

Istruzioni per l'uso

ASpect PQ



Produttore Analytik Jena GmbH+Co. KG
Konrad-Zuse-Straße 1
07745 Jena/Germania
Telefono: +49 3641 77 70
Fax: +49 3641 77 9279
E-mail: info@analytik-jena.com

Servizio di assistenza tecnica Analytik Jena GmbH+Co. KG
Konrad-Zuse-Straße 1
07745 Jena/Germania
Telefono: +49 3641 77 7407
Fax: +49 3641 77 9279
E-mail: service@analytik-jena.com



Per un uso corretto e sicuro, seguire le presenti istruzioni da conservare per futuri riferimenti.

Informazioni generali <http://www.analytik-jena.com>

Numero della documentazione /

Per C (04/2025)

Documentazione tecnica Analytik Jena GmbH+Co. KG

© Copyright 2025, Analytik Jena GmbH+Co. KG

Indice

1 Software ASpect PQ.....	7
1.1 Note sulla protezione dei dati.....	7
1.2 Avvio di ASpect PQ	7
1.2.1 Finestra Quick Start	8
1.2.2 Avvio con un foglio di lavoro.....	9
1.2.3 Avvio senza foglio di lavoro	10
1.2.4 Apertura di una seconda finestra del programma ASpect PQ	11
1.2.5 Bloccaggio di ASpect PQ.....	11
1.3 Arresto di ASpect PQ	11
1.4 Informazioni generali sul funzionamento.....	11
1.4.1 Lo spazio di lavoro	11
1.4.2 Utilizzo della guida	12
1.4.3 Panoramica della barra dei menu, della barra degli strumenti e della barra delle icone.....	13
1.4.4 Comandi di uso comune	15
2 Fogli di lavoro	18
2.1 Creazione di un nuovo foglio di lavoro	19
2.2 Modifica del foglio di lavoro	21
2.3 Caricamento di un foglio di lavoro.....	21
2.4 Cancellazione di un foglio di lavoro.....	21
3 Metodi	22
3.1 Creazione, salvataggio e caricamento dei metodi	22
3.1.1 Creazione di un nuovo metodo	22
3.1.2 Salvataggio del metodo.....	23
3.1.3 Caricamento del metodo	24
3.2 Specificazione dei parametri del metodo	25
3.2.1 Specificazione delle righe da analizzare (finestra Method Lines)	25
3.2.2 Impostazione dei parametri per il plasma e il sistema ottico di trasferimento (finestra Method Plasma)	32
3.2.3 Specificazione dell'introduzione del campione (finestra Method Sample delivery)	34
3.2.4 Analisi dei picchi(finestra Method Evaluation)	35
3.2.5 Inserimento dei parametri di calibrazione (finestra Method Calibration)	39
3.2.6 Specificazione delle analisi statistiche (finestra Method Statistics)	44
3.2.7 Specificazione del controllo di qualità (finestra Method QCS)	46
3.2.8 Specificazione del controllo di qualità (finestra Method QCC)	50
3.2.9 Specificazione dei formati dei risultati (finestra Method) Output	52
4 Sequenze	53
4.1 Creazione, salvataggio e apertura di sequenze.....	53
4.1.1 Creazione di una nuova sequenza	53
4.1.2 Salvataggio di una sequenza.....	53
4.1.3 Caricamento della sequenza	54
4.2 Finestra Sequence.....	55
4.3 Specificazione delle misure e delle azioni in una sequenza	57
4.4 Selezione di linee/elementi per un'azione/analisi del campione	59
5 Dati del campione (ID campione)	61
5.1 Creazione, salvataggio e apertura dei dati del campione.....	61

5.2	Finestra Sample ID Sample information	61
5.3	Specificazione delle informazioni dei campioni	63
6	Esecuzione delle analisi e calcolo dei risultati	65
6.1	Descrizione dei comandi del menu e dei tasti per avviare le analisi nella finestra principale	65
6.2	Attivazione dello spettrometro e accensione del plasma	65
6.3	Spegnimento del plasma e disattivazione dello spettrometro.....	67
6.4	Avvio della routine di misurazione	68
6.5	Visualizzazione e salvataggio dei risultati durante l'esecuzione dell'analisi.....	69
6.6	Interruzione e ripresa della sequenza di analisi.....	70
6.7	Ripetizione delle azioni della sequenza.....	71
6.8	Rielaborazione dei risultati di analisi.....	71
6.9	Valutazione delle misurazioni parallele all'analisi in corso (modalità offline)	74
6.10	Visualizzazione dei risultati e progresso dell'analisi nella finestra principale	74
6.10.1	Scheda Sequence/Results	75
6.10.2	Scheda Sequence	75
6.10.3	Scheda Results	76
6.10.4	Scheda Overview.....	79
6.11	Visualizzazione e modifica dei valori individuali dei campioni	80
6.12	Visualizzazione e modifica degli spettri di intensità	81
6.12.1	Visualizzazione degli spettri – finestra Edit spectra / Display.....	82
6.12.2	Valutazione dei picchi e determinazione della correzione del fondo – finestra Edit spectra Processing...	85
6.12.3	Rimozione delle interferenze spettrali – finestra Edit spectra Spectral corrections.....	87
6.13	Registrazione di uno spettro d'insieme	90
7	Calibrazione	92
7.1	Rappresentazione grafica della curva di calibrazione.....	93
7.2	Visualizzazione dei risultati della calibrazione.....	94
7.2.1	Calibrazione – scheda Table	94
7.2.2	Calibrazione – scheda Residuals.....	95
7.2.3	Calibrazione – scheda LOD/ LOQ	95
7.2.4	Calibrazione – scheda LOD/ LOQ	96
7.3	Modifica del grafico di calibrazione.....	97
8	Controllo qualità	98
8.1	Parametri dei grafici QC	98
8.2	Inserimenti e limiti del grafico QC	99
8.3	Visualizzazione dei grafici QC.....	100
9	Controllo e monitoraggio del dispositivo e degli accessori.....	102
9.1	Spettrometro.....	102
9.1.1	Configurazione dei parametri dello spettrometro e test delle funzioni.....	102
9.1.2	Diagnosi dei parametri del dispositivo	104
9.1.3	Esecuzione di misurazioni continue del picco	104
9.1.4	Registrazione della progressione del segnale	105
9.2	Plasma	106
9.2.1	Accensione del plasma e impostazione delle condizioni del plasma	106
9.2.2	Controllo dell'introduzione del campione della pompa	109
9.2.3	Regolazione e ottimizzazione del plasma	109

9.3	Campionatore	112
9.3.1	Visualizzazione del campionatore collegato	113
9.3.2	Configurazione della griglia del campionatore	113
9.3.3	Parametri tecnici del campionatore.....	114
9.3.4	Test delle funzioni dell'autocampionatore	115
9.3.5	Visualizzazione delle posizioni dei campioni sul campionatore.....	116
9.3.6	Funzione di diluizione	117
9.4	Refrigeratore a ricircolo.....	118
10	Gestione dei dati.....	119
10.1	Funzioni di stampa in ASpect PQ.....	119
10.1.1	Stampa dei risultati dell'analisi	119
10.1.2	Stampa di ulteriori parametri e impostazioni	122
10.1.3	Modelli di report	123
10.2	Gestione dei dati per tutti i tipi di dati in ASpect PQ.....	125
10.2.1	Gestione dei metodi e delle sequenze	125
10.2.2	Gestione dei file dei risultati	127
10.2.3	Esportazione dei file delle linee/della lunghezza d'onda	128
10.2.4	Gestione dei modelli di correzione	129
10.2.5	Eliminazione degli spettri di correzione	130
10.2.6	Importazione dei modelli di report	130
10.2.7	Gestione delle linee preferite	130
10.2.8	Importazione, esportazione e cancellazione dei fogli di lavoro	131
10.3	Salvataggio dei risultati nel formato ASCII/CSV.....	131
10.4	Specificazione delle unità di misurazione	132
10.5	Gestione dei database per campioni madre e QC.....	133
10.6	Creazione di osservazioni predefinite.....	133
10.7	Utilizzo degli appunti di Windows	134
11	Personalizzazione di ASpect PQ.....	135
11.1	Opzioni di visualizzazione	135
11.2	Cartelle di destinazione	136
11.3	Opzioni di esportazione.....	137
11.4	Opzioni per l'esportazione ASCII continua	137
11.5	Opzioni per la sequenza di analisi	138
11.6	Impostazioni generali per la calibrazione e la correzione del valore di fondo	140
12	Impostazione dello scambio di dati con un sistema esterno di gestione ordini.....	142
12.1	Esportazione dei risultati misurati.....	142
12.2	Importazione di file di informazioni sui campioni	144
12.3	Campi di esportazione dei risultati	145
12.4	Campi dei file informativi sul campione	147
13	Modulo opzionale di conformità "Modul 21 CFR Part 11 Compliance ASpect PQ".....	149
13.1	Gestione utenti	149
13.1.1	Gestione degli utenti: visualizzazioni e impostazioni	149
13.1.2	Configurazione dei livelli utente	150
13.1.3	Configurazione delle impostazioni generali della gestione degli utenti.....	151
13.1.4	Creazione di un nuovo account cliente.....	154
13.1.5	Modifica dell'account utente esistente.....	155

13.2	Modifica della password.....	155
13.3	Visualizzazione, stampa o esportazione dell'audit trail	156
13.4	Firme elettroniche	157
13.4.1	Firma dei risultati della misurazione	157
13.4.2	Visualizzazione della firma.....	158
13.5	Software AJ File Protection	159
14	Manutenzione e cura dello spettrometro di emissione	160
14.1	Panoramica della manutenzione.....	161
14.2	Pulizia della torcia smontabile	162
14.3	Sostituzione del corpo della torcia.....	165
14.4	Manutenzione della torcia a singolo pezzo.....	168
14.5	Pulizia del nebulizzatore	170
14.6	Pulizia e decontaminazione della camera dei campioni e della camera del plasma	172
14.7	Pulizia e sostituzione dei vetri della camera del plasma	173
14.8	Verifica della presenza di eventuali perdite nel sistema del gas.....	177
14.9	Sostituzione del tubo dell'argon.....	177
14.10	Sostituzione del filtro dell'aria.....	178
14.11	Sostituzione del filtro dell'acqua	178
14.12	Manutenzione dell'autocampionatore ASPQ 3300	179
14.12.1	Sostituzione della cannula e del tubo del campione	179
14.12.2	Sostituzione dei tubi della pompa di lavaggio	180
14.12.3	Sostituzione dei fusibili	182
14.13	Manutenzione del refrigeratore a ricircolo: cambio dell'acqua di raffreddamento	182
15	Supplemento	184
15.1	Descrizione dei contrassegni utilizzati nella visualizzazione dei valori	184

1 Software ASpect PQ

ASpect PQ è il software di controllo e analisi dei seguenti strumenti analitici ICP-OES:

- PlasmaQuant PQ 9000
- PlasmaQuant 9100
- PlasmaQuant 9200

Consente di ottimizzare i parametri del metodo delle procedure di misurazione in base alle esigenze specifiche del campione. I dati ottenuti possono essere ricalcolati, esportati in diversi formati di file e stampati.

Il presente manuale fornisce la descrizione del software, nonché informazioni sulla manutenzione e cura dello strumento analitico ICP-OES. Svariate istruzioni per la manutenzione sono corredate da animazioni e video.

Versione del software descritta	Il presente documento fa riferimento alla versione ASpect PQ 1.4.
Utilizzo conforme all'impiego previsto	Il software ASpect PQ serve esclusivamente a controllare i suddetti strumenti analitici e ad analizzare i dati forniti da tali strumenti. Il produttore non si assume alcuna responsabilità per problemi o danni causati da un uso improprio dell'ASpect PQ. Il software ASpect PQ e lo strumento da esso controllato devono essere utilizzati solo da personale opportunamente qualificato e formato. L'utente deve avere familiarità con le informazioni fornite in questo manuale e nel manuale dello strumento analitico in uso.

1.1 Note sulla protezione dei dati

Questo software utilizza i nomi dei campioni e consente di fornire informazioni opzionali sul campione (appunti). Il nome del campione funge da identificativo dei risultati del test di un campione specifico. Soprattutto in ambito clinico, il nome del campione potrebbe essere utilizzato per assegnare i risultati dei test alla persona fisica su cui sono stati eseguiti. I dati personali devono essere ridotti il più possibile al minimo per garantire che nessuno possa ricavare informazioni personali dal nome del campione o dagli appunti opzionali. Non devono essere utilizzati identificatori diretti come nomi, numeri di assicurazione sociale, numeri di identificazione nazionale, date di nascita o altri attributi personali. È responsabilità dei titolari del trattamento nei laboratori rispettare le leggi e gli obblighi applicabili in materia di protezione dei dati.

Analytik Jena può richiedere che i file contenenti i risultati delle misurazioni, compresi i nomi dei campioni o gli appunti, siano condivisi nell'ambito di attività di assistenza, come supporto alla clientela, risoluzione dei problemi e indagine sui reclami.

1.2 Avvio di ASpect PQ

- ▶ Accendere lo strumento analitico e l'autocampionatore.
- ▶ Cliccare sull'icona di ASpect PQ visualizzata sul desktop di Windows.
 - ✓ Il software ASpect PQ viene avviato.
- ▶ Se è installata la funzionalità opzionale di gestione degli utenti, verrà richiesto di inserire nome utente e una password. Si potrà accedere al software ASpect PQ soltanto dopo aver inserito i dati richiesti.

Una volta avviato il software si apre la finestra di avvio rapido Quick Start. In questa finestra è possibile selezionare fogli di lavoro (worksheet) contenenti metodi e sequenze predefiniti oppure passare direttamente all'interfaccia di ASpect PQ.

1.2.1 Finestra Quick Start

Dopo l'avvio del software e l'accesso di un utente (solo nel caso in cui sia installata la gestione degli utenti), viene visualizzata la finestra **Quick Start**. In questa finestra è possibile caricare un foglio di lavoro oppure passare ad ASpect PQ senza ulteriori impostazioni predefinite. La finestra **Quick Start** può essere aperta in ASpect PQ anche tramite il comando di menu **File | Quick Start**.

Impostazioni nella finestra Quick Start

Nella finestra **Quick Start** sono disponibili le opzioni e i pulsanti indicati di seguito.

Opzione / Pulsante	Descrizione
Operator	Se si utilizza la gestione degli utenti installabile opzionalmente, viene visualizzato il nome dell'utente che ha effettuato l'accesso. Se invece la gestione degli utenti non è installata, il nome dell'utente può essere inserito manualmente in questa finestra.
Lab.	Il nome utente deve contenere al massimo 30 caratteri. L'ultimo nome immesso viene salvato e visualizzato a scopo informativo nei rapporti dei risultati.
Routine	Avvia il programma per il modo operativo di routine. Con questa modalità vengono visualizzati soltanto i metodi abilitati per le operazioni di routine. Se è installato il modulo opzionale "Modul 21 CFR Part 11 Compliance ASpect PQ", è preimpostata l'opzione Routine . Non è possibile scegliere tra Routine e Method development .
Method development	Avvia il programma completo. Con questa modalità si hanno a disposizione tutte le impostazioni utili a sviluppare un metodo.
Torch material	Selezionare il materiale utilizzato per la torcia (quarzo o ceramica), per adattare la sensibilità del sensore ottico al plasma.
Simulation	Per scopi di formazione e dimostrazione, è possibile utilizzare il software ASpect PQ senza collegare alcun analizzatore.

Opzione / Pulsante	Descrizione
	Se si attiva questa opzione, tutte le funzioni dello strumento analitico (compresi il rilevamento e l'analisi dei valori misurati) vengono eseguite in modalità di simulazione.
Skip Quick Start	Consente di passare all'interfaccia di ASpect PQ senza selezionare alcun foglio di lavoro.
Configuring ports: AX/SDX	Solo se il sistema di diluizione Teledyne Cetac SDXHPLD è collegato ad ASX-560 Autosampler Se si clicca sul pulsante, le porte USB assegnate all'autocampionatore e al sistema di diluizione vengono configurate automaticamente. Se è installato il modulo opzionale "Modul 2.1 CFR Part 11 Compliance ASpect PQ" (gestione degli utenti), questa funzione può essere eseguita solo da un utente che dispone dei diritti di amministratore.
Quit	Consente di chiudere la finestra Quick Start e uscire dal software ASpect PQ.
OK	Consente di passare all'interfaccia di ASpect PQ, dopo che è stato selezionato un foglio di lavoro.

Tabella dei fogli di lavoro

La tabella dei fogli di lavoro mostra i fogli di lavoro attualmente disponibili. Le 4 schede semplificano la ricerca del foglio di lavoro necessario.

Scheda	Contenuto
Favorites	Fogli di lavoro contrassegnati come Favorite
Recent	Ultimi fogli di lavoro utilizzati
Predefined	Fogli di lavoro di Analytik Jena, configurati durante l'installazione di ASpect PQ
All	Tutti i fogli di lavoro
	Con l'icona della lente di ingrandimento è possibile filtrare i fogli di lavoro in base agli elementi. Se si clicca su questa icona, viene visualizzato un elenco di elementi in cui si può selezionare un elemento. Se si desidera cercare altri elementi, ripetere la selezione. Se vengono selezionati più elementi, vengono visualizzati tutti i fogli di lavoro che contengono almeno uno degli elementi nel metodo memorizzato (operatore logico OR). Pertanto la ricerca avviene sia nei metodi direttamente collegati a un dato foglio di lavoro, sia nei metodi caricati all'interno di una sequenza abbinata.

1.2.2 Avvio con un foglio di lavoro

Un foglio di lavoro consiste in una scheda contenente un metodo e una sequenza. Opzionalmente i fogli di lavoro possono contenere anche le impostazioni relative agli ID dei campioni e al salvataggio del file dei risultati. Dopo che è stato selezionato un foglio di lavoro, è possibile avviare immediatamente una misurazione. Se di un metodo e una sequenza esistono più versioni, la misurazione viene eseguita sempre in base alle versioni più recenti.

- ▶ Installare l'accessorio sull'analizzatore e accendere l'accessorio e lo strumento analitico.
- ▶ Avviare il software.
 - ✓ Viene visualizzata la finestra **Quick Start**.
- ▶ Immettere i dati richiesti nei campi **Operator** e **Lab..**
- ▶ In **Torch material** selezionare vetro al quarzo o ceramica.

- ▶ Nella tabella dei fogli di lavoro selezionare il foglio di lavoro necessario.
- ▶ Cliccare su **OK**.
 - ✓ Viene visualizzata l'interfaccia di ASpect PQ. Il metodo e la sequenza sono già caricati.

A questo punto, a seconda della configurazione del foglio di lavoro, si può abbinare il metodo e la sequenza caricati con il foglio di lavoro a un file con l'ID del campione oppure avviare direttamente la misurazione.

1.2.3 Avvio senza foglio di lavoro

Se non si dispone di un foglio di lavoro predefinito, per eseguire la misurazione occorre caricare o configurare un metodo, una sequenza e l'ID del campione.

- ▶ Installare l'accessorio sull'analizzatore e accendere l'accessorio e lo strumento analitico.
- ▶ Avviare il software.
 - ✓ Viene visualizzata la finestra **Quick Start**.
- ▶ Immettere i dati richiesti nei campi **Operator** e **Lab..**
- ▶ In **Torch material** selezionare vetro al quarzo o ceramica.
- ▶ Cliccare su **Skip Quick Start**.
 - ✓ Viene visualizzata l'interfaccia di ASpect PQ.

Procedura generalizzata della routine di misurazione

Specificare un metodo e una sequenza per l'analisi da eseguire e avviare la routine di misurazione. Per eseguire una procedura di misurazione manuale o automatica è necessario procedere nel seguente modo:

- ▶ specificare i **parametri del metodo** (sviluppo del metodo). Caricare il metodo.
- ▶ definire una **sequenza**. La sequenza comprende i campioni e le azioni che devono essere elaborati in un dato ordine. Alcuni dati descrittivi del campione, come il nome e la posizione sull'autocampionatore, possono essere inseriti direttamente e vengono salvati con la sequenza.
- ▶ per l'analisi di routine, è utile creare un **file identificativo del campione** (ID del campione). In questo file sono salvati i dati relativi al campione, come nome, fattore di diluizione e posizione sull'autocampionatore. Questi dati sono necessari per ricalcolare retroattivamente la concentrazione del campione primario. I file identificativi dei campioni sono file di testo e possono essere creati mediante applicazioni esterne.
- ▶ avviare una **misurazione**.

Durante la misurazione, i risultati vengono salvati in tempo reale nel database dei risultati. Questo file dei risultati centralizzato è accessibile tramite le funzioni della gestione dei dati integrati (ad es. tramite export e print).

Dopo aver avviato la misurazione, i valori dei risultati vengono inseriti nell'elenco dei risultati della finestra principale. Per visualizzare i risultati nel dettaglio (ad es. valori singoli, spettri) occorre selezionare la riga del campione corrispondente. Gli ultimi risultati misurati vengono sempre inserite alla fine della tabella. Non è possibile sovrascrivere i dati.

Se necessario, si può eseguire un'ulteriore analisi dei dati mediante l'apposita funzione di rielaborazione. I dati misurati possono essere preparati per essere stampati in un rapporto o per essere esportati.

1.2.4 Apertura di una seconda finestra del programma ASpect PQ

Se si avvia l'applicazione, quando è già stata aperta, si apre una seconda istanza del programma in modalità offline. Questa modalità non supporta il collegamento di alcun strumento analitico. Tuttavia le ulteriori funzioni, come lo sviluppo di un metodo o il caricamento e l'analisi dei risultati, possono essere eseguite parallelamente alla misurazione attualmente in corso nell'istanza del programma aperta per prima.

- ▶ Avviare il programma nella seconda finestra utilizzando la voce di menu **File | Start Offline Program Instance**.

1.2.5 Bloccaggio di ASpect PQ

È possibile bloccare l'utilizzo dell'applicazione. Le misurazioni continuano comunque ad essere eseguite anche durante il blocco. Se è stata installata la gestione opzionale degli utenti, per sbloccare lo schermo è necessario inserire una password.

- ▶ Selezionare la voce di menu **Extras | Lock**.
- ▶ Per sbloccare l'applicazione, cliccare sull'icona del lucchetto visualizzata sullo schermo.

1.3 Arresto di ASpect PQ

- ▶ Spegnerne il plasma.
- ▶ Uscire dal programma, selezionando la voce di menu **File | Quit**.
- ▶ Se i dati informativi su metodo, sequenza o campione non sono stati ancora salvati, viene visualizzato un messaggio di avviso. Cliccare su **Yes** per salvare i relativi file.
- ▶ Dopo lo spegnimento del plasma, lo strumento analitico ICP-OES necessita di tempo per raffreddare il sistema. Fintanto che non viene raggiunta la temperatura target, sullo schermo viene visualizzata una finestra di avanzamento con un avviso di spegnimento sicuro dello strumento analitico.
Spegnerne lo strumento ICP-OES solo dopo aver chiuso il software ASpect PQ.



NOTA

Se si esce dal software ASpect PQ, quando il plasma è ancora acceso, quest'ultimo si spegnerà automaticamente dopo una domanda!

Vedere a riguardo anche

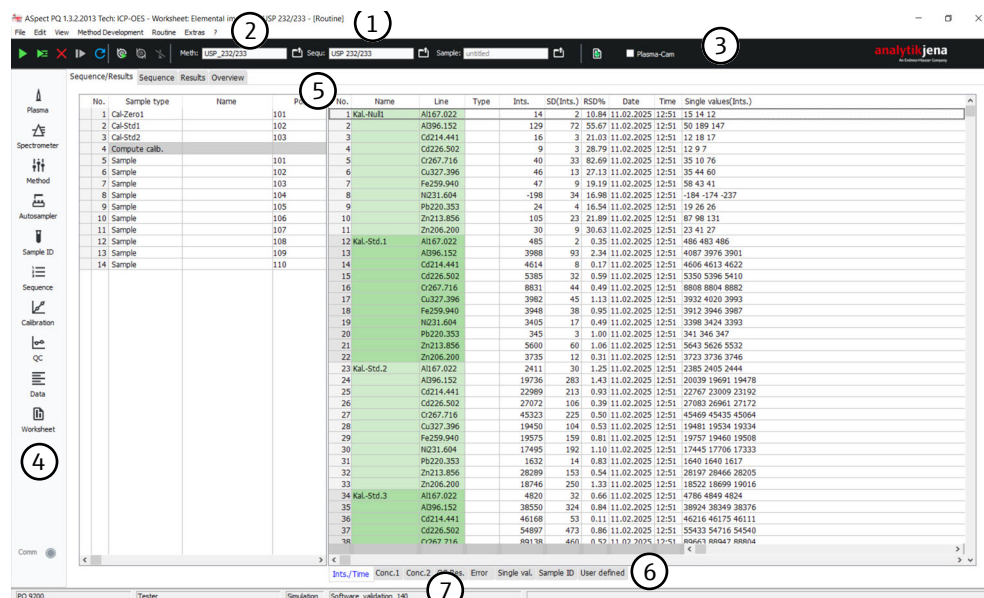
- 📖 Attivazione dello spettrometro e accensione del plasma [▶ 65]

1.4 Informazioni generali sul funzionamento

1.4.1 Lo spazio di lavoro

Quando si avvia il software ASpect PQ, appare dapprima la finestra **Quick Start**. Da questa finestra si accede all'interfaccia utente.

Componenti principali dell'interfaccia utente



N.	Descrizione
1	Nella barra del titolo sono riportate le informazioni sulla versione software, sullo strumento analitico collegato, sulla tecnica e sul foglio di lavoro (se caricato).
2	Tramite la barra dei menu si accede a tutte le funzioni del software.
3	La barra degli strumenti contiene i pulsanti per l'avvio e la messa in pausa delle sequenze di misura e indica il metodo, la sequenza e il file con l'ID del campione attualmente caricati. Se si clicca sul pulsante  dietro ai campi, è possibile caricare il record di dati. In questa barra è presente anche il pulsante per creare un nuovo foglio di lavoro.
4	Tramite la barra delle icone si accede alle finestre più importanti (funzioni) del software. Non appena si apre una finestra, l'icona corrispondente diventa rossa. Quando sono aperte più finestre, si può accedere direttamente a una finestra cliccando nuovamente sull'icona in primo piano.
5	La finestra principale contiene la sequenza e i risultati della misurazione.
6	Alcune delle schede principali hanno delle sotto-schede supplementari che sono visualizzate nella parte bassa della finestra.
7	La barra di stato sul bordo inferiore fornisce informazioni sullo strumento analitico collegato, sull'utente che ha effettuato l'accesso, nonché il nome del database dei risultati attualmente visualizzato.

Vedere a riguardo anche

- Visualizzazione dei risultati e progresso dell'analisi nella finestra principale [► 74]
- Finestra Quick Start [► 8]

1.4.2 Utilizzo della guida

Per accedere alla guida di ASpect PQ, cliccare sulla voce di menu ? | **Help topics**. Mentre si lavora nelle finestre di ASpect PQ, è possibile attivare la specifica funzione di aiuto, premendo il tasto funzione **[F1]**.

Posizionando il puntatore del mouse sopra un elemento del programma, verranno visualizzate delle brevi informazioni (tool tip). I tool tip sono disponibili per i pulsanti della barra dei menu e delle icone, per altri pulsanti e per le intestazioni delle tabelle nelle finestre **Method**, **Sequence** e **Sample ID**.

1.4.3 Panoramica della barra dei menu, della barra degli strumenti e della barra delle icone

Funzioni della barra dei menu La barra dei menu si trova sul bordo superiore dell'area di lavoro del software ASpect PQ. Questa barra consente di accedere a tutte le funzionalità del software. I menu e i pulsanti, che non sono accessibili per l'attuale contenuto dell'interfaccia utente, sono visualizzati in grigio. Alcune voci di menu, come ad es. la funzione di stampa, vengono visualizzate in funzione delle finestre aperte al momento.

