Modulo di controllo Serie Agilent 1100

Guida per l'operatore

6

0

Enter



F3

F2

FI

Esc

**Agilent Technologies** 

FS

F4

© Copyright Agilent Technologies 2000

Tutti i diritti riservati. Sono vietate la riproduzione, l'adattamento e la traduzione senza preventivo consenso scritto, ad eccezione di quanto previsto dalle leggi sui diritti d'autore.

Codice G1323-94006

Edizione 01/00

Stampato in Germania

#### Garanzia

Le informazioni contenute in questo documento sono soggette a variazioni senza preavviso.

Agilent Technologies non fornisce alcuna garanzia in riferimento a questo materiale, ivi compresa, a titolo esemplificativo ma non limitativo, qualsiasi garanzia implicita di commerciabilità e idoneità per un particolare scopo.

Agilent Technologies non sarà ritenuta responsabile per errori qui contenuti o per danni derivati dalla fornitura, dalle prestazioni, o dall'utilizzo di questo materiale.

#### AVVERTENZA

Per informazioni sulla sicurezza, vedere Informazioni sulla sicurezza .

Simboli di avvertenza usati nella guida



Quando l'apparecchiatura è contrassegnata da questo simbolo, l'utente deve fare riferimento alle istruzioni riportate sul manuale per prevenire danni alla stessa.

Agilent Technologies Hewlett-Packard-Strasse 8 76337 Waldbronn Germania Modulo di controllo Serie Agilent 1100

Guida per l'operatore

## In questo volume

Questa guida descrive come operare con i moduli e i sistemi della Serie Agilent 1100 per HPLC utilizzando il modulo di controllo raffigurato nella pagina accanto. Questo modulo consente un controllo locale e un monitoraggio completo sia delle singole parti, sia di un sistema Serie Agilent 1100 completo. Il modulo di controllo consente di effettuare una serie di operazioni per l'analisi HPLC, compresa la preparazione automatica del campione e l'iniezione, oltre ad analisi isocratiche, in gradiente e a metodo multiplo. Il modulo di controllo non consente la valutazione dei dati.

Altri testi disponibili sull'argomento

A ciascun modulo HPLC è allegato il *Manuale di riferimento* che descrive l'installazione, la diagnostica, le riparazioni, i componenti e i principi di funzionamento del modulo.

Il modulo di controllo viene consegnato con la seguente documentazione.

- Guida per l'operatore
- Guida rapida al software
- Manuale di verifica delle prestazioni
- Un sistema di informazioni in linea



#### In questo volume

La prima parte, dal titolo Parte 1 "Uso del modulo di controllo della Serie Agilent 1100 " descrive il modulo di controllo con le relative caratteristiche e funzionalità.

La seconda parte, intitolata Parte 2 "Uso dei moduli Serie Agilent 1100" descrive come si usano i singoli moduli per HPLC per eseguire analisi isocratiche, in gradiente e di vial multipli utilizzando un solo metodo o più metodi.

La terza oarte, dal titolo Parte 3 "Uso del sistema HPLC Serie Agilent 1100 con il modulo di controllo" illustra come eseguire un'analisi isocratica, a gradiente e di più vial con uno o più metodi.

## Parte 1 Uso del modulo di controllo della Serie Agilent 1100

## 1 Il modulo di controllo Serie Agilent 1100

Descrizione generale del modulo di controllo Serie Agilent 1100 15

Caratteristiche del modulo 16 Tasti del modulo di controllo 17 Software del modulo di controllo 22 Versioni del modulo di controllo 31

## 2 Come utilizzare il modulo di controllo

Come si usa il modulo di controllo Serie Agilent 1100 33

Installazione del modulo di controllo 34 Funzioni generali 35 Risoluzione di problemi 37 Inserimento ed estrazione delle schede PC 38 Come utilizzare i metodi 39 La tavola dei tempi di esecuzione 45 Automazione delle analisi 46 Visualizzazione dei dati in forma grafica 48 Registri elettronici 51Finestre di stampa 53Collegamento di dispositivi esterni 55 Firmware 58 Aggiornamento del firmware del modulo di controllo 59Aggiornamento del firmware dei moduli per HPLC 60 Coesecuzione con la ChemStation Agilent 64

## Parte 2 Uso dei moduli Serie Agilent 1100

#### 3 Come usare la pompa

Descrizione di particolari relativi ai sistemi di pompaggio Serie Agilent 1100 69

Avvio e spegnimento della pompa 70 Inserimento delle impostazioni 71 Spurgo della pompa 72 Procedimento di spurgo 73 Regolazione della compressibilità 74 Regolazione del volume di mandata 76 Arresto automatico 77 Risoluzione di eventuali problemi della pompa 78 Storico della pompa / Limiti EMF della pompa 79 Reimpostazione della pompa 80 Reimpostazione dei parametri della pompa 81

#### 4 Il sistema di degasaggio

Descrizione del funzionamento del sistema di degasaggio sotto vuoto Serie Agilent 1100 83

Avvio del sistema di degasaggio 84 Eliminazione delle bolle di gas 85 Cambio del solvente 86

#### 5 Il campionatore automatico

Particolari relativi al funzionamento del campionatore automatico Serie Agilent 1100 87

Configurazione del campionatore 88 Inserimento dei parametri 89 Allineamento del braccio di trasporto/della pinza 92 Storico del campionatore/ Limiti EMF 93 Reimpostazione del campionatore automatico 94 Risoluzione di eventuali problemi del campionatore automatico 95

#### 6 La valvola di iniezione manuale

Particolari sul funzionamento della valvola di iniezione manuale Serie Agilent 1100 97

La valvola di iniezione 98 Come si effettua un'iniezione 99 Riempimento totale del loop del campione 100 Riempimento parziale del loop del campione 101 Quanto campione viene effettivamente iniettato? 102 Quanto campione è necessario? 103 Una modaltià alternativa di riempimento del loop 104

### 7 Uso dei rivelatori

Particolari relativi al funzionamento dei rivelatori a lunghezza d'onda variabile, a lunghezza d'onda multipla, ad indice di rifrazione, a fluorescenza e a serie di diodi della Serie Agilent 1100 105

Accensione e spegnimento della lampada 106 Inserimento delle impostazioni 107 Reimpostazione della linea di base 109 Configurazione del rivelatore 110 Risoluzione di problemi del rivelatore 111 Storico del rivelatore 112 Reimpostazione del rivelatore 113 Routine di accensione della lampada (solo VWD) 114 Configurazione dell'uscita del canale analogico 115

### 8 Il comparto della colonna

*Funzionamento del comparto termostatabile della colonna Serie Agilent 1100 117* 

Accensione e spegnimento del comparto della colonna 118 Inserimento dei parametri 118 Configurazione del comparto della colonna 119 Configurazione del modulo di identificazione della colonna 120 Selezione della modalità combinata o separata 121 Scelta della valvola di selezione della colonna (opzionale) 121 Risoluzione di problemi del comparto della colonna 122Storico del comparto della colonna 122 Storico del modulo di identificazine della colonna 123 Reimpostazione del comparto della colonna 123

# Parte 3 Uso del sistema HPLC Serie Agilent 1100 con il modulo di controllo

#### 9 Esecuzione di un'analisi isocratica

Come analizzare il campione standard isocratico Agilent Technologies con un'analisi a iniezione singola 127

Materiale necessario 128 Preparazione del sistema per HPLC 129 Inserimento dei parametri 130 Salvataggio dei parametri di un metodo 132 Lettura del cromatogramma 133 Avvio dell'analisi 135

#### 10 Esecuzione di un'analisi in gradiente

Come analizzare il campione standard isocratico Agilent Technologies con un'analisi in gradiente 137

Materiale necessario 138 Preparazione del sistema HPLC 139 Inserimento dei parametri 140 Salvataggio delle impostazioni di un metodo 143 Lettura del cromatogramma 144 Avvio dell'analisi 146

#### 11 Analisi di vial in sequenza

Come impostare le analisi di più vial con uno o più metodi 147

Analisi di più vial con un metodo 148 Analisi di più vial con diversi metodi 149 Sequenze di calibrazione a livello singolo 151 Sequenze di calibrazione a più livelli 153 Ricalibrazione con lo stesso gruppo di standard 154 Ricalibrazione con gruppi di standard multipli 156 Sincronizzazione delle analisi con dispositivi esterni 160

#### 12 Esecuzione di un programma per l'iniettore

Come creare un programma per l'iniettore 163

Creazione di un programma per l'iniettore 164 Inserimento dei parametri di programmazione dell'iniettore 165 Memorizzazione del metodo 167 Informazioni sulla sicurezza 178 Interferenze radio 181 Agilent Technologies su Internet 182

## Parte 1

- 1 Il modulo di controllo Serie Agilent 1100 15
- 2 Come utilizzare il modulo di controllo 33

Uso del modulo di controllo della Serie Agilent 1100 Uso del modulo di controllo della Serie Agilent 1100

## 1

## Il modulo di controllo Serie Agilent 1100

Descrizione generale del modulo di controllo Serie Agilent 1100

## Caratteristiche del modulo

Questo modulo consente un controllo locale e un monitoraggio completo sia delle singole parti, sia di un sistema Serie Agilent 1100 completo. L'accesso a tutte le funzioni supportate è molto semplice ed è possibile controllare tutti i parametri e le impostazioni; inoltre si possono configurare diversi canali di comunicazione con altri dispositivi in modo da analizzare comodamente i dati prodotti. È quindi possibile effettuare le operazioni che seguono.

- Installare la configurazione desiderata di moduli Serie Agilent 1100. Il software del modulo di controllo segnala quali moduli sono presenti nel sistema per HPLC e regola le finestre di conseguenza.
- Impostare i parametri per ogni modulo, effettuare reimpostazioni e funzioni di accensione/spegnimento unitamente a calibrazione e configurazione in modo semplice ed intuitivo.
- Definire analisi completamente automatizzate compresi i metodi, le tavole di programmazione, i programmi dell'iniettore, le sequenze di metodi e le impostazioni di calibrazione automatiche.
- Proteggere il metodo da modifiche accidentali da tastiera impostando l'apposita protezione.
- Utilizzare le scheda PC per salvare e trasferire metodi e sequenze fra i vari sistemi Agilent 1100.
- Monitorare tutte le operazioni e le condizioni critiche utilizzando registri elettronici aggiornati automaticamente.
- Utilizzare la guida contestuale in linea per ottenere informazioni approfondite su tutti gli argomenti.
- Utilizzare il menu contestualizzato per accedere più rapidamente alle funzioni correlate.
- Per favorire il più possibile la conformità alle norme di GLP (Good Laboratory Practice - buona prassi di laboratorio) si possono selezionare vari test da effettuare sui moduli, in modo da verificare le prestazioni del sistema per HPLC system.
- Utilizzare i limiti EMF per programmare operazioni di manutenzione.
- Visualizzare i dati in forma grafica utilizzando la finestra Plot, dalla quale si possono controllare fino a tre segnali nello stesso tempo.
- Stampare informazioni su di una stampante PCL3 compatibile colelgata alla porta seriale RS232 di un modulo Agilent 1100.

## Tasti del modulo di controllo

Figura 1

Il modulo di controllo Serie Agilent 1100



#### NOTA

Sulla parte posteriore del modulo c'è una breve descrizione dei tasti principali, del codice e del numero si serie.

Il display riporta una serie di pulsanti di accesso ai menu [F1-F5] (nella sezione inferiore) o tasti-funzione [F6-F8] (sezione a destra) ai quali si può accedere dai tasti di navigazione (per i menu) e di azione (per le funzioni).

#### In questo contesto l'espressione "pulsante" si riferisce sempre ad una funzione del menu mentre la parola "tasto" si riferisce a quello effettivamente presente sulla tastiera. Il tasto corrispondente ad un determinato pulsante è riportato fra parentesi [F1-F8]

## Il tasto i (info) - Sistema di informazioni in linea

Il sistema di informazioni in linea costituisce un modo rapido ed efficace di reperire informazioni su un'operazione che si sta eseguendo o sulle caratteristiche di un dispositivo o una finestra di visualizzazione. Il sistema di informazioni in linea è contestualizzato e fornisce informazioni relative all'argomento corrente.

Si può accedere al sistema di informazioni in linea utilizzando il tasto i (info) dalla tastiera del modulo di controllo.

Alcune parole sono sottolineate; ciò indica che sono disponibili ulteriori informazioni sull'argomento. Premendo il tasto Enter si possono visualizzare finestre contenenti informazioni più specifiche relative alla parola sottolineata.

Alcune parole sono sottolineate con una linea tratteggiata, che indica l'esistenza di una definizione della parola. Premendo il tasto Enter sarà possibile richiamare un una finestra sovrapposta contenente le informazioni. Per chiuderla, premere il tasto Enter.

- Per uscire dal sistema di informazioni, premere il tasto Esc.
- Per determinare quali altri argomenti siano disponibili, selezionare il tasto Search [F8]. Da qui si potrà accedere all'Indice e all'Indice analitico (Contents e Index).

NOTA

Il modulo di controllo Serie Agilent 1100 Tasti del modulo di controllo

Figura 2 Sistema di informazioni in linea - Indice



- Per accedere ad altre finestre di visualizzazione contenenti informazioni correlate alla finestra corrente selezionata, scegliere il pulsante Related [F7].
- Per ritornare alla finestra di informazioni precedente selezionare il pulsante Previous [F6].

## Il tasto m (menu)

Dalla tastiera del modulo di controllo si può utilizzare il tasto m (menu) per accedere velocemente alla funzionalità selezionata da qualsiasi punto del software. Ad esempio da Table of Contents è possibile accedere velocemente alla funzione Print. In altre finestre si possono selezionare facilmente le funzioni Restart o Default oppure un diagramma schematico a scopo esplicativo. Premere il tasto Esc per uscire dal menu. Vedere la Quick Reference Guide per verificare la disponibilità di menu contestualizzati. Nella Figura 3 sono riportati i menu contestuali della finestra Analysis. A seconda del campo di inserimento del parametro attivo i menu contestualizzati offrono opzioni diverse. Il modulo di controllo Serie Agilent 1100 Tasti del modulo di controllo

Analysis 1 Lamp On/Of1 1 Balance 2 Spectrum <u>1</u> Pump On/Off <sup>2</sup>Print Screen 3 Reset 2 Bottle Fillings <u>1</u> Program 1 Temp On/Off 4 Status 2 Reset 2 Reset 3 Reset <sup>3</sup>Setup View 5 Setup View 3 Status <u>3</u> Status <u>4</u> Status 4 Restart <u>4</u> Setup Vie 4 Restart 6 Restart 5 Setup View 5 Restart 6 Restart 1 Inj.# 1 Time 0.00 Idle Vial Ready Analvsis ð 10:58:55 1 -4 # 1 📾 ACTUAL ۲ 0.30 Start wi∕} a [√]a **√**ì Flow [8%] À 2.0 µl L 20.00 °C λ 254 nm 1 ο (%A) 90 %В 10 On/Off 1.000 20.11 °C 254 nm 0FF 0.000 OFF °C Rſ (1)0 bar 0.0 ul Â 20.05 °C 0.000 m Plot Settings Timetable Method Sequence Views

#### Figura 3 Menu contestuali della finestra Analysis

#### Il tasto Esc

Il tasto Esc (Escape) consente di uscire dalla finestra o dalla finestra di visualizzazione corrente e riporta all'ultima finestra nella quale si è lavorato.

Se ci si trova in una delle finestre principali è possibile usare il tasto Esc per passare dalla finestra corrente a quella precedente.

In un campo di modifica il valore precedente può essere ripristinato premendo il tasto ESC.

#### Il tasto Enter

Con il tasto Enter si accettano un inserimento o un'azione appena effettuati. Quando si inserisce un parametro in un determinato campo, il tasto Enter apre il campo di inserimento successivo accessibile. In questo caso ha la stessa funzione del tasto direzionale destro.

### Tasti di navigazione

Questi 5 tasti [F1 - F5] consentono di passare da un menu all'altro. Da questi menu possono essere impostati i parametri per accedere a certe funzioni. I tasti di navigazione corrispondono sempre ad un pulsante visualizzato sopra di essi sullo schermo. I menu ai quali si accede tramite i pulsanti variano a seconda della finestra con la quale si sta lavorando. In alcuni casi, tramite la pressione di un pulsante, compare una casella di riepilogo. Da qui è necessario effettuare una selezione per poter procedere.

## Tasti di azione

I 3 tasti di azione [F6-F8] danno inizio a diverse azioni. Le funzioni disponibili dipendono dalla finestra con la quale si sta lavorando.

## Tasti di selezione

Tramite i tasti di selezione (freccia diretta verso l'alto/verso il basso) si possono selezionare impostazioni in varie caselle di riepilogo. Si possono anche cambiare i valori in determinati campi di inserimento dei parametri o inserire caratteri alfanumerici.

## Tasti di direzione

Con i tasti di direzione (freccia diretta verso sinistra/destra) è possibile spostarsi avanti e indietro fra i campi di inserimento.

## Tasti numerici/alfanumerici

Questi tasti consentono di inserire valori numerici nei campi di inserimento parametri. In alcuni campi, dove possono essere inseriti caratteri alfabetici, si possono usare i tasti numerici/alfanumerici per l'inserimento. Premendoli diverse volte in sequenza si modifica il valore corrente come illustrato dalla Figura 4.

#### Figura 4

#### Tastiera del modulo di controllo



## Software del modulo di controllo

### L'interfaccia utente del modulo di controllo

In una configurazione base di moduli ci sono almeno tre finestre principali, Analysis, Status e System. È possibile spostarsi fra le varie finestre utilizzando il pulsante View [F5]. Se un campionatore automatico fa parte del sistema è possibile accedere ad un quarta finestra denominata Samples. Un'altra finestra molto importante è la finestra Plot accessibile da uno dei pulsanti di azione [F6-F8], a seconda della finestra attiva.

#### Figura 5

#### Finestre principali del modulo di controllo



Da queste finestre è possibile accedere ad altri menu. Quando si sceglie un determinato menu utilizzando un tasto di navigazione, in alcuni casi l'interfaccia per l'utente del modulo di controllo presenta un menu di scelta rapida. Da qui è necessario effettuare una scelta per poter continuare utilizzando i tasti di selezione verso l'alto/il basso o premendo il numero corrispondente sui tasti numerici/alfanumerici. Questi ultimi consentono, nella maggior parte dei casi, di accedere più rapidamente alle scelte. Perlopiù questi menu di scelta rapida distingueranno fra i diversi moduli del sistema oppure, nei caso del pulsante View [F5], fra le finestre.

### **Finestra Analysis**

La finestra Analysis consente di accedere all'impostazione di parametri analitici per HPLC. Le impostazioni di uso più comune sono visualizzate accanto ai rispettivi valori impostati e a quelli effettivi. Dato che lo spazio sul display è limitato, sarà visibile unicamente una selezione dei parametri più importanti. La disposizione dei parametri sulla finestra dipende dai moduli compresi nel sistema e dalla selezione effettuata dell'operatore nella finestra di dialogo Setup View, accessibile tramite il tasto m (il numero massimo di moduli visibili sullo schermo è 4). Le altre impostazioni meno usate del metodo corrente compaiono nelle finestre successive, alle quali si accede dal pulsante Settings [F1]. I valori effettivi vengono aggiornati continuamente.

Figura 6	Finestra Analysis - Informa	azioni	
	Stato intervallo di vial numero di vial iniezione nr. tempo di esecuzione stato	]	Stato modulo
Nome display		0 lnj.# 0 Time 0.00 ldle Rea	Segno modifica dy *
Parametro autocampionatore intervallo di vial impostazione numer di iniezioni	Vial <b>[[]</b> to 15 #Inj.		Metodo usato
	Flow 0.500 ml/min Temp 28	8.00 ℃ Inj.Vol 10.0 μl ✓ 23.88 ℃ 0.00 μl ਯ	Y⇔X Tempo di arresto ₩Off
	% B OFF B OFF % ~0. Settings Timetable	:250 nm Stop 0.20   073 mAU 0.00 min 0   Wethod Sequence System	Jul Not
Parametri pompa flusso pressione sistema composizione solve	Parametri autocampionatore volume di iniezione nte volume di aspirazione	Parametri comparto P colonne termostatabile In temperatura temperatura effettiva sin./ des.	Parametri rivelatore ungh. onda effettiva

Da questo display è possibile accedere a:

- Settings tutte le impostazioni del sistema analitico per HPLC e del modulo,
- Timetable le impostazioni programmabili nel tempo,
- Method le funzioni di gestione del metodo (carica, salva, cancella),
- Sequence le analisi con più metodi,
- Views ad altre finestre: Samples (accesso facilitato ai vial), Status (i parametri più importandi durante l'analisi) e System (controllo, configurazione, verifiche e registrazioni)

Il pulsante Start/Stop [F8] avvia o interrompe un'analisi ad iniezione singola o multipla.

#### Il modulo di controllo Serie Agilent 1100 Software del modulo di controllo

Il pulsante On/Off [F7] accende o spegne la pompa, la lampada del rivelatore, il riscaldatore e la colonna termostatata.

Il pulsante Plot [F6] consente di accedere direttamente alla finestra Plot nella quale possono essere rappresentati graficamente tutti i parametri importanti. È possibile visualizzare diversi parametri nello stesso tempo.

Utilizzando il tasto m (menu) la finestra Analysis presenta menu contestualizzati a seconda del campo di inserimento del parametro attivo (vedere Figura 3 a pagina 20).

Module Status, in alto a destra dello schermo e sulla parte superiore delle schede dei singoli moduli, indica se il sistema/il modulo è pronto oppure no. Ready indica che il sistema è pronto, Ready indica che il sistema / il modulo non è pronto ERROR (applicabile solo ai singoli moduli) indica che si è verificato un errore importante all'interno del modulo.

Il diagramma che segue illustra le funzionalità disponibili dalla finestra Analysis di un sistema per HPLC comprendente una pompa, un campionatore automatico, un comparto della colonna termostatato, un rivelatore (es. rivelatore a lunghezza d'onda variabile, rivelatore a serie di diodi, rivelatore a lunghezza d'onda multipla).

Figure 7

#### Finestre raggiungibili dalla finestra Analysis - Struttura del menu



## La finestra System

La finestra System consente di accedere ad impostazioni non abituali e fornisce segnalazione degli errori, controllo, verifica e monitoraggio dell'uso per sistemi e moduli per HPLC.

Questa finestra visualizza il registro elettronico e lo stato dei moduli e del sistema HPLC. L'icona EMF (Early Maintenance Feedback) lampeggia quando vengono superati i limiti impostati per la manutenzione.

