

Istruzioni GC-Ms Shimadzu, stanza 55 (ed.302)

PREPARAZIONE CAMPIONE D'ANALISI

a) I campioni d'analisi devono essere molto diluiti e contenere sostanze stabili e volatilizzabili a 270-280°C nell'iniettore, altrimenti devono essere derivatizzati (es. classico → gli acidi grassi, non volatili, vengono trasformati in esteri metilici, ecc..)

b) Assicurarsi che il proprio campione NON contenga → H₂O e/o Acidi o Basi forti e Metalli.

c) Diluire il proprio campione (nell'ordine dei *ppm*) preventivamente anidrificato e filtrato, con uno dei seguenti solventi anidri ad alto grado di purezza:

- CH₃CN (acetonitrile)
- CH₃OH (metanolo)
- AcOEt (acetato d'etile)
- C₂H₅OH (etanolo)
- CH(CH₃)₂ → (isopropanolo)
- C₆H₁₄ → (n-esano)
- CH₂Cl₂ (dicloro metano)

[**NON USARE MAI** solventi come *DMSO*, *Etere* ed H₂O !!!]

d) Introdurre il vs. campione diluito nell'apposito *Vial* con tappo forabile per poi collocarlo in una delle posizioni libere del carrello numerato dell'autocampionatore *AOC20i Plus*, rispettando l'ordine numerico crescente d'arrivo.

CONTROLLI PRIMA DELL'USO (CHECK LIST)

- Livello Bombola *Elio* 5.5 (è situata nel gabbiotto esterno al Laboratorio 55, ed.302) pressione 4,5 psi in linea;
- Livelli fluidi di lavaggio della Siringa (sull'auto campionatore AOC 20i plus);
- Già attivo il metodo "*StandBy Method.qgm*", se lo strumento in Standby nella finestra **GCMS Real Time Analysis**;
- Solo *spie verdi* sul display (non ci devono essere spie rosse accese prima di iniziare, vedi figura dopo).

ELABORAZIONE CROMATOGRAMMI

I Cromatogrammi (data), Metodi e Batch-Table si trovano nella Directory:

Disco C: → GCMS USERS Folder → *Users Dept*

dove si possono individuare i files con relative estensioni:

data (.qgd)*, *methods (*.qgm)*, *batch-table (*.qgb)*, [*report (*.qgr)*].

La cartella *Generale* (vedi anche icona sul desktop) viene sincronizzata automaticamente (ogni ora) con quella del PC Server su cui si raccomanda la visione e/o la manipolazione degli spettri con **GCMS Postrun Analysis** installata (vedi icona sul desktop).

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

USO STRUMENTO

Prima di avviare un'analisi, assicurarsi che lo strumento sia pronto *Ready* per l'analisi (vedi figura la colonna a dx) sulla finestra sempre aperta di **GCMS Real Time Analysis**.

Run Mode	Vial#	Mult-Inj.	Sample Name	Sample Type	Method File	Data File	Data Description
DL AQ D	2	1	EtBenzene	0:Unknown	min 55C Method.qgm	23042021_1.qgd	Et benzen prova test2
DL	-1	1	StandBy Instrument	0:Unknown	StandBy Method.qgm		Instrument StandBy

Aprire la “Batch-table-USERS.qgb” dall'icona *batch processing* visibile sul menù verticale della colonna a Sx (su fondo grigio), se non già aperta sullo schermo e compilare le seguenti colonne:

- a) Nella prima riga va indicato:
vial# (posizione sul carrello);
Sample name (nome del campione);
Method File (selezionare il metodo di analisi con cui si intende procedere*);
Data Description (note del campione, es. PM, nome operatore e tel.).

* Al momento è disponibile solo un metodo generico chiamato "*El std 25min 55C Method.qgm*" per la ionizzazione elettronica EI con colonna capillare SH Rxi-5ms (30mt, 0,25 id). A richiesta potranno essere progettati anche altri metodi per tale colonna capillare o per altre, se disponibili in futuro.

- b) Nelle righe intermedie (si possono inserire altri campioni**) compilare ogni riga come sopra
ovvero *solo* **vial#**, **Sample name**, **Method File**, **Data Description**

i parametri delle altre colonne non vanno modificati se non in casi particolari.

- c) L'ultima riga deve sempre contenere il metodo di StandBy (*StandBy Method.qgm*) per il riposo della GC-Ms. Non modificare e Non cancellare mai!

Una volta verificata la corretta compilazione della Batch-Table, cliccare il tasto "**start**" in alto (oppure quello nella colonna a Sx). Il programma vi chiederà di salvare la batch-table-USERS.qgb a cui darete OK, senza modificare né il nome del file di batch né la cartella di destinazione.

(È possibile che venga anche richiesto di attivare un metodo *economy mode* alla fine dell'automazione, scegliere No. Non è necessario).

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

Basta cliccare "*Pause*" della batch-table in esecuzione; poi inserire i campioni nelle righe intermedie disponibili con la procedura descritta sopra al *punto b*, rispettando l'ordine cronologico di arrivo e ricordando di non cancellare mai l'ultima riga relativa al StandBy Method che è sempre presente in ultima posizione.

Infine ricliccare "*Restart*" per far ripartire l'automazione sospesa.

NB: MAI CHIUDERE IL PROGRAMMA GC-Ms!!

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

Riaprire il programma cliccando icona del desktop *GCMS Real Time Analysis*, poi riattivare subito il metodo *Standby Method.qgm* (selezionandolo e cliccandolo 2 volte. E poi dal menù in alto cliccare *Acquisition > Download initial parameters*

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

[COMPILARE E FIRMARE IL MODULO CARTACEO CHE TROVATE SUL BANCO!]

PRIMA DI FARE QUALSIASI OPERAZIONE DI CUI NON SI È SICURI, CONTATTARE il 3378-3391 :-)

oppure scrivere a: demetrio.randazzo@unifi.it