Voce di menu	Descrizione
File	■ Crea, apre e salva informazioni relative a metodi, sequenze e campioni ■ Apre i dati dei risultati ■ Cancella i metodi e le sequenze ■ Esporta i dati degli spettri ■ Stampa la finestra attiva o il rapporto ■ Apre la modalità di bozza del rapporto ■ Avvia un'istanza del programma in modalità online e offline ■ Apre la finestra Quick Start ■ Esce dall'applicazione ■ Apre direttamente le sequenze e i metodi aperti per ultimi
Edit	■ Copia e inserisce i contenuti nei campi di testo e immissione dati ■ Copia negli appunti le righe selezionate nell'elenco dei risultati ■ Cancella il contenuto dell'elenco dei risultati
View	■ Apre e chiude le finestre, le rappresentazioni grafiche e le informazioni durante la procedura di analisi, ad es. curva del segnale ■ Seleziona la scala dell'asse del segnale per le rappresentazioni grafiche
Method Development	■ Apre le finestre necessarie per sviluppare un metodo ■ Registra lo spettro generale
Routine	■ Avvia, mette in pausa e interrompe una procedura di misurazione ■ Ricalcola i risultati ■ Cancella la calibrazione ■ Spegne il plasma ■ Sciacqua il sistema
System	Disponibile nel caso in cui sia installato il modulo opzionale "Modul 21 CFR Part 11 Compliance ASpect PQ" ■ Configura la gestione degli utenti ■ Modifica la password ■ Visualizza l'audit trail ■ Firma i risultati
Extras	■ Apre le finestre Data e Options ■ Apre l'elenco delle righe ■ Cerca i campioni ■ Stampa l'immagine visualizzata dallo schermo ■ Verifica ed esegue la manutenzione (refrigeratore a ricircolo) ■ Blocca la postazione di lavoro
?	■ Mostra la guida e le informazioni sulla versione del software

Barra degli strumenti

I pulsanti della barra degli strumenti servono principalmente per avviare/mettere in pausa e continuare la misurazione di una sequenza. Nei campi della barra degli strumenti sono visualizzati i metodi attualmente caricati, le sequenze e gli ID dei campioni.

Strumenti	Descrizione
	Avvia una routine di misurazione
	Esegue la misurazione delle righe evidenziate nella sequenza

Strumenti	Descrizione
	Mette in pausa la routine di misurazione in corso
	Riprende la misurazione della sequenza messa in pausa
	Ricalcola i risultati
	Avvia/arresta la pompa dello strumento ICP-OES
	
	Aumenta la velocità della pompa (risciacquo del percorso del campione)
	Spegne il plasma (spegnimento rapido)
	Apri i file Metodi, sequenze o ID dei campioni salvati in memoria possono essere caricati nel programma e utilizzati per l'analisi in corso.
	Crea un nuovo foglio di lavoro
Plasma-Cam	Attiva la telecamera del plasma Il software mostra costantemente l'immagine della telecamera che riprende il plasma. Eventuali irregolarità, come la formazione di un plasma ad anello durante il processo di accensione, sono riconoscibili rapidamente. Con il comando di menu Settings Crop camera image della finestra della telecamera è possibile ritagliare l'immagine filmata.

Barra delle icone

La barra delle icone consente di accedere rapidamente alle principali funzioni del software ASpect PQ. Se si clicca su un'icona, si apre la finestra della funzione corrispondente del programma. Dopo l'installazione del software, la barra delle icone si trova sul bordo sinistro dello schermo. Tuttavia, può essere spostata in un'altra posizione a piacere.

Icona	Descrizione
	Controlla l'atomizzazione: - accende/spegne il plasma - impostazioni dei flussi di gas - controlla la pompa per il trasporto del campione verso il nebulizzatore - regola il sistema ottico di trasferimento - ottimizza la potenza del plasma e il gas del nebulizzatore
	Controlla le funzioni dello spettrometro: - dati del dispositivo - test delle correzioni della lunghezza d'onda - avvia una misurazione su una lunghezza d'onda di prova - avvia una misurazione continua per l'ottimizzazione dello strumento analitico
	Apri la finestra del metodo
	Specifica l'autocampionatore
	Apri la finestra con i dati del campione
	Apri la finestra della sequenza
	Apri la finestra con la calibrazione

Icona	Descrizione
	Apri la finestra con i dati del controllo di qualità
	Apri la gestione dei dati
	Gestisce i fogli di lavoro, apre i fogli di lavoro salvati

1.4.4 Comandi di uso comune

Nel software ASpect PQ vengono utilizzati diversi pulsanti, nonché funzioni del mouse e della tastiera che hanno sempre la stessa funzionalità o una molto simile.

Questi elementi di comando vengono descritti in termini generali. Nelle descrizioni di ciascuna finestra vengono riportate informazioni specifiche, quando necessario.

Tasti generali

Il significato dei vari pulsanti con un'icona viene spiegato da un breve messaggio (tool-tip) che viene visualizzato quando il puntatore del mouse passa sopra il pulsante.

Pulsante	Descrizione
OK	Chiude la finestra e salva le impostazioni
Cancel	Chiude la finestra senza salvare le modifiche
Accept	Salva le impostazioni senza chiudere la finestra
Close	Chiude la finestra; le impostazioni non vengono salvate in modo permanente
Open	Apri una finestra di selezione per caricare un file o un record di dati
Save	Apri una finestra di selezione per salvare un file o un record di dati
	Apri una finestra di selezione, ad es. la finestra per selezionare la cartella di destinazione di un file
	Apri la finestra Print . Il contenuto della finestra visualizzata può essere stampato o esportato in un file.

Tabelle

No.	Line	Calib. func.	Intercept	Weighting	Check	Unit
1	Al396.152	linear	calculate	1/conc	none	µg/L
2	As188.979	linear	calculate	1/conc	none	µg/L
3	As193.698	linear	calculate	1/conc	none	µg/L
4	Cd214.441	linear	calculate	1/conc	none	µg/L
5	Cd226.502	linear	calculate	1/conc	none	µg/L
6	Cr267.716	linear	calculate	1/conc	none	µg/L
7	Cu324.754	linear	calculate	1/conc	none	µg/L
8	Fe259.940	linear	calculate	1/conc	none	µg/L
9	Mn257.610	linear	calculate	1/conc	none	µg/L
10	Ni231.604	linear	calculate	1/conc	none	µg/L

Stocks... Calibration Table

In alcune finestre, i valori vengono inseriti direttamente in una tabella. In base alla tipologia di dato inserito, le celle della tabella si comportano come un campo di immissione dati, un elenco di selezione o un campo per inserire con i tasti freccia un intervallo di valori numerici limitato

- Per selezionare una riga della tabella, cliccare sulla riga corrispondente nella prima colonna con sfondo grigio della tabella. La barra di selezione può quindi essere spostata utilizzando i tasti freccia della tastiera.

- ▶ Per modificare la larghezza di una colonna, muovere il puntatore del mouse sulla linea di separazione di due colonne, fino a che non viene visualizzata una doppia freccia. Tenendo premuto il tasto sinistro del mouse trascinare la linea di separazione, fino a impostare la larghezza desiderata per la colonna.

Nei campi di immissione dati sono inoltre disponibili le seguenti funzioni:

- ▶ F2 attiva la modalità di modifica. In questa modalità, i tasti freccia della tastiera vengono utilizzati per modificare i singoli caratteri. Se si preme nuovamente **F2**, si riattiva la modalità standard, in cui si utilizzano i tasti cursore per navigare tra le celle.
- ▶ I testi possono essere copiati negli Appunti di Windows con il comando di menu **Edit | Copy** e incollati con il comando **Edit | Insert** oppure tramite le combinazioni di tasti [Ctrl+C] e [Ctrl+V].

Pulsanti nelle tabelle

Pulsante	Funzione
Append	Aggiunge una nuova riga della tabella alla fine dell'elenco.
Insert	Inserisce una nuova riga della tabella prima della riga selezionata.
Delete	Elimina la riga della tabella selezionata.
	Sposta la riga selezionata nella tabella di una posizione verso l'alto. Nota: una riga della tabella deve essere selezionata per intero per poter essere spostata. Per selezionare l'intera riga, cliccare sul relativo numero nella prima colonna della tabella.
	Sposta la riga selezionata nella tabella di una posizione verso il basso.
	Acquisisce il valore della cella selezionata in tutte le successive righe della tabella dello stesso tipo di campione (campione, standard, QC, ecc.). Quando la casella di controllo inc. (inc. è l'abbreviazione di incremento) è attiva, questo valore verrà aumentato automaticamente, ad es. Sample001, Sample002...

Grafici

Se si clicca con il tasto destro del mouse in un grafico, si apre un menu contestuale. Questo menu mette a disposizione l'opzione di copiare il grafico o l'intera finestra grafica negli Appunti di Windows. In diverse finestre grafiche sono disponibili ulteriori pulsanti con icona:

Icona	Funzione
	Attiva la modalità di zoom Dopo aver attivato il pulsante, muovere il mouse tenendo premuto il tasto sinistro, così da tracciare un riquadro attorno all'area del grafico che si desidera ingrandire, quindi rilasciare il tasto.
	Disattiva la modalità di zoom e ripristina il grafico riportandolo alla dimensione originale.
	Attiva la modalità testuale Dopo aver attivato il pulsante, disegnare un riquadro nel grafico tenendo premuto il tasto sinistro del mouse e inserire il testo. Se si fa doppio clic su un testo visualizzato, si apre una finestra in cui è possibile modificare o eliminare il testo. La combinazione "tasto Ctrl e tasto destro del mouse" consente di spostare il testo.
	Attiva la modalità di selezione nelle rappresentazioni grafiche della curva del segnale o degli spettri Se si clicca con il tasto sinistro del mouse, è possibile aggiungere delle etichette nei punti di misurazione.

Tasti funzione

Icona	Funzione
F1	Attiva la funzione di guida contestuale
F2	Modifica le celle della tabella
F5	Avvia la stampa dell'immagine dello schermo
F6	Misura la riga selezionata della sequenza (voce di menu Routine Run Selected Sequence Row...)
F7	Mostra finestre grafiche supplementari (ad es. curva del segnale)
F8	Chiude le finestre grafiche supplementari
F10	Quando si utilizza la tastiera, consente di passare dalla barra dei menu dell'area di lavoro alla finestra dei risultati.
F11	Riprende una misurazione precedentemente messa in pausa (voce di menu Routine Continue)
F12	Avvia o arresta il processo di misurazione (voci di menu Routine Start Sequence... e Routine Stop)

Uso della stampante

ASpect PQ utilizza la stampante standard configurata su Windows.

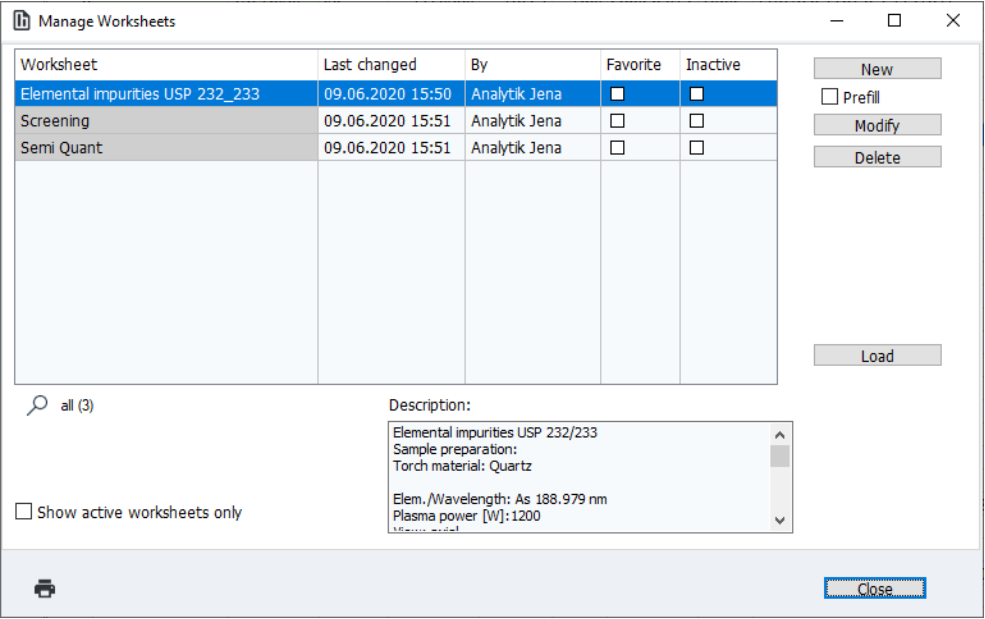
2 Fogli di lavoro

Un foglio di lavoro è una scheda che contiene un metodo e una sequenza. In un foglio di lavoro è possibile salvare anche le impostazioni relative al file con l'ID del campione e ai dati dei risultati. Dopo avere caricato un foglio di lavoro si può avviare direttamente la routine di misurazione.

I fogli di lavoro possono essere creati, modificati, cancellati, disattivati o caricati. Le rispettive funzioni si trovano nella finestra **Manage Worksheets**.

Per aprire la finestra **Manage Worksheets** cliccare su  nella barra delle icone.

Elementi della finestra Manage Worksheets



Pulsanti/Opzioni	Descrizione
New	Crea un nuovo foglio di lavoro
Prefill	Acquisisce una sequenza e un metodo già caricati.
Modify	Modifica il foglio di lavoro selezionato
Delete	Cancella il foglio di lavoro selezionato
Load	Carica il foglio di lavoro selezionato per una misurazione
Show active worksheets only	Nasconde tutti i fogli di lavoro contrassegnati con Inactive nella tabella
Description	Descrizione del foglio di lavoro selezionato Queste informazioni vengono memorizzate quando si crea il foglio di lavoro.

La tabella fornisce le seguenti informazioni sui fogli di lavoro:

Colonna	Descrizione
Worksheet	Nome del foglio di lavoro
Last changed	Data dell'ultima modifica del foglio di lavoro
By	Questo utente ha apportato l'ultima modifica. Il nome dell'utente viene acquisito dalla finestra Quick start.
Favorite	Quando questa opzione è attiva, il foglio di lavoro viene visualizzato nella scheda Favorites della finestra Quick Start

Colonna	Descrizione
Inactive	Quando questa opzione è attiva, questo foglio di lavoro non viene visualizzato nella finestra Quick start. Un foglio di lavoro contrassegnato come inattivo può comunque essere caricato dalla finestra Manage Worksheets .

Vedere a riguardo anche

📄 Avvio con un foglio di lavoro [► 9]

2.1 Creazione di un nuovo foglio di lavoro

I fogli di lavoro vengono creati nella finestra **New Worksheet**.

New Worksheet

Name: ★ Favorite

Method: 🔍 ☐ Inactive

08.06.2020 15:10

Sequence: 🔍

09.06.2020 7:45

Sample ID: 📁

Folder: 📁

Results file: 📁

Folder: 📁

Name:

C:\Users\Public\Documents\Analytik Jena\ASpectPQ\ICP\RESULTS\Ground

Elements:

Last changed: 19.08.2020 12:57

Description:

Elementi della finestra New Worksheet

Campo/Opzione	Descrizione
Name	Immettere il nome del foglio di lavoro
Method	Metodo salvato nel foglio di lavoro Aprire la finestra del database con 🔍 e selezionare il metodo.
Sequence	Sequenza salvata nel foglio di lavoro Aprire la finestra del database con 🔍 e selezionare la sequenza.
Sample ID	Opzionalmente è possibile configurare le impostazioni per il caricamento di un file con l'ID del campione:

Campo/Opzione	Descrizione
	(none): non viene configurata nessuna impostazione per il file con l'ID del campione. Open folder containing Sample ID files: dopo aver caricato il foglio di lavoro, si apre una cartella contenente il file con l'ID del campione. Cliccare su  e selezionare la cartella. Load Sample ID file: quando si carica il foglio di lavoro, viene caricato automaticamente un file con l'ID del campione. Cliccare su  e selezionare il file. Eventualmente definire una maschera per il nome del file con i caratteri segnaposto "*" e "?".
Results file	Opzionalmente è possibile configurare le impostazioni per il salvataggio dei risultati: (none) La misurazione si avvia con la finestra Start, nella quale vengono immessi il nome del file dei risultati e la cartella di destinazione. Always create new file (append time stamp) I file dei risultati di una sequenza vengono salvati in un nuovo file. Il nome del file è composto da una parte fissa (nome) e dall'indicazione della data e dell'ora della misurazione. Selezionare la cartella in cui deve essere salvato il file e immettere un nome. Create and append to file Il file dei risultati viene creato al primo avvio della sequenza. A ogni successivo avvio della sequenza, i risultati vengono aggiunti in questo file.
Description	Nel campo Description sono già visualizzati alcuni parametri di analisi predefiniti estratti dal metodo. È possibile modificare a piacere questi dati e in questo modo definire istruzioni precise per l'uso del foglio di lavoro. Quando un foglio di lavoro è selezionato, i dati immessi vengono visualizzati nella finestra Quick start e nella finestra Manage Worksheets .
Favorite	Se si clicca sulla stella, il foglio di lavoro viene salvato come preferito: stella gialla: preferito stella grigia: non preferito
Inactive	Quando questa opzione è attiva, questo foglio di lavoro non compare nel Quick start. Un foglio di lavoro contrassegnato come inattivo può essere caricato dalla finestra Manage Worksheets .

Specificazione del foglio di lavoro

- ▶ Per creare un nuovo foglio di lavoro, cliccare su  nella barra delle icone per aprire la finestra **Manage Worksheets** e cliccare su **New**.
In alternativa, è possibile fare clic su  nella barra degli strumenti.
✓ Viene visualizzata la finestra **New Worksheet**.
- ▶ Selezionare un metodo e una sequenza.
Nota: in una sequenza è sempre possibile caricare ulteriori metodi come azioni.
- ▶ Opzionalmente è possibile definire come salvare il file dei risultati e utilizzare un file con l'ID del campione, nonché modificare la descrizione (vedi in seguito).
- ▶ Uscire dalla finestra cliccando su **OK**.
✓ Il nuovo foglio di lavoro viene visualizzato nella finestra **Manage Worksheets** e può essere caricato.

Vedere a riguardo anche

 Avvio della routine di misurazione [▶ 68]

2.2 Modifica del foglio di lavoro

È possibile modificare tutte le impostazioni di un foglio di lavoro.

- ▶ Aprire la finestra **Manage Worksheets** cliccando su  nella barre delle icone.
- ▶ Selezionare il foglio di lavoro e cliccare su **Modify**.
Viene visualizzata la finestra **Edit Worksheet**.
- ▶ Apportare le modifiche procedendo come per la creazione di un nuovo foglio di lavoro.

2.3 Caricamento di un foglio di lavoro

Un foglio di lavoro può essere selezionato nella finestra **Quick Start** oppure caricato nella finestra **Manage Worksheets**:

- ▶ aprire la finestra **Manage Worksheets** cliccando su  nella barra delle icone.
- ▶ selezionare il foglio di lavoro cliccandolo nella tabella e poi cliccare su **Load**.
 - ✓ Il foglio di lavoro viene caricato e nella finestra principale viene visualizzata la sequenza.

A seconda della configurazione del foglio di lavoro, è ora possibile abbinare il metodo e la sequenza caricati con il foglio di lavoro a un file con l'ID del campione oppure avviare direttamente la misurazione.



NOTA

Quando viene caricato un foglio di lavoro, vengono sempre utilizzate le versioni più recenti del metodo e della sequenza.

Se si carica un metodo o una sequenza diversa da quelli del foglio di lavoro, vengono ripristinate tutte le impostazioni relative al file dei risultati e agli ID dei campioni configurate nel foglio di lavoro.

2.4 Cancellazione di un foglio di lavoro

È possibile cancellare un foglio di lavoro non necessario.

- ▶ Cliccare su  nella barra delle icone per aprire la finestra **Manage Worksheets**.
- ▶ Selezionare il foglio di lavoro e cliccare su **Delete**.
 - ✓ Il foglio di lavoro verrà cancellato dopo una domanda di conferma.

3 Metodi

I metodi contengono i parametri necessari ad effettuare un'analisi:

- selezione delle righe spettrali
- parametri per l'analisi di una riga
- impostazioni per il plasma e lo spettrometro
- tipo di inserimento del campione
- parametri di calibrazione
- analisi statistiche
- impostazioni per il controllo e la garanzia della qualità
- impostazioni per l'output dei valori misurati

È possibile creare delle sequenze di misurazione sulla base di un metodo. Le sequenze determinano l'ordine con cui i campioni e le azioni devono essere elaborati all'interno di una routine di misurazione. I metodi salvati possono essere utilizzati per eseguire analisi con diverse sequenze.

Per aprire la finestra **Method** cliccare su  nella barra delle icone. Viene visualizzato il metodo che è stato attivato per ultimo. Se, dopo aver avviato ASpect PQ, non viene caricato alcun metodo, nella finestra vengono visualizzate le impostazioni predefinite oppure nessuna impostazione.

3.1 Creazione, salvataggio e caricamento dei metodi

I metodi vengono salvati in un database. Se si apportano delle modifiche a un metodo esistente e si salvano le modifiche senza cambiare nome al metodo, il software crea una nuova versione del metodo. In tal modo, il metodo originario non verrà sovrascritto o eliminato per errore.

Ulteriori funzioni per l'esportazione, l'importazione o l'eliminazione dei metodi sono reperibili nella finestra **Data | Data management**.

Vedere a riguardo anche

 Gestione dei metodi e delle sequenze [▶ 125]

3.1.1 Creazione di un nuovo metodo

Quando si crea un nuovo metodo, è possibile utilizzare le impostazioni predefinite, i parametri di un metodo salvato o i parametri del metodo attualmente in uso.

- ▶ Selezionare la voce di menu **File | Create new Method**.
Se non è ancora stato attivato alcun metodo, si può cliccare in alternativa su .
- ▶ Attivare una delle tre opzioni nella finestra **New method**:
 - **Based on default parameters**: aprire la finestra **Method** soltanto con le impostazioni predefinite per la calibrazione e le statistiche.
 - **Based on current parameters**: aprire la finestra **Method** con i parametri del metodo attualmente impostati.
 - **Based on saved method**: selezionare un metodo nella finestra del database **Load method**.
- ▶ Confermare la selezione con **OK**.
 - ✓ Viene visualizzata la finestra **Method** con le impostazioni predefinite selezionate.

- Specificare il metodo nelle varie schede e apportare le ottimizzazioni necessarie.
- Acquisire i parametri del metodo impostati utilizzando i pulsanti **OK** o **Accept**.
 - ✓ A questo punto è possibile salvare il metodo o utilizzarlo per l'analisi successiva. Creare una sequenza per l'analisi in base al metodo e, opzionalmente, compilare una tabella di ID di campioni. Dopodiché avviare la misurazione.

Vedere a riguardo anche

📄 Specificazione dei parametri del metodo [► 25]

3.1.2 Salvataggio del metodo

Una volta inseriti i parametri del metodo, salvare il metodo nel database. In questo modo è possibile caricare il metodo anche in un secondo momento per eseguire ulteriori misurazioni oppure integrarlo nei fogli di lavoro. Nella finestra **Save method** è possibile salvare i metodi nel database. È possibile inserire ulteriori dati per classificare il metodo e renderlo più facilmente reperibile.

Elementi della finestra Save method

The 'Save method' dialog box is shown with the following elements:

- Name:** Method_Ground
- Cat.:** INS
- Table:** A table with columns: Name, Vers., Date, Time, Cat., Operator, Status.
- Sort by:** A dropdown menu set to 'Name/Vers.', with radio buttons for 'Increasing' (selected) and 'Decreasing'.
- Checkboxes:** 'Current version only' (checked), 'Use as routine method' (unchecked), 'Save calibration data' (checked).
- Description:** A text area for additional information.
- Buttons:** OK and Cancel.

Opzione	Descrizione
Name	Nome del metodo
Cat.	Categoria (tre caratteri) per un'ulteriore identificazione e per ordinare i metodi Questa informazione è opzionale. Se è stato installato il modulo di conformità "FDA 21 CFR Part 11", è possibile contrassegnare un metodo come approvato, utilizzando le categorie selezionate. Le categorie dei metodi approvati vengono definite dall'utente nelle impostazioni della gestione degli utenti.
Table	Panoramica dei metodi disponibili
Sort by	È possibile utilizzare le opzioni di questo gruppo per ordinare l'elenco dei metodi. Se questa opzione Current version only è attivata, viene visualizzata solo la versione più recente dei metodi che hanno lo stesso nome.
Use as routine method	Quando questa opzione è attiva, il metodo è disponibile nella modalità di programma Routine . La modalità di programma viene selezionata nella finestra Quick Start .

Opzione	Descrizione
	Se è installato il modulo opzionale "Modul 21 CFR Part 11 Compliance ASpect PQ", l'opzione non è disponibile per la selezione.
Predefined methods	Salva le curve di calibrazione presenti con il metodo Le curve di calibrazione possono essere utilizzate per ulteriori analisi.
Description	Opzione per inserire ulteriori spiegazioni relative al metodo Cliccare su  per aprire un elenco di commenti predefiniti. Questi commenti vengono gestiti nella finestra Data Default descriptions

Salvataggio del metodo

- ▶ Nella finestra **Method** cliccare su **Save** oppure selezionare la voce di menu **File | Save | Method**.
 - ✓ Viene visualizzata la finestra **Save method**.
- ▶ Inserire il nome del metodo e selezionare altri parametri.
 - ✓ Il metodo viene salvato nel database. Se si utilizza lo stesso nome di un metodo già presente, viene creata una nuova versione del metodo nel database.



NOTA

Il metodo viene inoltre salvato nel file dei risultati della misurazione. È possibile ripristinare il metodo direttamente nel file dei risultati. Nella finestra **Data | Data management** sono disponibili ulteriori funzioni di gestione dei metodi.

Vedere a riguardo anche

-  Configurazione delle impostazioni generali della gestione degli utenti [▶ 151]
-  Finestra Quick Start [▶ 8]
-  Gestione dei metodi e delle sequenze [▶ 125]

3.1.3 Caricamento del metodo

È possibile caricare i metodi salvati e avviare una routine di misurazione insieme a una sequenza. I parametri del metodo possono essere caricati sia dal database dei metodi che da un file dei risultati già presente.

Caricamento dal database

- ▶ Aprire la finestra del database in uno dei seguenti modi:
 - sulla barra degli strumenti cliccare sull'icona della cartella  accanto al campo **Method**.
 - selezionare la voce di menu **File | Load method**.
 - cliccare su **Open** nella finestra **Method**.
- ▶ Selezionare il metodo desiderato dall'elenco.
- ▶ Nel campo **Cat.** è possibile limitare i metodi visualizzati selezionando una categoria. Se si desidera vedere tutti i metodi, cancellare il campo **Cat.**.
- ▶ Attivare la casella di controllo **Current version only**, se si desidera visualizzare soltanto la versione più recente dei metodi che hanno lo stesso nome.
- ▶ Uscire dalla finestra **Method** con **OK**.
 - ✓ È stato caricato il metodo desiderato. Il metodo viene visualizzato nella barra degli strumenti in **Meth**.

Caricamento da un file dei risultati

Il metodo può essere estrapolato da un file dei risultati visualizzato nella finestra principale.

- ▶ Cliccare col tasto destro del mouse su un qualsiasi campione.
- ▶ Nel menu contestuale, selezionare la voce di menu **Load method from results**.
- ▶ Viene richiesto se si desidera sovrascrivere i parametri attualmente impostati per il metodo. Dopodiché il metodo può essere visualizzato cliccando su

3.2 Specificazione dei parametri del metodo

Nella finestra **Method** vengono specificati i parametri per la misurazione e i parametri per la valutazione dei risultati di un’analisi.

Per aprire la finestra **Method** cliccare su

Pulsanti nella finestra Method

Alcuni pulsanti vengono sempre visualizzati nella parte inferiore della finestra.

Pulsante	Descrizione
Open	Apri un metodo salvato
Save	Salva i parametri attualmente impostati per il metodo
	Stampa i parametri del metodo
	Visualizza le caratteristiche del metodo
OK	Acquisisce i parametri nella finestra e chiude la finestra
Accept	Acquisisce i parametri nella finestra, ma lascia la finestra aperta
Cancel	Non acquisisce i parametri modificati e chiude la finestra

3.2.1 Specificazione delle righe da analizzare (finestra Method | Lines)

Nella finestra **Method | Lines** selezionare le righe da analizzare per la misurazione.