#### Figura 8

#### Informazioni contenute nella finestra System



moduli con data e ora

Da questo display è possibile accedere:

- ai dispositivi di controllo HPLC, ad esempio accensione/spegnimento di pompa, lampada e riscaldatore e reimpostazione dell'iniettore,
- alla configurazione dei moduli e del sistema HPLC,
- ai test dei moduli,
- alle registrazioni relative ai moduli e al sistema HPLC.

Il prossimo diagramma presenta le funzioni della finestra Analysis per un sistema HPLC composto da pompa, autocampionatore, rivelatore a serie di diodi, rivelatore a lunghezza d'onda variabile e comparto colonne termostatabile.

## Finestra Status

Questa finestra riporta i parametri più importanti del sistema in uno stile di facile lettura. I parametri sono flusso, pressione, temperatura della colonna, unità di assorbanza, lunghezza d'onda del rivelatore, tempo trascorso, ecc. a seconda della configurazione del sistema per HPLC. Il contenuto della finestra è aggiornato ad intervalli regolari di circa un secondo.

Lo stato del sistema per HPLC e del modulo può essere tenuto sotto controllo anche tramite la barra di stato (Status), presente sulla parte superiore di tutte le finestre. Il contenuto della barra di stato varia a seconda della finestra ed è comunque molto limitato. Può essere visualizzato anche lo stato dei singoli moduli. Dalle rispettive finestre Setting premere il tasto m (menu). Selezionare Status dal menu contestualizzato che comparirà.



## **Finestra Samples**

Lavorando da questa finestra si può accedere facilmente al vassoio portacampioni. Utilizzando la funzione Vial Range è possibile specificare i vial da analizzare ed il metodo desiderato. Una rappresentazione grafica del vassoio offre una buona visualizzazione del vial scelto. L'opzione Sequence consente di controllare l'esecuzione di fasi specifiche della sequenza di analisi programmate preventivamente. Mentre l'analisi è in esecuzione è possibile controllare i campioni processati dall'immagine del vassoio.





Il modulo di controllo Serie Agilent 1100 Software del modulo di controllo

Figura 11	Finestra Samples
	Samples Seq.Line 0 Vial 0 Inj.# 0 Time 0.00 Idle Ready *
	Vial Range Vial 1 to 1 #Inj 1 88888888 start
	Method * ACTUAL * 🖹 Stoptime OFF min
	Sequence     Line     0 <th0< th="">     0     <th0< th="">     0     0     <th0<< th=""></th0<<></th0<></th0<>
	End Actions Timetable Method Sequence Views

NOTA

Questa finestra è visibile sono se nel sistema è stato installato un campionatore automatico.

## **Finestra Plot**

La finestra Plot fornisce rappresentazioni grafiche in linea. Si possono visualizzare diversi segnali, a seconda dei moduli presenti nel sistema, es. un cromatogramma, segnali di pressione o di temperatura.

Direttamente dalla finestra Plot si può usare un cursore per evidenziare informazioni ed osservarne altre, come tempo di analisi, stato, oscillazioni della pressione o composizione.

Utilizzando i tasti di direzione e selezione del modulo di controllo si può modificare la scala della finestra contenente il diagramma. Con il pulsante Rescale [F7] si può ottimizzare la finestra a seconda del segnale selezionato e degli intervalli di parametri.





## Versioni del modulo di controllo

Con l'introduzione del modulo del rivelatore a lunghezza d'onda multipla Agilent 1100 e del rivelatore ad indice di rifrazione è stata introdotta una nuova versione del modulo di controllo G1323B.

Per determinare di quale versione si è in possesso, controllare l'etichetta che riporta il codice sulla parte posteriore del modulo di controllo. La versione G1323A consente di controllare i seguenti moduli Agilent 1100: rivelatore a serie di diodi, rivelatore a fluorescenza, rivelatore a lunghezza d'onda variabile, pompa isocratica, binaria e quaternaria, comparto della colonna termostatato, campionatore e campionatore termostatato.

La versione G1323B controlla oltre ai precedenti il rivelatore ad indice di rifrazione ed il rivelatore a lunghezza d'onda multipla.

Non esistono differenze nelle interfacce utente né in altre funzionalità.

Il modulo di controllo Serie Agilent 1100 Versioni del modulo di controllo

## 2

## Come utilizzare il modulo di controllo

Come si usa il modulo di controllo Serie Agilent 1100

## Installazione del modulo di controllo

ATTENZIONEI connettori CAN sono simili a quelli della scheda LAN. Non inserire i<br/>connettori LAN nella presa CAN o viceversa. I connettori CAN usano<br/>infatti una tensione a 24 V che potrebbe danneggiare irreparabilmente<br/>la scheda LAN.

Collegare il connettore CAN (controller area network) del cavo del modulo di controllo ad una delle due prese CAN su uno dei moduli della Serie Agilent 1100.

#### Figura 13 Collegamento del connettore CAN al pannello posteriore



## Funzioni generali

## Attivazione e disattivazione del sistema e dei moduli HPLC

Usare il pulsante On/Off [F7] dalla finestra Analysis per accendere o spegnere l'intero sistema o i singoli moduli.

## Impostazione di data e ora

È possibile impostare la data e l'ora utilizzando il menu contestualizzato (tasto m) mentre la finestrea System è attiva. Selezionare l'opzione Date & Time e premere il tasto Enter. Premere il pulsante Setup [F6] per modificare le impostazioni. Premere il pulsante Done [F6] per confermare i nuovi inserimenti. In alternativa scegliere Configure e poi HPLC System. Premere il pulsante Date& Time [F4]. Quando la data e l'ora vengono modificate nel modulo di controllo, le impostazioni vengono salvate automaticamente in tutti i moduli collegati. La data e l'ora sono supportati da una batteria in ogni modulo. Il modulo di controllo non è dotato di un orologio proprio.

#### NOTA

Al momento dell'avvio i moduli sincronizzano i propri orologi interni. Gli orologi possono essere sincronizzati anche da sistemi di dati cromatografici esterni, come la ChemStation Agilent.

## Impostazione del contrasto sul display

Dalla finestra System scegliere Configure e selezionare il sistema per HPLC. Premere Display e quindi utilizzare i tasti di selezione per inserire valori fra 0 e 31, per regolare il contrasto a seconda delle esigenze personali e della collocazione della strumentazione. Quindi premere Done.

## **Regolazione di View**

Premendo il tasto m key dalla finestra Analysis e selezionando Setup view si possono selezionare i moduli che saranno visualizzati in tale finestra. Premendo i pulsanti Remove/Add [F7, F8] si possono spostare i moduli dalla casella di riepilogo Selected Modules alla casella Available Modules e viceversa, a seconda di quale modulo è stato evidenziato. Come utilizzare il modulo di controllo Funzioni generali

## Configurazione del sistema per HPLC

Il sistema per HPLC si configura in larga misura da solo. Esso riconosce automaticamente quali moduli sono installati. La disposizione della finestra Analysis cambia a seconda dei moduli presenti. Si può utilizzare il pulsante Configure [F2] nella finestra System per configurare diverse funzioni, come Auto-on (abilitazione funzioni in automatico) per il sistema o Loading (caricamento di un metodo) e After Error Condition (dopo la verifica di una condizione di errore).

Se si verifica un errore, è possibile configurare il sistema per HPLC perché carichi un metodo specifico oppure spenga il sistema per HPLC utilizzando il valore impostato in After Error Condition.
## Risoluzione di problemi

Il sistema di diagnostica interna controlla continuamente lo stato del modulo e registra qualsiasi evento anomalo in un registro elettronico. Ad esempio vial non trovati o perdite di solvente creeranno messaggi di errore nel registro elettronico: l'ora e la data verranno registrati unitamente agli eventi. L'aggiornamento del registro avviene automaticamente quando una nuova voce si sostituisce a quella precedente. Il registro elettronico può essere facilmente stampato con qualsiasi stampante.

## Risoluzione di problemi del modulo di controllo

Se il modulo di controllo non funziona correttamente, scollegare il connettore CAN dal pannello posteriore del modulo Serie Agilent 1100 a cui è collegato e ricollegarlo.

Se il problema persiste:

- staccare la corrente per tutti i dispositivi ed i computer collegati ed attendere 1 minuto, quindi riavviare, oppure
- provare a usare solo il modulo Serie Agilent 1100.

Se questo non è sufficiente a risolvere il problema, rivolgersi alla Agilent Technologies.



## Come utilizzare i metodi

Un metodo contiene un gruppo completo di parametri di iniezione, separazione e rivelazione, compresa la tavola di programmazione ed il programma dell'iniettore. Le informazioni sul numero di vial da analizzare non fanno parte del metodo.

Esistono due tipi di metodi.

- I metodi del modulo. I parametri del metodo sono contenuti nei singoli moduli per HPLC e non si trovano sul modulo di controllo. Un metodo di questo tipo può essere caricato, modificato, salvato ed eseguito dal modulo di controllo.
- Il metodi della scheda PC. I parametri del metodo vengono archiviati sulla scheda PC. Un metodo memorizzato nella scheda PC può essere caricato sui moduli per HPLC o trasferito ad altri sistemi per cromatografia liquida. I metodi non possono essere eseguiti direttamente da una scheda PC. Il metodo deve essere scaricato dalla scheda PC prima di essere eseguito: così esso diventa un metodo del modulo.

I metodi descritti in questa sezione sono metodi del modulo.

## Caricamento di un metodo

Un metodo può essere caricato utilizzando il pulsante Method [F3] dalla finestra Analysis o Samples.

- 1 Aprire la finestra Analysis o la finestra Samples.
- 2 Selezionare Method; vengono visualizzati i parametri correnti.
- 3 Premere il pulsante Module [F1].
- 4 Scegliere un metodo dall'elenco.
- 5 Premere il tasto Enter.

Si può anche caricare un metodo direttamente dalla finestra Analysis utilizzando i tasti di selezione e modificando il metodo dall'elenco.

Gli elenchi contenuti nelle finestre Method/Module contengono tutti i metodi archiviati nei moduli. Per ogni metodo sono riportati una data, quella dell'ultima modifica, ed una breve descrizione inserita dall'operatore. Dopo essere stato caricato, il metodo viene definito "attivo". Come utilizzare il modulo di controllo Come utilizzare i metodi

Un metodo può essere identificato come metodo parziale. Ciò significa che esiste un'incongruenza fra la configurazione originale del sistema e la configurazione effettiva, ad esempio quando un modulo viene aggiunto o tolto dal sistema. Un metodo parziale non può essere caricato come metodo corrente.

#### Modifica di un metodo

Un metodo può essere modificato cambiando le impostazioni nelle finestre Analysis o Settings.

Molte delle impostazioni di metodo usate comunemente (flow, injection volume, column temperature, wavelength e stoptime) possono essere modificate dalla finestra Analysis. Altre impostazioni di metodo meno comuni, come la velocità di emissione, possono essere modificate utilizzando il pulsante Settings [F1]. Questo pulsante visualizza il menu Settings dal quale è possibile accedere al sistema per HPLC ed ai moduli.

Se si modifica l'impostazione di un metodo, il valore viene immediatamente scaricato nel modulo per HPLC. Nell'angolo destro della riga di stato comparirà un asterisco (\*) per indicare che il metodo corrente è stato modificato.

Le impostazioni programmabili a tempo possono essere modificate dalla finestra Timetable.

Le impostazioni del programma per l'iniettore possono essere modificate nella finestra Injector Program, a cui si accede dalla finestra Autosampler Settings.

#### Attribuzione di un nome al metodo

- 1 Selezionare il pulsante Method [F3] dalla finestra Analysis o dalla finestra Samples.
- 2 Selezionare il pulsante Save As [F8].
- 3 Premere il tasto Selection per inserire la modalià di immissione dei caratteri.
- **4** Selezionare la lettera o il numero richiesti nella casella di immissione utilizzando i tasti di selezione. I numeri e il segno meno (-) sono inseribili direttamente.

Come utilizzare il modulo di controllo Come utilizzare i metodi

NOTA	I caratteri alfanumerici possono essere inseriti anche premendo i tasti da 1 a 9 parecchie volte (es. 1 A B C, 2 D E F, 3 G H I,). Vedere anche la Figura 4.
	<b>5</b> Spostare il cursore sulla posizione successiva usando il tasto direzionale destro e ripetere le istruzioni del punto 4.
	6 Ripetere il punto 4 e il 5 fino ad aver inserito il nome del metodo.
	7 Scegliere il pulsante Done [F6] per accettare il nome del metodo.
NOTA	La freccia diretta verso sinistra può essere utilizzata per arretrare di uno spazio, la freccia diretta verso destra viene utilizzata per spostarsi nella posizione del carattere successivo.

## Protezione di un metodo

Per proteggere il metodo attivo

- 1 Scegliere il pulsante Method [F3] dalla finestra Analysis.
- ${\bf 2} \hspace{0.1 cm} {\rm Selezionare} \hspace{0.1 cm} {\rm Module} \hspace{0.1 cm} {\rm dal} \hspace{0.1 cm} {\rm menu}.$
- 3 Selezionare il pulsante Save As [F8].
- 4 Selezionare la casella di controllo Protected.
- 5 Selezionare il pulsante Done [F6].

Ora il metodo è protetto da modifiche accidentali. Qualsiasi modifica non verrà presa in considerazione fino a quando non si toglierà la protezione e si salverà nuovamente il metodo senza protezione. Per maggiore sicurezza togliere il modulo di controllo dallo strumento e riporlo in un luogo sicuro.

Qualsiasi modifica non autorizzata del metodo o dello strumento viene riportata sul registro elettronico del sistema.

## Salvataggio di un metodo

Sebbene sembri che i metodi vengano archiviati all'interno del modulo di controllo, in realtà tutti i dati riguardanti i metodi vengono archiviati nei modulit stessi. Il modulo di controllo produce un elenco di tutti i metodi disponibili che può essere caricato.

Il numero di metodi che possono essere memorizzati dipende dal numero di di linee di programmi a tempo e di programmi dell'iniettore inserite. In

#### Come utilizzare il modulo di controllo Come utilizzare i metodi

genere possono essere memorizzati circa 15 metodi contenenti 50 linee di programmazione a tempo per modulo. Con metodi di contenuto diverso la quantità effettiva di metodi memorizzabili può cambiare in modo significativo. Utilizzare le schede PC per memorizzare un maggiorn numero di metodi da usare in futuro o scambiare fra gli strumenti per HPLC (vedere "Trasferimento di metodi fra sistemi per HPLC" a pagina 44). Per salvare il metodo corrente procedere come segue. 1 Selezionare il pulsante Method [F3] dalla finestra Analysis. **2** Selezionare Save As utilizzando i tasti di azione. **3** Inserire un nome, come descritto in "Attribuzione di un nome al metodo" a pagina 40, o semplicemente continuare con il punto successivo, se si desidera conservare il nome di metodo corrente. 4 Premere il tasto Enter. È possibile inserire altri dati. Barrare la casella di controllo Protected per proteggere il metodo. Inserendo un identificativo utente (User ID) si possono identificare più rapidamente i moduli personali. Si possono anche inserire osservazioni personali. **5** Scegliere il pulsante Done [F6] per memorizzare il metodo nei moduli. Scegliere Yes per confermare il salvataggio in caso un metodo esistente venga sovrascritto. Il metodo archiviato ora contiene tutte le impostazioni correnti del sistema

Il metodo archiviato ora contiene tutte le impostazioni correnti del sistema per HPLC e del modulo. Le impostazioni del metodo sono archiviate nei singoli moduli, ad es. tutte le impostazioni di metodo relative alla pompa sono memorizzate nel modulo della pompa e non nel modulo di controllo.

Se si scollega il modulo di controllo da un sistema HPLC per collegarlo a un altro, il metodo e le impostazioni attuali verrano visualizzati anche per il nuovo sistema HPLC. Per trasferire i metodi da un sistema all'altro, usare la scheda PC.

## Eliminazione di un metodo

- 1 Selezionare il pulsante Method [F3] dalla finestra Analysis.
- 2 Selezionare Module dal menu.

NOTA

	Come utilizzare il modulo di controllo Come utilizzare i metodi
3	Selezionare il metodo dall'elenco.
4	Selezionare il pulsante Delete [F6].
5	Scegliere Selected Method dal menu di scelta rapida. Se si desidera eliminare tutti i metodi scegliere All Methods.
6	Premere il tasto Enter.
7	Selezionare il tasto Yes per confermare l'eliminazione premendo il tasto Enter.
	Scambio di metodi con la scheda PC
	Per archiviare e recuperare i metodi dalla scheda PC si può agevolmente utilizzare una finestra che consente di copiare da e nella scheda.
1	Inserire la scheda PC nel modulo di controllo come descritto nella sezione "Inserimento ed estrazione delle schede PC" a pagina 38
NOTA	I metodi di una scheda PC appena installata non sono selezionabili. Riavviare il modulo di controllo utilizzando la funzione Restart attraverso il tasto m (menu) dalle finestre principali.
2	Selezionare il pulsante Method [F3] dalla finestra Analysis o dalla finestra Samples.
3	Selezionare il pulsante della scheda PC [F2].
NOTA	Usare il pulsante Initialize [F1] disponibile in questa finestra per inizializzare una scheda PC pre-formattata da usare con il modulo di controllo. Ciò deve avvenire prima di utilizzarla per la prima volta nel modulo di controllo. Tenere presente che tutti i dati presenti sulla scheda saranno cancellati.
4	Usare i tasti di selezione e direzione per spostarsi all'interno e fra le caselle di riepilogo relative ai metodi.
5	Usare i pulsanti "Copy >>" e "Copy <<" [F7, F8] per copiare i metodi da e nella scheda PC.
	Se si desidera memorizzare il metodo corrente sulla scheda PC è necessario utilizzare la funzione Save As (vedere "Salvataggio di un metodo" a pagina 41) per salvarlo prima nei moduli. Da qui è possibile copiarlo sulla scheda PC come descritto nel presente capitolo.

## Trasferimento di metodi fra sistemi per HPLC

I metodi possono essere trasferiti da un sistema HPLC all'altro usando la scheda PC.

- 1 Memorizzare sulla scheda PC il metodo che si desidera trasferire. Vedere la sezione "Scambio di metodi con la scheda PC" a pagina 43.
- 2 Estrarre la scheda PC dal modulo di controllo.
- 3 Inserire ora la scheda PC nel modulo di controllo del secondo sistema HPLC.

## **NOTA** Se il sistema non ha un modulo di controllo collegato, utilizzare qualsiasi modulo di controllo disponibile.

- **4** Riavviare il modulo di controllo utilizzando la funzione Restart attraverso il tasto m (menu) disponibile dalle finestre principali.
- **5** Caricare il metodo dalla scheda PC. Vedere la sezione "Scambio di metodi con la scheda PC" a pagina 43.

## La tavola dei tempi di esecuzione

Per programmare a tempo le impostazioni selezionate durante l'analisi è possibile creare una tavola di programmazione. Nella finestra Timetable si creerà ad esempio un programma che determinerà quando effettuare il controllo automatico della pompa, del rivelatore, del comparto colonne e dei contatti esterni.

In alcuni casi le impostazioni cambieranno istantaneamente dal valore iniziale al valore specificato trascorso un certo tempo stabilito nella tavola di programmazione (es. lunghezza d'onda). In altri casi (composizione del solvente) questi cambiamenti avvengono in maniera dinamica, raggiungendo il valore impostato per gradi ed in modo lineare.

**NOTA** La tavola di programmazione diventa parte del metodo corrente quando quest'ultimo viene salvato.

Si accede alla tavola di programmazione selezionando il pulsante Timetable [F2] dalla finestra Analysis.

È possibile inserire una linea nella tavola di programmazione premendo il puolsante Insert [F7]; essa avrà le caratteristiche che seguono e comprenderà i seguenti valori.

• Time

Impostare l'intervallo di tempo fra il momento dell'iniezione e la modifica di parametro desiderata.

- Module Scegliere il modulo che controlla il parametro da modificare.
- Setting Selezionare il parametro da modificare.
- Value

Inserire il valore del parametro desiderato.

Le linee di una tavola di programmazione esistente possono essere modificate premendo il tasto Enter. Usare il pulsante Delete [F6] ed effettuare una selezione dal menu di scelta rapida per eliminare la linea selezionata oppure l'intera tavola di programmazione.

È possibile copiare e incollare le linee della tavola di programmazione selezionando le rispettive voci disponibili dal menu contestualizzato (tasto m).

45

## Automazione delle analisi

È possibile utilizzare la finestra Sequence per creare analisi completamente automatizzate e che non necessitano di sorveglianza, dalla preparazione del campione all'iniezione. Si accede alla finestra Sequence utilizzando il pulsante Sequence [F4] dalla finestra Analysis o dalla finestra Samples.

Utilizzando la finestra Sequence si possono collegare fra loro diversi metodi. Ad esempio, è possibile eseguire prima un metodo contenente un programma dell'iniettore per la preparazione del campione, seguito dall'analisi di un gruppo di campioni. Quindi si può eseguire un secondo metodo per analizzare altri campioni in condizioni analitiche diverse. È possibile impostare un ritardo sulla linea di sequenza. Dopo il caricamento del secondo metodo, si lascia trascorrere l'intervallo di tempo specificato prima di dare inizio all'analisi, in modo che la colonna possa equilibrarsi alle nuove condizioni. Tutti gli eventi della sequenza possono essere rintracciati in Sequence Logbook, disponibile all'interno del registro elettronico premendo il pulsante apposito [F5] dalla finestra Sequence.

Al termine della sequenza si può specificare il caricamento di un metodo (es. lavaggio di un sistema per HPLC, per eliminare i sali presenti nella soluzione tampone ed evitarne la cristallizzazione, oppure la programmazione di un metodo di arresto agevole) oppure la disattivazione del sistema per HPLC tramite il pulsante End Actions [F1]. Se sono state selezionate entrambe le opzioni, il metodo di arresto programmato verrà caricato e sarà disponibile per l'operatore successivo. Tuttavia non verrà eseguito prima dello spegnimento.

Si possono impostare ricalibrazioni automatiche utilizzando la finestra Calibration Settings. Questa finestra consente di aggiungere impostazioni di calibrazione ad una linea di sequenza. Si accede alla finestra Calibration Settings selezionando il pulsante Calibration dalla finestra Sequence.

È possibile ricalibrare utilizzando uno o più standard ed avere la flessibilità di scegliere diversi intervalli di calibrazione e schemi. All'interno di una linea di sequenza è possibile definire la frequenza di ricalibrazione e l'ordine di analisi dei vial di calibrazione utilizzando le impostazioni Alter e Multi. Alter analizza alternativamente i vial di calibrazione. Multi analizza il o i vial di calibrazione in gruppi completi, a seconda dell'intervallo di calibrazione.

