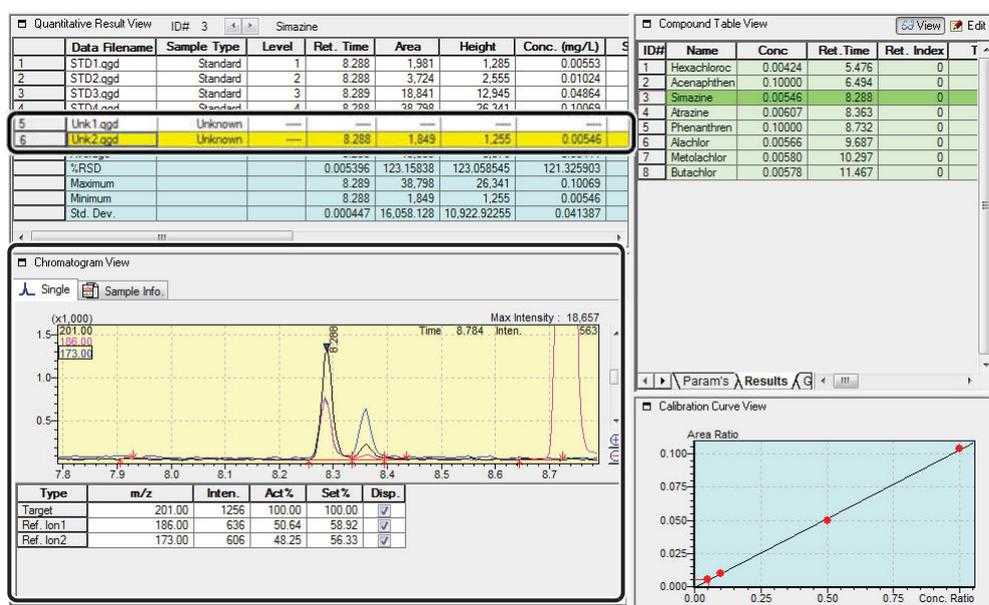
Fare riferimento a [“5.3.1 Verifica e correzione delle curve di calibrazione” P.58](#) per la procedura operativa.



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

Quando viene visualizzata la finestra [Quant Browser (Sfogli 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.](#)



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

Processo	Operazioni	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.

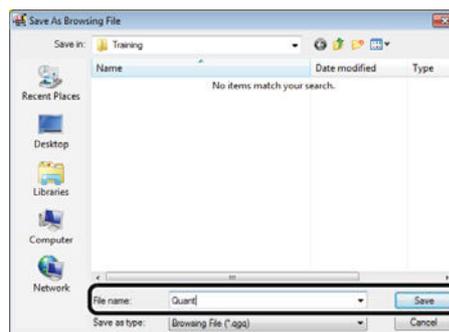
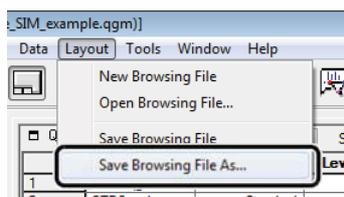


L'asse di intensità in [Chromatogram View (Visualizza cromatogramma)] può essere corretta spostando il puntatore del mouse sul file di dati desiderato in [Quantitative Result View (Visualizza risultati quantitativi)], facendo clic con il pulsante destro del mouse, quindi facendo clic su [Fix the Intensity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

L.2 Salvataggio dei file di dati

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

2 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.