Finestra Method | Lines

Method

LinesPlasmaSample introductionEvaluationCalibrationStatisticsQCSQCCOutput

No.	☐	Elem.	Wavel. [nm]	Line	Type	Principal line	Read time [s]	Autointegr. Range	Order
1	☒	Al	396.1520	Al396.152	Analyte		3.0	Peak	1
2	☒	As	188.9790	As188.979	Analyte		10.0	Peak	2
3	☐	As	193.6980	As193.698	Analyte		10.0	Peak	3
4	☒	Cd	214.4410	Cd214.441	Analyte		3.0	Peak	4
5	☒	Cd	226.5020	Cd226.502	Analyte		3.0	Peak	5
6	☒	Cr	267.7160	Cr267.716	Analyte		1.0	Peak	6
7	☒	Cu	324.7540	Cu324.754	Analyte		1.0	Peak	7
8	☒	Fe	259.9396	Fe259.940	Analyte		1.0	Peak	8
9	☒	Mn	257.6100	Mn257.610	Analyte		1.0	Peak	9
10	☒	Ni	231.6036	Ni231.604	Analyte		1.0	Peak	10

Line

Append...Insert...DeleteModify...★

Multi-line evaluation...

Assign internal std....

Delete lines not in use

Open...Save...

OKAcceptCancel

Parametri della tabella delle righe

Colonna	Descrizione
No.	Ordine delle righe selezionate nella tabella
☐ ☒	Disponibile solo nella modalità Method Development (non con "Modul 21 CFR Part 11 Compliance ASpect PQ") La marcatura facilita lo sviluppo del metodo, in cui all'inizio vengono misurate diverse righe di un elemento e poi viene selezionata la riga appropriata. Se una riga dell'elemento viene attivata con un segno di spunta, questa riga viene utilizzata per l'analisi e misurata. Le righe disattivate sono escluse dall'analisi successiva e non vengono misurate. Le righe disattivate non sono ancora esplicitamente eliminate dalla tabella delle righe.
Elem.	Icona dell'elemento da analizzare
Wavelength	Lunghezza d'onda della riga da analizzare espressa in nm
Line	Nome della riga da analizzare Per impostazione predefinita, il nome della riga è composto dal simbolo dell'elemento e dalla lunghezza d'onda. Il nome può essere modificato, ma deve sempre essere univoco.
Type	Selezione tra Analyte (riga da analizzare) e Int.std. (riga di riferimento interna)
Principal line	Seleziona e indica con quale riga da analizzare verrà misurata simultaneamente alla riga attuale (misurazione simultanea) La durata della misurazione può essere ridotta impostando lo spettrometro per rilevare le righe vicine tra loro. Cliccando su Multi-line evaluation vengono visualizzate le combinazioni possibili.
Read time	Durata complessiva della misurazione per una riga da analizzare
Autointegr. Range	Selezionare automaticamente il tempo di integrazione, per avere un'esposizione ottimale del sensore CCD e non si verifichi una sovraesposizione. In caso di sovraesposizione, la carica assorbita da un pixel si estende ai pixel adiacenti, causando degli errori di misurazione (effetto Blooming). Per determinare il tempo di integrazione occorre selezionare un'area: Spectrum Il tempo di integrazione viene ottimizzato in funzione del picco più alto all'interno dell'intervallo spettrale di una riga. Questa è l'opzione predefinita e garantisce un risultato sicuro. Peak Il tempo di integrazione viene ottimizzato in funzione del picco di analisi. Se si seleziona questa opzione, l'utilizzo dell'intervallo dinamico del sensore CCD viene ottimizzato per l'analisi. Tuttavia accertarsi che non sia presente alcun picco più alto limitrofo al pixel analizzato. Se così fosse, i risultati misurati potrebbero risultare distorti a causa dell'effetto Blooming. etector Il tempo di integrazione viene adattato sul sensore in funzione del picco più alto. Con questa opzione, nessuna area del sensore viene sovraesposta. Eventualmente potrebbe verificarsi che i pixel del picco di analisi non vengano illuminati in modo ottimale.
Order	Ordine dell'analisi L'ordine di misurazione può essere impostato a piacimento. Nota: se si clicca su  dopo che è stato evidenziato un numero, le righe seguenti vengono numerate in ordine crescente. È possibile ordinare le righe evidenziate nella tabella (righe degli elementi) nell'ordine di misurazione desiderato utilizzando  e ; inserire "1" nella prima riga sotto "Order" e con  assegnare l'ordine di misurazione a tutte le righe da analizzare in ordine crescente.

Tasti nel gruppo Lines

Con i tasti **Append**, **Insert** e **Modify** è possibile aggiungere ulteriori righe da analizzare alla tabella o modificare la riga selezionata. Dopo aver cliccato su questi tasti, si apre la finestra **Select element/line** in cui è possibile inserire ulteriori dati. Con il pulsante **Delete** è possibile eliminare dal metodo una o più righe da analizzare selezionate.

Ulteriori pulsanti e caselle di controllo

Pulsante	Descrizione
Multi-line evaluation	Per trovare combinazioni di righe da analizzare che possono essere acquisite insieme a un'impostazione dello spettrometro Queste righe da analizzare possono essere misurate simultaneamente.
Assign internal std.	Abbina le righe da analizzare a uno standard interno e le corregge
Delete lines not in use	Disponibile solo in modalità di programma Method Development (non con "Modul 21 CFR Part 11 Compliance ASpect PQ") Cancella tutte le righe disattivate dall'elenco del metodo. Nota: i metodi possono essere salvati e utilizzati solamente come metodi di routine, se vengono usate tutte le righe della tabella.
Optimized measuring order	Ordina automaticamente le righe da analizzare in base alla lunghezza d'onda e alle condizioni della misurazione, così da ridurre la durata complessiva della misurazione Se questa casella di controllo è attivata, non è più possibile ordinare manualmente le righe da analizzare. Nota: la durata della misurazione dipende dal numero e dall'ordinamento delle righe da analizzare, nonché dalle condizioni della misurazione. Pertanto, anche la selezione di parametri simili per il plasma e il sistema ottico di trasferimento può ridurre la durata della misurazione di svariate righe da analizzare.

Vedere a riguardo anche

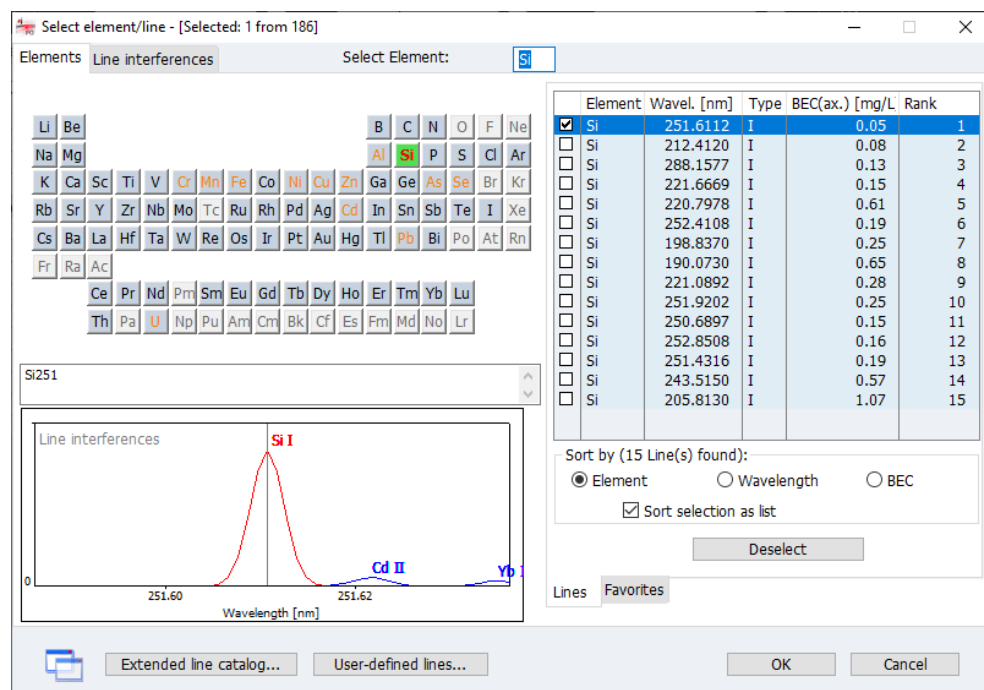
-  Misurazione simultanea di linee [► 30]
-  Comandi di uso comune [► 15]
-  Definizione degli standard interni [► 31]

3.2.1.1 Aggiunta di linee di analisi nella tabella delle linee

Le righe da analizzare vengono selezionate nella finestra **Select element/line**.

Elementi della finestra Select element/line

La scheda **Elements** mostra la tavola periodica con tutti gli elementi analizzabili mediante la tecnologia ICP-OEP (i pulsanti sono visualizzati in grigio scuro e simboli degli elementi in nero). Gli elementi in grigio chiaro non sono disponibili. La scheda **Line interferences** mostra le possibili interferenze note per una riga selezionata con le relative sensibilità.



Il foglio di calcolo **Favorites** contiene una preselezione delle righe con le applicazioni raccomandate (parole chiave). Quando queste righe vengono selezionate, i parametri ottimizzati vengono acquisiti simultaneamente nel metodo. A queste righe preferite è anche possibile aggiungerne delle proprie.

Il foglio di calcolo **Lines** contiene tutte le righe selezionabili con le seguenti informazioni:

Colonna	Descrizione
Element	Elemento
Wavel.	Lunghezza d'onda analitica in nm
Type	Indica il tipo di atomizzazione: I: riga dell'atomo II: riga dello ione
BEC	Valore BEC tipico della riga dell'analita Il valore BEC (Background Equivalent Concentration) rappresenta la concentrazione dell'analita che genera un'intensità equivalente a quella di fondo. Un valore più basso corrisponde a una maggiore sensibilità. I valori BEC sono stati determinati nel seguente modo: osservazione assiale, potenza 1200 W, flusso di gas plasmatico 12 L/min, flusso di gas ausiliario 0,5 L/min, flusso di gas del nebulizzatore 0,6 L/min.
Rank	Classificazione delle righe da analizzare consigliate La raccomandazione di una riga da analizzare dipende sia dalla sensibilità che dai possibili disturbi causati dalle righe vicine di altri elementi. Più una riga è in alto nella classificazione, maggiori sono le possibilità di ottenere buoni risultati con la riga da analizzare.

Utilizzando le opzioni **Element**, **Wavelength** o **BEC** è possibile ordinare la tabella delle righe in ordine crescente per simbolo chimico, lunghezza d'onda o BEC.

Se l'opzione **Sort selection as list** è attivata, le righe vengono inserite nella tabella delle righe del metodo secondo l'ordine dell'elenco (**Sort by**). Se tale opzione è disattivata, le righe vengono inserite nell'ordine di selezione.

Selezione delle righe

- Nella finestra **Method | Lines** cliccare su **Append** o **Insert**.
 - ✓ Viene visualizzata la finestra **Select element/line**.

- ▶ Se si clicca su uno dei simboli degli elementi visualizzato in grigio nella tavola periodica, nelle tabelle **Lines** e **Favorites** vengono visualizzate solamente le righe dell'elemento selezionato.
In alternativa, inserire il simbolo dell'elemento nel campo **Select Element**.
Cancellare il simbolo immesso nel campo **Select Element**, se si desidera che venga visualizzato l'elenco completo degli elementi.
- ▶ Nel foglio di calcolo **Favorites** selezionare le righe in funzione dell'applicazione o attivare le caselle di controllo delle righe di interesse della tabella **Lines**.
- ▶ Passare alla scheda **Line interferences** e verificare la presenza di interferenze note nelle righe selezionate.
- ▶ Continuare fino a che non siano state selezionate le righe per ciascun analita. Uscire dalla finestra con **OK**.
✓ Le righe selezionate vengono acquisite nella finestra **Method | Lines**.

Nota:

durante lo sviluppo del metodo, selezionare più righe per ogni analita.

Catalogo esteso delle righe

Dopo l'installazione, l'elenco delle righe contiene una preselezione delle righe da analizzare. Questo elenco può essere integrato con le righe del catalogo esteso delle righe.

- ▶ Nella finestra **Select element/line | Elements** cliccare su **Extended line catalog**.
- ▶ Selezionare con il mouse nell'elenco le righe desiderate.
Cliccando nuovamente con il mouse su una singola riga, è possibile rimuovere la selezione. Con **Deselect** vengono eliminate tutte le selezioni.
- ▶ Cliccando su **Add to lines table**, la selezione viene acquisita nell'elenco delle righe.

**NOTA**

Le righe aggiunte dal catalogo esteso non possono più essere eliminate dal catalogo standard.

Creazione e modifica delle proprie righe da analizzare

È possibile definire personalmente delle righe e utilizzarle per l'analisi.

- ▶ Nella finestra **Select element/line** cliccare su **User-defined lines**.
- ▶ Nella finestra **Edit lines** inserire i dati relativi a **Element** e **Wavelength** ed effettuare la selezione nel campo elenco **Type**.
- ▶ Il pulsante **Add** permette di acquisire i dati immessi nel proprio elenco delle righe.
- ▶ Se si clicca il pulsante **Close**, le righe definite personalmente vengono acquisite nell'elenco.

Queste righe possono essere modificate o cancellate dall'elenco.

- ▶ Per modificare una riga nel proprio elenco, selezionarla con il mouse nell'elenco della finestra **Edit lines**.
Inserire i dati della nuova linea, quindi cliccare su **Modify**.
- ▶ Per eliminare una voce dall'elenco, selezionarla e poi cliccare sul pulsante **Delete**.

Vedere a riguardo anche

- 📖 Definizione delle proprie linee di analisi preferite [▶ 31]

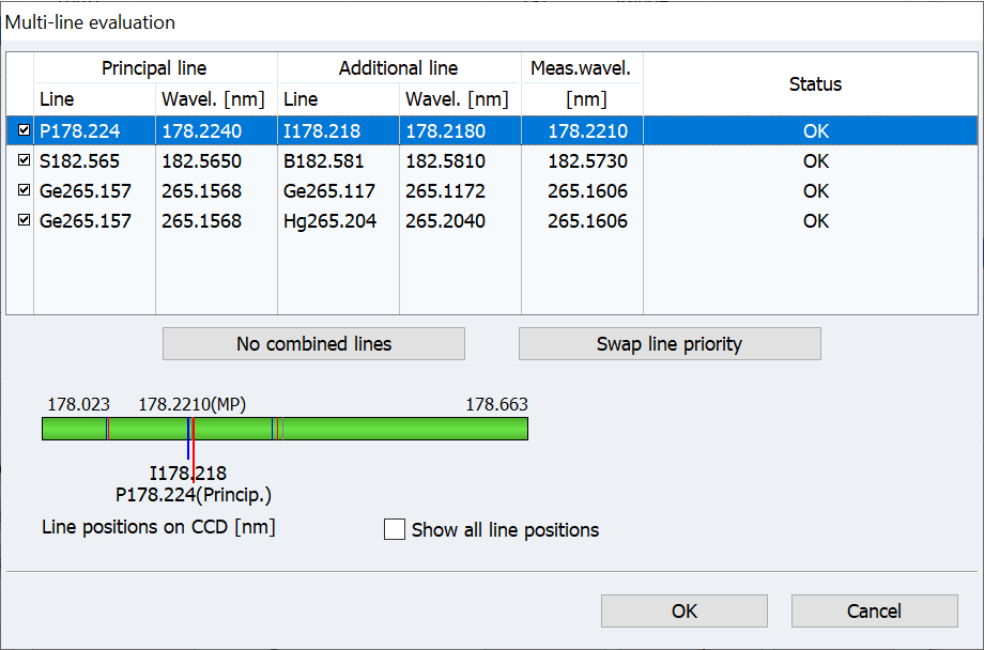
3.2.1.2 Misurazione simultanea di linee

Le righe rilevate insieme con una singola impostazione dello spettrometro possono essere misurate simultaneamente. Ciò riduce la durata dell'analisi. È possibile utilizzare la funzione **Multi-line evaluation** per trovare queste righe nel metodo attivo e combinarle per l'analisi.

- Nella finestra **Method | Lines** cliccare su **Multi-line evaluation**. Viene visualizzata la finestra omonima che mostra una panoramica delle possibili combinazioni di righe.

Elementi della finestra Multi-line evaluation

Nella finestra **Multi-line evaluation** viene mostrato un elenco delle possibili combinazioni di righe. Un grafico a barre mostra la posizione delle righe sul sensore per la riga dell'elenco selezionata.



Colonne/Pulsante	Contenuto
Casella di controllo	Quando questa opzione è attiva, la rispettiva combinazione di righe verrà misurata simultaneamente nel metodo.
Principal line	Per la misurazione della combinazione di righe vengono utilizzati i parametri di misurazione specificati per Principal line . Line Nome della riga principale Wavel. Lunghezza d'onda in nm della riga principale
Additional line	Line Nome della riga aggiuntiva da analizzare Wavel. Lunghezza d'onda in nm della riga aggiuntiva da analizzare
Meas.wavel.	Lunghezza d'onda della misurazione in nm (centro della riga del sensore)
Status	Commenti
No combined lines	Cancella tutte le selezioni Nel metodo non vengono misurate righe simultaneamente.
Swap line priority	Scambia la riga principale e quella aggiuntiva in una combinazione di righe

In una combinazione di righe, la riga principale e la riga aggiuntiva vengono determinate in modo automatico. Le righe aggiuntive acquisiscono i parametri del plasma e la durata dell'analisi dalla riga principale. **Swap line priority** permette di invertire questa assegnazione.

3.2.1.3 Definizione delle proprie linee di analisi preferite

È possibile aggiungere righe da analizzare a un elenco di righe preferite (Favorit) con note sull'applicazione predefinita. Sotto questa voce vengono salvati i dati relativi alla riga da analizzare con tutti i parametri metodologici rilevanti per la riga. L'elenco dei preferiti è disponibile ogni volta che vengono selezionate le righe degli elementi.

- ▶ Selezionare la riga nella tabella della finestra **Method | Lines** è cliccare su .
- ▶ Modificare il nome della riga nella finestra **Add to favorites**.
- ▶ Il campo **Comment** consente di inserire note e indicazioni sulla riga.
- ▶ Selezionare una o più applicazioni nell'elenco **Tags**.
È possibile aggiungere delle voci a piacere nell'elenco delle parole chiave. Le parole chiave predefinite sono evidenziate in blu.
 - ✓ La riga è disponibile nella finestra **Select element/line**.

3.2.1.4 Definizione degli standard interni

Gli standard interni servono principalmente per correggere le interferenze non spettrali causate, ad es., da anomalie nel trasporto del campione. Gli standard interni vengono definiti nella tabella delle righe della finestra **Method | Lines**.

- ▶ Nella tabella delle righe inserire la riga da analizzare che si desidera utilizzare come standard interno e nella colonna **Type** selezionare l'opzione **Int.std..**
- ▶ Cliccare su **Assign internal std..**
Viene visualizzata la finestra **Assign internal std..**
- ▶ Nella tabella assegnare gli standard interni alle righe che si desidera analizzare. Per farlo, cliccare sulla riga corrispondente nella colonna **Internal standard** e selezionare lo standard interno dall'elenco.
- ▶ Se si clicca il pulsante , le impostazioni di una riga da analizzare vengono acquisite da tutte le successive righe della tabella.
- ▶ Cliccando su **OK**, le impostazioni vengono acquisite nel metodo.

Assign internal std.

No.	Line	Internal standard
1	Al396.152	Y371.030
2	As188.979	Y371.030
3	As193.698	Y371.030
4	Cd214.441	Y371.030
5	Cd226.502	Y371.030
6	Cr267.716	Y371.030
7	Cu324.754	Y371.030
8	Fe259.940	Y371.030
9	Mn257.610	Y371.030
10	Ni231.604	Y371.030
11	Pb220.353	Y371.030
12	Se196.028	Y371.030
13	U385.957	Y371.030
14	Zn206.200	Y371.030

OK

Cancel

3.2.2 Impostazione dei parametri per il plasma e il sistema ottico di trasferimento (finestra Method | Plasma)

- Nella finestra **Method | Plasma** effettuare le seguenti impostazioni:
- flussi di gas per il plasma nella torcia
 - selezione della direzione di osservazione del plasma e della sua regolazione

Elementi della finestra Method | Plasma

Method

Lines

Plasma

Sample introduction

Evaluation

Calibration

Statistics

QCS

QCC

Output

Oxygen flow [L/min]:

0.00

No.	Line	Power [W]	Plasma gas [L/min]	Aux. gas [L/min]	Nebulizer gas [L/min]	Direction	x-offset [mm]	y-offset [mm]
1	Al396.152	1200	12.0	0.50	0.60	axial	0	0
2	As188.979	1200	12.0	0.50	0.60	axial	0	0
3	As193.698	1200	12.0	0.50	0.60	axial	0	0
4	Cd214.441	1200	12.0	0.50	0.60	axial	0	0
5	Cd226.502	1200	12.0	0.50	0.60	axial	0	0
6	Cr267.716	1200	12.0	0.50	0.60	axial	0	0
7	Cu324.754	1200	12.0	0.50	0.60	axial	0	0
8	Fe259.940	1200	12.0	0.50	0.60	axial	0	0
9	Mn257.610	1200	12.0	0.50	0.60	axial	0	0
10	Ni231.604	1200	12.0	0.50	0.60	axial	0	0

Open...

Save...

OK

Accept

Cancel

Colonna	Descrizione
No.	Sequenza delle righe selezionate nella tabella
Line	Nome della riga da analizzare
Power	Potenza effettiva del plasma in watt

Colonna	Descrizione
	Un aumento della potenza del plasma ne migliora la stabilità, ad es. in caso di solventi organici o campioni altamente salini come soluzione di misurazione. Una maggiore potenza del plasma richiede allo stesso tempo anche un maggiore flusso di gas plasmatico, al fine di evitare lo scioglimento o il danneggiamento della torcia.
Plasma gas	Flusso di gas plasmatico in L/min Il gas plasmatico fluisce tra il tubo in quarzo esterno e quello interno della torcia. Viene portato allo stato plasmatico dall'induzione della bobina e contemporaneamente raffredda il tubo esterno della torcia. Un maggiore flusso di gas plasmatico contribuisce a prolungare la durata utile della torcia.
Aux. gas	Flusso di gas ausiliario in L/min Il gas ausiliario fluisce tra il tubo in quarzo interno e l'iniettore. Supporta lo sviluppo del canale di misurazione e allontana il plasma dalla punta dell'iniettore. Un maggiore flusso di gas ausiliario è richiesto ad es. in presenza di soluzioni di misurazione con solventi organici o elevate concentrazioni di sale.
Nebulizer gas	Flusso di gas verso il nebulizzatore in L/min Il gas viene convogliato nel nebulizzatore. Nebulizza il campione e lo trasporta verso il plasma attraverso la camera di nebulizzazione e l'iniettore.
Direction	Direzione di osservazione del plasma Mediante il sistema ottico di trasferimento, la radiazione emessa dal plasma può essere accoppiata nello spettrometro da due direzioni. A seconda della riga dell'analita è possibile selezionare la direzione di osservazione ottimale. radial L'osservazione del plasma avviene lateralmente, a una determinata altezza al di sopra del bordo superiore della bobina. axial L'osservazione avviene dall'alto, lungo l'asse longitudinale del plasma. Entrambe le direzioni di osservazione possono anche essere attenuate. Ciò evita il sovraccarico del sensore ad alte intensità e amplia il campo analitico.
x-offset e y-offset	Taratura del sistema ottico di trasferimento in mm Spostando il sistema ottico lungo il canale di misurazione (in caso di osservazione radiale) e dal centro del canale di misurazione (in caso di osservazione radiale e assiale), è possibile scansionare aree a diverse temperature. Ciò consente di rilevare la temperatura di emissione ottimale per la riga da analizzare. L'impostazione ottimale per una riga può essere determinata automaticamente nella finestra Plasma.



NOTA

Durante la prima fase dello sviluppo del metodo (selezione delle righe adatte), i parametri preimpostati per il plasma sono adeguati. La modifica di questi parametri può avvenire dopo aver definito le righe di analisi, le tarature di fondo necessarie e determinato l'intervallo di linearità, al fine di ottimizzare ulteriormente i parametri del metodo.

Utilizzo dell'ossigeno

Per applicazioni speciali, ad es. le matrici organiche, è possibile usare l'ossigeno come gas aggiuntivo.

- Impostare il flusso di gas nel campo **Oxygen flow**.

Vedere a riguardo anche

Regolazione e ottimizzazione del plasma [► 109]

3.2.3 Specificazione dell'introduzione del campione (finestra Method | Sample delivery)

Nella finestra **Method | Sample delivery** configurare le seguenti impostazioni per l'analizzatore:

- portate della pompa di convogliamento verso l'analizzatore
- uso dell'autocampionatore
- opzioni di risciacquo

Finestra Method | Sample delivery

Tempi della pompa dello strumento analitico ICP-OES

Opzione	Descrizione
Normal mode	La normale velocità della pompa con cui il campione viene trasportato durante l'analisi. Questa velocità dovrebbe garantire una nebulizzazione ottimale del campione e basarsi sulla portata consigliata del nebulizzatore utilizzato.
Fast mode	Velocità incrementata con cui è possibile effettuare il risciacquo (con liquido detergente) tra una misurazione e l'altra e trasportare il campione fino al nebulizzatore. L'attivazione di questa velocità ottimizza il tempo di trasporto. Questa velocità non deve essere utilizzata durante il tempo di misurazione, poiché altrimenti non sarebbe più garantita la nebulizzazione omogenea del campione.
Delay time	Periodo di tempo che intercorre dall'avvio dell'aspirazione del campione fino all'effettivo avvio della misurazione. Questo tempo è necessario per sciacquare l'intero percorso del campione fino alla torcia con il campione inclusa, e per assicurare un'atomizzazione stabile. Nota: il tempo di ritardo comprende anche il tempo impostato nel campo Fast mode time .
Fast mode time	Intervallo di tempo in cui il campione viene trasportato con una portata elevata della pompa



NOTA

Nella finestra **Method | Sample delivery** vengono impostate le portate della pompa peristaltica dello strumento analitico ICP-OES. La portata della pompa dell'autocampionatore per il trasporto del liquido detergente può essere regolata con la manopola posta sopra la pompa o nei sampler di Cetac nella finestra **Autosampler | Techn. parameters**.

Utilizzo dell'autocampionatore

Se per le analisi viene utilizzato un autocampionatore, attivare l'opzione **Autosampler**. In **Parameters** è possibile accedere alle impostazioni dell'autocampionatore.

Risciacquo e controllo della pulizia

Durante l'elaborazione di una sequenza è possibile impostare delle fase di risciacquo dopo ogni misurazione del campione. Durante la misurazione automatica, il liquido detergente viene quindi prelevato dall'apposito recipiente dell'autocampionatore. Durante la misurazione manuale viene visualizzato un messaggio in cui si richiede di predisporre l'erogazione del liquido detergente.

Se la concentrazione del campione supera di oltre il 10% l'intervallo di misura della curva di calibrazione, è possibile sciacquare il percorso del campione e la torcia, per rimuovere eventuali contaminazioni causate dalla misurazione precedente. Per controllare i risultati della pulizia, durante il risciacquo viene misurata l'intensità. Il risciacquo prosegue finché non viene raggiunto il limite di controllo. Il controllo automatico della pulizia è consigliato dopo la misurazione di campioni altamente concentrati.

Opzione	Descrizione
Wash	off Il risciacquo è disattivato. Non viene eseguito il risciacquo automatico. Between samples Risciacquo dopo ogni campione, ma non durante una serie statistica
Wash time	In questo intervallo di tempo, il percorso del campione viene risciacquato fino alla torcia.
Wash only in fast mode	La fase di risciacquo avviene solo in modalità veloce. Se l'opzione viene disattivata, il risciacquo viene effettuato inizialmente in modalità veloce per il tempo indicato per questa modalità (Fast mode time) e per il resto del tempo di risciacquo in modalità normale.
Controlled cleaning	Quando questa opzione è attiva, in caso di superamento della concentrazione viene eseguita automaticamente una pulizia controllata.
Control limit (Ints.)	Valore del livello del segnale che deve essere raggiunto durante il risciacquo prima di misurare la soluzione successiva
Line	Riga dell'elemento utilizzata come riga di controllo

3.2.4 Analisi dei picchi(finestra Method | Evaluation)

Nella finestra **Method | Evaluation** definire i parametri per la valutazione dei picchi.