Una linea di sequenza consiste delle voci che seguono.

	Come utilizzare il modulo di controllo Automazione delle analisi
	<ul> <li>Line Number Le linee di sequenza vengono contate automaticamente partendo da 1.</li> <li>Vial Range Information Come nella finestra Analysis è possibile specificare un intervallo di vial unitamente al numero di iniezioni per vial.</li> <li>Injection Volume Sebbene il volume di iniezione sia memorizzato come parametro di metodo, una sequenza ha un'impostazione propria del volume di iniezione (sovrascrive le informazioni sul metodo). Se DEF è qui specificato, viene mantenuto il volume come impostato nel metodo.</li> </ul>
	• Method Name Scegliere un metodo memorizzato nei moduli dalla casella di riepilogo dei metodi (vedere "Come utilizzare i metodi" a pagina 39). Il metodo deve contenere i relativi parametri, oltre alla tavola di programmazione o alle impostazioni del programma dell'iniettore.
NOTA	Nella finestra Sequence si crea un programma composto da diversi metodi da eseguire in un'ordine specificato. Non è possibile modificare i metodi o i loro componenti (tavole di programmaizone, programmi di iniettori, ecc.).
	• Wait Time Specificare un tempo di attesa che crei una distanza fra il caricamento del metodo e la sua esecuzione. Ciò consente ad alcuni parametri del modulo di stabilizzarsi prima che venga effettuata l'analisi successiva.
	<ul> <li>Calibration Settings         Per ogni linea di sequenza si possono definire impostazioni di calibrazione premendo il pulsante Calibration [F1] e selezionando Edit/Delete dal menu di scelta rapida.         È possibile specificare intervallo di vial di calibrazione, numero di iniezioni, volume di iniezione, metodo di calibrazione e tempo di attesa dopo il caricamento del metodo. Si possono inoltre inserire parametri di ricalibrazione specifici, come l'intervallo e lo schema di ricalibrazione.     </li> </ul>
	ii sistema di informazioni in linea (Online Information System) fornisce informazioni accurate sulle opzioni di ricalibrazione.

## Visualizzazione dei dati in forma grafica

Utilizzando la finestra Plot si hanno molte opportunità di visualizzare una vasta gamma di segnali in forma grafica durante l'effettuazione dell'analisi.

#### Selezione di segnali

Fra tutti i segnali disponibili è possibile selezionarne fino a 3 per la visualizzazione in forma grafica.

- **1** Dalla finestra Plot premere il pulsante Select [F6] per visualizzare il menu di selezione Plot.
- **2** Usare i tasti Direction e Selection per spostarsi all'interno e fra le caselle di riepilogo Available Signals e Selected Signals.
- **3** Scambiare i segnali fra le caselle di riepilogo premendo il pulsante Move [F8] o il tasto Enter.

Nella parte destra della casella di riepilogo Selected Signals si possono vedere le legende relative ai segnali.

È inoltre possibile inserire un intervallo di tempo (asse X) per il grafico in questa finestra.

I diversi segnali possono essere impostati premendo il pulsante Setup [F7]. A seconda del segnale evidenziato si può inserire un intervallo Y individuale.

4 Quando i segnali ed i loro intervalli X (tempo) ed Y (unità segnale) sono stati specificati, premere il tasto Done [F6] per passare alla visualizzazione grafica.

## Modifica della scala della finestra Plot

#### Asse X (tempo)

Per modificare la scala dell'asse X (tempo) esistono diverse possibilità.

- Inserire un tempo nelle finestre Plot Selection (disponibili dalla finestra Plot attraverso il pulsante Select [F6])
- Modificare la scala direttamente dalla finestra Plot premendo i tasti Direction destro o sinistro. Il tasto destro abbrevierà l'intervallo di tempo di un fattore 2. Il tasto sinistro lo aumenterà dello stesso fattore. Premere i tasti diverse volte per impostare l'intervallo di tempo adatto.

L'intervallo di tempo è indicato in fondo alla finestra Plot. Questa impostazione è indipendente dal segnale attivo.

#### Asse Y (unità del segnale)

Per modificare la scale dell'asse Y (unità del segnale) esistono diverse possibilità.

- Dalle finestre Plot Selection (disponibili dalla finestra Plot attraverso il pulsante Select [F6]) scegliere un segnale da una delle caselle di riepilogo e premere il pulsante Setup [F7]. È possibile specificare separatamente un intervallo Y per ogni segnale. Questa impostazione può essere effettuata anche per segnali non compresi nella casella di riepilogo Selected Signals. La modifica della scala direttamente nella finestra Plot causerà la sovrascrittura di queste impostazioni.
- Utilizzare il pulsante Rescale [F7] nella finestra Plot per regolare l'asse Y a seconda del valore minimo o massimo del segnale all'interno dell'intervallo di tempo specificato. L'uso di questa funzione fornisce una visualizzazione ottimale del segnale. Esso si riferisce solo al segnale attivo indicato nella parte superiore della finestra.
- Usare i tasti di selezione per modificare la scala dell'asse Y di un fattore 2 0 $1\!/\!2$ rispettivamente.

#### NOTA

Utilizzando il tasto m (menu) e selezionando Maximize è possibile ingrandire il diagramma a tutto schermo. Premere il pulsante Restore [F6] per ritornare alla visualizzazione normale.

## Attivazione o disattivazione di segnali sullo schermo

Sulla finestra Plot si possono controllare fino a 3 diversi segnali provenienti da moduli diversi in tempo reale (aggiornamento ogni secondo). Sebbene tutti e tre i segnali compaiano sulla finestra, il tasto Rescale [F7] si riferisce solo al segnale attivo. Il segnale attivo è riportato nel titolo della finestra Plot e può essere disattivato tramite i tasti 1, 2, 3 dalla tastiera numerica.

## Visualizzazione di valori esatti per il segnale

Selezionando il pulsante Cursor [F8] nella finestra Plot viene visualizzato il valore di X e di Y alla posizione corrente del cursore, relativamente al segnale attivo. In questa modalità, utilizzando i tasti di selezione, si può modificare la scala dell'asse Y. Utilizzando i tasti di direzione destro/sinistro si può

Come utilizzare il modulo di controllo Visualizzazione dei dati in forma grafica

spostare il cursore lungo il grafico nella direzione X per trovare la posizione desiderata.

## Stampa di grafici

Se la stampante è collegata al sistema, è possibile stampare il contenuto della finestra Plot premendo il tasto m (menu) e selezionando Print Plot. L'operazione funziona anche con la visualizzazione massima. Come utilizzare il modulo di controllo Registri elettronici

## Registri elettronici

Il modulo di controllo registra tutte le modifiche dei parametri di sistema i messaggi di errore ed i dati relativi alla manutenzione. È possibile accedere ai registri elettronici premendo il pulsante Records [F4] dalla finestra System. Le informazioni contenute in questa finestra comprendono il codice del modulo, il numero di serie e la versione di firmware oltre al tempo di funzionamento dall'accensione al momento presente. Inoltre un indicatore EMF (Early Maintenance Feedback, avviso di manutenzione preventiva) segnala la necessità di eventuali operazioni di manutenzione.

#### NOTA

È possibile identificare i singoli moduli evidenziandoli nella finestra Records e premendo il pulsante Identify [F8]. Il LED si illuminerà in modo intermittente per alcuni secondi.

Le impostazioni del registro elettronico possono essere inserite premendo il tasto m (menu) dalla finestra System e scegliendo l'opzione Setup Logbook. Dal menu di impostazione del registro elettronico che comparirà, si possono selezionare gli eventi da visualizzare nei registri.

Selezionare un modulo dalla casella di riepilogo e premere il tasto [F1-F4] corrispondente al tipo di registro elettronico da aprire.

## Registro elettronico della manutenzione

Sulla finestra compaiono le operazioni di manutenzione più recenti unitamente alla data ed all'ora di effettuazione. Usare il pulsante Add [F7] per registrare interventi di manutenzione ed aggiornare il registro. Il contenuto di questo registro elettronico viene archiviato in maniera permanente nei rispettivi moduli; tuttavia, quando la capacità di memoria viene superata, l'inserimento più recente sostituisce quello già esistente.

## Registro degli errori

Questo registro elettronico mostra i messaggi di errore più recenti unitamente alla data ed all'ora in cui si sono verificati. Esso viene aggiornato automaticamente ogni volta che viene prodotto un messaggio di errore nel rispettivo modulo. Il contenuto di questo registro elettronico viene archiviato in maniera permanente nel rispettivo modulo; tuttavia, quando la capacità di memoria viene superata, l'inserimento più recente sostituisce quello già esistente.

## Registro elettronico del sistema

Qui vengono archiviati tutti i messaggi relativi al sistema o agli eventi finché il modulo non viene riavviato o spento.

## EMF (Early Maintenance Feedback, avviso di manutenzione preventiva)

Nella finestra Records l'indicatore EMF segnala se sono necessarie operazioni di manutenzione ordinaria. I limiti EMF possono essere programmati premendo il pulsante EMF [F1] dalla finestra Records e scegliendo Setup Limits. A seconda del modulo evidenziato si può entrare in una finestra dalla quale possono essere impostati intervalli di manutenzione. Consultare la guida in linea per l'impostazione dei limiti (Setting EMF Limits).

Inoltre gli eventi EMF possono essere visualizzati selezionando l'opzione Show Events. Questa finestra riporta tutti i limiti EMF per i moduli in funzione. La finestra viene aggiornata unicamente al momento dell'avvio.

## Finestre di stampa

È possibile collegare una stampante con interfaccia RS-232 a qualsiasi modulo utilizzando il cavo adatto.

**NOTA** Il convertitore da collegamento seriale (RS-232) a collegamento parallelo (Centronics) è fornito da Agilent Technologies, codice 5181-1529.

La stampante può essere configurata premendo il pulsante Configure [F2] dalla finestra System e selezionando HPLC System. Nella finestra Config che segue premere il pulsante Printer [F1] per aprire la rispettiva finestra di dialogo. Da questa finestra di dialogo è possibile scegliere un modello di stampante ed il modulo al quale è collegata. Definire un disposizione per la pagina (comprese le dimensioni della carta, il testo dell'intestazione ed i margini) utilizzando il pulsante Page[F8]. Usare il pulsante Serial [F7] per inserire le impostazioni per i collegamenti RS-232, come percentuale di baud, bit e parità. Questa impostazione può essere effettuata per ogni modulo nelle rispettive impostazioni di configurazione (vedere "Collegamento di dispositivi esterni" a pagina 55).

Se l'impostazione è completa si può stampare una pagina di prova utilizzando l'apposito pulsante.

**NOTA** In molti casi il menu contestualizzato fornisce una funzione di stampa alla quale si accede dal tasto m (menu), es. dai campi di inserimento dell'intervallo di vial nella finestra Analysis, dalla finestra Samples e dal sistema di informazioni in linea.

## **Funzione Print Plot**

Dalla finestra Plot si può creare una copia cartacea del contenuto della finestra tramite il tasto m (menu) e selezionando Print Plot dal menu contestualizzato. La stampa comprenderà una legenda con data e ora.

## Stampa di registri elettronici

L'uso del tasto m (menu) per visualizzare il menu contestualizzato dalla finestra System consente di selezionare la funzione Print Logbook. Dalla

Come utilizzare il modulo di controllo Finestre di stampa

finestra di dialogo che segue si può configurare la stampante utlizzando il pulsante Setup [F8]. Il pulsante Spooler [F7] consente di eliminare la coda dei lavori in stampa se ce ne sono troppi. Inoltre è possibile selezionare il numero di copie da stampare.

Dalla finestra Records è possibile scegliere il pulsante Print [F6] per creare un rapporto di configurazione (Configuration Report) comprendente il codice prodotto, il numero di serie e la versione di firmware, unitamente al tempo di elaborazione. Il pulsante è disponibile anche dalle finestre System Log, Error Log, Main Log ed EMF.

#### Stampa di un metodo

Le impostazioni del metodo corrente possono essere stampate utilizzando il pulsante Print [F6] dalla finestra Method. Comparirà la finestra di dialogo di stampa descritta sopra. Verranno stampate tutte le impostazioni del metodo, escluse le informazioni riguardanti l'intervallo di vial analizzato.

#### Stampa della tavola di programmazione

Premendo il tasto m (menu) dalla finestra Timetable è possibile selezionare la funzione Print Timetable. Quest'ultima aprirà la finestra di stampa sopra descritta.

#### Stampa di una sequenza

Entrare nella finestra Sequence e premere il tasto m (menu) per visualizzare l'opzione Print Sequence e stampare la sequenza.

#### Stampa di un programma dell'iniettore

Dalla finestra Autosampler Settings premere il pulsante Inj. Program [F3] per entrare nella finestra Program. Tramite il tasto m (menu) è possibile stampare il programma.

## Collegamento di dispositivi esterni

Esistono diversi tipi di interfacce che consentono ai moduli della Serie Agilent 1100 di comunicare con una vasta gamma di altri dispositivi di uscita. Per alcuni di essi è necessario installare hardware aggiuntivo.

La configurazione dei parametri di interfacciamento selezionati è possibile utilizzando il pulsante Interfaces [F1] disponibile premendo Configure [F2] dalla finestra System. Ciò viene gestito individualmente per ogni modulo, dato che alcune interfacce sono disponibili solo da alcuni moduli (a seconda dell'installazione).

Per ulteriori informazioni sulle interfacce vedere le sezioni corrispondenti dei manuali di riferimento relativi ai moduli.

## **Connettore APG remoto**

Attraverso un connettore APG remoto a 9 pin (presente in tutti i moduli) il sistema è in grado di comunicare con dispositivi esterni per sincronizzare le analisi. Ciò si rende necessario quando un dispositivo esterno ha bisogno di un po' di tempo per prepararsi ad una nuova analisi e quindi è indispensabile la trasmissione di avvio richiesta (vedere anche "Sincronizzazione delle analisi con dispositivi esterni" a pagina 160 per una descrizione particolareggiata delle modalità di sequenza). I manuali di riferimento dei singoli moduli descrivono in dettaglio il connnettore APG remoto.

Sono disponibili i segnali che seguono.

#### **Power On**

Questo segnale à attivo non appena tutti i moduli collegati al sistema vengono accesi.

#### Shut Down

Quando è presente un problema grave nel sistema (es. si è verificata una perdita) questo segnale impartisce a tutti i moduli l'ordine di interrompere qualsiasi operazione in modo da evitare qualsiasi rischio per la sicurezza.

#### Stop

Questo segnale chiede a tutti i moduli di raggiungere lo stato di pronto appena possibile. Funziona soltanto durante l'analisi (controllato dalle Come utilizzare il modulo di controllo Collegamento di dispositivi esterni

impostazioni di stoptime) e fa sì che il sistema cominci il conto alla rovescia del tempo di post-analisi.

#### Ready

Quando tutti i moduli della Serie Agilent 1100 sono pronti per l'analisi successiva, il segnale è attivo. Gli altri moduli o dispositivi esterni possono iniziare a funzionare (es. emettendo una richiesta di avvio).

#### Prepare

Questo segnale fa sì che i moduli si preparino per l'analisi successiva (es. il rivelatore effetuerà un'equilibrazione).

#### Start Request

Questo segnale fa sì che i moduli si preparino per l'analisi (es. il campionatore inizierà il ciclo di iniezione). Una volta riscontrate tutte le condizioni necessarie ad iniziare l'analisi (l'ago di iniezione è posizionato nella propria sede e la valvola si trova nella posizione corretta), viene prodotto un segnale di avvio (Start) per informare gli altri moduli dell'avvio della sequenza analitica.

#### Start

Nella modalità standard solo il campionatore automatico crea questo tipo di segnale. Quest'ultimo invia un ordine di avvio per le attività controllate dal tempo di analisi a tutti i moduli collegati al bus APG remoto. Da questo momento in poi (momento dell'iniezione) si calcola il tempo di analisi.

## **Interfaccia GPIB**

Con l'interfaccia GPIB (compresa in tutti i moduli) il sistema è in grado di comunicare con un Personal Computer configurato come ChemStation Agilent. Collegare tutti i moduli con cavi CAN e collegare la ChemStation Agilent tramite un cavo GPIB. Vedere "Coesecuzione con la ChemStation Agilent" a pagina 64 per ulteriori dettagli sul funzionamento del sistema utilizzando l'interfaccia GPIB.

## Interfaccia seriale RS-232

Utilizzare un cavo standard RS-232 per collegare una stampante ad un'interfaccia seriale (installata in tutti i moduli). La comunicazione fra Come utilizzare il modulo di controllo Collegamento di dispositivi esterni

moduli è consentita dai cavi CAN. Selezionare un modulo da collegare alla stampante.

## Interfaccia MIO

Questa interfaccia consente ai moduli della Serie Agilent 1100 di comunicare con PC configurati come ChemStation utilizzando una rete locale (LAN). L'interfaccia MIO può essere utilizzata se la rispettiva scheda di estensione è installata su uno dei moduli ed il sistema è integrato in una LAN.

#### BCD

Se la scheda di estensione adatta fa parte del sistema si può utilizzare questa uscita per informare i dispositivi esterni del numero di vial processato correntemente.

## Contatti esterni

Con una scheda opzionale per contatti esterni si possono sfruttare varie opportunità di sincronizzazione delle attività HPLC con dispositivi esterni.

Come utilizzare il modulo di controllo Firmware

## Firmware

**NOTA** Quando si aggiorna il firmware utilizzando una scheda PC, assicurarsi che il cavo GPIB non sia collegato al sistema e che ci sia un solo modulo (quello in cui il firmware deve essere aggiornato) acceso.

Gli aggiornamenti di firmware possono essere effettuati utilizzando il modulo di controllo e la scheda PC.II firmware viene caricato da una scheda PC nel modulo di controllo stesso oppure nei moduli che compongono il sistema. Il firmware può anche essere aggiornato utilizzando un Personal Computer configurato come ChemStation Agilent e collegato tramite un cavo GPIB o collegamento LAN. Tutti i moduli HP1100 per HPLC possono essere aggiornati da un Personal Computer e dal modulo di controllo G1323B.

**NOTA** Il modulo di controllo G1323A non può essere aggiornato utilizzando un Personal Computer.

# Aggiornamento del firmware del modulo di controllo

- 1 Chiudere la ChemStation e scollegare il cavo GPIB dal sistema.
- 2 Spegnere tutti i moduli.
- **3** Inserire la scheda PC nel modulo di controllo come descritto nella Figura 14 a pagina 38 .
- 4 Avviare il componente al quale il modulo di controllo è fissato.
- 5 Dalla finestra System premere Records.
- **6** Scegliere Controller dall'elenco. Se il numero di versione che compare sulla finestra è precedente al numero corrente, avviare l'aggiornamento premendo FW Update.
- 7 Scegliere il file contenente la versione di firmware più recente. Per i moduli per HPLC i nomi di file saranno 1323A###.BIN dove ### sta per il numero di versione del firmware. Per il modulo di controllo G1323B i nomi file saranno nel formato LCB###\*\*.BIN, dove \*\* indica il codice della lingua, ad esempio EN indica l'inglese. Dopo aver selezionato il file premere Enter. Quindi premere il pulsante Execute [F8] e confermare con Yes per effettuare l'aggiornamento.

Il modulo di controllo viene riavviato e copia il nuovo firmware nella propria memoria. L'avvenuto caricamento del firmware è indicato da una serie di punti che compaiono sulla finestra. Dopo un ricaricamento iniziale verrà visualizzato la finestra abituale (Analysis).

In alcuni casi deve essere regolato il contrasto del video (vedere "Impostazione del contrasto sul display" a pagina 35).

La corretta installazione del firmware può essere validata nella finestra System/Records. La linea G1323A/B deve riportare il numero della nuova versione.

## **NOTA** Non staccare il cavo né alimentare il modulo durante l'esecuzione dell'aggiornamento del firmware.

# Aggiornamento del firmware dei moduli per HPLC

Nel modulo per HPLC sono presenti due sezioni firmware: la sezione residente (sistema operativo minimo e caricatore boot) e la sezione operativa. Il pulsante Transfer [F7] porta il modulo dalla modalità residente alla modalità operativa. Nella maggior parte dei casi si tratta della prima operazione del procedimento di aggiornamento. Dopo il caricamento del firmware è necessario impartire un comando di trasferimento, per riportare il modulo dalla modalità residente alla modalità operativa. Il firmware residente è identico per tutti i moduli per HPLC mentre il firmware operativo è diverso per ognuno di essi.

NOTA	L'aggiornamento del firmware operativo può essere effettuato solo in
	modalità residente.

L'aggiornamento del firmware residente può essere effettuato solo nella modalità (operativa) normale.

Aggiornamento del firmware dei moduli per HPLC tramite PC

**NOTA** I moduli per HPLC possono essere aggiornati anche tramite l'utilità di aggiornamento del firmware fornita con la ChemStation Agilent.

## Funzioni di aggiornamento dei moduli della Serie Agilent 1100

#### Select File

Consente di selezionare il file sulla scheda PC per il modulo che viene aggiornato con il nuovo firmware. Di solito sono richiesti file binari:

.BIN per il modulo di controllo (vedere "Aggiornamento del firmware del modulo di controllo" a pagina 59),

.DLB per il sistema residente e il sistema operativo del modulo.

Come utilizzare il modulo di controllo Aggiornamento del firmware dei moduli per HPLC

#### Transfer

Commuta il firmware dalla modalità operativa del modulo a quella residente. Si tratta del primo passo del processo di aggiornamento del firmware. La modalità residente è segnalata dal LED lampeggiante color ambra del modulo. Dopo il caricamento del firmware, è necessario impartire nuovamente un comando di trasferimento per riportarlo nella modalità operativa.

#### Execute

Avvia l'aggiornamento del firmware. Sul display la barra di progressione mostra dinamicamente il completamento in percentuale dell'aggiornamento. Quando l'aggiornamento è stato completato con esito positivo compare il messaggio "Status: Complete".

**NOTA** L'aggiornamento del firmware dei moduli LC reimposta tutti gli indicatori EMF e cancella tutti i metodi memorizzati.

> L'aggiornamento del firmware del modulo di controllo non reimposta gli indicatori EMF né modifica in alcun modo i metodi memorizzati sui moduli.

#### Preparazione per l'aggiornamento del firmware

- 1 Isolare il modulo da aggiornare con il nuovo firmware spegnendo tutti gli altri moduli o scollegando tutti gli altri cavi CAN. Staccare il cavo GPIB dalla parte posteriore del modulo.
- **2** Inserire la scheda PC (come descritto in "Inserimento ed estrazione delle schede PC" a pagina 38) nel modulo di controllo e ricollegarlo al modulo selezionato per riavviarlo.