NOTA

Durante lo sviluppo del metodo, nella finestra **Edit spectra | Evaluation** è possibile determinare le impostazioni ottimali per la correzione del fondo della rispettiva riga da analizzare e acquisirle poi nel metodo.

Finestra Method | Evaluation

No.	Line	Range [nm]		Peak eval.	Poly.deg.	Correction	BGC fit	BGC pixel pos.
		low.	upp.					
1	Al396.152	-0.22	0.22	3 pixel	auto	off	dynamic	-15,15
2	As188.979	-0.12	0.12	3 pixel	auto	off	dynamic	-15,15
3	As193.698	-0.12	0.12	3 pixel	auto	off	dynamic	-15,15
4	Cd214.441	-0.13	0.13	3 pixel	auto	off	dynamic	-15,15
5	Cd226.502	-0.13	0.13	3 pixel	auto	off	dynamic	-15,15
6	Cr267.716	-0.16	0.16	3 pixel	auto	off	dynamic	-15,15
7	Cu324.754	-0.19	0.19	3 pixel	auto	off	dynamic	-15,15
8	Fe259.940	-0.15	0.15	3 pixel	auto	off	dynamic	-15,15
9	Mn257.610	-0.15	0.15	3 pixel	auto	off	dynamic	-15,15
10	Ni231.604	-0.14	0.14	3 pixel	auto	off	dynamic	-15,15

Spectral corrections... (none)

IEC factors... (none)

Open... Save... OK Accept Cancel

Colonna	Descrizione
No.	Sequenza delle righe selezionate nella tabella
Line	Nome della riga da analizzare
Range	low. Limite inferiore dell'intervallo di lunghezza d'onda per le analisi spettrali relative alla lunghezza d'onda di misurazione upp. Limite superiore dell'intervallo di lunghezza d'onda relativa alla lunghezza d'onda di misurazione
Poly.deg.	Selezione del grado polinomiale della curva di regressione per la correzione statica del fondo È possibile scegliere tra gradi polinomiali di ordine 0, 1, 2 e 3 oppure una ricerca automatica del grado polinomiale. (opzione auto).
Peak evaluation	Selezione dell'analisi del picco Pixels Numero di pixel utilizzati per analizzare l'intensità e dai quali vengono infine ricavati i valori misurati. Le intensità dei pixel da analizzare vengono sommate. In questo modo è possibile ridurre le imprecisioni dell'analisi dovute alle variazioni della posizione del picco. Numero consigliato di pixel da selezionare 3 Height Interpolazione del valore massimo del picco User defined Selezione libera dei pixel da analizzare, ad es. per l'analisi di multipli. Esempio di valori immessi: 50,120-130 forma il totale tramite i valori misurati dei pixel 50 e 120-130.
Correction	Algoritmo per la taratura spettrale (vedi sotto). off Non applicare alcuna taratura spettrale LSM Taratura spettrale con il metodo dei minimi quadrati

Colonna	Descrizione
	IEC Taratura spettrale con Inter Element Correction
BGC fit	Regola i pixel per la correzione del fondo off Non effettuare alcuna correzione del fondo dynamic I pixel per la correzione del fondo vengono individuati automaticamente dal software. static I pixel per la correzione del fondo sono specificati dall'utente nella colonna BGC pixel pos..
BGC pixel pos.	Posizione dei pixel rispetto al pixel di misurazione con taratura statica della correzione del fondo Immettere il numero dei pixel per la correzione del fondo.

Pulsanti

Pulsanti	Descrizione
Spectral corrections	Assegna un modello per la correzione spettrale alle righe da analizzare
IEC factors	Assegna una correzione inter-elemento alle righe da analizzare

Vedere a riguardo anche

- 📖 Valutazione dei picchi e determinazione della correzione del fondo – finestra Edit spectra | Processing [► 85]

3.2.4.1 Correzione spettrale con metodo dei quadrati più piccoli

Con le tarature spettrali è possibile eliminare matematicamente le emissioni strutturate del fondo causate, ad es., dalla sovrapposizione della riga da analizzare con le righe degli elementi della matrice. Il presupposto è che per la riga da analizzare i possibili spettri di disturbo siano stati raggruppati in un modello di correzione.

- Nella finestra **Method | Evaluation** cliccare su **Spectral corrections** e configurare un modello correttivo adatto per ogni singola riga.
 - ✓ Le righe a cui è stato assegnato un modello correttivo vengono contrassegnate nella colonna **Correction** con **LSM**.

Vedere a riguardo anche

- 📖 Rimozione delle interferenze spettrali – finestra Edit spectra | Spectral corrections [► 87]

3.2.4.2 Correzione inter-elementi

Mediante la correzione inter-elemento è possibile correggere le sovrapposizioni dirette delle righe. Il presupposto è un'ulteriore lunghezza d'onda indisturbata dell'elemento interferente.

Con una soluzione monoelemento (soluzione IEC) viene determinato il rapporto delle due righe dell'interferente (riga da analizzare sovrapposta e riga priva di interferenze). Il quoziente (fattore IEC) viene utilizzato durante le seguenti misurazioni di campioni per sottrarre l'intensità apparente o la concentrazione dell'interferente dalla riga dell'analita.

Elementi della finestra Assign IEC Elements

Assign IEC Elements

	Analyte line	Interferent	IEC solution	IEC blank	IEC factor	manually
1	Al396.152	Cr267.716	Cr IEC solution	Cr IEC blank		☐

Interelement correction is based on

☒ Intensities
 ☐ apparent concentrations

Elemento di controllo	Spiegazione
IEC solutions	Inserimento del nome, della concentrazione, dell'unità e della posizione dell'autocampionatore delle soluzioni degli elementi IEC e dei valori di fondo utilizzati per la correzione inter-elemento
Append	Aggiunge una nuova riga alla fine di un elenco
Insert	Inserisce una nuova riga nel punto selezionato nell'elenco
Delete	Cancella la riga evidenziata
Interelement correction is based on	Intensities La correzione avviene sottraendo le intensità Concentration La correzione avviene sottraendo le concentrazioni apparenti
Extract factors from results data	Estrae i fattori IEC calcolati da un file di risultati caricato

Contenuti della tabella

Colonna	Descrizione
Specify IEC solutions	Nome della riga da analizzare soggetta a interferenza
Interferent	Nome della riga di interferenza.
IEC solution	Denominazione della soluzione monoelemento contenente l'interferente. Le soluzioni IEC vengono specificate tramite il pulsante IEC solutions .
IEC blank	Nome del bianco analitico che viene sottratto dall'intensità o dalla concentrazione dell'interferente. I bianchi analitici vengono specificati tramite il pulsante IEC solutions .
IEC factor	Fattore di correzione IEC I fattori calcolati sono visualizzati con sfondo grigio.
manually	Quando questa opzione è attiva, è possibile inserire manualmente un fattore IEC. Non è necessaria alcuna soluzione di misurazione.

Assegnazione di una correzione inter-elemento

- Nella finestra **Method | Evaluation** cliccare su **IEC factors**.
 - ✓ Viene visualizzata la finestra **Assign IEC Elements**.
- Specificare innanzitutto le soluzioni IEC. Sono necessari un valore di fondo e una soluzione IEC (soluzione monoelemento) per ogni interferente.
 - Cliccare su **IEC solutions**.

Specify IEC solutions

Type	Name	Conc.	Unit	Pos
IEC blank1	Cr IEC blank	0	mg/L	1
IEC solution1	Cr IEC solution	1	mg/L	2

- Inserire nella tabella della finestra **Analyte line** un valore di fondo e una soluzione IEC per ogni interferente, cliccando su **Add blank** e **Add IEC solution**.
 - Assegnare un nome ad ogni soluzione nella cella della tabella corrispondente.
 - Per le soluzioni IEC, inserire la concentrazione dell'interferente della soluzione IEC nella colonna **Concentration**.
 - Confermare i dati immessi **OK**.
- ▶ Di nuovo nella finestra **Assign IEC Elements** selezionare la linea dell'analita con interferenza nella colonna **Specify IEC solutions**.
 - ▶ Nella colonna **Interferent**, selezionare la linea dell'interferente priva di interferenze.
 - ▶ Nelle colonne **IEC solution** e **IEC blank**, configurare la corrispondente soluzione monoelemento e il bianco analitico.
 - ▶ Selezionare il tipo di correzione inter-elementi basata sulle **Intensities** (intensità) o sulle **apparent concentrations** (concentrazioni apparenti).
 - ▶ Confermare i dati immessi con **OK**.
 - ✓ Nella tabella delle linee della finestra **Method | Evaluation**, nella colonna **Correction** le linee che hanno una correzione inter-elementi assegnata sono identificate con **IEC**.

Nella sequenza, la misurazione delle soluzioni IEC deve essere effettuata in seguito alla misurazione degli standard di calibrazione o del calcolo della calibrazione.

Immissione manuale dei fattori

Invece che determinare i fattori della correzione inter-elementi mediante la misurazione della soluzione a elemento singolo, i fattori noti possono essere inseriti direttamente nella tabella.

- ▶ Dopo aver inserito la **Specify IEC solutions** (linea dell'analita) e **Interferent** (interferente), attivare la casella **manually**.
- ▶ Inserire il fattore già calcolato nella colonna **IEC factor**.

3.2.5 Inserimento dei parametri di calibrazione (finestra Method | Calibration)

Nella finestra **Method | Calibration** definire il tipo di calibrazione e la correzione del valore di fondo. Per la calibrazione si utilizzano generalmente standard per elementi multipli che possono essere specificati come standard di aggiunta.

Finestra Method | Calibration

Method

LinesPlasmaSample introductionEvaluationCalibrationStatisticsQCSQCCOutput

Calibration mode
Standard calibration

Blank correction
Intensity corrected

Prepare std.
manually

No.	Line	Calib. func.	Intercept	Weighting	Check	Unit
1	Al396.152	linear	calculate	1/conc	none	µg/L
2	As188.979	linear	calculate	1/conc	none	µg/L
3	As193.698	linear	calculate	1/conc	none	µg/L
4	Cd214.441	linear	calculate	1/conc	none	µg/L
5	Cd226.502	linear	calculate	1/conc	none	µg/L
6	Cr267.716	linear	calculate	1/conc	none	µg/L
7	Cu324.754	linear	calculate	1/conc	none	µg/L
8	Fe259.940	linear	calculate	1/conc	none	µg/L
9	Mn257.610	linear	calculate	1/conc	none	µg/L
10	Ni231.604	linear	calculate	1/conc	none	µg/L

Stocks...Calibration Table...

Open...Save...OKAcceptCancel

Selezione della tecnica di calibrazione

Selezionare la tecnica nell'elenco **Calibration mode**:

Tecniche di calibrazione	Descrizione
No calibration	I risultati del campione vengono emessi solo come intensità. La calibrazione non è necessaria per queste misure. Nella scheda Calibration non occorre inserire ulteriori elementi. L'elenco delle sequenze deve essere composto solo da campioni.
Standard calibration	La calibrazione avviene con campioni dalla calibrazione nota negli analiti (standard). I campioni dalla concentrazione sconosciuta saranno misurati rispetto a tali standard di calibrazione.
Method of additions	Il campione non noto viene unito a quantità diverse di un campione noto e misurato. La concentrazione dell'analita risulta dalla comparazione.
Method of additions calib.	La curva di calibrazione, tramite la quale altre concentrazioni possono essere determinate, viene impostata dal metodo di aggiunta standard. Allo stesso tempo, la concentrazione del primo campione viene individuata mediante questo metodo.

Produzione degli standard

Opzione	Descrizione
manually	Le soluzioni degli standard di calibrazione sono preparate manualmente.
by diluter system	Solo quando si utilizza l'autocampionatore Cetac SDXHPLD con funzione di diluizione automatica Gli standard vengono preparati diluendo un'aggiunta nel miscelatore vortex (recipiente di miscelazione) dell'autocampionatore.

Correzioni dei valori di fondo

I metodi di aggiunta standard e le calibrazioni di aggiunta richiedono una correzione del valore di fondo. Selezionare la tecnica nell'elenco **Blank correction**:

Correzione	Descrizione
Intensity corrected	In ogni procedura di aggiunta standard viene misurato anche il valore di fondo, e il valore dell'intensità misurato è sottratto da tutti i valori misurati prima che le linee di regressione vengano calcolate. Questo metodo è stato il più utilizzato per lungo tempo; tuttavia, con molti campioni reali porta a risultati erranei.
Concentration corrected	Con il bianco analitico viene prima eseguita un'aggiunta standard separata con le stesse concentrazioni aggiunte al campione. La concentrazione che ne risulta è automaticamente sottratta da tutte le altre concentrazioni determinate (conc. 2) dall'aggiunta standard.

Parametri di calibrazione specifici per linee

I parametri specifici per linee vengono impostati nella tabella:

Colonna	Descrizione
No.	Sequenza delle linee selezionate nella tabella
Line	Nome della linea di analisi
Calib. func.	Solo per la calibrazione effettuata mediante metodo standard linear Progressione lineare della funzione di calibrazione $y = a + bx$ nonlin. ratio. Progressione non lineare della funzione di calibrazione descritta da una funzione sigmoidea $y = \frac{a + bx}{1 + cx}$ nonlin. quadr. Progressione non lineare della funzione di calibrazione descritta da una funzione quadratica $y = a + bx + cx^2$ automatically Per la calibrazione, sono calcolate sia una funzione lineare che una non lineare. La somma dei quadrati dei prodotti residui sono comparati tra loro (test di Mandel). Se la somma della funzione non lineare è significativamente inferiore a quella della funzione lineare, verrà selezionata la curva di calibrazione non lineare. In caso contrario, verrà utilizzata la curva di calibrazione lineare. La funzione non lineare può essere selezionata nella finestra Options Calibration. Come impostazione predefinita è stata fornita la funzione sigmoidea. Nota: per i metodi di aggiunta standard e di calibrazione in aggiunta sono consentiti soltanto progressioni grafiche lineari.
Intercept	Set zero Il grafico di calibrazione intercetta esattamente il punto zero misurato. calculate Il valore zero viene incluso nel calcolo come qualsiasi altro punto di calibrazione.
Weighting	none Sono tenuti in eguale considerazione tutti i punti di calibrazione. 1/conc I punti di calibrazione ottenuto con le concentrazioni più basse devono essere tenuti in maggior considerazione.

Colonna	Descrizione
	1/SD I punti con deviazioni più basse entro diverse ripetizioni di misurazione di uno standard hanno una considerazione maggiore (condizione: statistiche medie attivate). 1/(SD*conc) Combinazione dei metodi di calcolo 1/conc e 1/SD
Check	Il software fornisce un controllo automatico di determinate curve di calibrazione mediante un range di previsione calcolato in base a una certezza statistica selezionata manualmente. none Tutti i punti di calibrazione misurati e non cancellati sono utilizzati per calcolare il grafico. I punti di calibrazione non vengono marcati né eliminati. Elim .outliers Se i punti di calibrazione non sono compresi nel range di previsione, i valori erratici verranno eliminati mediante un test F (test per determinare se l'esclusione di un punto comporti un miglioramento significativo della deviazione residua): ■ Un test F viene eseguito per i punti di calibrazione maggiormente al di fuori del range di previsione. Se l'esclusione di questo punto non conduce a un miglioramento significativo della deviazione residua, il punto verrà incluso e il grafico di calibrazione non sarà ulteriormente ottimizzato. ■ Se l'esclusione di questo punto comporta un significativo miglioramento, il punto di calibrazione verrà definito come valore erratico (contrassegnato con "!" nella tabella, e segnato in rosso nel grafico) e la calibrazione verrà ricalcolata senza questo punto. ■ Per i punti che ora risiedono maggiormente al di fuori del range di previsione (deviazione maggiore), viene eseguito un altro test F. Questa procedura si ripete fino ad eliminare ogni valore erratico. ■ Tutti i punti che sono esterni al range di previsione e che non sono stati eliminati come valore erratico sono indicati con "?" nella tabella e con il colore blu nel grafico.
Unit	Inserire separatamente le unità di concentrazione per ogni elemento.

Con  si trasferisce il valore della cella attiva ad ogni seguente cella nelle colonne. Aprire la tabella per inserire la concentrazione standard premendo il tasto **Calibration Table**.

Vedere a riguardo anche

 Opzioni per la sequenza di analisi  138

3.2.5.1 Specificazione degli standard madre

Se si utilizzano gli standard di aggiunta, è possibile inserire i rispettivi fattori di diluizione per i singoli standard anziché le concentrazioni. È necessario specificare gli standard di aggiunta prima di completare la tabella di calibrazione, ed è possibile utilizzare diverse aggiunte con differenti elementi e concentrazioni.

- ▶ Nella finestra **Method | Calibration** cliccare su **Stocks**.
✓ Si apre la schermata **Stock standards**.
- ▶ Aggiungere una nuova riga nell'elenco degli standard di aggiunta cliccando su **New** o **Insert**.
Numero massimo di standard di aggiunta: 20
- ▶ Per l'opzione **From stock database**, selezionare il nome dello standard di aggiunta nell'elenco. Il database degli standard di aggiunta viene gestito nella finestra **Data | Stock std/QC samples**.

- ▶ Se non si utilizzano aggiunte definite nel database, selezionare l'opzione **Enter manually**.
- ▶ Di nuovo nella finestra **Stock standards**, inserire i dati dell'aggiunta direttamente nella tabella:

Colonna	Descrizione
Name	Nome dello standard
Elements and concentrations	Elementi e corrispondenti concentrazioni dello standard Mediante Concentrations si apre un elenco per l'inserimento delle concentrazioni. In alternativa, inserire il valore direttamente nella riga nel seguente formato di inserimento <i>Simbolo dell'elemento-spazio vuoto-concentrazione</i> , ad es. nichel con una concentrazione di 0,5 mg/L: Ni 0.5 Elementi aggiunti e le loro concentrazioni sono semplicemente aggiunti separati da un punto e virgola. Un esempio del formato di inserimento è fornito nell'elenco di delle aggiunte.
Unit	Unità della concentrazione degli elementi nello standard.

Vedere a riguardo anche

📄 Gestione dei database per campioni madre e QC [▶ 133]

3.2.5.2 Inserimenti nella tabella di calibrazione

I dati standard sono inseriti nella tabella di calibrazione.

Finestra Calibration Table

Calibration Table

— □ ×

Number of standards

Calib-Zero standards:

1

Calibration standards:

2

☐ Allow deactivated lines
Deactivate individual lines from stock dilutions by clearing the field.
Reactivate with plus key (+).

Name	Unit	Cal-Zero1	Cal-Std1	Cal-Std2
Position		101	102	103
Stock				
Dil. fac.				
Recal.				
Ar420.068				
As188.979	µg/L	0	37.5	112.5
Cd214.441	µg/L	0	12.5	37.5
Hg184.886	µg/L	0	75	225
Pb220.353	µg/L	0	12.5	37.5
Co237.863	µg/L	0	125	375
Ni231.604	µg/L	0	500	1500
V292.464	µg/L	0	250	750
Ag328.068	µg/L	0	375	1125
Se196.028	µg/L	0	375	1125
Tl190.796	µg/L	0	20	60
Au242.795	µg/L	0	250	750

< >

Shift selected column: < >

↕ ↕

☐ inc.

OK

- ▶ Nella finestra **Method | Calibration** cliccare su **Calibration Table**.
- ▶ Innanzitutto inserire il numero degli standard nei campi di immissione dati. In base al metodo di calibrazione selezionato devono essere selezionati diversi standard.

Con il metodo standard occorre immettere il numero degli standard di calibrazione (**Calibration standards**) e lo standard di calibrazione zero (**Calib-Zero standards**). È possibile inserire più standard zero, ad es. quando gli elementi da analizzare sono presenti in diversi solventi. In questo caso la concentrazione della relativa riga dell'elemento deve essere impostata su "0", le altre colonne rimangono vuote.

Per **Method of additions** e **Method of additions calib.** occorre immettere il rispettivo numero di **Addition standards**.

- ▶ Quando si creano standard con un sistema di diluizione collegato, per ogni standard di calibrazione occorre selezionare nella riga **Stock** lo standard primario utilizzato e nella riga **Dil.fac.** il fattore di diluizione.
Per la diluizione è possibile scegliere tra i seguenti fattori: 1, 2, 5, 10, 15, 20, 25, 50, 75, 100, 200, 250, 500, 1000, 1500, 2000, 2500, 5000. Il numero dei fattori di diluizione è limitato in base alle impostazioni dell'intervallo nella finestra **Autosampler | Dilution**. Per i fattori di diluizione 1-100, la diluizione avviene in una fase, mentre per i valori superiori in due fasi.
 - ✓ Dopo aver selezionato lo standard primario e il fattore di diluizione, il software calcola automaticamente la concentrazione per ogni standard di calibrazione e per ogni riga da analizzare.
- ▶ Se si attiva la casella di controllo **Flexible selection**, è possibile eliminare manualmente dalla tabella le concentrazioni standard che non devono essere misurate. Per riattivare i dati inseriti cancellati, inserire un segno più (+) nei campi corrispondenti e confermare con il tasto Invio o passando alla cella successiva con il mouse.
- ▶ Se si creano manualmente gli standard di calibrazione, è possibile calcolare le concentrazioni degli standard di calibrazione anche tramite il software, selezionando uno standard primario e inserendo un fattore di diluizione.
In alternativa, inserire la concentrazione per ciascuna riga da analizzare per ogni standard nella tabella.
- ▶ Nel caso degli standard creati manualmente, è possibile definire la loro posizione nell'autocampionatore mediante la riga **Pos**.
Se l'autocampionatore non viene utilizzato, le voci di questa riga non vengono prese in considerazione.
Negli autocampionatori con funzione di diluizione, la posizione del valore primario viene acquisita dal database dei valori primari.
L'assegnazione delle posizioni nell'autocampionatore può essere inserita o modificata dall'utente all'interno della sequenza.
- ▶ Per ricalibrazioni, specificate come azione sequenziale o come conseguenza di azioni QC, è necessario selezionare almeno uno standard di calibrazione zero e uno standard di calibrazione o almeno due standard di calibrazione nella riga **Recal..** Se vengono selezionati più di due standard di ricalibrazione per una riga da analizzare, verranno utilizzati lo standard più alto e quello più basso.

Vedere a riguardo anche

- 📖 Specificazione degli standard madre [▶ 42]
- 📖 Funzione di diluizione [▶ 117]

3.2.6 Specificazione delle analisi statistiche (finestra **Method | Statistics**)

Nella finestra **Method | Statistics** selezionare i metodi statistici da applicare alla calibrazione e alla misurazione del campione. Le impostazioni sono indipendenti dal metodo di calibrazione selezionato e rimangono invariate ad ogni cambio di metodo.

Finestra Method | Statistics

Method

LinesPlasmaSample introductionEvaluationCalibrationStatisticsQCSQCCOutput

Statistics:

☒ Sigma statistics

☐ Median statistics

Confidence interval calc.

☐ off

☒ absolute

☐ relative

Replicates

Samples

3

Calib.std.

3

QC

3

Pre-runs

0

Confidence level

95.4% (2 Sigma)

☐ Grubbs outlier test

Open...Save...

OKAcceptCancel

Tipi di calcoli statistici

Opzione	Descrizione
Sigma statistics	Calcola il valore medio e la deviazione standard Dati statistici degli errori in funzione della media aritmetica: il campione viene misurato più volte dopo i cicli di bianco. Dai risultati delle misurazioni vengono calcolate la media aritmetica, la deviazione standard e la deviazione standard relativa.
Median statistics	Calcola la mediana e l'intervallo (R). Dati statistici degli errori in funzione del metodo della mediana: Il campione viene misurato più volte dopo le misurazioni a vuoto e i valori misurati vengono ordinati in base alla grandezza. La mediana visualizzata è: - il valore al centro dell'elenco ordinato, se il numero dei cicli di misurazione è dispari - se il numero dei cicli di misurazione è pari, viene calcolata la media dei due valori di misurazione al centro dell'elenco ordinato Poiché i singoli valori minimi e massimi non influiscono sul risultato della misurazione, la statistica mediana è adatta per eliminare i valori erratici.

Numero di misurazioni ripetute

Opzione	Descrizione
Samples	Numero di ripetizioni della misurazione per campione
Calib.std.	Numero di ripetizioni della misurazione per campione di calibrazione
QC	Numero di ripetizioni della misurazione per misurazione QC
Pre-runs	Numero di ripetizioni delle misurazioni a vuoto Le misurazioni a vuoto sono misurazioni di campioni che precedono la serie statistica e non vengono prese in considerazione nel calcolo dei risultati di misurazione.

Test di Grubbs per i valori erratici

Per statistiche con valore medio con almeno 3 ripetizioni della misurazione per ciascun campione

Stato	Descrizione
Disattivato	Prende in considerazione tutti i valori delle serie statistiche per il calcolo del valore medio.
Attivato	I valori erratici vengono eliminati e non sono presi in considerazione nel calcolo delle statistiche. Nella tabella dei risultati, i valori medi determinati in questo modo sono contrassegnati da "!".

Calcolo dell'intervallo di confidenza

Il calcolo dell'intervallo di confidenza si basa sulla sicurezza statistica selezionata, vedi sotto. Nel calcolo dell'intervallo di confidenza sono inclusi gli errori nella misurazione del campione e in particolare gli errori di calibrazione, cosicché anche quando la funzione statistica è disattivata viene indicato un valore.

Regolazione	Descrizione
off	L'intervallo di confidenza non viene calcolato
absolute	Mostra l'intervallo di confidenza nei valori assoluti (nell'unità di misura della concentrazione)
relative	Mostra l'intervallo di confidenza in valori relativi (in percentuale del valore di concentrazione)

Probabilità

La **Confidence level** (selezionabile tra 68,3- 99,9%) viene utilizzata per il calcolo dell'intervallo di confidenza dei campioni e i range di previsione delle curve di calibrazione.

Vedere a riguardo anche

📖 Specificazione del controllo di qualità (finestra Method | QCS) [▶ 46]

3.2.7 Specificazione del controllo di qualità (finestra Method | QCS)

Nella **Method | QCS** vengono specificati i campioni per il controllo di qualità (campioni QC). Nel corso della sequenza vengono quindi inserite, in punti prestabiliti, delle misurazioni di controllo con campioni che dovrebbero fornire risultati di misurazione noti. In questo caso è noto il valore assoluto (assorbanza/concentrazione) o la differenza di concentrazione rispetto al campione precedente. È possibile definire diversi tipi di campioni per il controllo di qualità.

I risultati delle misurazioni di controllo possono essere registrati automaticamente nei grafici del controllo di qualità (grafici QC). Il sistema dei grafici QC serve a monitorare la qualità su un lungo periodo di tempo. I grafici QC vengono memorizzati con il metodo e aggiornati ad ogni misurazione del metodo.

Method

Lines

Plasma

Sample introduction

Evaluation

Calibration

Statistics

QCS

QCC

Output

Type:

QC spike

Name:

Reaction:

flag

New/Modify...

Delete

☐ Blank correction

Unit:

mg/L

No.	Line	Exp. conc. incr	lower deviat. [%]	upper deviat. [%]	QC chart	React.!
1	Al396.152	9.5	10	10	-	-
2	As188.979	9.5	10	10	-	-
3	As193.698	9.5	10	10	-	-
4	Cd214.441	9.5	10	10	-	-
5	Cd226.502	9.5	10	10	-	-
6	Cr267.716	9.5	10	10	-	-
7	Cu324.754	9.5	10	10	-	-
8	Fe259.940	9.5	10	10	-	-
9	Mn257.610	9.5	10	10	-	-
10	Ni231.604	9.5	10	10	-	-

QC samples overview...

Open...

Save...

OK

Accept

Cancel

Elementi della finestra Method | QCS

Elementi	Descrizione
Type	Questo campione QC viene visualizzato nella tabella delle righe. I parametri del campione QC possono essere modificati qui.
Name	Denominazione del campione QC visualizzato
Reaction	Si procede in questo modo, quando i risultati del campione QC superano o non raggiungono i limiti concordati.
New/Modify	Per definire un campione QC nuovo o modificarne uno esistente
Delete	Cancella il campione QC visualizzato
Blank correction	Opzionalmente, è possibile attivare una correzione del valore di fondo per tutti i campioni QC, ad eccezione degli standard QC e dei valori di fondo QC
Unit	Specificazione dell'unità di concentrazione
QC samples overview	Apre un elenco con i parametri specifici delle righe di tutti i campioni QC
Tabella delle righe	La tabella visualizza i parametri del campione QC selezionato nel campo elenco Type

Tipi di campioni QC

È possibile specificare i seguenti tipi di campioni QC:

Opzione	Descrizione
QC sample	Definisce un campione come campione QC Le concentrazioni del campione QC possono essere caricate dal database o inserite direttamente. from database Selezionare il campione QC pertinente nel campo elenco adiacente. Il database dei campioni QC viene gestito nella finestra Method QCS. enter manually Inserire le concentrazioni del campione QC direttamente nella tabella Numero massimo di campioni QC: 50
QC std.	Definisce uno standard come campione QC

47

Opzione	Descrizione
	Ogni standard definito nella tabella di calibrazione può essere utilizzato come standard QC. Possibile numero di standard QC = numero di standard nella tabella di calibrazione (max 65)
QC blank	Definisce il campione bianco come campione QC
QC spike	Definisce un campione spiked come campione QC Con questa opzione, i risultati misurati di una aggiunta definita di concentrazione vengono controllati in rapporto a uno o più campioni. A tal fine, dopo un campione qualsiasi nella tabella dei campioni, è necessario definire un campione di aggiunta QC (campione di aggiunta QC = campione + aggiunta di una soluzione di concentrazione nota). Dopo la misurazione, la differenza di concentrazione (concentrazione 1 del campione e del campione di aggiunta QC) viene confrontata con l'aumento di concentrazione previsto qui specificato (Exp. conc. increase) e viene calcolato il tasso di recupero.

Se non sono disponibili campioni certificati per il controllo di qualità, quest'ultimo può anche essere effettuato mediante doppie determinazioni:

Opzione	Descrizione
QC trend	Il valore di concentrazione misurato viene salvato nel momento in cui il campione per il controllo di qualità appare per la prima volta nella procedura di analisi. Alla successiva occorrenza del campione, viene calcolata e valutata la differenza di concentrazione. Si consiglia di misurare questi campioni di controllo all'inizio e alla fine di una serie di campioni.
QC matrix	Un campione da analizzare viene suddiviso prima della sua preparazione. Le due parti vengono sottoposte separatamente a tutte le fasi della preparazione dei campioni e occupano due posizioni diverse nell'autocampionatore, ovvero QC trend e QC matrix. Viene valutata la differenza tra le concentrazioni.

Procedura in caso di superamento dei limiti di errore

Come reazione al superamento dei limiti di errore è possibile selezionare differenti procedure per i tipi di campioni QC:

Opzione	Descrizione
QC sample	flag
QC std.	Il valore misurato viene contrassegnato nella tabella dei campioni; il programma di misurazione continua a misurare il campione successivo. recal. + continue Viene avviata una ricalibrazione. Dopodiché il campione QC viene di nuovo misurato. Se il campione QC rientra ora nell'intervallo, la misurazione continua con il campione successivo; in caso contrario, il programma di misurazione viene interrotto. cal. + continue Viene eseguita una nuova calibrazione. Dopodiché il campione QC viene nuovamente misurato. Se il campione QC rientra ora nell'intervallo, la misurazione continua con il campione successivo; in caso contrario, il programma di misurazione viene interrotto. recal. + rerun Viene avviata una ricalibrazione. Dopodiché il campione QC viene nuovamente misurato. Se il campione QC non rientra nell'intervallo, il programma di misurazione viene interrotto. Se rientra nell'intervallo,

Opzione	Descrizione
	tutti i campioni misurati dopo l'ultimo campione QC o l'ultima (ri)calibrazione vengono di nuovo misurati. Se il campione QC è di nuovo oltre i limiti di errore, il programma di misurazione viene interrotto.
	cal. + rerun Viene eseguita una nuova calibrazione. Dopodiché il campione QC viene nuovamente misurato. Se il campione QC non rientra nell'intervallo, il programma di misurazione viene interrotto. Se rientra nell'intervallo, tutti i campioni misurati dopo l'ultimo campione QC o l'ultima (ri)calibrazione vengono di nuovo misurati. Se il campione QC è di nuovo oltre i limiti di errore, il programma di misurazione viene interrotto.
	next method L'attuale programma di misurazione viene interrotto e viene avviato il programma di misurazione del metodo successivo, sempre che la sequenza contenga un ulteriore metodo.
	Stop L'attuale programma di misurazione viene arrestato.
QC spike	flag recal. + continue cal. + continue next method Stop
QC blank	flag next method Stop
QC trend	Nessuna reazione
QC matrix	

Parametri specifici della riga dei tipi di campioni QC

Inserire i parametri specifici della riga dei tipi di campioni QC nella tabella delle righe.

Opzione	Descrizione
Line	Nome della riga da analizzare
Exp. conc.	Per QC sample e QC std. Concentrazione prevista nel campione QC
Exp. conc. increase	Per QC spike Aumento della concentrazione previsto per il campione rispetto al campione spiked Inserire il valore corrispondente alla quantità aggiunta e la concentrazione della soluzione di aggiunta.
Exp. ints.	Per QC blank Intensità prevista nel valore di fondo QC
lower lim.	Intervallo inferiore del limite di errore in percentuale
upper lim.	Intervallo superiore del limite di errore in percentuale
QC chart	Se contrassegnato con "+", il risultato del controllo di qualità per questa riga viene visualizzato nel grafico QC dell'elenco dei risultati.
React.	Questa procedura deve essere applicata, quando viene superato il limite dell'intervallo di errore. Se più righe sono contrassegnate con "+", è sufficiente che per una di queste righe siano stati superati i limiti di errore per attivare la reazione (logica OR).

Opzione	Descrizione
Unit	Per QC std. Unità della concentrazione prevista

Inserimento dei parametri per i campioni QC

- ▶ Cliccare su **New/Modify**, per creare un nuovo set di parametri per un tipo di campione QC o modificare il tipo di campione selezionato.
 - ✓ Viene visualizzata la finestra **Add/modify QC sample type**.
- ▶ Selezionare il tipo di campione nell'elenco **Type**.
- ▶ Solo campioni QC: se si definiscono più campioni QC, assegnare un numero progressivo nel campo elenco.
- ▶ Solo per le ore QC: selezionare il numero dello standard nel campo elenco in base all'ordine della tabella di calibrazione.
- ▶ Inserire i parametri specifici della riga nella tabella.
 - ✓ I campioni QC sono definiti nel metodo.

Vedere a riguardo anche

📄 Gestione dei database per campioni madre e QC [▶ 133]

3.2.8 Specificazione del controllo di qualità (finestra Method | QCC)

Nella finestra **Method | QCC** vengono specificati i parametri per il controllo di qualità durante l'elaborazione di una sequenza:

- deviazione standard relativa (calcolo statistico della media) o intervallo relativo (calcolo statistico della mediana)
- il controllo della calibrazione
- controllo della ricalibrazione
- procedura in caso di superamento dei limiti di errore

È possibile selezionare contemporaneamente varie opzioni di controllo con diverse reazioni.

The screenshot shows the 'Method | QCC' window with the following tabs: Lines, Plasma, Sample introduction, Evaluation, Calibration, Statistics, QCS, QCC, and Output. The 'QCC' tab is active.

Below the tabs, there are three dropdown menus for checks:

- RSD/RR% check: no react.
- Calib. check: no react.
- Recal. check: no react.

Below these is a table with 9 columns: No., Line, RSD/RR% <, RSD !, R²(adj.) >, R² !, Rec.Fact. >, Rec.Fact. <, and Rec. !. The table contains 10 rows of data for various elements and standards.

No.	Line	RSD/RR% <	RSD !	R ² (adj.) >	R ² !	Rec.Fact. >	Rec.Fact. <	Rec. !
1	Al396.152	3	+	0.99	+	0.9	1.2	+
2	As188.979	3	+	0.99	+	0.9	1.2	+
3	As193.698	3	+	0.99	+	0.9	1.2	+
4	Cd214.441	3	+	0.99	+	0.9	1.2	+
5	Cd226.502	3	+	0.99	+	0.9	1.2	+
6	Cr267.716	3	+	0.99	+	0.9	1.2	+
7	Cu324.754	3	+	0.99	+	0.9	1.2	+
8	Fe259.940	3	+	0.99	+	0.9	1.2	+
9	Mn257.610	3	+	0.99	+	0.9	1.2	+
10	Ni231.604	3	+	0.99	+	0.9	1.2	+

At the bottom of the window, there are buttons for 'Open...', 'Save...', 'OK', 'Accept', and 'Cancel'.

Tipi di controllo di qualità

Tipo di controllo	Descrizione
RSD/RR% check	Controllo della deviazione standard relativa o dell'intervallo relativo
Calib. check	Controllo del coefficiente di determinazione della calibrazione
Recal. check	Controllo del fattore di ricalibrazione

Reazioni in caso di superamento dei limiti di errore

Reazione	Descrizione
none	Il relativo controllo non viene effettuato
flag	In caso di superamento dei limiti di errore, contrassegna il campione, la calibrazione o la ricalibrazione corrispondente nella tabella dei campioni
repeat + continue	Solo per RSD/RR% check In caso di superamento del limite seriale di precisione, ripete la misurazione del rispettivo campione, prima che il campione successivo venga misurato
cal. + continue	Solo Calib. check e Recal. check In caso di superamento dei limiti di errore per la calibrazione o del fattore di ricalibrazione, esegue una nuova calibrazione e poi prosegue la misurazione con il campione successivo
next method	Solo Calib. check e Recal. check In caso di superamento dei limiti di errore, il programma di misurazione in corso viene interrotto e viene avviato il programma di misurazione della riga successiva dell'elemento del metodo. Questa opzione può essere selezionata solo quando nel metodo è stata specificata più di una riga dell'elemento.
Stop	Solo Calib. check e Recal. check In caso di superamento dei limiti di errore, interrompe la misurazione del metodo attualmente in corso.

Parametri specifici della riga dei controlli di qualità

Inserire nella tabella i parametri specifici della riga dei diversi controlli di qualità. Per ogni riga da analizzare è possibile definire se deve essere presa in considerazione per il controllo. Se una o più righe controllate eccedono i limiti di errore, viene avviata la reazione selezionate sopra.

Controllo di qualità	Parametro/Significato
RSD/RR% check	RSD/RR% < In caso di deviazioni relative dagli standard oppure intervalli superiori o uguali al valore inserito, viene avviata la procedura prestabilita. RSD ! Per le righe contrassegnate con "+", vengono controllati RSD% o RR%.
Calib. check	R²(adj.) Il coefficiente di determinazione della regressione R ² (adj.) deve essere maggiore o uguale al valore specificato. In caso contrario, viene avviata la procedura prestabilita. R² ! Per le righe contrassegnate con "+" viene controllato R ² (adj.).
Recal. check	Rec.Fact. > Limite superiore del fattore di ricalibrazione Rec.Fact. < Limite inferiore del fattore di ricalibrazione Se i fattori di calibrazione superano questi valori limite specificati, viene attivata la reazione.

Controllo di qualità	Parametro/Significato
	Rec. ! Per le righe contrassegnate con "+", viene controllato il fattore di ricallibrazione.

Vedere a riguardo anche

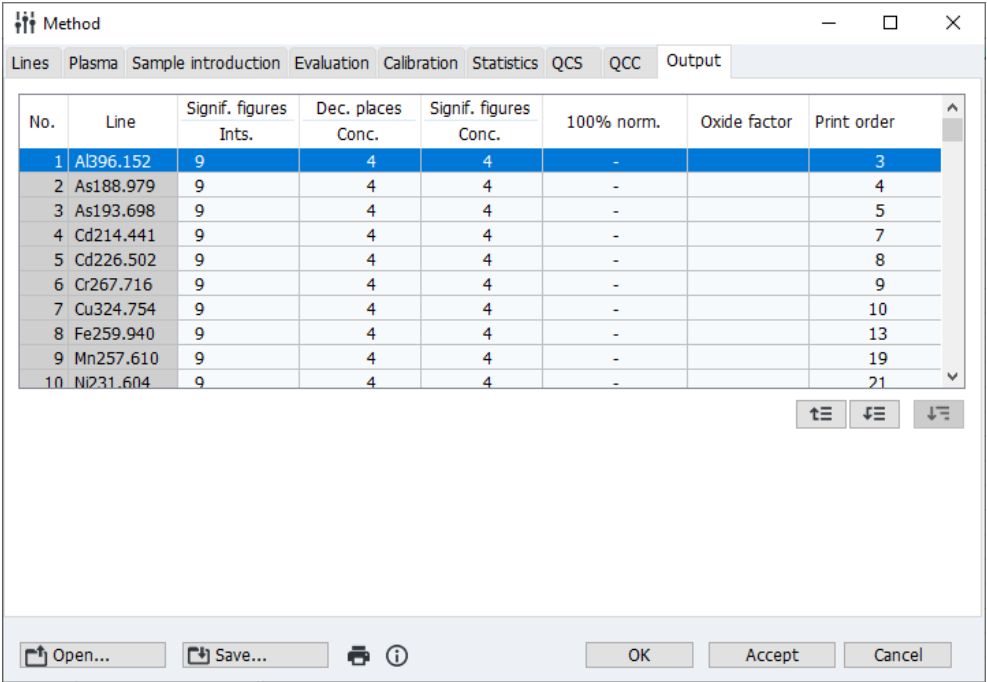
📄 Specificazione delle analisi statistiche (finestra Method | Statistics) [► 44]

3.2.9 Specificazione dei formati dei risultati (finestra Method |) Output

Nella finestra **Method | Output** vengono specificati il numero di cifre decimali con cui i risultati devono essere indicati sullo schermo e nei documenti cartacei, i tipi di output aggiuntivi e l'ordine di stampa delle righe in caso di un'analisi multi-elemento.

Il numero di cifre decimali per la visualizzazione e la stampa dell'intensità e della concentrazione, nonché l'ordine di stampa vengono specificati separatamente per ciascun elemento nell'elenco.

Elementi della finestra Method | Output



Elementi	Descrizione
Signif. figures Ints.	Numero di cifre significative dei valori di intensità
Dec. places Conc.	Numero di cifre decimali dei valori di concentrazione
Signif. figures Conc.	Numero di cifre significative dei valori di concentrazione
100% norm.	La concentrazione del risultato Conc. 2 viene convertita in percentuale rispetto alla concentrazione totale. La concentrazione totale è la somma delle concentrazioni delle righe contrassegnate con "+".
Oxide factor	Se è stato selezionato un ossido, la concentrazione del risultato Conc. 2 viene convertita in concentrazione/contenuto dell'ossido. Il fattore dell'ossido viene indicato tra parentesi, ad es. Ti viene convertito in TiO ₂ moltiplicandolo per 1,6681.
Print order	Ordine in cui le righe vengono visualizzate nel rapporto

4 Sequenze

La sequenza definisce l'ordine di elaborazione dei campioni e delle azioni all'interno di una routine di misurazione. È anche possibile inserire direttamente alcuni dati descrittivi del campione, come la denominazione e la posizione sul rack per campioni. Questi dati vengono salvati con la sequenza.

Una sequenza si basa su un metodo caricato, il quale contiene le informazioni sul tipo di calibrazione, le analisi statistiche, il controllo di qualità, ecc.

4.1 Creazione, salvataggio e apertura di sequenze

Anche le sequenze vengono salvate, come i metodi, in un database. Le sequenze possono essere create, modificate, salvate o caricate. Per le ulteriori funzioni di gestione delle sequenze accedere alla finestra **Data | Data management**.

Vedere a riguardo anche

 Gestione dei metodi e delle sequenze [► 125]

4.1.1 Creazione di una nuova sequenza

Innanzitutto creare o caricare un metodo. In base al metodo è possibile specificare una nuova sequenza di misurazioni del campione e azioni.

- ▶ Selezionare la voce di menu **File | New Sequence**.
- ▶ In alternativa, aprire la finestra con i parametri della sequenza attualmente attiva, cliccando su  o tramite la voce di menu **Method Development | Sequence**.
 - ✓ Viene visualizzata la finestra **Sequence**. È ora possibile definire misurazioni e sequenze operative.

4.1.2 Salvataggio di una sequenza

Dopo aver inserito le misurazioni e le azioni, salvare la sequenza nella finestra **Save sequence** del database. Ciò consente di riutilizzare la sequenza per misurazioni successive. Quando si salva la sequenza, è possibile aggiungere altri dati utili a categorizzare la sequenza e facilitarne la ricerca.

Elementi della finestra Save sequence

Opzione	Descrizione
Name	Nome della sequenza
Cat.	Categoria (tre caratteri) per un'ulteriore identificazione e per ordinare le sequenze Questa voce è opzionale.
Tabella	Panoramica delle sequenze disponibili
Sort by	Le opzioni di questo gruppo consentono di ordinare l'elenco delle sequenze. Se l'opzione Current version only è stata attivata, delle sequenze aventi lo stesso nome viene visualizzata solo la versione più recente.
Description	Opzionalmente è possibile inserire indicazioni aggiuntive relative alla sequenza Cliccare su ... per aprire l'elenco dei commenti predefiniti. Questi commenti vengono gestiti nella finestra Data Default descriptions .

Salvataggio di una sequenza

- ▶ Nella finestra **Sequence** cliccare su **Save** oppure selezionare la voce di menu **File | Save | Sequence**.
- ▶ Inserire il nome della sequenza nella finestra **Save sequence** e selezionare ulteriori parametri.
- ▶ Confermare le impostazioni con **OK**.
 - ✓ La sequenza è salvata nel database. Se per la sequenza si sceglie un nome già utilizzato, la sequenza già presente non viene sovrascritta, ma ne viene creata una nuova versione nel database.

Vedere a riguardo anche

- 📄 Creazione di osservazioni predefinite [▶ 133]

4.1.3 Caricamento della sequenza

È possibile caricare le sequenze salvate e sulla loro base avviare una routine di misurazione con un metodo.

- ▶ Aprire la finestra del database delle sequenze in uno dei seguenti modi:

- sulla barra degli strumenti cliccare sull'icona  visualizzata accanto al campo **Se-qu**.
- selezionare la voce di menu **File | Open Sequence**.
- cliccare su **Open** nella finestra **Sequence**.
- Eventualmente è possibile limitare la visualizzazione delle sequenze, selezionando una categoria nel campo **Cat..** Se si desidera vedere le sequenze di tutte le categorie, cancellare il campo **Cat..**
- Attivare la casella di controllo **Current version only**, se desiderate visualizzare solo la sequenza con il numero di versione più alto tra quelle con lo stesso nome.
- Selezionare la sequenza nella tabella e cliccare su **OK**.
 - ✓ Viene visualizzata la finestra Sequence con i parametri salvati.

4.2 Finestra Sequence

Nella finestra **Sequence** vengono specificati l'ordine delle misurazioni e le ulteriori azioni da svolgere durante l'analisi.

Per aprire la finestra **Sequence** cliccare su .

Sequence

	Type	Pos	Name	AS-DF	Name(2)	Elements
1	Cal-Zero1	101		1		all
2	Cal-Std1	102		1		all
3	Cal-Std2	103		1		all
4	Cal-Std3	104		1		all
5	Cal-Std4	105		1		all
6	Cal-Std5	106		1		Al396.152, Cu324.754, Fe259.940, 2
7	Compute calib.					
8	Sample	101		1		not Al, Cd, Mn257.610, Pb220.353,
9	Sample	102		1		all
10	Sample	103		1		all
11	Sample	104		1		all

AppendInsertDelete

↑⇅↓⇅

☐ inc.
☒ Types

Delete table

Transfer from QC sample ID

Transfer from sample ID

From seq. row: 0

 Open

 Save



 Samples

OK

Accept

Cancel

Tabella delle sequenze dei campioni e delle azioni

La tabella mostra i campioni e le sequenze operative selezionati nell'ordine di elaborazione.

Colonna	Spiegazione
Type	Tipo di campione o fase di analisi
Pos	Posizione del campione nell'autocampionatore (se utilizzato)

Colonna	Spiegazione
Name	Nome del campione Questa voce è opzionale. Il nome dei campioni di calibrazione e QC viene acquisito dal metodo, sempre che nel metodo siano specificati tali nomi. I nomi dei campioni di analisi e QC possono essere acquisiti dal file delle informazioni dei campioni.
Name (2)	Ulteriore indicazione per l'identificazione del campione (opzionale)
Elements	Consente di selezionare gli elementi che devono essere analizzati in un campione o per i quali devono essere eseguite azioni speciali. ▪ none La selezione attuale verrà cancellata. ▪ all Tutti gli elementi definiti nel metodo vengono determinati (impostazione predefinita). ▪ Simbolo dell'elemento Verranno determinati soltanto gli elementi specificati, ad es. "Cu, Pb". ▪ Riga dell'elemento (simbolo + lunghezza d'onda) Vengono determinate soltanto le righe degli elementi specificate, ad es. "Mn 257,610, Ca 315,887". ▪ not simbolo dell'elemento onot riga dell'elemento Gli elementi o le righe degli elementi specificati non vengono determinati, ad es. "not Cu, Pb", "not Mn 257,610, Ca 315,887"

Pulsanti

I pulsanti consentono di aggiungere o eliminare campioni e azioni all'elenco della sequenza oppure acquisire i dati informativi del campione.

Tasto	Spiegazione
Append	Aggiunge una nuova riga alla fine dell'elenco e apre la finestra Edit sequence
Insert	Inserisce una nuova riga sopra al punto selezionato nell'elenco
Delete	Cancella le righe selezionate
Delete table	Cancella l'intero elenco delle sequenze
Transfer from QC sample ID	Acquisisce le informazioni sul nome dei campioni QC e sulla loro posizione nell'autocampionatore dalla finestra Samples QC sample information Le informazioni dalla tabella degli ID dei campioni QC vengono inserite nella tabella delle sequenze. La prima riga con il nuovo identificatore del campione viene definita nel campo From seq. row.
Transfer from sample ID	Acquisisce le informazioni relative al nome del campione, alla posizione nell'autocampionatore e agli elementi da analizzare dalla finestra Samples Le informazioni della tabella degli ID dei campioni vengono inserite nella tabella delle sequenze. La prima riga con il nuovo identificatore del campione viene definita nel campo Samples.
Samples	Apri la finestra Sample ID

Vedere a riguardo anche

📖 Comandi di uso comune ► 15]

📖 Selezione di linee/elementi per un'azione/analisi del campione ► 59]

4.3 Specificazione delle misure e delle azioni in una sequenza

Nella finestra **Edit sequence** viene specificato l'ordine delle misurazioni e delle azioni per un'analisi. La finestra viene visualizzata quando nella finestra **Sequence** si clicca su **Append** o **Insert**.

Selection Row number: 18

☐ Samples

☐ QC

☐ Reag. blank

☐ QC blank DL

☒ Calibration

☐ Recalibration

☐ IEC solutions

☐ Special action

☐ Load method

Calibration mode: Standard calibration

Prepare std.: manually

Number of std.: 5

Line	f(x)	f(x=0)	w(x)	Check	Unit
Al396.152	lin	+	C	-	µg/L
As188.979	lin	+	C	-	µg/L
As193.698	lin	+	C	-	µg/L
Cd214.441	lin	+	C	-	µg/L
Cd226.502	lin	+	C	-	µg/L
Cr267.716	lin	+	C	-	µg/L
Cu324.754	lin	+	C	-	µg/L
Fe259.940	lin	+	C	-	µg/L

OK

Accept

Cancel

Possibili misurazioni e azioni

A seconda delle impostazioni del metodo, è possibile specificare diverse misurazioni e azioni per un'analisi.

Campione/Azione	Descrizione
Samples	Misura il numero dei campioni specificati in Number
QC samples	Misura un campione QC e lo analizza in base alle specifiche definite nel metodo Selezionare dall'elenco un campione QC specificato nel metodo. I parametri del campione QC vengono visualizzati nel campo a lato.
Reag. blank	Misura il valore di fondo senza analiti
QC blank DL	Misura il valore bianco per la determinazione dei limiti di rivelabilità e quantificazione secondo il metodo del valore bianco
Calibration	Misura i campioni di calibrazione e calcola la calibrazione in base alle specifiche definite nel metodo
Recalibration	Misura il campione di calibrazione previsto per la ricalibrazione e calcola una ricalibrazione
Sample-addition	Per la procedura di calibrazione con il metodo delle aggiunte standard Aggiunge una quantità nota al campione e determina la curva di calibrazione e la concentrazione del campione
Blank-addition	Per la procedura di calibrazione con il metodo delle aggiunte e la correzione del valore di fondo in base alla concentrazione Aggiunge una quantità nota al campione bianco e determina il valore di fondo
IEC solutions	Soltanto per le correzioni del picco con IEC Misura le soluzioni IEC

Campione/Azione	Descrizione
Special action	Queste azioni non influiscono direttamente sulla misurazione dei campioni (vedi sotto).
Load method	Carica un metodo salvato, ad es. per avviare un'altra analisi all'interno di una sequenza Se si clicca su  , si apre la finestra del database con i metodi salvati. Selezionare uno dei due metodi salvati.

Azioni speciali

Azione	Descrizione
Extinguish plasma	Spegne il plasma
Dark current meas.	Esegue un'ulteriore misurazione della corrente di buio Con questa misurazione della corrente di buio, il segnale viene determinato con l'otturatore chiuso. La misurazione della corrente di buio viene sempre eseguita automaticamente, anche quando non è stata inserita nella sequenza.
Waiting time	Avvia l'attesa per il tempo specificato nel campo (in minuti) e poi prosegue con l'analisi Se si utilizza un autocampionatore, la cannula rimane in posizione di risciacquo e il liquido detergente continua a essere aspirato.
Pause	Arresta l'analisi La sequenza può essere continuata cliccando su  o mediante la voce di menu Routine Continue .
Beep	Comanda al PC di generare un segnale acustico, ad es. per segnalare la fine della calibrazione
Repeat / While	Definisce un loop (iterazione) nella sequenza. La parte della sequenza compresa tra il punto di avvio Repeat e il punto di fine While viene ripetuta fino a quando non viene soddisfatto il criterio di interruzione. Come criterio di interruzione è possibile specificare un numero di iterazioni o una durata espressa in minuti. Per la misurazione online (nell'ambito di una manutenzione da remoto) occorre attivare l'opzione autom. . In questo modo si evita che venga richiesto il dosaggio del campione durante il funzionamento manuale.
Show calib. plots	Durante lo svolgimento di una sequenza, visualizza la curva di calibrazione fino allo scadere del tempo di attesa (in minuti). Dopo che è trascorso il tempo di attesa o si è cliccato su OK , il software continua la misurazione. Se si attiva l'azione Show calib. plots senza inserire un tempo di attesa, il software continua la misurazione solo dopo che è stata confermata la calibrazione con OK . Quando si clicca sul pulsante Stop nella finestra Calibration , il software chiude la finestra e interrompe il processo di analisi, indipendentemente dal tempo di attesa impostato.
Clean system	In modalità normale, sciacqua il percorso del campione fino alla torcia con l'apposita soluzione Immettere la durata del risciacquo nel relativo campo.

Specificazione della sequenza

- ▶ Aprire la finestra **Sequence** cliccando su .
- ▶ Cliccare su **Append**.
 - ✓ Viene visualizzata la finestra **Edit sequence**.

- ▶ Attivare sequenzialmente le azioni necessarie e acquisirle nella tabella delle sequenze con **Accept**.
- ▶ Confermare l'ultima azione eseguita **OK**.
 - ✓ Si ritorna alla finestra **Sequence**. La tabella delle sequenze contiene ora tutte le azioni nell'ordine in cui sono state selezionate.
- ▶ Come impostazione predefinita per l'elemento da analizzare, nella tabella delle sequenze è selezionata l'opzione **all** per ogni campione/azione. Per modificare questa impostazione nella finestra, cliccare sulla cella della tabella **Elements** del campione/dell'azione corrispondente.
- ▶ Quando si utilizza l'autocampionatore:
definire la posizione **Pos** dei campioni nell'autocampionatore. Le posizioni dei campioni di calibrazione e QC vengono acquisite automaticamente dal metodo. Qui è comunque possibile modificare le posizioni; le posizioni impostate nella sequenza hanno sempre la priorità.