## Modalità di commutazione del firmware

- **1** Preparare il sistema come descritto in "Preparazione per l'aggiornamento del firmware" a pagina 61.
- 2 Premere System Registrare e selezionare il modulo da aggiornare.
- 3 Premere FW Update.
- **4** Premere il pulsante Transfer [F7] (e confermare con OK) per far passare il modulo selezionato alla rispettiva modalità di firmware.

Come utilizzare il modulo di controllo Aggiornamento del firmware dei moduli per HPLC

#### **NOTA** La modalità residente è segnalata da un LED lampeggiante color ambra.

Dopo ogni trasferimento verrà effettuato un ricaricamento iniziale del modulo. Quando la modalità residente è attiva il modulo verrà registrato come "unknown" (sconosciuto). La finestra Analysis visualizzerà il messaggio **Resident or Unsupported Module**.

Nella finestra System — Records è possibile leggere il numero di versione del firmware dei singoli moduli. Nella modalità di funzionamento normale è visibile la versione di firmware operativo in uso. Nella modalità residente è visibile la versione di firmware residente.

#### Aggiornamento del firmware residente

Il firmware residente può essere aggiornato solo nella modalità operativa normale. Utilizzare il pulsante Transfer [F7] come descritto in "Modalità di commutazione del firmware" a pagina 61, per controllare il numero di versione; assicurarsi di ritornare alla modalità normale subito dopo, se è necessario effettuare un aggiornamento.

- 1 Preparare il sistema come descritto in "Preparazione per l'aggiornamento del firmware" a pagina 61.
- 2 Premere System Registrare e selezionare il modulo da aggiornare.
- 3 Premere FW Update.
- **4** Selezionare il file per l'aggiornamento (RESXXX.DLB), premere il pulsante Execute [F8] e confermare con Yes.

Dalla finestra è possibile seguire l'andamento della procedura di aggiornamento.

5 Quando la barra di stato ha raggiunto il 100% premere il tasto Esc.

L'aggiornamento del firmware residente del modulo è stato completato.

#### Aggiornamento del firmware operativo

- **1** Preparare il sistema come descritto in "Preparazione per l'aggiornamento del firmware" a pagina 61.
- **2** Portare il modulo da aggiornare in modalità residente come descritto in "Modalità di commutazione del firmware" a pagina 61. Controllare inoltre se è necessario aggiornare anche il firmware residente.

Come utilizzare il modulo di controllo Aggiornamento del firmware dei moduli per HPLC

- 3 Premere System Registrare e selezionare il modulo da aggiornare.
- 4 Premere il pulsante FW Update [F5].
- **5** Scegliere il file di firmware per l'aggiornamento (####-XXX.DLB), premere il pulsante Execute [F8] e confermare con Yes.

**NOTA** Assicurarsi di aver scelto il firmware ed il modulo giusti e controllare che il modulo si trovi in modalità residente, come descritto sopra.

Il messaggio "Update started" comparirà sulla finestra, poi la progressione dell'aggiornamento potrà essere osservata dalla barra mobile e dal display %. Se compare un messaggio del tipo "update failed, wrong address" assicurarsi che il modulo non sia in modalità residente (indicata dal LED lampeggiante).

- **6** Quando l'aggiornamento del firmware operativo è terminato premere il tasto Esc per ritornare alla finestra Records.
- 7 Premere Transfer dalla finestra di aggiornamento del firmware per ritornare alla modalità di funzionamento normale (vedere "Modalità di commutazione del firmware" a pagina 61).

Viene effettuato un ricaricamento iniziale del modulo, la luce di stato smette di lampeggiare e la finestra Analysis torna al proprio aspetto normale per il modulo in questione.

- 8 Premere System Records per verificare che il firmware caricato per il modulo sia quello corretto.
- 9 Ricollegare i cavi CAN o accendere gli altri moduli.

Quando si aggiorna il firmware del rivelatore, seguire la procedura di aggiornamento ed effettuare una calibrazione della lunghezza d'onda.

Quando si aggiorna il firmware del campionatore automatico, effettuare un'iniezione per assicurarsi che gli allineamenti dei campioni siano corretti. Se non lo sono, effettuare gli allineamenti necessari.

**10** Se deve essere aggiornato anche il firmware di altri moduli, ripetere il procedimento partendo dal punto 1.

#### Aggiornamento del firmware Boot Loader

Il firmware Boot Loader (nome del file BOOT\_XXX.DLB) viene aggiornato allo stesso modo del firmware residente (vedere "Aggiornamento del firmware residente" a pagina 62).

## **Coesecuzione con la ChemStation Agilent**

## Caratteristiche

- Le interfacce utente, il modulo di controllo e la ChemStation possono essere collegati ad un sistema della Serie Agilent 1100 contemporaneamente.
- L'inserimento dei parametri è possibile da entrambe le interfacce per l'utente. I parametri verranno aggiornati anche nell'altra interfaccia nel giro di pochi secondi.
- Una sequenza della ChemStation Agilent può essere arrestata o abortita dal modulo di controllo e viceversa.
- La ChemStation è in grado di generare file di dati a partire da un metodo o da una sequenza del modulo di controllo. In questo caso devono essere abilitati il prefisso e l'indicatore del nome di file nella sezione Single Sample Info della ChemStation (solo in modalità di protocollo).
- Se il modulo di controllo avvia un'analisi, la ChemStation è il sistema di slave/monitor.

Tuttavia in genere non si consiglia di avviare la ChemStation ed il modulo di controllo contemporaneamente. Dato che la ChemStation Agilent comprende una vasta gamma di dispositivi di controllo per il sistema per HPLC e che la gestione ne risulta molto facilitata, essa è da preferirsi al modulo di controllo. Poiché alcune configurazioni possono presentare problemi di diagnosi e verifica, è necessario tenere presente l'esistenza delle limitazioni che seguono.

## Limitazioni

- Se una finestra di parametri è aperta per l'inserimento di un parametro dalla ChemStation Agilent, questo particolare campo di inserimento viene disabilitato sul modulo di controllo.
- Se si sta effettuando un'analisi dal modulo di controllo, la ChemStation non deve essere avviata, né deve essere effettuato alcun ricaricamento iniziale.
- Se la ChemStation avvia un'analisi, il modulo di controllo costituirà il sistema slave/monitor.

	Come utilizzare il modulo di controllo
	• Le variazioni di parametro in un metodo vengono identificate come modifiche sull'altra interfaccia utente.
	• Il modulo di controllo e la ChemStation Agilent hanno modalità di gestione dei metodi diverse (il metodo ChemStation può contenere un maggior numero di informazioni rispetto a quello del modulo di controllo, es. parametri aggiuntivi per il DAD accessibili unicamente da ChemStation). Per avere un metodo su entrambe le unità di controllo, procedere come segue.
	Se il metodo si trova sulla ChemStation e deve essere salvato sul modulo di controllo o sulla scheda PC, caricare il metodo sulla ChemStation Agilent e quindi salvarlo sul modulo di controllo (o sulla scheda PC) da Method — Save As.
	Se il metodo si trova sul modulo di controllo o sulla scheda PC e deve essere salvato sulla ChemStation, prima caricare il metodo DEF_LC.M sulla ChemStation (per non avere altri parametri per il formato) e quindi caricare il metodo desiderato sul modulo di controllo. Quindi salvare il metodo sulla ChemStation Agilent con lo stesso nome.
ATTENZIONE	Un metodo disponibile sul modulo di controllo come metodo protetto può essere modificato dalla ChemStation Agilent e poi salvato sul modulo di controllo senza ulteriori precauzioni.

Come utilizzare il modulo di controllo Coesecuzione con la ChemStation Agilent

## Parte 2

- **3** Come usare la pompa 69
- 4 Il sistema di degasaggio 83
- **5** Il campionatore automatico 87
- 6 La valvola di iniezione manuale 97
- 7 Uso dei rivelatori 105
- 8 Il comparto della colonna 117

## Uso dei moduli Serie Agilent 1100

Uso dei moduli Serie Agilent 1100

## 3

## Come usare la pompa

Descrizione di particolari relativi ai sistemi di pompaggio Serie Agilent 1100

## Avvio e spegnimento della pompa

Per accendere o spegnere la pompa si può utilizzare il pulsante On/Off [F7] dalla finestra Analysis o System.

- 1 Accedere alla finestra Analysis o System.
- 2 Selezionare il pulsante On/Off [F7].
- 3 Selezionare il pulsante Pump [F8].
- **4** Selezionare la funzione desiderata dai pulsanti Action [F6-F8] o selezionando i pulsanti On/Off dalla finestra di scelta rapida. Togliere il segno di spunta all'interno della casella "to Standby mode only" se si desidera accendere e spegnere la pompa senza passare alla modalità di standby (attesa).

Si può accedere alla funzione anche tramite il pulsante Settings [F1], disponibile nella finestra Analysis o tramite il pulsante Control [F1] dalla finestra System.

## Inserimento delle impostazioni

Tutte le impostazioni relative alla pompa possono essere specificate nella finestra Pump Settings. È possibile accedere a questa finestra selezionando il pulsante Settings [F1] dalla finestra Analysis e scegliendo la pompa. I parametri più comuni, quali il flusso e la composizione dei solventi, possono essere specificati direttamente nel display Analysis. Le scelte disponibili dipendono da quanti moduli sono stati installati. Come usare la pompa Spurgo della pompa

## Spurgo della pompa

Aprendo la valvola di spurgo è possibile deviare il flusso di solvente dalla pompa attraverso la valvola di uscita, invece di farlo passare attraverso la valvola di immissione e la colonna. Questo procedimento di depurazione elimina i solventi non degassati o presenti come residui nel sistema di pompaggio.
	Procedimento di spurgo
	<ol> <li>Assicurarsi che il tubo di uscita sia collegato alla valvola di spurgo e a una bottiglia che raccolga il solvente di scarto.</li> </ol>
	<b>2</b> Aprire la valvola di spurgo.
	<b>3</b> Accedere alla finestra Analysis.
	<b>4</b> Impostare il flusso di spurgo nella normale sezione della finestra Analysis, ad esempio a 5 ml/min.
NOTA	Se si utilizza un flusso superiore a 5 ml/min su una pompa quaternaria, ridefinire il limite superiore della pressione a 200 bar (accessibile dalla finestra Analysis) premendo il pulsante Settings [F1], selezionando la pompa dall'elenco e premendo il tasto Enter. Quindi scegliere More
	<b>5</b> Impostare il primo canale da spurgare al 100%. Si consiglia di iniziare dal canale per solventi organici. Il canale A verrà automaticamente impostato al 100% quando tutti gli altri canali sono impostati a zero o su OFF.
	6 Avviare la pompa utilizzando il pulsante On/Off [F7] dalla finestra Analysis.
	7 Attendere fino a quando dal tubo defluirà in modo continuo il solvente proveniente dalla valvola di spurgo.
	8 Spegnere la pompa utilizzando il pulsante On/Off [F7] dalla finestra Analysis, quindi chiudere la valvola di spurgo.
	9 Ripetere la procedura tante volte quanti sono i canali da spurgare.
NOTA	I canali di un sistema di pompaggio sono denominati A, B, C e D (a seconda del tipo di pompa). %A viene automaticamente calcolata al 100% - (%B + %C + %D). Se non sono inseriti valori per %B, %C e %D, %A è sempre al 100%. Per spurgare la pompa è necessario effettuare singolarmente le operazioni descritte dal punto 5 al punto 8 per ognuno dei canali, impostando al 100% la composizione del canale da spurgare.

### Regolazione della compressibilità

I solventi per cromatografia liquida sono comprimibili se sottoposti a pressione. Questa compressibilità produce una variazione della portata al variare della pressione. Per compensare l'effetto, si può mantenere uniforme e accurato il flusso, indipendentemente dalla pressione del sistema, intervenendo sull'impostazione di compressibilità della pompa. Si può accedere a tale parametro premendo il pulsante Pump Settings [F1] dalla finestra Analysis.

#### Come usare la pompa Regolazione della compressibilità

La Tavola 1 elenca i valori di compressibilità per i solventi più comuni utilizzati in HPLC.

Solvente	Compressibilità (10 <sup>-6</sup> per bar)	
Acetone	126	
Acetonitrile	115	
Benzene	95	
Tetracloruro di carbonio	110	
Cloroformio	100	
Cicloesano	118	
Etanolo	114	
Etilacetato	104	
Eptano	120	
Esano	150	
Isobutanolo	100	
lsopropanolo	100	
Metanolo	120	
1- propanolo	100	
Toluene	87	
Acqua	46	

#### Tavola 1

Se il parametro della compressibilità è impostato su OFF, la pompa non effettua la compensazione per la compressibilità della fase mobile.

Per ogni particolare valore di compressibilità, la mandata del pistone (movimenti del pistone) e la velocità di movimento vengono regolate, compensando in questo modo la compressibilità del solvente. Nel caso di una miscela di solventi, si consiglia di scegliere il valore di compressibilità del solvente presente in quantità maggiore.

### Regolazione del volume di mandata

Il volume di mandata definisce il volume di fase mobile spostato da un movimento del pistone 1 della pompa. È possibile impostare il volume di mandata in AUTO (automatico) oppure ad un valore compreso fra 20 e 100 µl. Se l'impostazione scelta è AUTO, la pompa avrà una corsa lunga quando la portata è alta e una corsa più corta quando la portata è minore. Questo meccanismo favorisce una buona miscelazione e la linearità del gradiente, poiché riduce le dimensioni delle porzioni di solvente da miscelare.

È possibile accedere al valore di mandata tramite il pulsante Settings [F1] della finestra Analysis, selezionando la pompa e premendo More ...

L'ampiezza della pulsazione di pressione è direttamente proporzionale al volume di mandata. La diminuzione del volume di mandata diminuisce anche l'ampiezza della pulsazione, producendo un migliore rapporto segnalerumore con rivelatori sensibili al flusso. Per mantenere costante il flusso, si aumenta la frequenza di pompaggio, incrementando così anche la frequenza di pulsazione della pressione. L'aumento della frequenza di pompaggio migliora anche la riproducibilità delle aree dei picchi con portate basse. Come usare la pompa Arresto automatico

### Arresto automatico

Alle fine della sequenza è possibile impostare la pompa affinché si spenga automaticamente utilizzando il pulsante End Actions [F1] nella finestra Sequence. La pompa può essere spenta completamente o può essere seguito, dopo averlo caricato, un metodo specifico di disattivazione.

# Risoluzione di eventuali problemi della pompa

- 1 Selezionare il pulsante Tests [F3] dalla finestra System.
- 2 Dal menu, selezionare Pump.

A questo punto è possibile selezionare una serie di test per il collaudo della pompa. Per maggiori dettagli sui test, consultare il *Manuale di riferimento* allegato alla pompa Serie Agilent 1100.

# Storico della pompa / Limiti EMF della pompa

- 1 Selezionare il pulsante Records [F4] dalla finestra System.
- 2 Selezionare Pump dall'elenco.
- **3** Premere il tasto Enter.

È possibile controllare la quantità di solvente pompata (misuratore di liquidi) e stabilire l'usura.

Il misuratore di liquidi indica il volume totale di solvente erogato dalla pompa a partire dall'ultimo ripristino. Il limite massimo fissato per il misuratore può tornare utile per elaborare un programma di manutenzione della pompa. Prendere nota ad esempio del numero di litri pompati quando si cambiano le guarnizioni del pistone. Questo volume diventerà un parametro di riferimento che fornirà indicazioni sulla durata delle guarnizioni in rapporto ai solventi e all'applicazione usati. Quando si supera il limite fissato, apparirà la richiesta di manutenzione preventiva, a indicare che è il momento di cambiare le guarnizioni. Se si svolge tempestivamente questa operazione si eviterà di ripetere le analisi a causa di perdite delle guarnizioni.

Lo stato di usura delle guarnizioni della pompa è espresso da un valore numerico. Anche in rapporto a questo parametro si può fissare un limite massimo per impostare il programma di manutenzione: superato il limite, si procederà alla sostituzione delle guarnizioni.

## Reimpostazione della pompa

- 1 Selezionare il pulsante Control [F1] dalla finestra System.
- 2 Dal menu, selezionare Pump.
- **3** Premere il tasto Enter.
- **4** Selezionare il pulsante Reset [F7] per arrestare il funzionamento della pompa e consentire la reinizializzazione dell'hardware.

## Reimpostazione dei parametri della pompa

- 1 Selezionare il pulsante Settings [F1] dalla finestra Analysis.
- 2 Dal menu, selezionare Pump.
- **3** Premere il tasto Enter.
- 4 Selezionare il pulsante Default [F7] per reimpostare i parametri ai valori di default.

Come usare la pompa Reimpostazione dei parametri della pompa

# 4

# Il sistema di degasaggio

Descrizione del funzionamento del sistema di degasaggio sotto vuoto Serie Agilent 1100

### Avvio del sistema di degasaggio

- 1 Premere l'interruttore di accensione generale sul pannello frontale.
- 2 Avviare la pompa selezionando il pulsante On/Off [F8] dalla finestra Analysis.
- **3** Osservare la lampada di stato del sistema di degasaggio (sul pannello anteriore).

La lampada di stato si spegne quando vi è vuoto sufficiente nel sistema di degasaggio.

Durante il funzionamento, può accadere che la lampada emetta una luce gialla. Questo indica che la quantità di vuoto nel sistema di degasaggio in linea è insufficiente e la pompa da vuoto è in azione per crearne la quantità necessaria.

### Eliminazione delle bolle di gas

Se si riscontra la presenza di bolle di gas nei tubi o nel filtro del solvente procedere come segue.

- 1 Scollegare il tubo del solvente del primo canale della pompa.
- **2** Collegare alla siringa l'apposito adattatore, prelevandolo dal kit di accessori per il sistema di degasaggio.
- **3** Tirare lo stantuffo della siringa per aspirare il solvente attraverso il sistema di degasaggio e i tubi. Continuare ad aspirare il solvente fino a quando non ci saranno più bolle di gas visibili.
- 4 Togliere l'adattatore della siringa dal tubo del solvente.
- 5 Collegare il tubo del solvente alla pompa.

Ripetere le operazioni dal punto 1 al punto 5 per gli altri canali di solvente.

### Cambio del solvente

Se si cambia solvente e se ne utilizza uno non miscibile con il solvente attualmente nei tubi:

1 Sostituire il solvente attualmente in uso:

con isopropanolo, se il solvente usato è di tipo organico, oppure con acqua, se il solvente usato è una soluzione tampone organica o salina.

- 2 Riempire completamente il sistema di degasaggio in linea e i tubi.
- 3 Sostituire l'isopropanolo o l'acqua con il nuovo solvente.

# 5

# Il campionatore automatico

Particolari relativi al funzionamento del campionatore automatico Serie Agilent 1100

### Configurazione del campionatore

- 1 Selezionare il pulsante Configure [F2] dalla finestra System.
- 2 Dal menu, selezionare Autosampler.
- **3** Premere il tasto Enter.

È possibile configurare il volume della siringa, il volume del capillare in sede, le azioni in caso di vial mancante, vassoi, interfacce, ecc.

### Configurazione delle interfacce

- 1 Selezionare il pulsante Configure [F2] dalla finestra System.
- 2 Dal menu, selezionare Autosampler.
- **3** Premere il tasto Enter.
- 4 Selezionare il pulsante Interfaces [F1].
- **5** Selezionare le interfacce da utilizzare (vedere "Collegamento di dispositivi esterni" a pagina 55).
- 6 Selezionare il pulsante Done [F6].

### Inserimento dei parametri

Tutte le impostazioni del campionatore automatico possono essere inserite nella finestra Autosampler Settings. È possibile accedere alla finestra selezionando il pulsante Settings [F1] dalla finestra Analysis. Da qui è possibile accedere alla funzione di programmazione (per impostare una tabella oraria solo per il campionatore automatico), alle finestre di analisi ed alla finestra di programmazione dell'iniettore. I parametri comunemente usati come volume di iniezione e numero di vial possono essere inseriti direttamente nella finestra Analysis. Impostazioni più specifiche (velocità di aspirazione, velocità di emissione, scarto posizione di aspirazione) possono essere inserite utilizzando il pulsante More... [F1] e scegliendo l'opzione Settings.

### Impostazione della modalità di iniezione

Le modalità di iniezione selezionabile sono due:

• standard

senza lavaggio dell'ago predefinito,

con lavaggio dell'ago predefinito (il numero del vial di lavaggio può essere impostato);

Se è stata attivata la funzione di lavaggio predefinito dell'ago, prima dell'iniezione (con il reagente), l'ago si sposta nel vial di lavaggio per eliminare ogni residuo di campione presente sulla superficie esterna. Ciò evita la formazione di depositi di campione e crea effetti memoria sul successivo ciclo di iniezione.

• programma dell'iniettore

vedere "Esecuzione di un programma per l'iniettore" a pagina 163.

### Ottimizzazione delle prestazioni del campionatore

Sul campionatore automatico esistono due modalità di ottimizzazione (chiamate prefetch e overlap). Entrambe le opzioni consentono di abbreviare i tempi di analisi per operazioni che richiedono il processamento di un numero elevato di campioni.

#### Il campionatore automatico Inserimento dei parametri

Le modalità di ottimizzazione possono essere selezionate dalla finestra Analysis.

- 1 Premere il pulsante Settings [F1].
- 2 Scegliere Autosampler dall'elenco.
- 3 Selezionare il pulsante More... [F1].
- **4** Selezionare Optimization dall'elenco.
- **5** La modalità di ottimizzazione può essere scelta, unitamente al ritardo, dalla casella di riepilogo che compare sullo schermo.

Se si seleziona l'opzione Prefetch Sample Vial, il vial successivo (per le iniezioni multiple sarà lo stesso vial) verrà spostato vicino alla porta di iniezione una volta trascorso il tempo di analisi specificato. Il ciclo di iniezione non inizierà. Questa procedura riduce il tempo totale di iniezione senza interferire con l'analisi corrente.

Selezionando l'opzione Overlap Injection Cycle il vial successivo verrà posizionato nella porta di iniezione una volta trascorso il tempo di analisi selezionato. Quando si usa l'opzione Overlap devono essere applicate le limitazioni che seguono.

- Il valore di tempo inserito prima del processamento del campione non deve interferire con l'analisi in corso.
- La sovrapposizione funziona solo per un intervallo di vial dato (es. entro una linea di sequenza).
- La prima analisi per un intervallo di vial nuovo viene effettuata senza sovrapposizione.
- I programmi dell'iniettore che utilizzano comandi di commutazione della valvola non devono essere eseguiti se è stata selezionata la sovrapposizione. Essi non funzioneranno e produrranno un messaggio di errore. Dato che tutti i programmi dell'iniettore creati con la ChemStation Agilent richiedono i comandi sopracitati per funzionare correttamente, nessuno di loro potrà funzionare nella modalità di sovrapposizione.