Si consiglia di inserire i dati dei campioni da analizzare nella finestra **Sample ID** e successivamente di trasferirli nell'elenco delle sequenze.

4.4 Selezione di linee/elementi per un'azione/analisi del campione

Nella sequenza, tutti gli elementi per l'analisi dei campioni o per l'esecuzione delle azioni sono attivi di default. Se si desidera escludere degli elementi dall'analisi di un campione o da un'azione, procedere nel modo seguente:

- ▶ Nella finestra **Sequence** cliccare sulla cella della tabella del campione o dell'azione corrispondente. Viene visualizzata la finestra **Select elements and lines**. Spuntare la casella di controllo **Show elements/lines of the currently loaded method**.
 - ✓ Nell'elenco **Elements**, tutti gli elementi impostati e/o tutte le righe impostate nel metodo sono evidenziati in blu.
- ▶ Per escludere completamente un elemento, rimuovere la selezione cliccando sull'elemento corrispondente. Per attivare l'elemento, cliccare nuovamente su quell'elemento.
- ▶ Se in un metodo sono state impostate diverse righe di elemento e si desidera utilizzare soltanto alcune di queste righe, cliccare nell'elenco **Line** sulle righe da usare per selezionarle.
- ▶ I pulsanti **all** e **none** servono rispettivamente a selezionare o escludere tutti gli elementi per l'analisi/azione.
- ▶ L'opzione **Not (invert selection)** consente di escludere tutte le righe/gli elementi selezionate/i dall'analisi/azione. Vengono analizzati soltanto gli elementi/le righe non selezionati/e. Nell'elenco, gli elementi/linee vengono preceduti da **"not"**.

Nel campo di output vengono elencati tutti gli elementi/le righe linee selezionati/e. Se si torna alla finestra della sequenza, gli elementi/le righe possono essere modificati/e direttamente nella cella della tabella.

Finestra Select elements and lines

Select elements and lines - no method lines

Elements	Lines
Al	Al396.152
As	As188.979
Cd	As193.698
Cr	Cd214.441
Cu	Cd226.502
Fe	Cr267.716

☐ Not (invert selection)

☒ Show elements/lines of the currently loaded method

Al, Cr, Fe, As188.979, Cd226.502

Examples: (1) Cu123.56, 55, Cu, Fe123.34 (2) not Fe (3) all

OK Cancel

5 Dati del campione (ID campione)

I dati del campione (ID campione) includono i dati specifici per i campioni dell'analisi corrente e i campioni QC, quali il nome del campione, la posizione sul campionatore, il peso, la diluizione o l'unità della concentrazione. I nomi e le posizioni dei campioni possono essere trasferiti alla tabella delle sequenze con un click del mouse. I dati sono salvati come una tabella nel formato CSV e possono essere modificati in un foglio elettronico, ad es. Excel. È possibile anche il percorso inverso: tabelle di campioni create esternamente possono essere importate nell'ASpect PQ.

La finestra **Sample ID** può essere aperta cliccando su  nella barra delle icone.

5.1 Creazione, salvataggio e apertura dei dati del campione

- | | |
|--|--|
| Creazione di un nuovo record di ID di campioni | <ul style="list-style-type: none"> ▶ Cliccare su  nella barra delle icone o selezionare la voce di menu Method Development Sample ID o File New Sample Information File. <ul style="list-style-type: none"> ✓ Viene visualizzata la finestra Sample ID. ▶ Specificare i dati dei campioni e dei campioni QC. ▶ Acquisire il record di dati cliccando su Transfer to sequence in una sequenza. <ul style="list-style-type: none"> ✓ I campioni vengono attivati e utilizzati per l'analisi successiva. È anche possibile salvare l'ID di un campione per un'analisi successiva. |
| Salvataggio dell'ID del campione | <ul style="list-style-type: none"> ▶ Nella finestra Sample ID cliccare su Save oppure selezionare la voce di menu File Save Sample information. ▶ Salvare il record di dati nella finestra standard Salva come. <ul style="list-style-type: none"> ✓ L'ID del campione viene salvato in formato CSV. È possibile caricare i dati per ulteriori analisi o modificarli in un'applicazione per fogli di calcolo. |
| Apertura dei dati informativi sul campione | <ul style="list-style-type: none"> ▶ L'ID di un campione può essere aperto in uno dei seguenti modi: <ul style="list-style-type: none"> – sulla barra degli strumenti cliccare sull'icona  accanto al campo Samples. – selezionare la voce di menu File Open Sample Information File. – cliccare nella finestra Sample ID su Open. ▶ Selezionare il file nella finestra standard Apri. <ul style="list-style-type: none"> ✓ L'ID del campione viene visualizzato nella finestra Sample ID e può essere utilizzato per l'analisi successiva. |

Vedere a riguardo anche

-  Specificazione delle informazioni dei campioni [▶ 63]

5.2 Finestra Sample ID | Sample information

Nella finestra **Sample ID** specificare i campioni e i campioni QC. È possibile inserire parametri importanti per l'analisi, oltre al nome e alla posizione nell'autocampionatore. Per aprire la finestra **Sample ID | Sample information** cliccare su .

The screenshot shows a software window titled 'Sample ID' with two tabs: 'Sample information' (selected) and 'QC sample information'. The 'Sample information' tab contains a table with 11 rows and 11 columns. The columns are: Pos, Name, Pre-DF, Unit, Wt., Vol., Total wt., Name(2), AS-DF, Blank corr., and a small icon column. The data in the table is as follows:

	Pos	Name	Pre-DF	Unit	Wt.	Vol.	Total wt.	Name(2)	AS-DF	Blank corr.	
1	101		1.000	mg/L					1	off	
2	102		1.000	mg/L					1	off	
3	103		1.000	mg/L					1	off	
4	104		1.000	mg/L					1	off	
5	105		1.000	mg/L					1	off	
6	106		1.000	mg/L					1	off	
7	107		1.000	mg/L					1	off	
8	108		1.000	mg/L					1	off	
9	109		1.000	mg/L					1	off	
10	110		1.000	mg/L					1	off	
11	101		1.000	ma/L					1	off	

Below the table are several controls: 'Append', 'Insert', 'Delete' buttons; a 'Number' field with a value of 1 and a spinner; a 'Delete table' button; 'Transfer to sequence' and 'Transfer from sequence' buttons; a 'From seq. row:' field with a value of 1; a 'Sequence' button; and 'Open', 'Save', 'Close' buttons. There are also icons for undo, redo, and a checkbox labeled 'inc.'.

Scheda Sample information

La scheda **Sample information** mostra un elenco dei campioni e delle loro proprietà.

Colonna	Descrizione
Pos	Posizione del campione sull'autocampionatore
Name	Nome del campione Questa voce è opzionale. Numero massimo di caratteri: 20
Pre-DF	Per tipo di unità liquid e solid Il fattore di prediluizione del campione è il fattore con cui il campione primario è stato diluito prima di essere posizionato sull'autocampionatore o, se si lavora senza autocampionatore, prima di essere aggiunto al plasma. Questo fattore è necessario per il calcolo della concentrazione del campione primario (Conc. 2).
Unit	Unità della concentrazione del campione
Wt.	Pesata iniziale in grammi (solo per il tipo di unità solid) Peso del campione primario che è stato portato in soluzione durante il pretrattamento del campione. La pesata iniziale è necessaria per il calcolo della concentrazione del campione primario (Conc.2).
Vol.	Volume totale o volume di riempimento in mL (soltanto per il tipo di unità solid)
Total wt.	Pesata iniziale totale del campione e del solvente in grammi (soltanto per il tipo di unità liquid grav. , ad es. per gli oli).
Name (2)	Nome aggiuntivo del campione Questa informazione è opzionale. Numero massimo di caratteri: 20
AS-DF	Fattore di diluizione dell'autocampionatore
Blank corr.	Correzione del valore di fondo (soltanto per il tipo di campione Sample) off Non viene eseguita nessuna correzione del valore di fondo. on Per il calcolo della concentrazione del campione primario viene sottratto il valore di fondo misurato per ultimo nella sequenza.

Colonna	Descrizione
	Selezionare il metodo della correzione del valore di fondo nella finestra Options Calibration .
Sample type	Selezione tra Sample e Blank
Elements	Elementi o righe da analizzare nel campione Dopo aver cliccato sulla cella della tabella, si apre la finestra Select elements and lines , in cui vengono configurate queste impostazioni.

Pulsanti

Pulsanti	Descrizione
Append	Specifica il numero di righe nuove da inserire alla fine dell'elenco.
Insert	Specifica il numero di righe nuove da inserire prima del punto selezionato nell'elenco.
Delete	Cancella la riga evidenziata.
Number	Campo di immissione dati per il numero di righe da inserire.
Delete table	Cancella l'elenco completo o i dati informativi sul campione.
Transfer to sequence	Acquisisce i nomi dei campioni, le posizioni nell'autocampionatore e gli elementi da analizzare nell'elenco delle sequenze. La prima riga dell'elenco delle sequenze, a partire dalla quale devono essere acquisiti i dati del campione, deve essere definita nel campo di immissione dati From seq. row .
Transfer from sequence	Trasferisce i nomi dei campioni, le posizioni nell'autocampionatore e gli elementi da analizzare dall'elenco delle sequenze alla tabella degli ID dei campioni. La prima riga dell'elenco delle sequenze, a partire dalla quale devono essere acquisiti i dati del campione, deve essere definita nel campo di immissione dati From seq. row .

Scheda QC sample information

Analogamente alla scheda **Sample information**, in questa scheda vengono elencati i campioni QC. Inoltre, la colonna **Type** contiene le informazioni riguardanti il tipo QC. La colonna **Unit** non è presente, poiché l'unità è definita nel metodo. La correzione del valore di fondo viene definita nel metodo per i campioni QC e non può essere selezionata in questa scheda.

Pulsante

Pulsante	Descrizione
Transfer to sequence	Trasferire i nomi dei campioni QC e le posizioni nell'autocampionatore nell'elenco delle sequenze

Vedere a riguardo anche

-  Opzioni per la sequenza di analisi [► 138]
-  Selezione di linee/elementi per un'azione/analisi del campione [► 59]
-  Specificazione delle unità di misurazione [► 132]

5.3 Specificazione delle informazioni dei campioni

Se per l'analisi sono necessari ulteriori dati sui campioni o sui campioni QC, come la pesata iniziale del campione o il fattore di prediluizione, questi dati devono essere specificati nella finestra **Sample ID**. I nomi dei campioni e le posizioni specificate qui nell'autocampionatore possono essere trasferiti alla sequenza.

- Aprire la finestra **Sample ID | Sample information** cliccando su .

- ▶ Nel campo **Number** inserire il numero dei campioni da analizzare. Successivamente cliccare su **Append**, per inserire le righe nella tabella.
- ▶ Per ogni campione inserire nella tabella le informazioni necessarie.
- ▶ Se in una colonna devono essere inseriti gli stessi dati più volte, con  è possibile copiare il contenuto della cella selezionata in tutte le celle successive della colonna. Se si attiva la casella **inc.** (abbreviazione di incremento), quando le informazioni vengono trasferite nella cella successiva, il valore viene aumentato di 1. In questo modo è più facile, ad es., assegnare posizioni consecutive nell'autocampionatore o numerare in modo progressivo i nomi dei campioni.
- ▶ I testi dei campi di immissione dati possono essere copiati negli appunti e incollati. Per farlo, utilizzare la combinazione di tasti Ctrl+C e Ctrl+V oppure i comandi del menu contestuale che si apre cliccando con il pulsante destro del mouse sulla cella della tabella.
- ▶ Una volta inserite tutte le informazioni, specificare nel campo **From seq. row** da quale riga in avanti si desidera acquisire i dati informativi sul campione nella sequenza. Acquisire le informazioni cliccando su **Transfer to sequence**.
- ▶ Specificare le informazioni relative ai campioni QC con la stessa modalità della finestra **Sample ID | QC sample information**. Acquisire i dati informativi sul campione QC cliccando su **Transfer to sequence** in una sequenza.
 - ✓ Le informazioni sul campione vengono utilizzate per l'analisi successiva.

6 Esecuzione delle analisi e calcolo dei risultati

6.1 Descrizione dei comandi del menu e dei tasti per avviare le analisi nella finestra principale

Le routine di misurazione (processi di analisi basati su una sequenza) vengono avviate con le icone della barra degli strumenti o tramite il menu **Routine**.

Icona	Voce di menu	Funzione
	Routine Run sequence	Avvia una routine di misurazione
	Routine Run Selected Sequence Row...	Esegue le righe selezionate nella sequenza. È possibile selezionare più righe utilizzando il mouse e tenendo premuto il tasto Ctrl o Shift.
	Routine Stop	Arresta una routine di misurazione
	Routine Continue	Continuare una routine di misurazione interrotta

6.2 Attivazione dello spettrometro e accensione del plasma



ATTENZIONE

Pericolo di avvelenamento da ozono e gas nitrosi

- Prima di accendere il plasma, attivare il sistema di aspirazione.
- Lasciare acceso il sistema di aspirazione durante il funzionamento.

Per garantire un utilizzo sicuro del plasma, l'apparecchio monitora le condizioni indicate di seguito mediante circuiti di sicurezza.

- Lo sportello dello scomparto del plasma è chiuso.
- La torcia al plasma (torcia) è in posizione operativa.
- Il raffreddamento fornito è sufficiente.
- Il sistema di estrazione dell'aria di scarico è attivato.
- La fornitura di argon è garantita.

È possibile accendere il plasma solo se tutte le condizioni previste sono soddisfatte. Se uno dei circuiti di sicurezza segnala un'anomalia durante il funzionamento, l'apparecchio spegne il plasma.

Accensione del plasma

- ▶ Accendere il PC tramite l'interruttore di alimentazione e attendere l'avvio del sistema operativo.
- ▶ Accendere lo strumento analitico ICP-OES mediante l'interruttore di alimentazione.
- ▶ Aprire l'alimentazione di argon. Impostare la pressione preliminare su 500 ... 700 kPa (5 ... 7 bar).
- ▶ Accendere il sistema di aspirazione.
- ▶ Accendere il refrigeratore a ricircolo mediante l'interruttore di alimentazione.

- ▶ Aprire lo sportello della camera del plasma. Verificare che la torcia sia in posizione di avvio. La punta dell'iniettore deve essere trovarsi a circa 1-2 mm sotto il bordo inferiore della bobina di induzione.
- ▶ Verificare che il cono della finestra per l'osservazione assiale non sia sporco e non presenti segni di usura. Con la chiave a gancio in dotazione, verificare che il cono sia fissato correttamente.
 - i** NOTA! Se il cono è allentato, non viene raffreddato a sufficienza e si corrode.
- ▶ Chiudere lo sportello della camera del plasma.
- ▶ Con PlasmaQuant 9200 Elite: accendere l'illuminazione opzionale della camera campioni.
- ▶ Controllare i tubi flessibili della pompa. Sostituire i tubi che non sono più flessibili o che mostrano gravi segni di abrasione.
- ▶ Serrare i tubi flessibili tra i fermi nella pompa dello strumento analitico ICP-OES.
- ▶ Posizionare le staffe di fissaggio sui tubi flessibili e fissare le guide con le leve di pressione. Assicurarsi che le leve di pressione siano bloccate in posizione!
 - i** NOTA! Verificare il senso di rotazione della pompa.. Questa pompa ruota in senso antiorario.
- ▶ Accertarsi che nel flacone sia presente una quantità di soluzione di risciacquo sufficiente per l'analisi.
 - i** NOTA! La soluzione di risciacquo deve avere lo stesso grado di acidità dei campioni e degli standard. Se non altrimenti specificato, utilizzare acido nitrico al 2%.
- ▶ Controllare il livello di riempimento del flacone di scarico e svuotarlo se lo spazio disponibile per l'analisi non è sufficiente.
- ▶ In caso di funzionamento manuale senza autocampionatore, immergere il tubo di aspirazione del campione nella soluzione di risciacquo. Durante la procedura di accensione del plasma non deve esserci alcun flusso d'aria.
- ▶ Avviare il software ASpect PQ.
- ▶ Nella finestra **Quick Start** effettuare le seguenti impostazioni:
 - selezionare l'opzione **Routine** o **Method development**.
 - Se si utilizza l'HF-Kit selezionare in **Torch material** l'opzione **Ceramic**, per regolare la sensibilità del sensore ottico del plasma.
 - Opzionale:: nel campo **Worksheet** selezionare i fogli di lavoro preparati per un avvio rapido (quick start), ad es. per l'esame di impurità elementari nei prodotti farmaceutici in conformità a USP 232/233. I fogli di lavoro contengono le impostazioni del metodo e le sequenze preparate.
- ▶ Se si avvia il software con un foglio di lavoro, chiudere l'avvio rapido nella finestra **Quick Start** con **OK**.
- ▶ Se si avvia il software senza un foglio di lavoro, cliccare su **Skip Quick Start** e accedere all'interfaccia di ASpect PQ.
- ▶ Quando il sistema è rimasto fuori servizio per un periodo prolungato o se la camera di nebulizzazione era stata smontata, sciacquare la camera di nebulizzazione e la torcia con gas nebulizzato per espellere l'aria dal sistema. Cliccare su  per aprire la finestra **Plasma | Control** e poi cliccare su **Purge spray chamber**.
- ▶ Accendere il plasma. Nella finestra **Plasma | Control**, cliccare sul pulsante **Ignite plasma**.
 - ✓ Segue una fase iniziale in cui la torcia viene sciacquata con argon e vengono controllati i circuiti di sicurezza dello strumento analitico ICP-OES. Quando tutto risulta corretto e a posto, il plasma viene acceso.

- ▶ Osservare se il plasma si è formato correttamente. Il plasma deve avere una forma conica, estendersi oltre la bobina di induzione e assottigliarsi verso l'alto.
- ▶ In caso di formazione di un anello di plasma, il plasma si forma solo all'interno della bobina di induzione oppure si sente un rumore simile a un crepitio. In tal caso, premere il pulsante rosso di spegnimento del plasma sullo strumento.
- ▶ Prima del successivo tentativo di accensione, verificare che il tubo del campione sia immerso nella soluzione di risciacquo e che l'erogazione del gas e il refrigeratore a ricircolo funzionino correttamente.
 - ✓ Solo dopo che il plasma si è acceso correttamente ed è diventato stabile, lo spettrometro viene raffreddato. Dopo 1 ... 2 min la procedura di accensione si conclude e la pompa peristaltica si avvia. Lo spettrometro a emissione è pronto per la misurazione.
- ▶ Solo ora è possibile effettuare ulteriori impostazioni sul sistema di analisi e avviare la routine di misurazione.

Vedere a riguardo anche

 Avvio di ASpect PQ [▶ 7]

6.3 Spegnimento del plasma e disattivazione dello spettrometro

- ▶ Al termine dell'analisi, lasciare scorrere attraverso il sistema la soluzione di risciacquo per circa 3 minuti e poi l'acqua per 1 minuto. Quindi, lasciare andare lo strumento finché non si asciuga. Se occorre sostituire i tubi, non ci sarà più acido al loro interno!
- ▶ Spegner il plasma nel software ASpect PQ cliccando su  nella barra degli strumenti.
In alternativa, utilizzare  per aprire la finestra **Plasma** e cliccare su **Extinguish plasma**.
- ▶ Chiudere il software ASpect PQ con **File | Quit**.
- ▶ Confermare la richiesta di spegnimento del gas di spurgo del sensore con **Yes**, se si desidera spegnerlo.
Se si interrompe il lavoro solo per un breve periodo (fino a 30 minuti) o si lavora nel campo UV, non spegnere il gas di spurgo. Ciò permette di risparmiare tempo durante la procedura di accensione, fintanto che il sensore è sufficientemente spurgato. Lasciare lo strumento acceso durante la pausa di misurazione.
- ▶ Attendere che venga visualizzato il messaggio che informa che lo strumento e il sistema di raffreddamento possono essere spenti.
- ▶ Eventualmente spegnere lo strumento analitico ICP-OES e l'autocampionatore dai loro rispettivi interruttori di alimentazione.
- ▶ Durante il funzionamento quotidiano, è possibile spegnere lo strumento analitico ICP-OES utilizzando l'interruttore di standby situato sul pannello frontale dello strumento. La tensione di rete è ancora presente sullo strumento. L'erogazione di gas è disattivata in modalità standby.
- ▶ Allentare i tubi della pompa dello strumento analitico ICP-OES. Allentare le leve di pressione in modo che le staffe di serraggio non premano più sui tubi flessibili e sganciare i fermi dei tubi flessibili su un lato della pompa.
- ▶ Se si utilizza l'autocampionatore, allentare il tubo della pompa nello stesso modo.
- ▶ Chiudere l'erogazione di gas dopo aver spento gli strumenti.
- ▶ Spegner il refrigeratore a ricircolo mediante l'interruttore di alimentazione.

- ▶ Spegnerne l'unità di aspirazione.
- ▶ Arrestare Windows e spegnere il PC.
 - ✓ L'analizzatore è ora spento.



NOTA

Attendere che lo strumento analitico ICP-OES si raffreddi prima di spegnerlo!
Dopo lo spegnimento del plasma, attendere almeno 30 secondi prima di spegnere lo strumento mediante l'interruttore di alimentazione.

6.4 Avvio della routine di misurazione

Creare un metodo e una sequenza in preparazione di una misurazione o utilizzare uno dei fogli di lavoro preparati.

Eventualmente predisporre un ID del campione che contenga ulteriori informazioni sul campione, come le diluizioni.

Preparare i campioni per la misurazione, ad es. sul vassoio dell'autocampionatore.

Avvio della misurazione

- ▶ Accendere il PC. Accendere lo spettrometro a emissioni e l'autocampionatore.
- ▶ Accendere il plasma.
- ▶ Caricare un metodo:
 - Nella barra degli strumenti cliccare sull'icona della cartella accanto al campo **Meth**. Selezionare il metodo nella finestra **Open Method**.
- ▶ Creare una nuova sequenza o caricarne una già esistente.
 - Effettuare una calibrazione all'inizio della sequenza.
 - Quando si carica la sequenza, assicurarsi che la calibrazione corrisponda al metodo.
Le righe da analizzare degli standard di calibrazione devono corrispondere alle righe selezionate nel metodo nella scheda **Calibration**.
 - Dopo la calibrazione, misurare un campione QC per verificare la correttezza della calibrazione.
- ▶ Se necessario, creare una tabella degli ID dei campioni con ulteriori informazioni sui campioni.
- ▶ Avviare la routine di misurazione cliccando su  o selezionando la voce di menu **Routine | Run sequence**.
- ▶ Nella finestra **Start** selezionare un nome per il file dei risultati.
È possibile salvare i risultati in un nuovo file o aggiungerli a un file esistente. Non è possibile sovrascrivere un file esistente.
 - ✓ Dopo che è stato selezionato un nome di file, la routine di misurazione si avvia in funzione delle impostazioni configurate nel metodo e nella sequenza. Se si utilizza un autocampionatore, la misurazione viene eseguita automaticamente.
- ▶ Se si inseriscono i campioni manualmente senza autocampionatore, seguire le istruzioni per la disposizione dei campioni indicate sullo schermo.

Vedere a riguardo anche

- 📖 Opzioni per la sequenza di analisi [▶ 138]

6.5 Visualizzazione e salvataggio dei risultati durante l'esecuzione dell'analisi

Visualizzazione durante il processo di analisi

Durante la routine di misurazione, i risultati vengono visualizzati in tempo reale nella finestra principale. Inoltre, è possibile visualizzare altre finestre con il risultato attuale.

- **Spectrum Plot:** vista della riga di analisi
- **Signal plot:** andamento del segnale di misura
- **Bar graph:** valori misurati in un grafico a barre
- **Report window:** rapporto sul plasma
- **Sample conc. in calibration curve:** valori del campione nella curva di calibrazione

Queste finestre di visualizzazione vengono selezionate nella finestra **Options | Analysis sequence**. Durante l'analisi è possibile visualizzare o nascondere le finestre di visualizzazione.

- ▶ Per aprire le finestre, utilizzare il comando di menu **View | Open Results Windows** o il tasto funzione F7.
- ▶ Per chiudere le finestre, utilizzare il comando di menu **View | Close Results Windows** o il tasto funzione F8.
- ▶ Le finestre possono anche essere aperte durante l'analisi con .

Nell'elenco delle sequenze della finestra principale viene documentato il progresso della misurazione. Nella colonna della tabella, le righe con le azioni sequenziali sono contrassegnate con le seguenti icone:

Icona	Significato
-	Non ancora misurata/elaborata.
O	Misurazione in corso.
+	Già misurata/esequuta.

Pulsanti della barra delle icone

Durante la misurazione vengono mostrati nella barra delle icone i seguenti pulsanti:

Pulsante	Descrizione
	Apri e chiude la finestra di visualizzazione
	Mostra la finestra del metodo È possibile visualizzare il metodo, ma non modificarlo.
	Mostra la finestra della sequenza La sequenza può essere ampliata mentre l'analisi è in corso. Nella finestra della sequenza si trova il tasto Samples con il quale aprire la finestra Sample ID per aggiungere dei dati del campione.

Salvataggio dei dati dei risultati durante il processo di analisi

I risultati dell'analisi vengono salvati direttamente durante la misurazione in un database nella cartella preimpostata o in una sottocartella impostata dall'utente. A scelta, possono essere archiviati in un nuovo database o aggiunti a un database esistente. Non è comunque possibile sovrascrivere un database dei risultati salvandone un altro con lo stesso nome.

All'avvio di ogni routine di misurazione viene visualizzato un messaggio che chiede di specificare la cartella di destinazione per il salvataggio dei risultati. A tale scopo si apre la finestra **Start** con le seguenti opzioni per il file dei risultati:

Start Sequence: multi_element_ground

Results file Name: multi_element_ground ... Folder: (Standard) v Description: ☒ New file/list ☐ Append to file/list ☒ Extinguish plasma if error occurs	Current method: Method_Ground Version: 1 from: Database Continue with: Method_Ground Version: 1 Date: 05.06.2020 17:15
---	--

Analysis time (approx.): 1h 44min Completion: Today, 9:30

"Attach date/time to the results filename." is active ("Options").

OK Cancel

Opzione	
Name	Inserire il nome desiderato per il database dei risultati New file/list Quando questa opzione è attiva, occorre inserire un nuovo nome di file. Il programma controlla che il nome non sia già in uso. Il file archiviato non possono essere sovrascritti. Append to file/list I nuovi risultati vengono allegati a un file dei risultati già presente. Aprire la finestra di selezione cliccando su ... e scegliere un file dei risultati dall'elenco visualizzato.
Folder	Selezionare la cartella di destinazione del file dei risultati Quando nella finestra Options Analysis sequence è attivata l'opzione Attach date/time to the results filename, il nome del risultato viene automaticamente ampliato per includere questi dati. In questa finestra viene visualizzato un messaggio relativo all'attivazione dell'opzione.
Description	Inserire una nota aggiuntiva che viene salvata insieme ai risultati dell'analisi. Le descrizioni definite dall'utente possono essere selezionate con il tasto
Extinguish plasma if error occurs	Spegne il plasma se la misurazione viene interrotta con un messaggio di errore

Il file contiene i risultati della misurazione e della valutazione e le informazioni sull'ID del campione. Inoltre, i parametri del metodo vengono salvati nel database dei risultati.

Il database dei risultati viene salvato con l'estensione ".tps" (parametri del metodo, intensità e concentrazioni) e ".spk" (dati spettrali grezzi).

6.6 Interruzione e ripresa della sequenza di analisi

Il processo di analisi può essere interrotti e ripreso in un secondo momento.

- ▶ Con la voce di menu **Routine | Stop** o cliccando su  si interrompe immediatamente il processo di analisi.
- ▶ Per riprendere una routine interrotta cliccare **Routine | Continue** o .

- ✓ Viene visualizzata la finestra **Continue sequence** che mostra lo stato dell'azione svolta prima dell'interruzione.
- ✓ Se si modifica il metodo, attivare l'opzione **Continue with modified method**. In questo modo viene inserita una nuova voce relativa al metodo nel file dei risultati e viene salvata un'altra versione del metodo. La misurazione può essere proseguita nel modo seguente:

Opzione	Descrizione
Continue	Riprende il processo, mantenendo lo stesso campione, la stessa riga e la stessa misurazione statistica
First statistical run	Riprende il processo, mantenendo lo stesso campione e la stessa riga, ma con la prima misurazione statistica
First element	Riprende il processo, mantenendo lo stesso campione, ma con la prima riga e la prima misurazione statistica
From table row ->	Riprende la sequenza dal punto a lato nella tabella

6.7 Ripetizione delle azioni della sequenza

È possibile ripetere le singole azioni di una sequenza.

- ▶ Nella finestra principale della scheda **Sequence** o **Sequence/Results** selezionare la riga o le righe contenenti l'azione da ripetere.
Per effettuare selezioni multiple, cliccare sulle righe interessate mentre si tiene premuto il tasto Ctrl o Shift.
 - ▶ Avviare la routine di misurazione, cliccando su  o selezionando il comando di menu **Routine | Run Selected Sequence Row....**
 - ▶ Nella finestra **Start** selezionare un nome di file in cui salvare il risultato della misurazione reiterata.
È possibile scegliere se salvare il risultato in un nuovo file o aggiungerlo a un file già esistente. Non è possibile sovrascrivere risultati già salvati scegliendo lo stesso nome di file.
- ✓ Viene quindi avviata la reiterazione dell'azione selezionata.



NOTA

Se nel frattempo si effettuano delle modifiche nel metodo, durante la reiterazione della sequenza o di singole righe viene utilizzato il metodo modificato, il quale viene salvato come nuova versione assieme ai risultati.

6.8 Rielaborazione dei risultati di analisi

La ricalcolo dei risultati di analisi serve per rendere effettive durante l'analisi le modifiche delle condizioni, ad es. modifica della funzione di calibrazione o del metodo. Anche una modifica dei dati informativi sul campione, ad es. del nome del campione o dei fattori di diluizione, richiede un ricalcolo, affinché se ne tenga conto nei risultati di analisi.

L'utente può quindi decidere se aggiungere i dati ricalcolati al file dei risultati attualmente in uso o salvarli in un nuovo file. Non è possibile modificare in alcun modo i dati originali. Se in un file dei risultati il ricalcolo viene ripetuto più volte con parametri diversi, per ogni ricalcolo vengono utilizzati i dati originali del file dei risultati.

i **NOTA!** Ad ogni ricalcolo viene salvata una nuova versione del metodo.

Start data

Name

C:\Users\Public\Documents\Analytik Jena\ASpectPQ\ICP\RES

☐ Modified sample information data

☐ Update result plots

Results file (Target)

Folder:

(Standard)

Name:

...

☒ New file/list

☐ Append to file/list

Description:

Calibration function changed

Outlier eliminated

Calibration function changed

Temporary changes...

Reprocess entries

Rows (Method):

1...40 (Method_Ground Vers.1)

☒ all

☐ Select entries

...

Lines of the currently selected method:

No.	Line
1	Al396.152
2	As188.979
3	As193.698
4	Cd214.441
5	Cd226.502
6	Cr267.716
7	Cu324.754
8	Fe259.940

Select all

Deselect

☐ add to QC chart

OK

Cancel

Opzioni di immissione dati nella finestra Reprocess results

Opzione/campo	Descrizione
Start data	Selezione dei dati da inserire Name Visualizzazione del nome del file dei risultati i cui dati vengono ricalcolati Modified sample information data Attivare, quando i dati nel file informativo del campione, ad es. il fattore di diluizione, sono stati modificati. Quando l'opzione non è attivata, le modifiche apportate al file dei dati informativi sul campione non vengono prese in considerazione nel ricalcolo dei risultati. Update result plots Le finestre dei risultati, ad es. Display spectra , vengono aggiornate come durante la misurazione. Nota: pertanto il ricalcolo richiede più tempo.
Results file Target	Selezionare la cartella di destinazione in cui devono essere salvati i dati dei risultati ricalcolati. New file/list Salva i dati dei risultati in un nuovo file Per definire la cartella di destinazione dei dati dei risultati calcolati selezionare una cartella in Folder e Name . Append to file/list I dati ricalcolati vengono aggiunti al file dei risultati esistente.
Description	Questa nota aggiuntiva viene salvata insieme ai risultati dell'analisi ricalcolati. Questa voce è necessaria, quando è installato il modulo opzionale "Modul 21 CFR Part 11 Compliance". Nell'elenco è possibile selezionare descrizioni definite dall'utente.
Reprocess entries	Selezionare le righe che devono essere ricalcolate. all Ricalcola tutte le voci inserite nell'elenco dei risultati.

Opzione/campo	Descrizione
	Select entries Ricalcola solo le righe della sequenza selezionate. Cliccare su  e nella finestra Select entries selezionare tutte le righe della sequenza che devono essere ricalcolate. Lines of the currently selected method Nell'elenco selezionare tutte le righe che devono essere ricalcolate. Con Select all vengono selezionate tutte le righe. Con Deselect vengono eliminate tutte le selezioni nell'elenco delle righe.
Temporary changes	Salva modifiche temporanee per il ricalcolo (offset della lunghezza d'onda, marcatori di cancellazione) (estensione ".rep"). I dati vengono successivamente caricati in modo automatico insieme al relativo file dei risultati (con lo stesso nome).
add to QC chart	Quando questa opzione è attiva, i risultati del tipo di campioni QC vengono inseriti nella scheda QC durante il ricalcolo.

Esecuzione del ricalcolo

- ▶ Le modifiche ai parametri del metodo vengono effettuate nella finestra **Sample ID**.
- ▶ Cliccare su  o selezionare la voce di menu **Routine | Reprocess**. Si apre la finestra **Reprocess results**.
- ▶ Inserire i dati richiesti (nome, informazione modificata sul campione, visualizzazione modificata dei risultati) e specificare la cartella di destinazione e il nome del file di destinazione.
Nota: Se si esegue il ricalcolo a causa di modifiche apportate alle informazioni sul campione, attivare l'opzione **Modified sample information data**. Altrimenti queste modifiche non vengono prese in considerazione.
- ▶ Selezionare le righe che devono essere ricalcolate.
- ▶ Avviare il ricalcolo con **OK**. Se non viene specificato il file di destinazione, viene visualizzato un messaggio con la domanda "Reprocess data without saving to a permanent file?".

Sostituzione di uno standard di calibrazione

Uno standard di calibrazione esistente può essere sostituito da uno che è stato misurato in un momento successivo. Per fare ciò, procedere nel modo seguente:

- ▶ Nella finestra principale, selezionare la riga dello standard di calibrazione da sostituire nella scheda **Sequence** o **Sequence/Results**.
- ▶ Avviare la misurazione della riga della sequenza cliccando su .
- ▶ Nella finestra **Start** impostare che il risultato venga aggiunto al file già esistente. Dopodiché si avvia la misurazione dello standard di calibrazione.
- ▶ Aprire la finestra **Reprocess results** cliccando su .
- ▶ Attivare l'opzione **Select entries** e aprire l'omonima finestra cliccando su .
- ▶ Selezionare l'ultimo standard misurato e spostarlo con i tasti freccia nella posizione dello standard che deve essere sostituito.
- ▶ Selezionare tutte le righe che devono essere ricalcolate. In questo modo si disattiva il vecchio standard che non deve più essere incluso nel calcolo.
- ▶ Con **OK** tornare alla finestra **Reprocess results**, inserire i dati richiesti e specificare la cartella di destinazione e il nome del file di destinazione.
- ▶ Avviare il ricalcolo con **OK**.
✓ I dati delle righe selezionate vengono ricalcolati.

Sostituzione di singole righe di uno standard di calibrazione

In alternativa, è possibile sostituire uno standard anche nel seguente modo:

- ▶ Nella finestra principale selezionare la riga dello standard di calibrazione da sostituire nella scheda **Sequence** o **Sequence/Results**.
- ▶ Avviare la misurazione della riga della sequenza cliccando su .
- ▶ Nella finestra **Start** impostare che il risultato venga aggiunto al file già esistente. Dopodiché si avvia la misurazione dello standard di calibrazione.
- ▶ Nell'elenco dei risultati cliccare col tasto destro del mouse sullo standard (sulla riga) che si desidera sostituire. Nel menu contestuale selezionare la voce di menu **Sample single values**.
- ▶ Nella finestra **Sample single values** attivare la casella di controllo **Replace with entry number** e inserire il numero della riga dello standard da sostituire nel campo di inserimento dati.
- ▶ Avviare il ricalcolo come descritto sopra.
 - ✓ I dati delle righe selezionate vengono ricalcolati.

Vedere a riguardo anche

-  Creazione di osservazioni predefinite [▶ 133]
-  Specificazione del controllo di qualità (finestra Method | QCS) [▶ 46]

6.9 Valutazione delle misurazioni parallele all'analisi in corso (modalità offline)

Quando è in corso una misurazione, non è possibile eseguire un'altra valutazione dei risultati. Tuttavia, se l'applicazione è già in esecuzione, è possibile aprire un'altra istanza del programma in modalità offline. Questa modalità non consente la comunicazione con lo strumento analitico. Tutte le altre funzioni, come la creazione di metodi o il caricamento e l'analisi dei risultati, possono tuttavia essere svolte parallelamente alla misurazione in corso nella prima istanza del programma.

- ▶ Avviare ASpect PQ nella seconda istanza del programma utilizzando la voce di menu **File | Start Offline Program Instance**.
- ▶ Aprire il file dei risultati della misurazione attualmente in corso con la voce di menu **File | Open Results**.
I risultati misurati fino a quel momento vengono caricati nella finestra dei risultati.
- ▶ Gli ulteriori risultati dalla misurazione in corso vengono caricati cliccando su  nella barra degli strumenti o con la voce di menu **View | Update results list**.
 - ✓ La visualizzazione dei risultati viene aggiornata. I risultati possono essere ulteriormente modificati.

 **NOTA!** Quando viene eseguito un ricalcolo, i risultati ricalcolati vengono salvati in un nuovo database. Non è possibile accedere al file originario dei risultati.

6.10 Visualizzazione dei risultati e progresso dell'analisi nella finestra principale

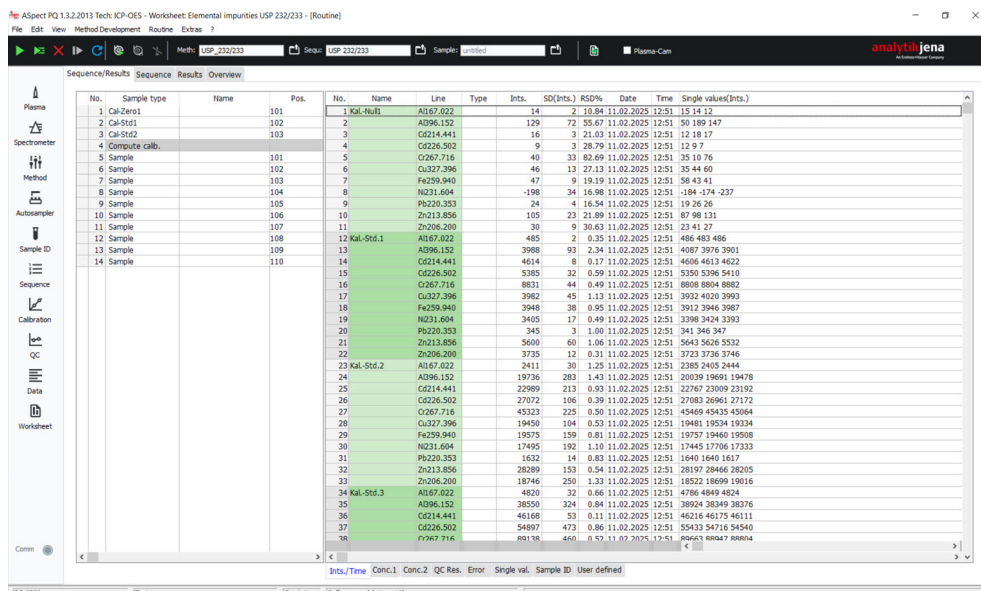
Gran parte dello sfondo dell'interfaccia utente della finestra principale è dedicata alla visualizzazione dei risultati della misurazione e della sequenza. La visualizzazione in diverse schede della finestra principale offre una buona panoramica dei risultati misurati e delle analisi statistiche.

È possibile selezionare le seguenti schede:

- **Sequence/Results** (contenuto delle schede **Sequence** e **Results** in una scheda)
- **Sequence** (visualizzazione della sequenza attuale)
- **Results** (visualizzazione grafica dei risultati misurati)
- **Overview** (riepilogo dei risultati misurati)

La barra di stato della finestra dei risultati mostra il nome del file dei risultati attivo al momento.

Finestra principale di ASpect PQ con visualizzazione dei risultati



6.10.1 Scheda Sequence/Results

La scheda **Sequence/Results** contiene i dati di entrambe le tabelle **Sequence** e **Results**.

Vedere a riguardo anche

📄 Scheda Sequence [▶ 75]

📄 Scheda Results [▶ 76]

6.10.2 Scheda Sequence

Nella scheda **Sequence** viene mostrata la sequenza attiva.

In questa scheda è possibile seguire il progresso dell'analisi in corso. I diversi campioni e le funzioni speciali sono contrassegnate nella prima colonna della tabella nel seguente modo:

Icona	Significato
-	Non ancora misurato/esequito.
O	Misurazione in corso.
+	Già misurato/esequito.

NOTA! Dopo la misurazione è possibile misurare nuovamente un campione selezionato.

A tal fine, è necessario selezionare la riga del campione nella sequenza e poi cliccare  nella barra degli strumenti.

6.10.3 Scheda Results

La scheda **Results** mostra tutti i risultati misurati e le analisi statistiche. I valori sono suddivisi in ulteriori tabelle per una maggiore chiarezza. Le schede di indice di queste tabelle sono visualizzate sul bordo inferiore della finestra.

I valori sono ordinati secondo l'ordine di misurazione dei campioni. Per ciascun campione vengono elencati gli elementi analizzati.

Tabella Ints./Time

La tabella contiene le intensità e le analisi statistiche in base alle impostazioni del metodo selezionate (finestra **Method | QCC**).

Colonna	Descrizione
No.	Numero nella sequenza di analisi
Name	Nome del campione, dello standard o del campione QC/dello standard QC
Line	Riga dell'elemento
Type	Standard interno o analita
Ints.	Valore medio delle singole intensità misurate del campione
SD(Ints.)	Deviazione standard (calcolo statistico della media)
RSD%	Deviazione standard relativa (calcolo statistico della media)
Date/Time	Orario della misurazione
Single values (Ints.)	Singoli valori delle misurazioni dell'intensità

Tabella Conc.1

La tabella **Conc.1** mostra la concentrazione analizzata del campione, così come è stato introdotto nello strumento analitico ICP-OES. Come unità viene utilizzata l'unità di calibrazione impostata nel metodo.

Colonna	Descrizione
No.	Numero nella sequenza di analisi
Name	Nome del campione, dello standard o del campione QC/dello standard QC
Line	Riga dell'elemento
Type	Standard interno o analita
Unit	Unità della concentrazione
Conc.1	Concentrazione dell'analita nel campione/concentrazione dell'analita nello standard
SD1	Deviazione standard di Conc.1 (calcolo statistico della media)
RSD%	Deviazione standard relativa di Conc.1 (calcolo statistico della media)
R	Intervallo di Conc.1 (calcolo statistico della mediana)
R%	Intervallo relativo di Conc.1 (calcolo statistico della mediana)
Cf	Intervallo di confidenza
DF	Fattore di prediluizione del campione Fattore con cui il campione primario è stato diluito prima di essere posizionato sull'autocampionatore o, se si lavora senza autocampionatore, prima di essere aggiunto al plasma.
Rem.	Particolarità del calcolo del valore
Ints.	Valore medio delle singole intensità misurate nelle iterazioni della misurazione
SD(Ints.)	Deviazione standard dell'intensità (calcolo statistico della media)
Date/Time	Data e ora della misurazione

Colonna	Descrizione
Single values (Ints.)	Singoli valori delle intensità delle iterazioni della misurazione

Tabella Conc.2

La tabella **Conc.2** mostra le concentrazioni del campione primario. Nel calcolo di Conc.2 vengono presi in considerazione i seguenti dati del campione:

- prediluizione
- pesata iniziale dei solidi e volume della soluzione
- fattori di conversione per altre unità

Colonna	Descrizione
No.	Numero nella sequenza di analisi
Name	Nome del campione, dello standard o del campione QC/dello standard QC
Line	Riga dell'elemento
Type	Standard interno o analita
Unit	Unità della concentrazione
Conc.	Concentrazione del campione primario che tiene conto dei dati informativi sul campione
SD2	Deviazione standard di Conc.2 (calcolo statistico della media)
RSD%	Deviazione standard relativa di Conc.2 (calcolo statistico della media)
Cf	Intervallo di confidenza di Conc.2
100% norm.	Normalizzato in percentuale Conc.2
Ints.	Valore medio dalle intensità determinate individualmente
SD(Ints.)	Deviazione standard dell'intensità (calcolo statistico della media)
R(Ints.)	Intervallo dell'intensità (calcolo statistico della mediana)
Date / Time	Data e ora della misurazione
Single values (Ints.)	Singoli valori delle misurazioni dell'intensità

Tabelle QC Res.

Nella tabella **QC Res.** vengono riportati i risultati dei campioni QC:

- valore nominale e valore effettivo della concentrazione
- tasso di recupero (tutti i tipi ad eccezione del valore di fondo)
- reazioni a qualsiasi deviazione (tutti i tipi ad eccezione del valore di fondo).

Colonna	Descrizione
No.	Numero nella sequenza di analisi
Name	Nome del campione, dello standard o del campione QC/dello standard QC
Line	Riga dell'elemento
Type	Standard interno o analita
QC (per funzioni di calibrazione)	R²(adj.) o R Slope BEC Background Equivalent Concentration
QC(per campioni QC, non per il valore di fondo QC)	Conc.1 Valore nominale Recovery Tasso di recupero Per i campioni QC e lo standard QC viene determinato il tasso di recupero

Colonna	Descrizione
	della concentrazione. Per QC-Stock, QC-Trend e QC-Matrix viene determinato il tasso di recupero dell'aumento di concentrazione generato dalle aggiunte.
QC (per il limite di rivelabilità del valore bianco)	SD Deviazione standard delle misurazioni del bianco LOD Limite di rivelabilità LOQ Limite di quantificazione
Rem.	Commenti sugli eventi QC (ad es. >Cal.)
Ints.	Valore medio delle singole intensità misurate
SD	Deviazione standard dell'intensità (calcolo statistico della media)
Date/ Time	Data e ora della misurazione
Single values (Ints.)	Singoli valori delle misurazioni dell'intensità

Tabelle Error

Se durante la misurazione si verificano errori, le misurazioni corrispondenti vengono contrassegnate in rosso in tutte le tabelle. Nella tabella **Error** viene documentato per iscritto l'errore di misurazione verificatosi, compreso il numero di errore.

Tabelle Single values

La tabella **Single values** contiene i valori delle intensità misurati singolarmente e le corrispondenti intensità di fondo.

Tabella Sample ID

La tabella **Sample ID** contiene i dati informativi sul campione.

Colonna	Descrizione
No.	Numero nella sequenza di analisi
Name	Nome del campione, dello standard o del campione/dello standard QC
Line	Riga dell'elemento
Pos	Posizione del campione sull'autocampionatore
Pre-DF	Fattore di prediluizione Fattore con cui il campione primario è stato diluito prima di essere posizionato sull'autocampionatore o, se si lavora senza autocampionatore, prima di essere aggiunto al plasma. Questo fattore è richiesto per il calcolo della concentrazione del campione primario.
Wt.	Pesata iniziale in grammi Peso del campione primario che è stato portato in soluzione durante il pretrattamento del campione. (in g). La pesata iniziale è necessaria per il calcolo della concentrazione del campione primario (Conc.2).
Vol.	Volume del solvente in cui è stata sciolta la rispettiva pesata iniziale (in mL). Questo valore è necessario per il calcolo della concentrazione del campione primario (Conc.2).
Total wt.	Pesata iniziale totale, comprensiva di campione e solvente (solo per il tipo di unità liquid, liquid grav.)
Name(2)	Nome aggiuntivo del campione dalla tabella delle informazioni del campione
AS-DF	Fattore di diluizione dell'autocampionatore
Blank corr.	Correzione del valore di fondo off Non è stata eseguita alcuna correzione del valore di fondo.

Colonna	Descrizione
	on Per il calcolo della concentrazione del campione primario è stato sottratto il valore di fondo misurato per ultimo nella sequenza.

Tabella User defined

Nella tabella **User defined** è possibile selezionare direttamente i parametri per l'output dei risultati e il loro ordine nella tabella.

- ▶ Cliccare su sul pulsante **Select columns** nell'angolo in basso a destra della tabella.
- ▶ Nella finestra **Select columns** selezionare i parametri desiderati cliccando con il mouse.
- ▶ Per cambiare l'ordine di visualizzazione, selezionare il parametro di cui si desidera modificare la posizione e spostarlo all'interno dell'elenco con i pulsanti  e .
- ▶ Dopo essere tornati alla finestra principale, vengono visualizzati i risultati. È possibile modificare la larghezza delle colonne della tabella posizionando il puntatore del mouse sulla riga di intestazione della tabella (il puntatore si trasforma in una doppia freccia) e trascinando la colonna della tabella con il tasto del mouse premuto fino a raggiungere la larghezza desiderata.

Nota:

la larghezza della colonna viene memorizzata in questa schermata. Nelle altre tabelle della finestra principale, le modifiche alla larghezza delle colonne vengono ripristinate quando si esce dalla finestra.

Vedere a riguardo anche

-  Opzioni per la sequenza di analisi [▶ 138]
-  Descrizione dei contrassegni utilizzati nella visualizzazione dei valori [▶ 184]
-  Dati del campione (ID campione) [▶ 61]

6.10.4 Scheda Overview

La scheda **Overview** mostra un riepilogo dei risultati delle analisi. È possibile selezionare tra varie opzioni di visualizzazione:

Valore	Descrizione
Conc.1	Concentrazione 1
Conc.(RSD%)	Concentrazione 1 (deviazione standard relativa)
Conc.2	Concentrazione 2
Conc.2(RSD%)	Concentrazione 2 (deviazione standard relativa)
Ints.	Intensità
Ints.(RSD%)	Intensità (deviazione standard relativa)
Ints.(SD)	Intensità (deviazione standard)
LOD	Limite di rivelabilità
LOQ	Limite di quantificazione
Recovery(Nominal val.)	Tasso di recupero (valore nominale)
R ² / Recal. factor	Coefficiente di determinazione/fattore di ricalibrazione
100% norm.	Conc. 2 normalizzata in percentuale

Attivando le caselle di controllo corrispondenti è possibile visualizzare i tipi di campioni indicati di seguito:

- Sample
- QC sample
- Cal-Std
- altri

Con  aprire la finestra **Print Overview**, in cui si può lanciare la stampa dei dati visualizzati nella panoramica attuale.

Vedere a riguardo anche

 Funzioni di stampa in ASpect PQ [► 119]

6.11 Visualizzazione e modifica dei valori individuali dei campioni

È possibile visualizzare i singoli valori di un campione ed escludere singoli valori dal calcolo della concentrazione del campione.

- Cliccare con il tasto destro del mouse sulla riga nella tabella dei risultati e selezionare nel menu contestuale la voce **Sample single values**.
In alternativa selezionare la riga del campione e selezionare il comando di menu **View | Sample single values**.

Finestra Sample single values

Sample single values - [Kal.-Std.4]

Cd214.441

No.	Ints.	Rem.
1	49212	
2	49319	
3	48608	

No.:

Type:

Name:

Date/Time:

Ints.(Mean):

SD:

RSD:

☐ Replace with entry number:

Visualizzazione dei valori singoli (tabella)

Questa tabella mostra i singoli valori del campione.

Colonna	Descrizione
No.	Numero dei singoli valori all'interno della misurazione del campione
Ints.	Intensità del singolo valore
Conc.1	Concentrazione dell'analita nel campione analizzato
Rem.	none Il singolo valore viene preso in considerazione nel calcolo del valore medio del campione.

Colonna	Descrizione
	#MAN Il valore è stato escluso manualmente dal calcolo del valore del campione.
	#KOR Il valore è stato automaticamente escluso dal calcolo del valore del campione a causa del test dei valori erratici di Grubbs.

Dati del campione

Campo	Descrizione
No.	Numero della misurazione nella tabella dei risultati
Type	Tipo di campione (campione, standard o campione QC)
Name	Nome del campione
Date/ Time	Data e ora della misurazione selezionata nella tabella
Ints.(Mean)	Intensità media calcolata su tutti i singoli valori
SD	Deviazione standard (calcolo statistico della media). La visualizzazione avviene indipendentemente dal metodo statistico selezionato per la misurazione (media/mediana).
RSD	Deviazione standard relativa (calcolo statistico della media) La visualizzazione avviene indipendentemente dal metodo statistico selezionato per la misurazione (media/mediana).

Ulteriori opzioni e pulsanti della finestra Sample single values

Opzione/pulsante	Descrizione
Delete/ Reactiv.	Esclude il singolo valore del campione dal calcolo del valore medio e/o lo include nuovamente nel calcolo
Edit spectra	Visualizza gli spettri della riga dipendenti dalla lunghezza d'onda
Replace with entry number	Solo per standard di calibrazione Il campione attuale deve essere sostituito con un ricalcolo dal campione nella posizione Enr. della tabella dei risultati.
	Passa da una riga all'altra dei singoli campioni e da un campione al successivo nella tabella dei risultati

Esclusione dei singoli valori del campione

Un singolo valore può essere escluso manualmente dal calcolo del valore medio del campione.

- ▶ Selezionare il singolo valore da escludere nella tabella.
- ▶ Con **Delete** è possibile disattivare il valore per il calcolo della media del campione in caso di ricalcolo dei risultati.
- ▶ Con **Reactiv.** è possibile reinserire il singolo valore selezionato nel calcolo.

i **NOTA!** Il test dei valori erratici di Grubbs consente di individuare ed eliminare automaticamente i valori erratici tra i singoli valori durante l'analisi.

Vedere a riguardo anche

 Visualizzazione e modifica degli spettri di intensità [▶ 81]

6.12 Visualizzazione e modifica degli spettri di intensità

La visualizzazione degli spettri di intensità nella finestra **Edit spectra** viene utilizzata per le seguenti azioni:

- calcolare il I picco principale di una riga da analizzare e salvarlo nel file delle righe
- calcolare la correzione di fondo prendendo in considerazione la matrice del campione e acquisirla nel metodo
- creare correzioni spettrali
- identificare le righe adiacenti alla riga da analizzare

Per ogni misurazione nella finestra dei risultati è possibile visualizzare e modificare gli spettri di intensità.

- ▶ Aprire la finestra **Edit spectra** facendo doppio clic sulla corrispondente riga del campione nella tabella dei risultati.
In alternativa, cliccare con il tasto destro del mouse sulla riga nella tabella dei risultati e selezionare **Edit spectra**. È anche possibile selezionare la riga del campione e poi selezionare il comando di menu **View | Edit spectra**.

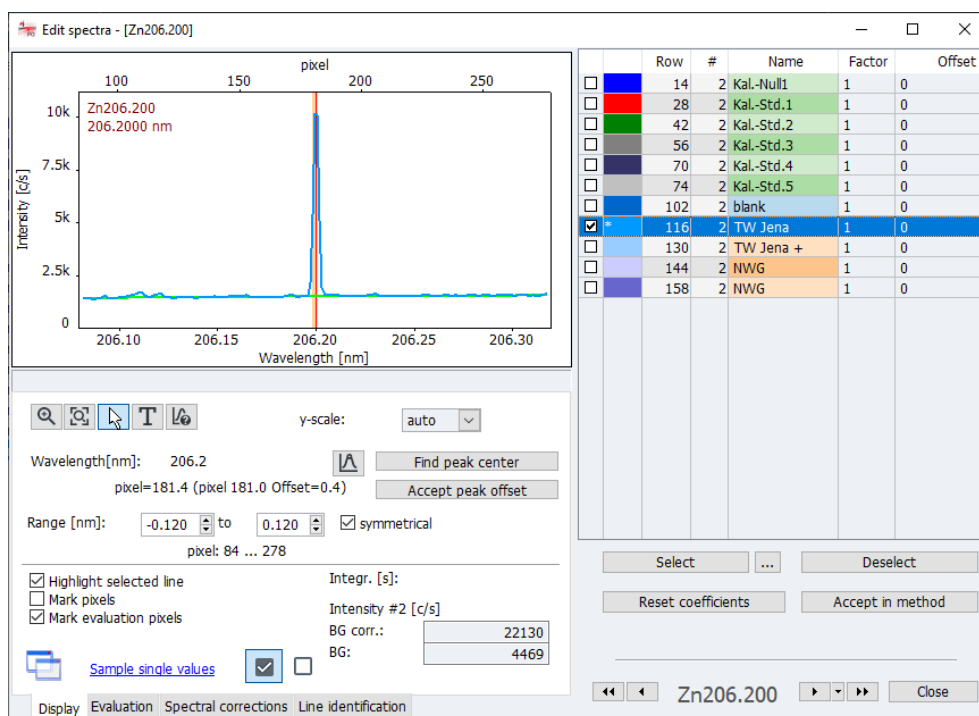
Nella finestra **Edit spectra** vengono elencati tutti i campioni misurati con ogni singolo valore per ogni riga di analisi. È possibile passare da una riga da analizzare all'altra.