La finestra consente inoltre di abilitare/disabilitare l'opzione 'always keep transport arm next to last used vial' (mantenere sempre il braccio di trasporto sull'ultimo vial usato). Il campionatore automatico Inserimento dei parametri

#### Impostazione del campionatore automatico termostatato

Se il campionatore automatico termostatato è parte integrante del sistema, le impostazioni specifiche possono essere inserite utilizzando l'opzione Thermostat dalla finestra Settings.

Attraverso questa opzione si può impostare la temperatura del flusso di aria all'interno del campionatore. Questa impostazione è disponibile anche dalla finestra Analysis. Attivare la casella di controllo per controllare la temperatura non appena il campionatore automatico raffreddato viene acceso.

Utilizzando l'opzione More ... dalla finestra Settings e selezionando Signals si può scegliere fra diversi parametri del termostato (temperatura dell'ambiente, dissipatore, ventola del dissipatore, ecc.) chiamati "Autosampler: Auxiliary" nella finestra Plot - Signals . Ciò consente di accedere a diversi segnali del campionatore automatico termostatato senza sovraccaricare la casella di riepilogo Available Signals (vedere "Finestra Plot" a pagina 29).

## Allineamento del braccio di trasporto/ della pinza

- 1 Premere il pulsante Test [F3] dalla finestra System.
- **2** Scegliere Autosampler dall'elenco.
- **3** Premere il pulsante Align [F1].
- 4 Scegliere Transport.
- 5 Inserire i valori desiderati nei campi corrispondenti.

Il campo X Correction imposta il valore di default per l'asse parallelo al pannello anteriore (movimento sinistra-destra).

Theta Correction descrive l'angolo di default del braccio di trasporto verso l'asse anteriore-posteriore del modulo (rotazione).

Per informazioni più dettagliate sugli assi, consultare il manuale di riferimento relativo al campionatore automatico.

6 Selezionare il pulsante Done [F6] per accettare i valori impostati.

I nuovi valori saranno validi dopo l'inizializzazione o la reimpostazione successiva.

## Storico del campionatore/ Limiti EMF

- 1 Selezionare il pulsante Records [F4] dalla finestra System.
- 2 Dall'elenco, selezionare Autosampler.
- 3 Premere il tasto Enter.

È possibile controllare il numero di iniezioni effettuate dal campionatore in 'Needle into Seat' ed il numero di cicli della valvola di iniezione. Specificando il limite massimo di ciascuna funzione si avranno dei riferimenti per elaborare il programma di manutenzione preventiva.

# Reimpostazione del campionatore automatico

- 1 Selezionare il pulsante Control [F1] dalla finestra System.
- 2 Dal menu, selezionare Autosampler.
- **3** Premere il tasto Enter.
- **4** Selezionare il pulsante Reset [F7] per reimpostare l'hardware del campionatore automatico.

Questa operazione inizializza la valvola di iniezione, il dispositivo di dosaggio e l'unità di campionamento.

### Reimpostazione ai valori di default

- 1 Selezionare il pulsante Settings [F1] dalla finestra Analysis.
- 2 Dal menu, selezionare Autosampler.
- **3** Premere il tasto Enter.
- **4** Selezionare il pulsante Default [F7] per reimpostare i parametri del campionatore ai valori di default.

# Risoluzione di eventuali problemi del campionatore automatico

- 1 Selezionare il pulsante Tests [F3] dalla finestra System.
- 2 Dal menu, selezionare Autosampler.
- **3** Premere il tasto Enter.

Si possono selezionare varie fasi dell'iniettore per muovere le singole parti del campionatore automatico.

Le funzioni svolte dall'iniettore servono nella diagnostica per verificare i singoli passaggi del ciclo di inizializzazione. Per la descrizione completa di ogni passaggio, si rimanda al *Manuale di riferimento* allegato al campionatore automatico Serie Agilent 1100.

Se si possiede un campionatore automatico, i segnali ausiliari possono essere verificati premendo il pulsante Signal dalla finestra Test. I segnali ausiliari verranno visualizzati in forma grafica (vedere "Impostazione del campionatore automatico termostatato" a pagina 91).

Il campionatore automatico Risoluzione di eventuali problemi del campionatore automatico

# 6

# La valvola di iniezione manuale

Particolari sul funzionamento della valvola di iniezione manuale Serie Agilent 1100

### La valvola di iniezione

La valvola di iniezione ha sei vie e può essere portata manualmente in due posioni. Nella posizione LOAD, la fase mobile va direttamente dalla pompa alla colonna, consentendo di introdurre il campione nel loop di campionamento. Nella posizione INJECT, la fase mobile attraversa il loop di campionamento, riversandone il contenuto nella colonna.

#### Posizioni della valvola



Load

Inject

Posizioni della valvola:

da 1 a 6	ingressi valvola
7	ingresso (dalla pompa)
8	uscita (alla colonna)
9	porta per l'ago di iniezione
10	aperture di sfogo
11	loop di campionamento

## Come si effettua un'iniezione

Il loop del campione può essere riempito completamente o parzialmente. Ciò dipende dalla quantità di campione che si ha a disposizione.

### Riempimento totale del loop del campione

Si tratta del metodo convenzionale in cui un'eccedenza di campione viene usata per riempire completamente il loop di campionamento. Il volume del loop determina il volume dell'iniezione.

- 1 Riempire la siringa di campione.
- 2 Spostare la valvola sulla posizione LOAD.
- **3** Inserire l'ago della siringa nella porta fino a farlo in contatto con lo statore. Non premere troppo.
- 4 Iniettare lentamente il campione.
- 5 Lasciare la siringa in posizione e spostare la valvola sulla posizione INJECT.
- 6 Estrarre la siringa.

# Riempimento parziale del loop del campione

Usare questo metodo quando le quantità di campione disponibili sono limitate. In questo metodo il volume di iniezione viene determinato dalla siringa.

- 1 Dopo aver spostato la valvola sulla posizione INJECT, riempire l'ingresso per l'ago con circa 1 ml di fase mobile (in modo da ridurre ogni contaminazione residua dall'iniezione precedente).
- 2 Spostare la valvola sulla posizione LOAD.
- **3** Riempire la siringa con la quantità di campione necessaria (non superiore alla metà del volume del loop di campionamento).
- **4** Inserire l'ago della siringa nella porta fino a farlo entrare in contatto con lo statore. Non premere troppo.
- 5 Iniettare lentamente il campione.
- 6 Lasciare la siringa in posizione e spostare la valvola sulla posizione INJECT.
- 7 Estrarre la siringa.

# Quanto campione viene effettivamente iniettato?

Quando il loop di campionamento viene riempito completamente, la quantità di campione iniettato è pari al volume del loop di campionamento sommato al volume dei corridoi di passaggio delle valvole (1 nel rotore e 2 nello statore). Ciò significa che la quantità effettiva di campione iniettato sarà diversa dal valore nominale designato per il loop di campionamento. Tuttavia, dal momento che sia gli standard, sia i campioni vengono analizzati con il medesimo loop, raramente sorge la necessità di conoscere il volume assoluto del loop.

Se al contrario fosse necessario conoscere il volume effettivo del loop, si raccomanda di effettuare una calibrazione adatta alla valvola in modo da tener conto anche dei corridoi di passaggio.

### Quanto campione è necessario?

Per riempire il loop completamente è necessario avere a disposizione del campione in più. È necessario un volume di campione da 2 a 3 volte superiore al volume del loop per raggiungere il 95 % del volume massimo del loop (la parte rimanente è costituita da residui di fase mobile all'interno del loop). Determinare sperimentalmente il numero ottimale di volumi del loop in relazione all'applicazione usata.

Quando il loop di campionamento viene riempito parzialmente, non iniettare più della metà del volume del campione. Quando infatti si inietta il campione, questo si miscela al solvente già presente nel loop: se si forza eccessivamente il quantitativo da iniettare, parte del campione potrebbe fuoriuscire dalla via 6.

# Una modaltià alternativa di riempimento del loop

Quando il loop di campionamento è stato riempito completamente, si può scegliere di iniettare il campione nel loop oppure di usare la siringa per aspirare il campione.

- 1 Spostare la valvola sulla posizione LOAD.
- 2 Inserire nel vial di campionamento il tubo di scarico proveniente dalla via 6.
- **3** Inserire l'ago della siringa nella porta fino a farlo entrare in contatto con lo statore. Non premere troppo.
- 4 Iniettare lentamente il campione.
- 5 Lasciare la siringa in posizione e spostare la valvola sulla posizione INJECT.
- 6 Estrarre la siringa.

Se si usa questa tecnica, ricordare di riempire sempre i passaggi di carico (il tubo collegato alla via 6) dopo ogni iniezione per prevenire contaminazioni incrociate tra iniezioni. Ricordare inoltre che per riempire la via 6 e il tubo di scarico la valvola deve essere nella posizione LOAD.

# Uso dei rivelatori

7

Particolari relativi al funzionamento dei rivelatori a lunghezza d'onda variabile, a lunghezza d'onda multipla, ad indice di rifrazione, a fluorescenza e a serie di diodi della Serie Agilent 1100

### Accensione e spegnimento della lampada

Per accendere o spegnere la lampada utilizzare il pulsante On/Off [F7] dalla finestra Analysis:

- 1 Accedere alla finestra Analysis.
- 2 Selezionare il pulsante On/Off [F7].
- 3 Selezionare il pulsante Lamp [F6].

Lo stesso risultato può essere ottenuto utilizzando il pulsante On/Off [F8] dalla finestra Detector Settings o Control disponibili dalle finestre Analysis o System.

**NOTA** Quando si accende una lampada, si avvia una routine specifica di accensione. Per ulteriori informazioni consultare Consultare la sezione "Routine di accensione della lampada (solo VWD)" a pagina 114.

### Inserimento delle impostazioni

Tutte le impostazioni dell'iniettore possono essere inserite dalla finestra Detector Settings. È possibile accedere a questa finestra selezionando il pulsante Settings [F1] dalla finestra Analysis e scegliendo il rivelatore adatto. Le impostazioni usate più comunemente, come la lunghezza d'onda, possono essere inserite dalla finestra Analysis.

### Rivelatore a serie di diodi

La lunghezza d'onda del segnale A può essere specificata nella finestra Analysis. La lunghezza d'onda del campione, la lunghezza d'onda di riferimento, l'ampiezza di banda, l'ampiezza del picco e l'ampiezza della fenditura possono essere inserite nella finestra DA Detector Settings. È possibile accedere alla finestra selezionando il pulsante Settings [F1] dalla finestra Analysis. L'inserimento di altri valori (azzeramento automatico, ecc.) e le impostazioni relative allo spettro (intervallo, soglia) possono essere effettuate selezionando il pulsante More... [F1] da DA Detector Settings.

### Rivelatore a lunghezza d'onda variabile

I parametri di questo rivelatore comprendono lunghezza d'onda, ampiezza del picco e polarità del segnale. Premendo il pulsante More ... [F1] e scegliendo Settings è possibile impostare l'azzeramento automatico ed il margine di assorbanza negativa. L'opzione Spectrum consente di inserire un intervallo di lunghezze d'onda per uno spettro campione.

#### **Rivelatore a fluorescenza**

Per il rivelatore a fluorescenza possono essere inseriti i seguenti parametri dalla finestra Settings: lunghezza d'onda di eccitazione, lunghezza d'onda di emissione e lunghezza d'onda multipla. Tramite il pulsante More ... [F1] è possibile specificare ulteriori impostazioni del rivelatore, come ampiezza del picco, guadagno PMT (comportamento della linea di base, riferimenti, polarità, adattamento all'intervallo spettrale), impostazioni di lunghezze d'onda multiple (spettro, intervallo di eccitazione), impostazione delle scansioni 3D (eccitazione ed intervalli di emissione) ed impostazione di modalità di rivelazione basate su fosforescenza.

Uso dei rivelatori Inserimento delle impostazioni

### Rivelatore a lunghezza d'onda multipla

La lunghezza d'onda del segnale A può essere specificata nella finestra Analysis. La lunghezza d'onda per il segnale B, l'ampiezza della fenditura e del picco possono essere inserite dalla finestra MW Detector Settings. È possibile accedere alla finestra selezionando il pulsante Settings [F1] dalla finestra Analysis. È possibile accedere ad altri segnali e funzioni selezionando il pulsante More... [F1] in MW Settings.

**NOTA** Soltanto la versione G1323B del modulo di controllo consente di controllare il rivelatore a lunghezza d'onda multipla. Il G1323A visualizzerà il messaggio "resident or unsupported module" se è stato configurato un rivelatore RI nel sistema Agilent 1100.

#### Rivelatore ad indice di rifrazione

Il modulo di controllo consente di impostare la temperatura della cella del RID dalla finestra Analysis.

Temperatura, ampiezza del picco, polarità e riciclo automatico possono essere impostati dalla finestra Settings del rivelatore RI. È possibile accedere alla finestra selezionando il pulsante Settings [F1] dalla finestra Analysis.

L'azzeramento e lo spurgo automatico possono essere impostati selezionando il pulsante More... [F1] da RI Settings.

**NOTA** Soltanto la versione G1323B del modulo di controllo consente di controllare il rivelatore ad indice di rifrazione. Il G1323A visualizzerà il messaggio "resident or unsupported module" se è stato configurato un rivelatore RI nel sistema Agilent 1100.
## Reimpostazione della linea di base

La linea di base può essere reimpostata utilizzando il pulsante Balance [F1] (il pulsante Zero [F1] quando si usa il rivelatore ad indice di rifrazione) dalla finestra Detector Control. Ricordare che questo procedimento non è disponibile per il rivelatore a fluorescenza.

- 1 Selezionare il pulsante Control [F1] dalla finestra System.
- 2 Selezionare il rivelatore dall'apposito menu.
- **3** Premere il tasto Enter.
- 4 Selezionare il tasto Balance [F1].

È possibile ottenere lo stesso risultato utilizzando il tasto m (menu) dalla finestra Detector Settings della finestra Analysis.

## Configurazione del rivelatore

- 1 Selezionare il pulsante Configure [F2] dalla finestra System.
- 2 Selezionare il rivelatore dall'elenco.
- **3** Premere il tasto Enter.

Ora è possibile configurare l'uscita analogica, l'accensione della lampada all'accensione dello strumento e le interfacce.

## Risoluzione di problemi del rivelatore

- 1 Selezionare il pulsante Tests [F3] dalla finestra System.
- 2 Selezionare il rivelatore dall'apposito menu.
- **3** Premere il tasto Enter.
- 4 Selezionare il test desiderato.

Per ulteriori informazioni sui test consultare il *Manuale di riferimento* per i rivelatori Agilent 1100.

**NOTA** La funzione per il test completo è disponibile solo dalla ChemStation LC.

### Storico del rivelatore

- 1 Selezionare il pulsante Records [F4] dalla finestra System.
- 2 Selezionare il rivelatore dall'apposito menu.
- 3 Premere il tasto Enter per visualizzare il registro elettronico.

È possibile controllare, modificare e reimpostare il periodo di funzionamento della lampada ed il numero di accensioni. Per il rivelatore FL si può controllare anche la durata della lampada e per il rivelatore RI il tempo trascorso dall'ultimo spurgo.

# Reimpostazione del rivelatore

- 1 Selezionare il pulsante Settings [F1] dalla finestra Analysis.
- 2 Selezionare il rivelatore dall'apposito menu.
- **3** Premere il tasto Enter.
- 4 Selezionare il pulsante Default [F7] per reimpostare i parametri del rivelatore ai valori di default.

# Routine di accensione della lampada (solo VWD)

Quando la lampada viene accesa, viene eseguita la seguente routine:

• riscaldamento per 1 minuto, durante il quale viene reinizializzata la posizione del reticolo;

controllo dell'impostazione della lunghezza d'onda a un'emissione di 656 nm (deve essere inferiore o uguale a 1 nm) solo sul lato di riferimento (per non essere influenzati dalle condizioni della cella di flusso).

Se i valori non risultano corretti viene visualizzato un messaggio che consiglia di effettuare una calibrazione. Effettuare la calibrazione della lunghezza d'onda (selezionabile fra i VWD Tests).

- controllare l'intensità:
  - a 250 nm senza filtro di cut-off inserito;
  - a 250 nm con filtro di cut-off inserito.

Se il controllo dell'intensità non ha esito positivo, il funzionamento del filtro di cut-off non è corretto.

## Configurazione dell'uscita del canale analogico

I rivelatori per HPLC della Serie Agilent 1100 possono essere usati per verificare o monitorare i parametri sui dispositivi analogici esterni collegati attraverso l'uscita analogica nella parte posteriore del modulo (i rivelatori a fluorescenza, a serie di diodi e a lunghezza d'onda multipla sono dotati di due uscite analogiche, il rivelatore a lunghezza d'onda variabile ed il rivelatore ad indice di rifrazione ne hanno una sola).

Per configurare le uscite analogiche:

- 1 premere il pulsante Settings [F1] dalla finestra Analysis;
- 2 scegliere il rivelatore e premere Enter;
- 3 premere il pulsante Analog [F3].
- 4 selezionare il segnale da monitorare dall'apposita casella di riepilogo a discesa contenente la sorgente dei segnali; oppure, se si ha un rivelatore a lunghezza d'onda variabile (rivelatore a fluorescenza), selezionare dall'elenco il segnale da dirigere all'uscita analogica;
- **5** inserire i valori di Zero Offset (imposta uno scarto di rivelabilità per la linea di base in modo da riconoscere le derive negative) e Attenuation (imposta un intervallo di assorbanza) per ognuno dei due connettori;
- 6 premere il pulsante Done [F6].

Uso dei rivelatori Configurazione dell'uscita del canale analogico

# 8

# Il comparto della colonna

Funzionamento del comparto termostatabile della colonna Serie Agilent 1100

# Accensione e spegnimento del comparto della colonna

Il comparto della colonna può essere acceso o spento tramite il pulsante On/ Off [F7] dalla finestra Analysis.

- 1 Accedere alla finestra Analysis.
- 2 Selezionare il pulsante On/Off [F7].
- **3** Selezionare il pulsante Temp [F7].

Lo stesso risultato può essere ottenuto dai pulsanti Settings o Control [F1] dalle finestre Analysis o Systems.

#### Inserimento dei parametri

La temperatura può essere specificata nella finestra Analysis. La temperatura (per il riscaldatore destro e/o sinistro) può essere inserita nella finestra Column Compartment Settings: è possibile accedervi selezionando il pulsante Settings [F1] dalla finestra Analysis. Altri parametri possono essere aggiunti selezionando il pulsante More... [F1] in Column Compartment Settings.

# Configurazione del comparto della colonna

- 1 Selezionare il pulsante Configure [F2] dalla finestra System.
- 2 Dall'elenco, selezionare Column Comp.
- **3** Premere il tasto Enter.

Ora si possono configurare la segnalazione di perdite, l'attivazione della temperatura all'avvio, le interfacce e il modulo di identificazione della colonna.

	Configurazione del modulo di identificazione della colonna	
	1 Selezionare il pulsante Configure [F2] dalla finestra System.	
	2 Dall'elenco, selezionare Column Comp.	
	<b>3</b> Premere il tasto Enter per accedere alla finestra Column Compartment Configuration.	
	4 Premere il pulsante Column ID [F4] per accedere alla finestra Column ID.	
	5 Per passare dalla colonna destra alla sinistra e viceversa premere il pulsante Left/Right [F8].	
NOTA	Se non viene identificata nessuna etichetta per la colonna, i campi di registrazione non sono attivi ed il segno dell'etichetta destro/sinistro situato nell'angolo in alto a destra della finestra viene cancellato.	
	6 Inserire i dati per la colonna negli appositi campi. Premendo il pulsante More [F1] saranno disponibili altri campi.	
	7 Premendo il pulsante Write [F7] le informazioni verranno trasferite sull'etichetta della colonna.	
	8 Premendo il pulsante Right [F8] compariranno i campi contenenti le informazioni relative alla colonna destra (se la colonna è installata).	
NOTA	Le informazioni di identificazione della colonna vengono aggiornate appena viene installata correttamente una colonna con etichetta di identificazione. Si potranno così controllare in questa finestra il numero di iniezioni effettuate nella colonna.	

# Selezione della modalità combinata o separata

Questa caratteristica permette di impostare autonomamente la temperatura dei due sistemi di riscaldamento. Se non è attivata, i due sistemi di riscaldamento vengono impostati alla stessa temperatura.

- 1 Selezionare il pulsante Settings [F1] dalla finestra Analysis.
- 2 Dal menu, selezionare Column Comp.
- 3 Attivare la modalità Separated contrassegnando la casella di controllo.
- **4** Per attivare la modalità Combined, annullare la selezione della casella di controllo.

# Scelta della valvola di selezione della colonna (opzionale)

L'azionamento della valvola di commutazione della colonna è facoltativo.

- 1 Selezionare il pulsante Settings [F1] dalla finestra Analysis.
- 2 Dal menu, selezionare Column Comp.
- **3** Premere il pulsante Column Switch.
- **4** Selezionare la modalità 1 o 2.
- 5 Premere il pulsante Done [F6] ed uscire da questa finestra.

# Risoluzione di problemi del comparto della colonna

- 1 Selezionare il pulsante Tests [F3] dalla finestra System.
- 2 Dal menu, selezionare Column Comp.
- **3** Premere il tasto Enter.
- 4 Selezionare il test desiderato.

È possibile selezionare il test Calibrate per verificare il funzionamento del comparto della colonna. Per ulteriori informazioni sul test consultare il *Manuale di riferimento* del comparto della colonna Serie Agilent 1100.

## Storico del comparto della colonna

- 1 Selezionare il pulsante Records [F2] dalla finestra System.
- 2 Dall'elenco, selezionare Column Comp.
- **3** Premere il pulsante System o Maint. Log [F4] per visualizzare il registro elettronico.

	Storico del modulo di identificazine della colonna	
	1 Selezionare il pulsante Configure [F4] dalla finestra System.	
	2 Dall'elenco, selezionare Column Comp.	
	<b>3</b> Premere il tasto Enter per accedere alla finestra Column Compartment Configuration.	
	4 Premere il pulsante Column ID [F2] per accedere alla finestra Column ID.	
NOTA	Se non viene identificata alcuna etichetta, i campi di inserimento dei parametri non sono attivi, il segno dell'etichetta destra/sinistra è cancellato e il pulsante More non è disponibile.	
	Selezionando il pulsante More [F1] si possono inserire i valori e controllare diverse caratteristiche della colonna installata. Ad esempio la pressione massima consentita e la temperatura massima consiglita.	

Ora è possibile controllare il numero di iniezioni effettuate nella colonna.

# Reimpostazione del comparto della colonna

- 1 Selezionare il pulsante Settings [F1] dalla finestra Analysis.
- 2 Dal menu, selezionare Column Comp.
- **3** Premere il tasto Enter.
- 4 Selezionare il pulsante Default [F7] per reimpostare i parametri del rivelatore ai valori di default.

Il comparto della colonna Reimpostazione del comparto della colonna

# Parte 3

9	Esecuzione di un'analisi isocratica 127		
10	Esecuzione di un'analisi in gradiente 137		
11	Analisi di vial in sequenza 147		
12	Esecuzione di un programma per l'iniettore	163	

Uso del sistema HPLC Serie Agilent 1100 con il modulo di controllo

# 9

# Esecuzione di un'analisi isocratica

Come analizzare il campione standard isocratico Agilent Technologies con un'analisi a iniezione singola

#### Materiale necessario

Strumentazione	Pompa quaternaria, binaria o isocratica Serie Agilent 1100, campionatore automatico e un rivelatore UV.
Colonna	Hypersil ODS, 5 $\mu$ m, 125 mm × 4,0 mm (codice Agilent Technologies 7982618-564).
Solventi	Per la pompa isocratica, una miscela di acqua bidistillata per HPLC (35 %) e acetonitrile (65 %).
Campione	Campione isocratico standard Agilent Technologies (codice Agilent Technologies 01080-68704). Esso contiene 0,15% in peso di dimetilftalato, $0,15%$ in peso di dietilftalato, $0,01\%$ in peso di bifenile e $0,03\%$ in peso di o- terfenile disciolto in metanolo.

### Preparazione del sistema per HPLC

- 1 Se si utilizza una pompa isocratica, riempire la bottiglia del solvente con la miscela di acqua bidistillata per HPLC (35 %) e acetonitrile (65 %). Se invece si utilizza una pompa quaternaria, riempire una bottiglia di solvente con acqua bidistillata (canale A) e l'altra con acetonitrile (canale B).
- 2 Accendere la lampada del rivelatore ed utilizzare il pulsante On/Off [F7] dalla finestra Analysis. (Usare in seguito i tasti Action per scegliere il modulo)
- **3** Nel caso si lavori con una pompa quaternaria, attivare il sistema di degasaggio premendo l'interruttore di alimentazione.
- **4** Spurgare la pompa. Per ulteriori informazioni consultare il Capitolo 3 "Come usare la pompa".
- **5** Lasciare trascorrere almeno 15 minuti in modo che sul rivelatore si ottenga una linea di base stabile.
- **6** Versare il contenuto della fiala del campione isocratico standard Agilent Technologies in un vial e chiudere ermeticamente il vial con un tappo. Collocare il vial nella posizione 1 del vassoio portacampioni.
- 7 Pompare la fase mobile di acqua/acetonitrile (35/65 %) nella colonna per 10 minuti a una portata di 2 ml/min.

#### Inserimento dei parametri

Per impostare l'analisi isocratica bisogna impostare il sistema per HPLC ai valori di default e quindi modificare i parametri selezionati; le altre impostazioni rimarranno ai valori di default. Queste impostazioni dovranno poi essere salvate in un metodo chiamato ISO.

- 1 Accedere alla finestra Analysis.
- 2 Impostare l'intervallo dei vial da 1 a 1.
- 3 Impostare su 1 il numero delle iniezioni.
- 4 Premere Enter per saltare la sezione relativa al nome del metodo.
- 5 Selezionare il pulsante Settings [F1].
- 6 Dal menu, selezionare HPLC System.
- 7 Selezionare il pulsante Default [F7] e selezionare il pulsante Yes per caricare i valori di default.
- 8 Premere il tasto Esc.
- 9 Selezionare il pulsante Settings [F1].
- 10 Selezionare la pompa dal menu (ISO, BIN o QUAT).
- 11 Premere il pulsante Pressure [F3].
- **12** Inserire 400 come limite di pressione massimo.
- 13 Selezionare il pulsante Done [F6].
- 14 Inserire i valori che seguono: %B 65, (%C OFF, %D OFF per la pompa quaternaria; se è installata una pompa binaria %B 65).
- **15** Impostare Flow a 1,5 ml/min.
- 16 Confermare selezionando "Done" per accedere alla finestra Analysis.
- 17 Inserire i valori riportati nella Tavola 2 della finestra Analysis.
- **NOTA**I canali del sistema di pompaggio sono denominati A, B, C e D (in relazione al<br/>tipo di pompa). %A viene automaticamente calcolata al 100% (%B + %C + %D).<br/>Se non si specificano valori per %B, %C e %D, %A è sempre pari al 100%.

Tavola 2	Valori della finestra Ana	alysis
	Parametro	Valore
	Detection wavelength	254 nm
	Injection volume	1 µl
	Stoptime	6 min

### Salvataggio dei parametri di un metodo

- 1 Scegliere il pulsante Method [F3] dalla finestra Analysis.
- 2 Selezionare il pulsante Save As [F8].
- **3** Inserire il nome del metodo ISO utilizzando i tasti di selezione (vedere anche "Attribuzione di un nome al metodo" a pagina 40)
- 4 Premere il pulsante Done [F6] per salvare il metodo.
- 5 Premere il tasto Esc per ritornare alla finestra Analysis.

	Lettura del cromatogramma
1	Selezionare il pulsante Plot [F6] dalla finestra Analysis.
2	Premere il pulsante Select [F6].
3	Selezionare un segnale dalla casella di riepilogo Available Signals.
4	Premere il tasto Enter.
NOTA	Possono essere selezionati diversi segnali per volta. La funzione grafica visualizzerà tutti i segnali che compaiono nella casella di riepilogo Selected Signals. Utilizzare i tasti di selezione per spostarsi fra le caselle di riepilogo e premere il tasto Enter per spostare i segnali da una casella all'altra.
5	Selezionare il pulsante Done [F6] per visualizzare il cromatogramma.
6	Premere il tasto Esc per ritornare alla finestra Analysis.
7	Premere il pulsante Start [F8].
8	Selezionare OK per confermare il numero di vial e di iniezioni e premere il tasto Enter per avviare l'analisi.
9	Premere il pulsante Plot [F6] per visualizzare il cromatogramma.
	Un cromatogramma tipo per questo genere di analisi è riportato nella Figura 16.
	Il profilo del cromatogramma può presentare leggere variazioni dovute al tipo di colonna usata. Le differenze nei tempi di ritenzione o nelle aree dei picchi fra il cromatogramma ottenuto e quello riportato nella Figura 16 possono essere il risultato di variazioni di concentrazione del campione da lotto a lotto, della qualità del solvente usato e della temperatura della colonna.
NOTA	La scala del grafico può essere variata utilizzando il pulsante Rescale [F7], oppure i tasti del cursore; inoltre è possibile definire la finestra grafica tramite funzione Setup.

Esecuzione di un'analisi isocratica Lettura del cromatogramma



# Avvio dell'analisi

**NOTA** L'analisi può essere avviata da diverse finestre, ad esempio System, Status, Samples o Sequence.

- 1 Accedere alla finestra Analysis.
- 2 Selezionare il pulsante Start [F8].
- **3** Selezionare OK per confermare il numero di vial e di iniezioni e premere il tasto Enter per avviare l'analisi.

Esecuzione di un'analisi isocratica Avvio dell'analisi

# **10**

# Esecuzione di un'analisi in gradiente

Come analizzare il campione standard isocratico Agilent Technologies con un'analisi in gradiente

#### Materiale necessario

Strumentazione	Pompa quaternaria o binaria Serie Agilent 1100, campionatore automatico, rivelatore UV e sistema di degassaggio.
Colonna	Hypersil ODS, 5 $\mu$ m, 125 mm × 4,0 mm (codice Agilent Technologies 7982618-564).
Solventi	Acqua bidistillata per HPLC e acetonitrile.
Campione	Il campione isocratico standard Agilent Technologies (codice Agilent Technologies 01080-68704). Esso contiene 0,15 peso % di dimetilftalato, 0,15 peso % di dietilftalato, 0,01 peso % di bifenile e 0,03 peso % di o-terfenile disciolto in metanolo.

## Preparazione del sistema HPLC

- 1 Riempire una bottiglia di solvente con acqua bidistillata (canale A) e l'altra con acetonitrile (canale B).
- 2 Accendere la lampada del rivelatore ed utilizzare il pulsante On/Off [F7] dalla finestra Analysis.
- **3** Nel caso si lavori con una pompa quaternaria, attivare il sistema di degasaggio premendo l'interruttore di alimentazione.
- **4** Spurgare la pompa. Per ulteriori informazioni vedere Capitolo 3 "Come usare la pompa".
- **5** Lasciare trascorrere almeno 15 minuti in modo che sul rivelatore si ottenga una linea di base stabile.
- **6** Versare il contenuto della fiala del campione isocratico standard Agilent Technologies in un vial e chiudere ermeticamente il vial con un tappo. Collocare il vial nella posizione 1 del vassoio portacampioni.
- 7 Pompare la fase mobile di acqua/acetonitrile (35/65 %) nella colonna per 10 minuti a una portata di 2 ml/min.

#### Inserimento dei parametri

Per impostare l'analisi in gradiente è necessario impostare il sistema per HPLC ai valori di default e quindi modificare i parametri selezionati; gli altri parametri rimarranno ai valori default. Queste impostazioni dovranno poi essere salvate in un metodo chiamato GRAD.

In questo metodo, per fissare il gradiente del solvente si creerà una tabella dei tempi di esecuzione. Questa operazione può essere effettuata utilizzando la finestra Timetable, alla quale si accede mediante il pulsante Timetable [F2] dalla finestra di impostazione della pompa (Pump Settings).

L'esempio presuppone che la finestra Timetable sia vuota. Se Timetable non è vuota utilizzare la voce All Lines alla quale si accede premendo il pulsante Delete.

- 1 Accedere alla finestra Analysis.
- 2 Impostare l'intervallo dei vial da 1 a 1.
- 3 Fissare a 1 il numero delle iniezioni.
- 4 Saltare il campo relativo al nome del metodo
- 5 Selezionare il pulsante Settings [F1].
- 6 Dal menu, selezionare HPLC System.
- 7 Premere il tasto Enter.
- 8 Selezionare il pulsante Default [F7] e selezionare il pulsante Yes per caricare i valori di default.
- 9 Premere il tasto Esc per accedere alla finestra Analysis.
- 10 Nella finestra Analysis, specificare i seguenti valori:
- 11 Selezionare il pulsante Settings [F1].
- 12 Nel menu, selezionare BIN o QUAT Pump.

Se si lavora con una pompa quaternaria, impostare % B su 65 <br/>e % C e % D su OFF.

Se si lavora con una pompa binaria, impostare %B su 65.

Tavola 3	Valori nella finestra An	Valori nella finestra Analysis		
	Parametro	Valore		
	Flow	1,5 ml/minuto		
	Detection wavelength	254 nm		
	Injection volume	1 µl		
	Stoptime	5 min		
NOTA	I canali di un sistema del tipo di pompa). % %D). Se non si specifi	I canali di un sistema di pompaggio sono denominati A, B, C e D (a seconda del tipo di pompa). %A viene automaticamente calcolata al 100% - (%B + %C + %D). Se non si specificano valori per %B, %C e %D, %A è sempre pari al 100%.		
	13 Selezionare il pulsant	Selezionare il pulsante Pressure.		
	14 Impostare il limite ma	Impostare il limite massimo della pressione a 400 bar.		
	15 Selezionare il pulsant	Selezionare il pulsante Done.		
	16 Selezionare il pulsant	e Timetable.		
	17 Selezionare il pulsant	te Insert.		
	18 Specificare un valore	di 2 minuti e selezionare l'impostazione Composition.		
	Se si lavora con una p mentre %C e %D su 0,	oompa quaternaria, fissare la composizione di %B su 65, 00.		
	Se si lavora con una p	pompa binaria, fissare la composizione di %B su 65.		
	19 Selezionare il pulsant	e Enter per accettare gli inserimenti (tasto di azione F7).		
	20 Specificare le seguen	ti informazioni sulle due righe seguenti:		
	time 4 : %B = 95			
	time 5 : %B = 65			
	21 Premere il pulsante I programmazione.	Oone e verificare gli inserimenti nella tavola di		
	<b>22</b> Premere il tasto Esc i	fino a quando non ci si troverà nella finestra Analysis.		

 Esecuzione di un'analisi in gradiente

 Inserimento dei parametri

 NOTA

 Usare Enter per salvare il contenuto delle linee della tavola di programmazione.

 Usare Done quando tutte le linee sono state inserite.

 Premendo il pulsante Esc si ritorna alla finestra precedente.

# Salvataggio delle impostazioni di un metodo

- 1 Scegliere il pulsante Method [F3] dalla finestra Analysis.
- 2 Selezionare il pulsante Save As [F8].
- **3** Inserire il nome del metodo GRAD utilizzando i tasti di selezione (vedere anche "Attribuzione di un nome al metodo" a pagina 40).
- 4 Premere il pulsante Done [F6] per salvare il metodo.
- **5** Premere il tasto ESC per tornare alla finestra Analysis.

	Lettura del cromatogramma	
1	Selezionare il pulsante Plot [F6] dalla finestra Analysis.	
2	<b>2</b> Premere il pulsante Select [F6].	
3	Selezionare un segnale dalla casella di riepilogo Available Signals.	
4	Premere il tasto Enter.	
NOTA	Possono essere selezionati diversi segnali per volta. La funzione grafica visualizzerà tutti i segnali che compaiono nella casella di riepilogo Selected Signals. Utilizzare i tasti di selezione per spostarsi fra le caselle di riepilogo e premere il tasto Enter per spostare i segnali da una casella all'altra.	
5	Selezionare il pulsante Done [F6] per visualizzare il cromatogramma.	
6	Premere il tasto Esc per ritornare alla finestra Analysis.	
7	Premere il pulsante Start [F8].	
8	Selezionare OK per confermare il numero di vial e di iniezioni e premere il tasto Enter per avviare l'analisi.	
9	Premere il pulsante Plot [F6] per visualizzare il cromatogramma.	
	Un cromatogramma in gradiente tipo per questo genere di analisi è riportato nella Figura 17.	
	Il profilo del cromatogramma può presentare leggere variazioni dovute al tipo di colonna usata. Le differenze nei tempi di ritenzione o nelle aree dei picchi fra il cromatogramma ottenuto e quello riportato nella Figura 17 possono essere il risultato di variazioni di concentrazione del campione da lotto a lotto, della qualità del solvente usato e della temperatura della colonna.	
	Confrontando questo cromatogramma con quello riportato nel Capitolo 9 "Esecuzione di un'analisi isocratica", si noterà che il gradiente del solvente ha ridotto i tempi di eluzione del quarto picco.	
NOTA	La scala del grafico può essere variata tramite il pulsante Rescale [F7] oppure i tasti del cursore; inoltre si può definire la finestra grafica dalla finestra Setup.	
Esecuzione di un'analisi in gradiente Lettura del cromatogramma



### 145

## Avvio dell'analisi

**NOTA** L'analisi può essere avviata premendo il pulsante Start [F8] dalla finestra Samples, System o Status.

- **1** Accedere alla finestra Analysis.
- 2 Selezionare il pulsante Start [F8].
- **3** Selezionare OK per confermare il numero di vial e di iniezioni e premere il tasto Enter per avviare l'analisi.

## 11

# Analisi di vial in sequenza

Come impostare le analisi di più vial con uno o più metodi

## Analisi di più vial con un metodo

Questa sezione descrive come si imposta l'analisi di 25 vial con una iniezione per ogni vial. Deve essere utilizzato un unico metodo creato in precedenza. I campioni si trovano nelle posizioni da 1 a 25 del vassoio del campionatore automatico. Per ulteriori dettagli, Consultare la sezione "Come utilizzare i metodi" a pagina 39.

- 1 Accedere alla finestra Analysis.
- 2 Impostare l'intervallo dei vial da 1 a 25.
- 3 Impostare su 1 il numero delle iniezioni.
- 4 Selezionare il metodo da usare tramite i pulsanti di scorrimento (↓♥).
- 5 Selezionare il pulsante Start [F8].
- **6** Selezionare OK per confermare il numero di vial e di iniezioni e premere il tasto Enter per avviare l'analisi.

## Analisi di più vial con diversi metodi

Questa sezione descrive come si imposta un'analisi a 50 vial utilizzando tre metodi precedentemente creati chiamati nell'esempio MET1, MET2 e MET3. Per esempio: MET1e MET2 hanno le stesse impostazioni analitiche ma differiscono per volume di iniezione e valori di arresto. MET3 agisce a una temperatura diversa e richiede un tempo di attesa di 30 minuti prima che il sistema HPLC si equilibri.

**NOTA** Questo modo di combinare i metodi si chiama *Sequenza*.

- I primi 20 vial vengano analizzati con MET1 e con un'iniezione per vial,
- I successivi 20 vengano analizzati con MET2 e con due iniezioni per vial,
- Gli ultimi 10 vial vengano analizzati con MET3 e con tre iniezioni per vial.

I vial si trovano nelle posizioni da 1 a 50 del vassoio del campionatore automatico.

L'esempio presuppone che la tavola di sequenza sia vuota. Se la tavola di sequenza non è vuota utilizzare la voce All Lines, alla quale si accede premendo il pulsante Delete [F6].

- 1 Selezionare Sequence [F4] dalla finestra Analysis.
- 2 Per la linea di sequenza 1, selezionare il pulsante Insert [F7] ed inserire i seguenti valori.

Vial Range	1 to 20
#Inj. 1	1
Inj. Vol.	Default
Method	MET1

3 Selezionare il pulsante Enter per accettare gli inserimenti.

Analisi di vial in sequenza Analisi di più vial con diversi metodi

4 Per la riga 2 della sequenza, specificare quanto segue.

Vial Range	21 to 40
#Inj.	2
Inj. Volume	Default
Method	MET2

- 5 Selezionare il pulsante Enter per accettare gli inserimenti.
- 6 Per la riga 3 della sequenza, specificare quanto segue.

Vial Range	$41 \ {\rm to} \ 50$
#Inj.	3
Inj. Volume	Default
Method	MET3
Wait	30 minutes

- 7 Selezionare il pulsante Done [F6] per inserire le impostazioni della linea di sequenza 3 e completare la sequenza.
- 8 Selezionare il pulsante Start [F8] dalla finestra Sequence.
- 9 Selezionare il pulsante OK per avviare la sequenza.

## Sequenze di calibrazione a livello singolo

Il procedimento che segue descrive come impostare una sequenza di calibrazione per un'analisi che utilizza la calibrazione a livello singolo.

Si analizzeranno standard di calibrazione (C) e 9 campioni (S).

L'analisi richiede che:

- ogni campione venga analizzato due volte,
- lo standard di calibrazione (S) venga analizzato una volta prima dei campioni e rianalizzato un'altra volta ogni due campioni,

S C C S C C S C C S C C S C

- lo standard di calibrazione si trovi alla posizione 90 ed i 9 vial di campione si trovino alle posizioni da 1 a 9 del vassoio portacampioni,
- MET1 sia il metodo usato per i campioni e gli standard.

L'esempio presuppone che la tavola di sequenza sia vuota. Se la tavola di sequenza non è vuota utilizzare la voce All Lines, alla quale si accede premendo il pulsante Delete [F6].

- 1 Selezionare Sequence [F4] dalla finestra Analysis.
- 2 Per la linea di sequenza 1, selezionare il pulsante Insert [F7] ed inserire i valori che seguono.

Vial Range	1 to 9
#Inj.	2
Inj. Volume	Default
Method	MET1

- **3** Selezionare il pulsante Calibration [F1] per visualizzare la finestra Calibration Settings per la linea di sequenza 1, quindi scegliere Edit.
- 4 Specificare le seguenti informazioni.

Calibration vial		
range	90 to 90	
Number of		
injections	1	

## Analisi di vial in sequenza Sequenze di calibrazione a livello singolo

Calibration method	MET1
Recalibrate every	2 vials multi
Before	On
After	On

- 5 Premere il pulsante Done [F6] finché compare la finestra Sequence.
- 6 Selezionare il pulsante Start [F8] dalla finestra Sequence.
- 7 Premere il tasto Enter per avviare la sequenza.

## Sequenze di calibrazione a più livelli

La sezione che segue descrive come si impostano le sequenze di calibrazione per le analisi che utilizzano la calibrazione multilivello.

# Ricalibrazione con lo stesso gruppo di standard

Si lavora con tre standard di calibrazione a diversa concentrazione (S1, S2, S3) e 15 campioni (C10 - C24), gli standard e i campioni vengono analizzati usando lo stesso metodo.

L'analisi richiede che:

- ogni campione venga analizzato una volta,
- gli standard di calibrazione vengano analizzati due volte prima dei campioni e vengon rianalizzati due volte ogni 5 campioni,

S1 S2 S3 C10-C14 S1 S2 S3 C15-C19 S1 S2 S3 C20-C24 S1 S2 S3

- gli standard di calibrazione siano collocati nelle posizioni da 90 a 92 del vassoio dell'autocampionatore,
- i 15 vial di campione siano collocati nelle posizioni da 10 a 24 del vassoio dell'autocampionatore,
- campioni e standard vengano analizzati con il metodo MET1.

L'esempio presuppone che la tavola di sequenza sia vuota. Se la tavola di sequenza non è vuota utilizzare la voce All Lines, alla quale si accede premendo il pulsante Delete [F6].

- 1 Selezionare Sequence [F4] dalla finestra Analysis.
- 2 Per la linea di sequenza 1, selezionare il pulsante Insert [F7] ed inserire i valori che seguono.

Vial Range	10  to  24
#Inj	2
Inj. Volume	Default
Method	MET1

- **3** Selezionare il pulsante Calibration [F1] per visualizzare la finestra Calibration Settings per la linea di sequenza 1, quindi scegliere Edit.
- 4 Specificare le seguenti informazioni:

Calibration vialrange90 to 92

## Analisi di vial in sequenza Ricalibrazione con lo stesso gruppo di standard

2
MET1
5 vials multi
On
Off

- 5 Selezionare il pulsante Done [F6] per accettare gli inserimenti.
- 6 Selezionare il pulsante Start [F8] dalla finestra Sequence.
- 7 Premere il tasto Enter per avviare la sequenza.

Ora il campionatore automatico inietterà:

- due volte ciascuno i tre standard di calibrazione,
- due volte ciascun vial di campione da 10 a 14,
- due volte i tre standard di calibrazione,
- due volte ciascun vial di campione da 15 a 19,
- due volte i tre standard di calibrazione,
- due volte ciascun vial di campione da 20 a 24, e
- due volte i tre standard di calibrazione.

# Ricalibrazione con gruppi di standard multipli

Si devono analizzare due tipi diversi di campione, A e B.

L'analisi del campione di tipo A richiede l'iniezione di 5  $\mu l$ e un tempo di arresto di 8 minuti.

L'analisi del campione di tipo B richiede l'iniezione di  $2\,\mu l$ e un tempo di arresto di 5 minuti.

Nel caso del campione di tipo A:

- si lavora con 3 standard di calibrazione a diversa concentrazione e 6 campioni,
- ogni campione deve essere analizzato una volta,
- gli standard di calibrazione (S1-S3) vengano analizzati due volte e rianalizzati ogni 2 campioni (C7-C12),

 $S1 \; S2 \; S3 \; \; C7 \; C8 \; \; S1 \; S2 \; S3 \; \; C9 \; C10 \; \; S1 \; S2 \; S3 \; \; C11 \; C12 \; \; S1 \; S2 \; S3$ 

- gli standard di calibrazione del tipo A devono trovarsi alle posizioni 1, 2 e 3 del vassoio portacampioni ed i 6 vial di campione devono trovarsi alle posizioni da 7 a 12,
- gli standard di calibrazione e i campioni usano entrambi il metodo MET1.

Nel caso del campione di tipo B:

- si lavora con 3 standard di calibrazione di diversa concentrazione e 9 campioni,
- ogni campione deve essere analizzato una volta,
- gli standard di calibrazione (S1-S3) devono essere analizzati due volte e rianalizzati ogni 3 campioni (C13-C21),

S1 S2 S3 C13-C15 S1 S2 S3 C16-C18 A1 A2 A3 C19-C21 S1 S2 S3

- gli standard di calibrazione del tipo B devono trovarsi alle posizioni 4, 5 e 6 del vassoio portacampioni ed i 9 vial di campioni devono trovarsi alle posizioni da 13 21,
- gli standard di campione e di calibrazione di tipo B usano metodi diversi,

## Analisi di vial in sequenza Ricalibrazione con gruppi di standard multipli

Per i campioni si usa MET2 e per gli standard di calibrazione MET3. I due metodi hanno gli stessi parametri analitici e differiscono solo nel tempo di arresto dell'analisi.

L'esempio presuppone che la tavola di sequenza sia vuota. Se la tavola di sequenza non è vuota utilizzare la voce All Lines, alla quale si accede premendo il pulsante Delete [F6].

- 1 Selezionare Sequence [F4] dalla finestra Analysis.
- 2 Per la linea di sequenza 1, selezionare il pulsante Insert [F7] ed inserire i valori che seguono.

Vial Range	7 to 12
#Inj.	1
Inj. Volume	Default
Method	MET1

- **3** Selezionare il pulsante Calibration [F1] per visualizzare la finestra Calibration Settings per la linea di sequenza 1, quindi scegliere Edit.
- 4 Specificare le seguenti informazioni:

~	
Calibr. Vial Range	1 to 3
#Inj.	2
Inj. Volume	Default
Calibr. Method	MET1
Recalibrate	
every	2 vials multi
Before	On
After	Off

- 5 Selezionare il pulsante Done [F6] per accettare gli inserimenti.
- **6** Spostare la barra evidenziata alla linea 2 (premendo il tasto di selezione verso il basso) e premere il tasto Enter.
- 7 Per la riga 2 della sequenza, specificare:

Vial Range	13 to 21
#Inj.	1

Analisi di vial in sequenza Ricalibrazione con gruppi di standard multipli

Inj. Volume	Default
Method	MET2

- 8 Selezionare il pulsante Calibration [F1] per visualizzare la finestra Calibration Settings per la linea di sequenza 2, quindi scegliere Edit.
- 9 Specificare le seguenti informazioni.

Calibr. Vial	
Range	4 to 6
#Inj	2
Inj. Volume	Default
Calibr. Method	MET3
Recalibrate	
every	3 vials multi
Before	On
After	Off

- 10 Selezionare il pulsante Done [F6] per accettare gli inserimenti.
- 11 Selezionare il pulsante Start [F8] dalla finestra Sequence.
- **12** Premere il tasto Enter per avviare la sequenza.

Ora il campionatore automatico analizza:

- per due volte gli standard di calibrazione A,
- i campioni di tipo A nei vial 7 e 8,
- per due volte gli standard di calibrazione di tipo A,
- per una volta i campioni di tipo A nei vial 9 e 10,
- per due volte gli standard di calibrazione A,
- per una volta i campioni di tipo A nei vial 11 e 12,
- per due volte gli standard di calibrazione di tipo A,
- per due volte tre standard di calibrazione di tipo B,
- per una volta i campioni di tipo B nei vial 13, 14 e 15,
- per due volte tre standard di calibrazione di tipo B,
- per una volta i campioni di tipo B nei vial 16,17 e 18,

## Analisi di vial in sequenza Ricalibrazione con gruppi di standard multipli

- per due volte i tre standard di calibrazione di tipo B,
- per una volta i campioni di tipo B nei vial 19, 20 e 21;
- per due volte tre standard di calibrazione di tipo B.

# Sincronizzazione delle analisi con dispositivi esterni

Tramite un connetore APG remoto il sistema può essere collegato a dispositivi esterni in modo da sincronizzare le analisi. Ciò si rende necessario quando un dispositivo esterno ha bisogno di un po' di tempo per prepararsi ad una nuova analisi e quindi è indispensabile la trasmissione di avvio richiesta (vedere anche "Collegamento di dispositivi esterni" a pagina 55 per una descrizione particolareggiata delle modalità di sequenza).

Quando si esegue un'analisi premendo il pulsante Start [F8] comparirà una finestra dalla quale sarà possibile scegliere le modalità di sequenza.

In ogni caso effettuare tutta la preparazione per l'analisi dal modulo di controllo.

NOTAIl comando "Start", in genere impartito dal campionatore automatico, viene<br/>usato per avviare la sequenza analitica dal punto di iniezione.<br/>Il "Start Request" fa sì che il campionatore automatico afferri il vial successivo<br/>e lo posizioni sotto l'ago di iniezione (vedere anche "Connettore APG remoto"<br/>a pagina 55 e "Ottimizzazione delle prestazioni del campionatore" a pagina 89)<br/>Il pulsante "Start" [F8] del modulo di controllo viene usato per avviare l'analisi<br/>di un gruppo di vial oppure una sequenza di analisi.

## Standard

Nella modalità standard l'analisi è gestita dal modulo di controllo che impartirà un comando di Start Request al campionatore automatico non appena tutti i moduli saranno pronti per l'analisi successiva. Il campionatore automatico emette il comando Start al punto di iniezione. Con un campionatore automatico Agilent 1100 integrato nel sistema e senza dispositivi esterni, questa è la modalità di funzionamento normale.

## Invio di una richiesta di avvio singola

Non appena si avvia l'analisi con il modulo di controllo, quest'ultimo produce una richiesta di avvio singola sulle linee di APG remoto. Ciò consente di azionare il dispositivo esterno che inizierà le iniezioni inviando un segnale di avvio. Il gruppo di vial o la sequenza verranno iniziati dal modulo di controllo,

## Analisi di vial in sequenza Sincronizzazione delle analisi con dispositivi esterni

ma il dispositivo esterno deve comunque impartire un comando di avvio ad ogni nuova iniezione.

### Invio di una richiesta di avvio esterna singola

Figura 18



In questa modalità il modulo di controllo terrà semplicemente sotto controllo l'andamento dell'analisi di un gruppo di vial o di una sequenza. Esso indicherà il campione, la modifica delle linee di sequenza, il caricamento dei metodi o altre azioni legate alla sequenza per ogni analisi.

## Invio di richieste di avvio ripetute

Questo fa sì che il modulo di controllo produca richieste di avvio prima di ogni analisi. Il dispositivo esterno avvia ogni iniezione inviando un segnale di avvio alla linea di APG remoto. Ciò significa che, dopo che la programmazione sul modulo di controllo viene completata e che il pulsante Start [F8] è stato premuto, è stata emessa una richiesta di avvio prima di ogni analisi ed il dispositivo esterno deve impartire un comando Start per l'inizio del processo di iniezione.



Anche in questo caso il modulo terrà semplicemente sotto controllo l'andamento dell'analisi.

## Attesa di richiesta di avvio singola (esterna)

Dopo che il pulsante Start [F8] è stato premuto, il campionatore automatico attende che venga inviata una richiesta di avvio singola esterna sulle linee di APG remoto. Una volta ricevuta la richiesta di avvio, l'intero gruppo di vial o Analisi di vial in sequenza Sincronizzazione delle analisi con dispositivi esterni

la sequenza vengono analizzati come nella modalità standard sotto la supervisione del modulo di controllo.

### Attesa di richiesta di avvio singola esterna



## Attesa di richieste di avvio ripetute

Dopo che il pulsante Start è stato premuto [F8] il campionatore automatico attende che venga inoltrata una richiesta di avvio prima di ogni vial o prima della sequenza. La richiesta deve provenire da un dispositivo esterno. Questa modalità è necessaria quando il dispositivo esterno ha bisogno di più tempo per prepararsi all'analisi successiva e quindi deve poter gestire l'evento di avvio.

### Figura 21 Attesa di richieste di avvio esterne ripetute



#### NOTA

Figura 20

Un rivelatore a lunghezza d'onda variabile o un rivelatore a serie di diodi della Serie Agilent 1100 effettuano un procedimento di equilibrazione (se Auto Balance è impostata in Prerun nella finestra More ... Settings) quando ricevono un comando di avvio dal modulo di controllo. Ciò avviene solo nelle modalità Standard e Wait for single (repeated) start request. Nelle modalità Send single (repeated) start request NON verrà effettuato alcun procedimento di equilibrazione prima dell'analisi. Se è necessario effettuare una normale equilibrazione, impostare la casella di controllo Auto Balance in Postrun.

## **12**

## Esecuzione di un programma per l'iniettore

Come creare un programma per l'iniettore

## Creazione di un programma per l'iniettore

Il programma per l'iniettore fa parte del metodo. È possibile accedere alla finestra di programmazione dell'iniettore utilizzando il pulsante Inj. Program [F3] dalla finestra Autosampler Settings.

Il programma per l'iniettore descritto in questa sezione effettua la preparazione dei campioni con una reazione di derivatizzazione precolonna. Questo è necessario quando gli analiti sono privi di cromofori nella loro struttura chimica e quindi non possono essere rilevati con sufficiente sensibilità.

I passi necessari per creare il programma per l'iniettore sono i seguenti:

- predisporre il sistema HPLC sulle impostazioni predefinite,
- modificare le impostazioni dell'iniettore dalla finestra Inj. Program; le altre impostazioni rimarranno ai valori di default,
- salvare il metodo assegnandogli il nome DERIV.

Quando si avvia il metodo DERIV, viene eseguito prima il programma, poi l'analisi.

La prima operazione del programma consiste nell'aspirare il reagente di derivatizzazione nel capillare ad ago, il campione e quindi, di nuovo, il reagente. Per essere sicuri che il reagente ed il campione reagiscano in maniera efficace, lo stantuffo del dispositivo di misurazione del campionatore automatico deve essere spostato avanti e indietro. Questa operazione miscela il campione ed il reagente mentre si spostano su e giù all'interno del capillare. Dopo la miscelazione, il processo di derivatizzazione richiede un pausa per consentire il completamento della reazione prima che il campione derivatizzato sia iniettato nella colonna.

# Inserimento dei parametri di programmazione dell'iniettore

- 1 Accedere alla finestra Analysis.
- 2 Selezionare il pulsante Settings [F1].
- 3 Dal menu, selezionare HPLC System.
- 4 Selezionare il pulsante Default [F6] e quindi il pulsante Yes per caricare i valori di default.
- 5 Premere il tasto Esc per ritornare al menu Analysis.
- 6 Selezionare il pulsante Settings [F1].
- 7 Dal menu, selezionare Autosampler.
- 8 Selezionare il pulsante Inj.Program [F3] per visualizzare la finestra Program.
- 9 Per la linea di programmazione 1, selezionare il pulsante Insert [F7].
- **10** Selezionare la funzione DRAW ed inserire i parametri di aspirazione descritti nella Tavola 4.
- 11 Selezionare il pulsante Enter [F7] per accettare gli inserimenti.
- **12** Ripetere la procedura per le altre funzioni fino al completamento del programma.
- 13 Premere il tasto Esc per ritornare alla finestra Settings.

## Il programma per l'iniettore

La Tavola 4 a pagina 166 descrive le linee del programma per l'iniettore che completeranno la reazione di derivatizzazione richiesta.

Riga	Funzione	Parametri	Nota
1	DRAW	2 μl (AMOUNT) from Air (SOURCE)	Aspirare 2 µl di aria nel capillare ad ago per separare la fase mobile del capillare dal campione.
2	DRAW	1 μl (AMOUNT) from vial 1(SOURCE)	Aspirare 1µl del reagente di derivatizzazione (dal vial n. 1 dell'autocampionatore) e trasferirlo nel capillare ad ago.
3	Wash	in vial 2 (VIAL), 1 time (Cycles)	Lavare l'estremità ad ago nel vial di lavaggio n. 2.
4	DRAW	2 µl (AMOUNT) from sample (SOURCE)	Aggiungere 2 µl di campione )nel vassoio del campionatore automatico) al volume di derivatizzazione già nel capillare dell'ago.
5	Wash	in vial 2 (VIAL), 1 time (CYCLE)	Lavare l'estremità ad ago nel vial di lavaggio n. 2.
6	DRAW	1 μI (AMOUNT) from vial 1 (SOURCE)	Aggiungere 1 µl di reagente di derivatizzazione (dal vial n. 1 dall'autocampionatore) al reagente derivatizzazione e al campione presenti nel capillare ad ago.
7	MIX	6 μl (AMOUNT) in seat (SOURCE), at 500 μl/min (SPEED), 8 times (REPEAT)	Miscelare nella sede 6 µl, ripetendo l'operazione 8 volte, a una velocità 500 µl/minuto.
8	WAIT	0.5 minutes (WAIT)	Attendere per 0,5 minuti la reazione completa della miscela.
9	INJECT		Iniettare la miscela e avviare l'anali

## Tavola 4

## Memorizzazione del metodo

- 1 Selezionare il pulsante Method [F3] dalla finestra Analysis.
- 2 Selezionare il pulsante Save As [F8].
- **3** Inserire il nome del metodo DERIV utilizzando i tasti di selezione (vedere anche "Attribuzione di un nome al metodo" a pagina 40).
- 4 Premere il pulsante Done [F6] per salvare il metodo.
- 5 Premere il tasto Esc per ritornare alla finestra Analysis.

Il programma dell'iniettore fa ora parte del metodo DERIV e può essere avviato selezionando il pulsante Start [F8] dalla finestra Analysis.

Esecuzione di un programma per l'iniettore Memorizzazione del metodo

## **Indice analitico**

#### A

accensione della lampada, 114 accensione/spegnimento comparto della colonna, 118 add pulsanti, 35 aggiornamento del firmware, 58 moduli per HPLC, 60 modulo di controllo, 59 parte residente, funzionamento, 60 aggiornamento firmware trasferimento, 60 Agilent su internet, 182 ago, lavaggio, 89 allineamento braccio di trasporto, 92 ampiezza di banda, 107, 108 analisi automatizzata, 46 automatizzate, 46 avvio, 135, 146 gradiente, 137 isocratica, 127 programmazione a tempo, 45 vial multipli, 147 analisi automatizzati, 46 analisi di più vial, 147 analisi in gradiente, 137, 140, 144 analisi isocratica, 127 APG Remoto accensione, 55 avvio, 56 preparazione, 56 pronto, 56 richiesta avvio, 56 spegnimento, 55 stop, 55 arresto della pompa, 77 arretra di uno spazio, 41 asse del tempo, 48 asse unità segnale, 49 asse x, 48 asse y, 49 attivazione/disattivazione segnale, 49 auto-on, 36 avvio di un'analisi, 135, 146 avvio segnale, 160 avvio segnale richiesta, 160 avvio, pulsante, 160

avviso di manutenzione preventiva (EMF), 16, 26, 79 impostazione limiti, 52 indicatore, 51 indicatori, 61 registro elettronico, 52 azioni finali, 46

#### В

boot loader, firmware, 63 buttons copy >>, 43 cursor, 49 metodo, 39

#### С

calibrazione, 46, 151, 153 livello singolo, 151 lunghezza d'onda, 115 multilivello, 153 rivelatore, 115 seguenza di analisi, 151, 153 calibrazione della lunghezza d'onda. 115 calibrazione multilivello, 154 campion, 88 campionatore automatico abbreviazione del tempo di an. 89 braccio di trasporto, allineamento, 92 configurazione, 88 contatti esterni, 88 correzione teta, 92 correzione x, 92 default. 94 impostazioni, 91 iniezioni sovrapposte, 89 inserimento impostazioni, 89 interfacce, 88 lavaggio dell'ago, 89 modalità di iniezione, 89 modalità di lavaggio, 89 ottimizzazione, 89 posizione di aspirazione, scarto, 89 prefetch, 89 programma dell'iniettore, 89 reimpostazione, 94 risoluzione di problemi, 95 segnali ausiliari, 91

storico, 93 tavola di programmazione, 89 tempi di esecuzione, 89 termostato, 91 test. 95 uso. 87 velocità di aspirazione, 89 velocità di emissione, 89 vial di lavaggio, 89 vial mancante, 88 volume della sede dell'ago, 88 volume della siringa, 88 volume di iniezione, 89 campionatore automatico termostatato, 91 dissipatore, 91 grafico, 91 parametri, 91 segnali, 91 segnali visualizzati, 91 temperatura dell'ambiente, 91 ventola del dissipatore, 91 campione quantità, 102 campione isocratico standard, 128 CAN (Controller Area Network), 34 canali, 73 cancellazione di tutti i metodi, 43 cancellazione di un metodo, 42 caratteri alfabetici. 21 caratteri alfanumerici, 21, 41 caratteristiche, 16 ChemStation Agilent, 55 caratteristiche. 64 limitazioni. 64 codice, 17, 51 coesecuzione, 64 colonna. 128 comparto della colonna Colonna, 128 configurazione, 119 identificazione, 120 identificazione colonna, 123 identificazione della colonna. 120 impostazioni, 118 modalità. 121 modalità del riscaldatore, 121 on/off, 118

reimpostazione, 123 risoluzione di problemi, 122 storico, 122 storico identificazione, 123 test. 122 uso, 117 valvola di selezione della colonna, 121 composizione del solvente, 73, 129 compressibilità, 74 configurazione. 36 conformità alle norme di GLP, 16 connettore APG remoto interfaccia, 55 contrasto, 35 correzione teta, 92 correzione x. 92 cromatogramma, 144 cursor button, 49 cursore, 49

#### D

date and time, 35 di scelta rapida, 22 diagnostica interna, 37 dimensioni carta, 53 display, 48 contrasto, 35 impostazioni, 35 dispositivi esterni, 55 disposizione pagina, 53

#### Е

equilibrio, 109 esecuzione di un programma per l'iniettore, 163 esecuzione di un'analisi, 127 esecuzione, pulsante, 60 etichetta, 120 etichetta di identificazione, 120

#### F

finestra analysis, 22 plot, 29 samples, 27 finestra Analysis stampa, 53 finestra analysis, 22 impostazione di view, 35 impostazioni, 23 informazioni. 23 moduli visualizzati. 35 struttura menu, 24 finestra grafica, 48 asse del tempo, 48 asse unità segnale, 49 asse x. 48 asse v. 49 cursore, 49 ingrandimento massimo, 49 modifica scala. 48 mostra/nascondi segnali, 49 segnale attivo, 49 stampa, 53 stampa grafico, 50 valori x / y, 49 visualizzazione di valori esatti, 49 finestra Plot, 48 finestra plot, 29 finestra Samples stampa, 53 finestra samples, 27 finestra status. 27 finestra system informazioni, 26 struttura del menu. 27 finestre analisi, 22 analysis, 23, 24 config, 53 grafica, 48 metodo, 54 plot, 22 programma, 54 registrazione, 51 samples, 22 sequenza, 46 sistema. 22 stato, 22 status, 27 system, 26 timetable, 40 view. 23 finestre di stampa, 53 firmware

controllo versione, 62 modalità di funzionamento, 61 modalità residente, 61 numero di versione. 62 versione, 51 firmware operativo, 60 firmware residente, 60 firmware, aggiornamento, 58 controllo versione, 62 esecuzione, 60 firmware boot loader. 63 firmware operativo, 62 modalità di commutazione, 61 numero di versione, 62 preparazione, 61 scelta file, 60 fluorescenza, rivelatore, 105

#### G

garanzia dichiarazione, 175 responsabilità di Agilent Technologies, 177 servizi, 177 generale, funzioni, 35 grafica, 48 guida, 18 guida in linea, 18

#### Н

HPLC, sistema per configurazione, 36

#### I

icone EMF, 26, 51 identificazione moduli, 51 impostazione di registri elettronici, 51 impostazione di view, 35 impostazione stampante, 53 impostazioni rivelatore a fluorescenza, 107 rivelatore a lunghezza d'onda multipla, 108 rivelatore a serie di diodi, 107 rivelatore a dindice di rifrazione, 108 rivelatori, 107 ingrandimento, finestra grafica, 49 iniettore, programma, 89 iniezione manuale, valvola, 97 riempimento loop, 100 iniezioni sovrapposte, 89 inizializzare, 43 inserimento, pulsante, 149 interfacce, 55 BCD. 55 connettore APG remoto, 55 **GPIB**, 55 MIO. 55 seriale/RS232, 55 interfaccia BCD, 55 interfaccia GPIB, 55 interfaccia MIO, 55 interfaccia RS232, 55 interfaccia seriale, 55 internet, 182

#### L

lampada on/off rivelatore a fluorescenza, 106 rivelatore a lunghezza d'onda variabile, 106 rivelatore a serie di diodi, 106 lampada, pulsante, 106 lavaggio dell'ago, 89 LED, 51 linea di base reimpostazione, 109 livello singolo, calibrazione, 151 loop del campione riempimento totale, 100

#### М

mandata del pistone, 75 manutenzione, 16, 51 margini, 53 menu contestualizzato, 19 method user ID, 42 metodo, 23 attribuzione di un nome, 40 cancellazione, 42 cancellazione, 42 cancellazione di tutti i metodi, 43 caricamento, 39 caricamento scheda PC, 43 come si lavora, 39

modifica, 40 protezione, 41 salvataggio, 41, 132, 143 salvataggio sulla scheda PC, 43 scambio con la scheda PC, 43 scheda PC, 39 stampa, 54 tipi. 39 metodo parziale, 40 metpdp metodo parziale, 40 misuratore di liquidi, 79 modalità di iniezione, 89 modalità di lavaggio, 89 modalità operativa, 61 modalità residente. 61 modalità standard, 160 modifica di un metodo, 40 modifiche di parametri, 51 Module Status, 24 moduli disponibili, 35 moduli visualizzati, 35 modulo di controllo caratteristiche, 16 ChemStation Agilent, 64 codice, 17 coesecuzione, 64 contrasto, 35 descrizione, 17 display, 35 firmware, aggiornamento, 59 funzioni generali, 35 installazione, 34 interfaccia utente. 22 lavoro. 33 limitazioni, 64 moduli disponibili, 35 moduli visualizzati. 35 numero di serie, 17 risoluzione di problemi, 37 software, 22 tasti. 17 modulo di identificazione della colonna. 120 multilivello, calibrazione, 153

#### Ν

numero di serie, 51

numero di serire, 17 numero versione controllo, 62

#### 0

on error, 36 on/off, 73 comparto della colonna, 118 pompa, 70 rivelatore a fluo, 106 rivelatore a lunghezza d'onda variabile, 106 rivelatore a serie di diodi, 106 sistema di degasaggio, 84 on/off, pulsante, 35, 73, 106 ottimizzazione del campionatore automatico, 89

#### P

PC. scheda caricamento del metodo, 43 scambio metodo, 43 percentuale di baud. 53 pinza, 92 pompa, 69 arresto, 77 camali e composizione, 141 canali e composizione. 73 impostazini, 71 mandata, 76 on/off, 70 pistone, 75 regolazione della compressibilità, 74 reimpostazione, 80 reimpostazione parametri, 81 risoluzione di problemi, 78 spurgo, 72 storico, 79 uso, 69 valvola, 72 prefetch, 89 previous pulsante, 19 programma dell'iniettore, 163 creazione, 164 esempio. 166 inserimento parametri, 165 stampa, 54

programmazione a tempo, 45 protezione di un metodo, 41 pulsante Add, 51 pulsante add. 35 pulsante Balance, 109 pulsante Calibration, 46 Pulsante Column ID, 120 pulsante di azzeramento, 109 pulsante di impostazione, 22 pulsante di ricerca, 18 pulsante EMF, 52 pulsante End actions, 46 pulsante Identify, 51 pulsante Interfaces, 55 pulsante Logbook, 46 pulsante Method, 39 pulsante Module, 39 pulsante Move, 48 pulsante on/off, 24, 118 pulsante plot, 24 pulsante Print, 54 pulsante Printer, 53 pulsante Records, 51 pulsante remove, 35 pulsante Rescale, 49 pulsante Restore, 49 pulsante Right, 120 pulsante Save as, 40 pulsante scheda PC, 43 pulsante selezione fil, 60 pulsante Sequence, 46 Pulsante Serial, 53 pulsante Settings, 40 pulsante Setup, 48, 54 pulsante Spooler, 54 pulsante Timetable, 45 pulsante View, 22 pulsante Write, 120 pulsanti, 18, 73 aggiunta, 51 allineamento, 92 analogici, 115 avvio, 160 azioni finali. 46 azzeramento, 94, 109 calibrazione, 46 configurazione. 36 destra, 120

elimina, 45 EMF. 52 equilibrio, 109 esecuzione, 60 fw update. 61 identificazione, 51 identificazione colonna, 120 impostazini, 23 impostazione, 48, 54 impostazioni, 22, 40 inizializza, 43 inserimento, 149 insert. 45 interfacce, 55, 88 lampada, 106 menu. 18 metodo, 23 modifica scale, 49 modulo, 39 on/off, 24, 35, 84, 106, 118 pagina, 53 plot. 24 previous, 19 registri, 51 registro elettronico, 46 reimpostazione, 80, 94 related, 19 remove/add. 35 rescale, 29 ricerca, 18 ripristino, 49 salva con nome. 40 scheda PC, 43 scrittura, 120 segnale, 95 selezione, 48 selezione colonna, 121 selezione file, 60 sequenza, 23, 46 seriale, 53 setup. 35 spooler, 54 spostamento, 48 stampa, 54 stampante, 53 start/stop. 23 tavola di programmazione, 23, 45 temp, 118

test, 78, 92, 95, 111, 122 trasferimento, 60 variazione scala, 144 view, 22, 23 pulsanti di accesso ai menu, 18 pulsanti on/off, 70 pulsanti view, 22 pulsate Page, 53 pulsate start/stop, 23

#### R

recalibration, 154 registri elettronici, 51 errori, 51 impostazioni, 51 manutenzione, 51 sistema, 52 stampa, 37, 53 registro degli errori, 51 registro elettronico comparto della colonna, 122 rivelatore, 112 seguenza di analisi. 46 registro elettronico del sistema, 52 registro elettronico della manutenzione, 51 regolazione di view, 35 reimpostazione campionatore automatico, 94 comparto della colonna, 123 parametri pompa, 81 pompa, 80 rivelatore, 113 valori di default del campionatore automatico, 94 reimpostazione, pulsante, 80, 94 related pulsante, 19 rescale, pulsante, 29 ricalibrazione alter/multi. 46 ricalibrazione con lo stesso gruppo di standard, 154 ricalibrazione multilivello standard multipli, 156 risoluzione di problemi campionatore automatico, 95 comparto della colonna, 122

modulo di controllo, 37 pompa, 78 registro elettronico, 37 rivelatore, 111 rivel. 107, 108 rivelatore fluorescenza, 105 linea di base, reimpostazione, 109 lunghezza d'onda variabile, 105 serie di diodi, 105 rivelatore a fluorescenza ampiezza del picco, 107 guadagno PMT, 107 impostazioni, 107 interfacce, 110 lampada on/off. 106 lunghezza d'onda di eccitazione, 107 lunghezza d'onda di emissione, 107 multi lunghezza d'onda, 107 reimpostazi, 109 reimpostazione, 113 risoluzione di problemi, 111 rivelazione fosforescenza, 107 scansione 3D, 107 storico, 112 test. 111 uscita analogica, 110 rivelatore a lunghezza d'onda multipla ampiezza del picco, 108 impostazioni, 108 larghezza di banda, 108 rivelatore a lunghezza d'onda variabile, 105 calibrazione della lunghezza d'onda, 115equilibrio, 109 impostazioni, 107 interfacce, 110 lampada on/off, 106, 114 lunghezza d'onda, 107 polarità del segnale, 107 reimpostazione, 113 reimpostazione della linea di base, 109 risoluzione di problemi, 111 routine di accensione della lampada, 114 spettro, 107

storico, 112 test. 111 uscita analogica, 110 rivelatore a serie di diodi, 105 ampiezza del picco, 107 equilibrio, 109 impostazioni, 107 interfacce, 110 lampada on/off, 106 larghezza di banda, 107 lunghezza d'onda, 107 reimpostazione, 113 reimpostazione della linea di base, 109risoluzione di problemi, 111 storico, 112 test. 111 uscita analogica, 110 rivelatore ad indice di rifrazione, 108 ampiezza del picco, 108 impostazioni, 108 temperatura della cella, 108 zero, 109

#### S

salvataggio del metodo, 132, 143 salvataggio di un metodo, 41 scarto posizione di aspirazione, 89 scheda PC inizializzazione, 43 inserimento ed estrazione, 38 salvataggio del metodo, 43 segnale accensione, 55 segnale attivo, 49 segnale di avvio, 56 segnale di avvio richiesta, 160 segnale di preparazione, 56 segnale di pronto, 56 segnale di richiesta avvio, 56 segnale di richieste di avvio esterno. 161 segnale di stop, 55 segnale spegnimento, 55 segnali ausiliari, 91 segnali disponibili, 48 segnali, pulsante, 95 selezione colonna, pulsante, 121 selezione segnali, 48

selezione, pulsante, 48 sequence registro elettronico, 46 sequenza, 46, 149, 151 calibrazione, 151, 153 ricalibrazione, 46 stampa, 54 sequenza di analisi, 23, 153 calibrazione, 46 pulsanti finali, 46 sequenza, modalità, 160 setup, pulsante, 35 sistema di degasaggio avvio. 84 cambi di solvente, 86 eliminazione delle bolle di gas. 85 lampada di stato, 84 on/off. 84 uso, 83 sistema di informazioni in linea, 18 sistema per HPLC aggiornamento firmware, 60 arresto programmato, 46 funzioni generali, 36 solventi, 86 solventi, cambio, 86 spurgo pompa, 72 procedimento, 73 valvola, 72 stampa eliminazione stampa, 54 grafico, 50, 53 interfacce, 55 numero di copie, 54 registri elettronici, 53 standard, campione isocratico, 128 storico campionatore automatico, 93 comparto della colonna, 122 pompa, 79 rivelatore, 112

#### Т

tasti alfanumerici, 21 azione, 21 descrizione, 17

direzione, 21 enter, 20 esc, 20 info. 18 menu. 19 navigazione, 20 numerici, 21 selezione, 21 tastiera, 21 tasti di direzione, 21 tasti di selezione, 21 tasti numerici, 21 tastiera, 21 tastiera alfanumerica, 21 tastiera numerica, 21 tasti-funzione funzione, 18 tasto del punto (.), 41 tasto di azione, 21 tasto di navigazione, 20 tasto enter, 20 tasto esc. 20 tasto i (info), 18 tasto m (menu), 19, 41 tavola di programmazione, 23, 45 campionatore automatico, 89 impostazione, 45 stampa, 54 tempi di funzionamento, 51 termostato, campionatore automatico segnali ausiliari, 91 test campionatore automatico, 92, 95 comparto della colonna, 122 rivelatore, 111 test, pulsante, 78, 92, 95, 122 testo dell'intestazione, 53 time and date. 35 timeout, 36 timetable copy/paste, 45 trasferimento, 61 trasferimento, pulsante, 60

#### U

unità. 36 uscita analogica rivelatore a fluorescenza, 115

rivelatore a lunghezza d'onda variabile, 115 rivelatore a serie di diodi, 115 user ID. 42 uso dei metodi. 39 uso del modulo di controllo, 33 usura, 79 V valori x / y, 49 valvola apertura, 72 campione, 102, 103 comparto della colonna, 121 iniezione, 99 manuale, 97 posizioni, 98 riempimento del loop, 104

riempimento loop del campione, 100 riempimento parziale del loop, 101 valvola di iniezione manuale, 97 valvola di iniezione manuale campione, 103 iniezione, 99 positions. 98 riempimento del loop del campione, 104 riempimento loop, 100 riempimento parziale del loop, 101 valvola di iniezione mauale campione. 102 valvola di selezione della colonna, 121 variazione scala, pulsante, 144 vassoi. 88 velocità di aspirazione, 89 velocità di emissione, 89 versione, numero, 62 versioni di modulo di controllo, 31 G1323A. 31 G1323B. 31 vial di lavaggio, 89 vial mancante, 88 view. 23 visualizzazione in forma grafica, 48 volume della sede dell'ago, 88 volume di iniezione, 89 volume di mandata, 76

volume siringa, 88

## Dichiarazione di garanzia

## Per tutti i prodotti per l'analisi chimica

Agilent Technologies garantisce i propri prodotti per analisi chimica esenti da difetti nei materiali e nella costruzione. Per i dettagli riguardanti il periodo di garanzia rivolgersi ad Agilent. Durante il periodo di garanzia, Agilent provvederà, a sua discrezione, alla riparazione o alla sostituzione dei prodotti difettosi. I prodotti installati da Agilent sono coperti da garanzia a partire dalla data di installazione, tutti gli altri dalla data di spedizione.

Se l'Acquirente programma o ritarda l'installazione di oltre 30 giorni dalla consegna del prodotto , il periodo di garanzia avrà inizio il  $31^{esimo}$  giorno dalla data di spedizione (o, rispettivamente, 60 e 61 giorni se si tratta di una spedizione internazionale).

Agilent garantisce che il software e il firmware Agilent destinati all'utilizzo con un'unità di elaborazione centrale (CPU) eseguiranno le istruzioni di programmazione se correttamente installati su quella CPU. Agilent non garantisce il funzionamento ininterrotto e senza errori della CPU, del software o del firmware.

## Limitazioni della garanzia

I servizi di assistenza presso il cliente vengono forniti sul luogo dell'installazione iniziale. L'installazione e l'assistenza sono limitate alle aree geografiche coperte da Agilent per tali servizi e al paese di acquisto iniziale, a meno che l'Acquirente non corrisponda una tariffa internazionale per il prodotto e i servizi. I tipi di garanzia che prevedono la restituzione ad Agilent non sono limitati al paese di acquisto.

Nel caso di installazioni e di servizi in garanzia al di fuori delle aree geografiche coperte da Agilent, Agilent provvederà a fornire una quotazione specifica per i servizi aggiuntivi.

Se i prodotti per i quali si ha diritto ai servizi di installazione e di assistenza presso il cliente vengono spostati da luogo dell'installazione iniziale, la garanzia manterrà la sua validità solo se il cliente acquista i servizi aggiuntivi di installazione e di ispezione per il nuovo sito.

La suddetta garanzia non verrà applicata in caso di difetti imputabili a:

1 manutenzione, regolazione, calibrazione o funzionamento impropri o

inadeguati da parte dell'Acquirente;

- 2 software, hardware, prodotti di interfaccia o di consumo forniti dall'Acquirente;
- 3 modifiche non autorizzate o uso improprio;
- 4 funzionamento al di fuori delle specifiche ambientali ed elettriche relative al prodotto;
- 5 preparazione o manutenzione impropria del sito di installazione;
- 6 contaminazione o perdite indotte dall'Acquirente.

NON VIENE PRESTATA ALTRA FORMA DI GARANZIA ESPRESSA O IMPLICITA. AGILENT RINUNCIA ESPRESSAMENTE A QUALSIASI GARANZIA IMPLICITA DI COMMERCIABILITÀ E IDONEITÀ PER UN DETERMINATO SCOPO.

## Limitazione dei rimedi e delle responsabilità

L'ACQURENTE HA DIRITTO ESCLUSIVAMENTE AI RIMEDI PERVISTI DALLA PRESENTE GARANZIA. IN NESSUN CASO AGILENT RISPONDE PER DANNI DIRETTI, INDIRETTI, SPECIALI, INCIDENTALI O STRAORDIARI (IVI COMPRESO IL MANCATO GUADAGNO), SIANO ESSI DI NATURA CONTRATTUALE, IMPUTABILI A DOLO O IN FORZA DI ALTRE TEORIE GIURIDICHE.

## Responsabilità del cliente

Sarà cura del cliente:

- 1 fornire l'accesso ai prodotti durante il periodo di garanzia specificato per effettuare le operazioni di manutenzione.
- 2 uno spazio di lavoro adeguato nella zona circostante il prodotto per la manutenzione preventiva e la riparazione effettuate da personale Agilent,
- **3** accesso ed uso di tutte le informazioni ed attrezzature considerate necessarie dai servizi tecnici Agilent per riparare e/o effettuare operazioni di manutenzione sui prodotti (nel caso in cui tali beni contenessero informazioni riservate o protette il cliente si assumerà tutta la responsabilità della salvaguardia e della protezione da uso illecito),
- 4 manutenzione di routine e pulizia effettuate dagli operatori secondo quanto specificato nei manuali operativi e di riparazione Agilent,

Servizi in garanzia

**5** prodotti di consumo come, carta, dischetti, nastri magnetici, inchiostri, penne, gas, solventi, colonne, siringhe, lampade, setti, aghi, filtri, filtri a membrana, fusibili, guarnizioni, finestre della cella di flusso, ecc.

## Responsabilità di Agilent Technologies

Agilent Technologies fornirà tutti i servizi previsti in garanzia come descritto nella Tavola 5.

	Deviede di	
Servizi durante la garanzia <sup>*</sup>	Periodo di garanzia <sup>**</sup>	Тіро
Moduli per HPLC Serie Agilent 1100	1 anno	Presso il cliente
strumenti e accessori per GC, LC, UV-visibile e LAS	90 giorni	Presso il cliente
Colonne e materiale di consumo ***	90 giorni	Restituz. ad Agilent
Scarico gas e lampade al tungsteno	30 giorni	Restituz. ad Agilent
Riparazioni eseguite da Agilent sul luogo di installazione ****	90 giorni	Presso il cliente

\* Questa garanzia può essere modificata in base alla legislazione del proprio paese. Rivolgersi al più vicino ufficio Agilent per informazioni sul periodo di garanzia, le istruzioni per la spedizione e l'opportuna formulazione della garanzia locale.

Sono compresi il servizi della garanzia secondo le modalità specificate per i Prodotti analitici e per le opzioni acquistate contemporaneamente, a condizione che il cliente si trovi in una zona geografica di intervento coperta da Agilent. Agilent prevede la fornitura di assistenza tecnica sul luogo di installazione dalle 8 alle 17, dal Lunedì al Venerdì, festività previste da Agilent escluse.

\*\*\*\* Le colonne e i prodotti di consumo sono garantiti esenti da difetti per un periodo di 90 giorni dalla data di spedizione e, se non sono stati utilizzati, potranno essere restituiti ad Agilent e sostituiti.

\* La garanzia di riparazione Agilent è limitata alla sola parte riparata o sostituita.

Tavola 5

## Informazioni sulla sicurezza

Durante tutte le fasi di funzionamento, assistenza e riparazione di questo strumento è necessario osservare le norme di sicurezza generale descritte di seguito. Il mancato rispetto delle suddette norme o di altre avvertenze specifiche riportate nel manuale viola gli standard di sicurezza nella progettazione, fabbricazione e uso per il quale lo strumento è stato realizzato. Agilent Technologies non si assume responsabilità nel caso in cui il cliente non risponda ai requisiti sopra descritti.

## Informazioni generali

Questa apparecchiatura (provvista di terminale con messa a terra di protezione) è uno strumento di Classe 1 in materia di sicurezza; è stato inoltre fabbricato e collaudato in base agli standard internazionali di sicurezza.

## Informazioni sul funzionamento

Prima dell'accensione, attenersi alle istruzioni riportate nella sezione di installazione. Osservare inoltre le seguenti precauzioni.

Durante il funzionamento, non togliere i coperchi dello strumento. Prima di attivare lo strumento, tutti i terminali con messa a terra di protezione, le prolunghe, gli autotrasformatori e i dispositivi ad esso collegati, devono essere collegati alla massa di protezione attraverso una presa di terra. Qualsiasi interruzione della messa a terra di protezione può essere causa di scosse elettriche estremamente pericolose per l'incolumità personale. Al minimo segno di cattivo funzionamento del sistema di messa a terra, lo strumento deve essere reso inoperativo e deve esserne impedito l'utilizzo.

Assicurarsi che, in caso di sostituzione dei fusibili, vengano utilizzati solo quelli con la richiesta taratura di corrente e del tipo specifico (normale, ad azione ritardata, ecc.). Evitare di utilizzare fusibili riparati e di mettere in corto circuito i portafusibili.

Alcune regolazioni e messe a punto descritte nel manuale vengono effettuate in presenza di tensione elettrica e dopo aver tolto i coperchi protettivi. Toccare i contatti elettrici può essere pericoloso per l'incolumità personale. Evitare per quanto possibile qualsiasi operazione di regolazione, manutenzione e riparazione di uno strumento aperto sotto voltaggio. Se questo è inevitabile, l'intervento dovrà essere effettuato da una persona esperta, che abbia cognizione del pericolo esistente. Non eseguire riparazioni o assistenza interna se non è presente una seconda persona in grado di prestare cure di primo soccorso o di effettuare la rianimazione. Non sostituire componenti quando questi hanno ancora i cavi collegati all'alimentazione.

Non far funzionare lo strumento in presenza di gas infiammabili o fumi. Il funzionamento di qualsiasi apparecchio elettrico in queste condizioni costituisce pericolo.

Non installare parti sostitutive e non effettuare modifiche non autorizzate allo strumento.

I condensatori all'interno dello strumento possono ancora essere sotto carica anche se lo strumento è stato scollegato dalla fonte di energia. Questo strumento funziona a voltaggi pericolosi per l'incolumità personale. Maneggiare, collaudare e riparare lo strumento con estrema cautela.

## Simboli di sicurezza

LaTavola 6 riporta i simboli di sicurezza usati sullo strumento e all'interno dei manuali.

Tavola 6	Simboli di sicurezza			
	Simbolo	Descrizione		
		Quando l'apparecchiatura è contrassegnata da questo simbolo, l'utente deve fare riferimento alle istruzioni riportate sul manuale per evitare danni alla stessa.		
	4	Indica voltaggi pericolosi.		
		Indica un terminale con messa a terra di protezione.		
		L'esposizione diretta alla luce emessa dalla lampada allo xeno presente nello strumento può causare danni alla vista. Spegnere sempre la lampada prima di smontarla.		
ATTENZIONE	Un'avvertenza di questo tipo segnala situazioni che potrebbero causare danni a persone o a cose. Non ignorare l'avvertenza e non continuare fino a quando le condizioni richieste verranno chiaramente comprese e soddisfatte.			
AVVERTENZA	Questo tipo di segnalazione evidenzia situazioni che possono causare una perdita di dati. Non ignorare l'avvertenza e non continuare fino a quando le condizioni richieste verranno chiaramente comprese e soddisfatte.			
## Interferenze radio

Utilizzare solo cavi Agilent Technologies per assicurare il funzionamento corretto e la conformità alle norme EMC.

## Test e misura

Se si utilizza strumentazione di test e misura funzionante con cavi non schermati e/o su attrezzature aperte, l'utente dovrà assicurarsi che sul posto vengano rispettati i limiti delle interferenze radio.

## **Agilent Technologies su Internet**

Per avere informazioni aggiornate sui prodotti ed i servizi per l'analisi chimica visitate il nostro sito web al seguente indirizzo Internet:

http://www.agilent.com

Selezionare "Products"- "Chemical Analysis"

**Agilent Technologies** 



Questo volume contiene informazioni sul modulo di controllo e sulle modalità di funzionamento dei moduli e del sistema HPLC Serie Agilent 1100.

- Il modulo di controllo Serie Agilent 1100
- Come utilizzare il modulo di controllo
- Come usare la pompa
- Il sistema di degasaggio
- Il campionatore automatico
- La valvola di iniezione manuale
- Uso dei rivelatori
- Il comparto della colonna
- Esecuzione di un'analisi isocratica
- Esecuzione di un'analisi in gradiente
- Analisi di vial in sequenza
- Esecuzione di un programma per l'iniettore