Sul lato sinistro della finestra **Edit spectra** viene mostrato il grafico dello spettro di intensità dei campioni selezionati e quattro schede per l'analisi e la modifica dello spettro. Sul lato destro vengono selezionati i singoli valori del campione da visualizzare nella panoramica.

6.12.1 Visualizzazione degli spettri – finestra Edit spectra / Display

La finestra **Edit spectra | Display** mostra una panoramica degli spettri dei campioni. È possibile determinare la posizione di un picco e acquisire i parametri rilevati nel file delle righe/della lunghezza d'onda e nel metodo.

Finestra Edit spectra | Display



Selezione degli spettri/elenco dei campioni

Nell'elenco dei campioni sulla destra sono elencati tutti i singoli valori dei campioni della riga da analizzare.

- ▶ Attivare le caselle di controllo per i singoli valori che si desidera visualizzare nel grafico.
Gli spettri dei singoli valori del campione vengono visualizzati sovrapposti. Ai singoli spettri è assegnato il colore del campo riportato nella parte anteriore della tabella.

- ▶ Il singolo campione selezionato con il mouse (barra blu nella tabella) è evidenziato in grassetto nel grafico, quando è stata attivata l'opzione **Highlight selected line** nell'angolo in basso a sinistra della finestra.
- ▶ È possibile filtrare la visualizzazione dei campioni/delle misurazioni reiterate nell'elenco dei campioni e la selezione per la rappresentazione grafica degli spettri (attivando la casella di controllo nell'elenco dei campioni) utilizzando i pulsanti sotto la tabella:
 - cliccare accanto a **Select** su .
 - Nella finestra **Selection** eseguire le seguenti impostazioni:

Opzione	Descrizione
all	Seleziona tutte le righe dell'elenco dei risultati nella finestra principale per la rappresentazione grafica (attiva la casella di controllo per la rappresentazione grafica).
from/to	Seleziona solo gli spettri compresi tra le righe impostate da/a (from/to) dell'elenco dei risultati.
Replicate	Seleziona i singoli valori di un campione: all seleziona tutti i valori singoli di un campione. Numero di riferimento, ad es. "2" Seleziona soltanto il singolo valore del campione che è stato selezionato
show selected replicate(s) only	Se questa opzione è stata attivata, nell'elenco dei campioni vengono visualizzati solo i dati immessi per la misurazione reiterata selezionata. Se questa opzione invece è inattiva, vengono visualizzati tutti gli spettri singoli e vengono caricati i dati immessi selezionati sopra (all o from/to) della finestra principale.

- Cliccando su **Select** è possibile visualizzare ed effettuare la selezione degli spettri con i parametri impostati sopra.
- Con **Deselect** è possibile disattivare tutte le caselle di controllo della visualizzazione dei valori singoli.

Immissione del fattore e dell'offset

- ▶ Per ogni spettro è possibile inserire nella tabella dei campioni un fattore e/o un offset. Uno spettro così modificato viene ampliato/compresso e spostato lungo l'asse delle ordinate (asse delle y).
- ▶ Cliccando su **Reset coefficients**, il fattore e l'offset vengono resettati e lo spettro viene visualizzato nello stato iniziale.

Visualizzazione degli spettri delle linee

Gli spettri selezionati vengono visualizzati sul lato sinistro. L'intensità in conteggi (counts)/secondo è rappresentata graficamente in funzione della lunghezza d'onda in nanometri. Sul margine superiore del grafico viene mostrata l'assegnazione dei pixel. Lo spettrometro è regolato in modo tale che sul pixel di misurazione, ad es. 180, sia riprodotto il picco principale. Gli offset del picco principale devono essere corretti per ogni riga da analizzare, vedi sotto.

I pulsanti per la visualizzazione dello spettro hanno le seguenti funzioni:

Opzione/Pulsante	Descrizione
	Attiva lo zoom grafico. Cliccare e tenere premuto il tasto sinistro del mouse, poi selezionare la sezione dello spettro da ingrandire continuando a tenere premuto il pulsante.
	Dopo lo zoom, ripristinare le coordinate originali.

Opzione/Pulsante	Descrizione
	Attiva la modalità di selezione nei grafici dell'andamento del segnale o dello spettro. I punti di misurazione vengono selezionati con il tasto sinistro del mouse. I valori dei punti di misurazione selezionati vengono visualizzati nel campo di output sotto i pulsanti.
	Attiva la modalità di testo. Tenendo premuto il tasto sinistro del mouse è possibile selezionare un'area per una finestra, con cui è possibile aggiungere un testo all'immagine. Facendo doppio clic sul testo esistente, si apre la finestra per modificare o cancellare il testo. Premendo contemporaneamente il tasto Ctrl e il tasto destro del mouse è possibile spostare il testo.
	Attiva la modalità di identificazione della riga. Cliccando o trascinando con il mouse, viene effettuata una ricerca delle righe degli elementi nella posizione della lunghezza d'onda selezionata all'interno di un database delle righe. La riga trovata viene visualizzata sotto al grafico.
y-scale	Seleziona la scala del grafico: auto. Dimensionamento in scala automatico: lo spettro viene rappresentato con un'estensione ottimale delle ordinate. Value Dimensionamento in scala manuale: il limite superiore dell'asse delle ordinate deve essere selezionato nell'elenco.
Wavelength	Mostra la lunghezza d'onda della riga da analizzare.
	Impostare manualmente il picco principale.
Find peak center	Ricerca automaticamente il picco e corregge l'offset.
Accept peak offset	Salva l'offset del picco nella libreria delle righe. Da questo momento in avanti, l'offset viene utilizzato per ogni misurazione di questa riga dell'elemento.
Range (nm)	Seleziona l'intervallo della lunghezza d'onda sotto e sopra la riga da analizzare. L'intervallo della lunghezza d'onda è disponibile per l'analisi dello spettro, ad es. correzione del fondo. Se la casella di controllo symmetrical è stata attivata, l'intervallo della lunghezza d'onda è identico sia sopra che sotto la lunghezza d'onda. Sotto i campi di immissione dati viene visualizzata la relativa area di pixel. Le impostazioni dell'intervallo della lunghezza d'onda della riga selezionata possono essere acquisite nel metodo di misurazione attualmente attivo, cliccando su Accept in method . Questo intervallo viene utilizzato per l'adattamento dinamico del fondo (o correzione automatica del fondo) per il calcolo. I dati vengono modificati anche nella finestra del metodo sulla scheda Evaluation .
Highlight selected line	Il singolo spettro selezionato nella panoramica a destra è evidenziato nel grafico con una linea spessa.
Mark pixels	I pixel sono evidenziati nel grafico con un cerchio.
Mark evaluation pixels	Il pixel centrale dell'analisi sul picco principale è evidenziato con una linea rossa. Se per l'analisi vengono utilizzati più pixel, la loro area è evidenziata in rosso chiaro.
Intensity	BG corr. Intensità di fondo corretta BG Intensità di fondo
Sample single values	Link alla finestra Sample single values

Opzione/Pulsante	Descrizione
	Se il simbolo è contrassegnato in questo modo, la riga viene utilizzata nel metodo. In questo modo, è possibile selezionare le righe adatte nella finestra Edit spectra durante lo sviluppo del metodo.
	Non utilizzare righe nel metodo.

Impostazione automatica del picco principale

Durante lo sviluppo del metodo è necessario correggere gli offset del picco e gli scostamenti dovuti allo strumento che vengono causati dall'interferenza delle righe, ad es. duplicati.

- ▶ Cliccare su **Find peak center**. Con la determinazione automatica del picco principale è possibile determinare ottimamente la maggior parte dei picchi.
In alternativa, cliccare su  e contrassegnare manualmente il picco principale nello spettro.
- ▶ Opzionalmente, è possibile ricalcolare i risultati, per valutare il nuovo offset del picco. Passare alla finestra dei risultati e avviare il ricalcolo cliccando su .
- ▶ Salvare l'offset del picco rilevato con **Accept peak offset** nel file delle righe/della lunghezza d'onda dello strumento analitico.
✓ I dati sono ora disponibili per ogni analisi successiva della riga da analizzare.

Vedere a riguardo anche

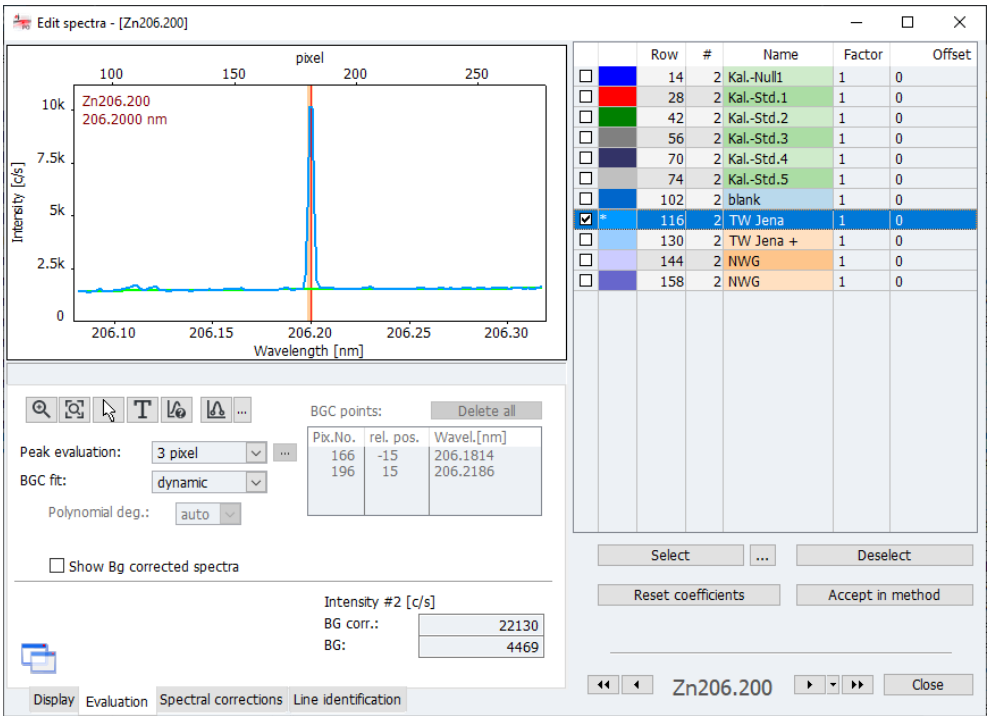
-  Specificazione delle righe da analizzare (finestra Method | Lines) [▶ 25]
-  Rielaborazione dei risultati di analisi [▶ 71]
-  Ricerca delle righe – finestra Edit spectra | Line identification [▶ 90]

6.12.2 Valutazione dei picchi e determinazione della correzione del fondo – finestra Edit spectra | Processing

Le emissioni di fondo continue, che causano variazioni di intensità su un ampio intervallo spettrale attorno a una riga da analizzare, possono essere compensate con la correzione del fondo. A tal fine vengono selezionati dei pixel (punti di correzione del fondo) su entrambi i lati della riga da analizzare, viene calcolata una regressione attraverso i punti e la curva di regressione viene utilizzata per la correzione del fondo.

Nel metodo statico per la selezione dei punti di correzione del fondo, i punti vengono impostati manualmente e il grado polinomiale della curva di regressione viene determinato autonomamente. Nel metodo dinamico, la curva di regressione viene calcolata automaticamente con l'algoritmo ABC (ABC = automatic baseline correction).

Un'interferenza discontinua del fondo, causata ad es. dalla sovrapposizione di righe con un elemento della matrice, può essere minimizzato con l'ausilio di spettri di correzione.



Panoramica degli elementi per la valutazione del picco e la correzione del fondo

I pulsanti per la visualizzazione dello spettro, alcuni output di valori e la selezione dei singoli valori del campione sono descritti nella sezione relativa della finestra **Edit spectra** | **Display**.

Opzione/ Pulsante	Descrizione
Peak evaluation	Imposta il numero dei pixel per la valutazione del picco. 1 Il segnale della misurazione viene determinato soltanto in corrispondenza del pixel su cui si trova il picco principale Valore > 1 Numero di pixel utilizzati per determinare il segnale di misurazione I singoli segnali dei pixel vengono sommati. Il risultato è quindi maggiore del picco massimo. Il pixel a cui corrisponde il picco principale si trova al centro dell'intervallo. Height L'altezza del picco viene presa in considerazione per la valutazione. User defined L'intervallo di valutazione viene definito dall'utente. Questa opzione viene utilizzata preferibilmente per la valutazione dei duplicati. Dopo aver cliccato su , attivare tutti i pixel dell'elenco che vengono presi in considerazione nella valutazione.
BGC fit	Selezionare il tipo di correzione del fondo: dynamic La correzione del fondo viene calcolata automaticamente utilizzando un algoritmo matematico. Non sono necessarie altre impostazioni per questa opzione. static I punti della correzione del fondo vengono impostati manualmente con un clic del mouse nello spettro. Per la funzione di correzione è necessario selezionare in aggiunta il grado polinomiale.   Nell'adattamento statico imposta o elimina i punti della correzione del fondo

Opzione/ Pulsante	Descrizione
	Quando si passa il puntatore del mouse sopra il grafico dello spettro viene visualizzata una croce. Se si clicca su , si apre l'elenco delle funzioni: Set background correction points Cliccando con il mouse, posizionare i punti di correzione sulla lunghezza d'onda desiderata dello spettro. Se si passa con il mouse su un'area tenendo premuto il tasto del mouse, si seleziona l'intero intervallo. Delete background correction points Cliccare su un punto già selezionato per eliminare il rispettivo punto della correzione del fondo. Gli intervalli possono essere eliminati trascinando il mouse. Delete all background correction points Cancella tutti i punti selezionati
BGC points Delete all	Cancella manualmente tutti i punti di correzione del fondo impostati manualmente
Tabella	Visualizzazione dei punti della correzione del fondo impostati manualmente
Polynomial deg.	Seleziona il grado polinomiale per la regressione del grafico della correzione del fondo Con l'opzione auto, la regressione viene selezionata automaticamente.
Show Bg corrected spectra	Mostra gli spettri a cui è stata applicata la correzione del fondo Il fondo adattato (riga verde) viene sottratto dallo spettro del campione. Il fondo corrisponde quindi alla riga zero.

Acquisizione dei dati nel metodo

Le impostazioni relative alla valutazione dei picchi e alla correzione del fondo della riga selezionata vengono acquisite nell'attuale metodo di misurazione, cliccando su **Accept in method**. I dati vengono modificati anche nella finestra del metodo sulla scheda **Processing**.

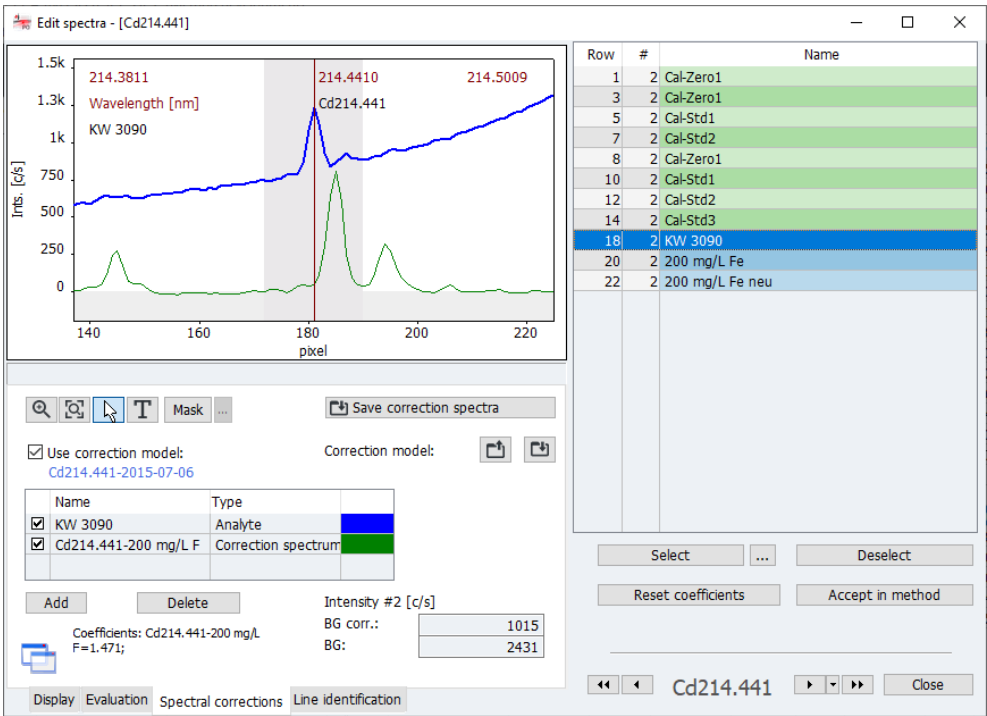
Vedere a riguardo anche

-  Rimozione delle interferenze spettrali – finestra Edit spectra | Spectral corrections [▶ 87]
-  Visualizzazione degli spettri – finestra Edit spectra / Display [▶ 82]

6.12.3 Rimozione delle interferenze spettrali – finestra Edit spectra | Spectral corrections

Nella routine si cerca di selezionare per l'analisi delle righe che siano il più possibile prive di interferenze e/o che presentino un fondo facile da correggere. Laddove non sia fattibile, è possibile eliminare le interferenze discontinue, causate ad es dalla sovrapposizione di righe con uno o più elementi della matrice, con l'ausilio di spettri di correzione. Gli spettri di correzione di una matrice vengono combinati in un modello e possono quindi essere collegati alla riga nel metodo.

Le funzioni per salvare i singoli spettri di correzione e combinare il modello di correzione sono disponibili nella finestra **Edit spectra | Spectral corrections**.



Opzione/Pulsante	Descrizione
Save correction spectra	Salva gli spettri dei componenti puri di una matrice come spettri di correzione
Use correction model	Quando questa opzione è attiva, il modello di correzione viene applicato agli analiti
Correction model	 Salva l'attuale modello di correzione  Carica un modello di correzione esistente

Nella tabella delle righe vengono elencati l'analita e gli spettri di correzione utilizzati nel modello. Attivando le caselle di controllo, i singoli spettri vengono visualizzati nel diagramma. Con **Add** è possibile integrare il modello di correzione con ulteriori spettri. Con **Delete** è possibile eliminare lo spettro selezionato col mouse dal modello.

i **NOTA!** Tutti gli spettri di correzione nella tabella delle righe vengono presi in considerazione nel calcolo, a prescindere da fatto che la rispettiva casella di controllo per la visualizzazione sia stata attivata o meno. Se si desidera escludere uno spettro di correzione, deve essere eliminato.

6.12.3.1 Creazione di un modello di correzione per correzioni spettrali

Per creare e utilizzare un modello di correzione per una riga da analizzare è necessario svolgere le seguenti azioni:

1. Identificare le possibili interferenze.
2. Creare e salvare gli spettri di correzione.
3. Creare un modello di correzione.
4. Acquisire i parametri della riga da analizzare insieme al modello di correzione nel metodo.

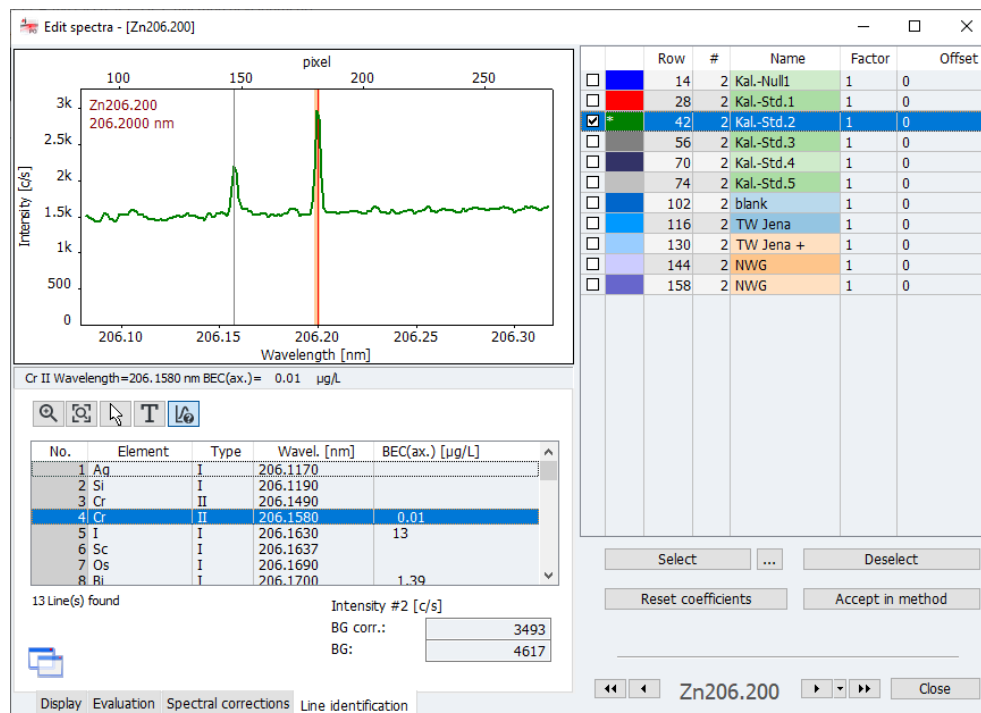
- Fase 1: identificazione delle interferenze
- ▶ Creare un metodo con la riga da analizzare.
 - ▶ Misurare l'analita nella matrice e caricare lo spettro nella finestra **Edit spectra** (fare doppio clic sulla riga del campione nella finestra principale).
 - ▶ Nella finestra **Edit spectra | Line identification** identificare le possibili righe di interferenza.
- Fase 2: misurazione e salvataggio degli spettri di correzione
- ▶ Aggiungere alla sequenza la misurazione dei componenti della matrice che causano interferenze e la sovrapposizione spettrale, e misurare tali componenti nelle soluzioni monoelemento.
- Nota:**
le concentrazioni dei componenti della matrice non devono necessariamente corrispondere a quelle dei campioni, ma solo essere sufficientemente elevate affinché gli spettri mostrino valori di intensità significativi. Per una correzione adeguata dello spettro, misurare soltanto un componente alla volta come sostanza pura.
- ▶ Caricare uno spettro di un componente della matrice nella finestra **Edit spectra | Spectral corrections**.
 - ▶ Cliccare su **Save correction spectra**.
 - ✓ Viene visualizzata la finestra del database per il salvataggio degli spettri di correzione.
 - ▶ Inserire un nome e procedere con il salvataggio con **Save**.
 - ▶ Salvare gli spettri degli altri componenti della matrice seguendo la stessa procedura.
- Fase 3: creazione del modello di correzione
- ▶ Caricare nuovamente lo spettro dell'analita nella matrice.
 - ▶ Attivare la casella di controllo **Use correction model**.
 - ▶ Aprire la selezione degli spettri di correzione già salvati con **Add**.
 - ▶ Selezionare uno spettro di correzione dall'elenco e cliccare su **Load**.
 - ▶ Aggiungere tutti gli spettri di correzione seguendo questa procedura.
 - ▶ Verificare nella visualizzazione dello spettro che lo spettro del campione risultante sia ora privo di sovrapposizioni.
 - ▶ Attivando il pulsante **Mask** e tenendo premuto il tasto del mouse è possibile nascondere gli intervalli che non devono essere inclusi nel calcolo del modello di correzione. Per impostazione predefinita, l'area della riga da analizzare (± 9 pixel) è già nascosta. Potrebbe essere necessario nascondere ulteriori aree, se al momento della registrazione non erano disponibili sostanze pure e tali impurità possono essere presenti in proporzioni variabili.
 - ▶ Per salvare il modello di correzione cliccare su  ed inserire un nome per il modello. Chiudere il processo **Save**.
- Fase 4: acquisizione dei parametri della riga da analizzare insieme al modello di correzione nel metodo
- ▶ Acquisire i parametri della riga da analizzare insieme al modello di correzione nel metodo attuale con **Accept in method**.
 - ✓ Nella finestra **Method | Evaluation** la linea da analizzare nella colonna **Correction** è contrassegnata con **LSM** (Least Square Model).

Una volta salvato il metodo, le misurazioni future vengono eseguite con questo metodo e il modello di correzione creato. Le misurazioni già effettuate possono essere ricalcolate con la nuova versione del metodo, rendendo superfluo ripetere la misurazione.

I modelli di correzione dello spettro e gli spettri di correzione vengono salvati con i dati dei risultati. Se i dati dei risultati vengono inviati ad un altro computer, su cui non sono stati salvati i modelli di correzione, prima dell'importazione dei modelli viene visualizzato un messaggio di conferma.

6.12.3.2 Ricerca delle righe – finestra Edit spectra | Line identification

Nella finestra **Edit spectra | Line identification** è possibile identificare le righe degli spettri misurati in funzione del database delle righe.

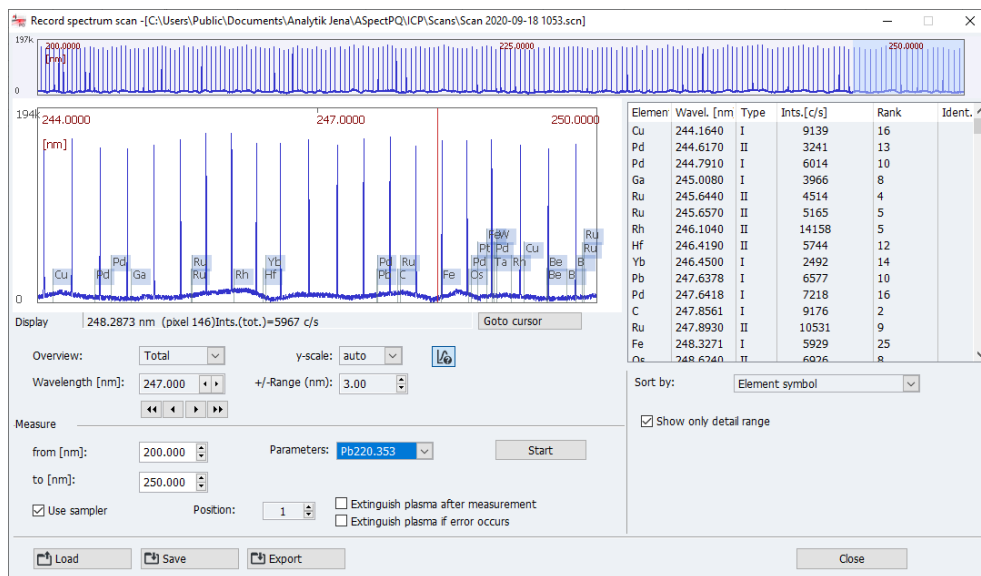


Nella tabella sottostante lo spettro vengono visualizzate tutte le righe identificate nella sezione dello spettro.

- ▶ Attivare il pulsante
- ▶ Cliccare sui picchi di interesse nello spettro.
La riga più vicina verrà visualizzata sotto lo spettro e selezionata nella tabella.
- ▶ Viceversa, è anche possibile selezionare una riga nella tabella che verrà quindi visualizzata nello spettro.

6.13 Registrazione di uno spettro d'insieme

Con la voce di menu **Method Development | Overview Scan** è possibile registrare uno spettro d'insieme entro un intervallo di lunghezza d'onda specificato.



- ▶ Selezionare la voce di menu **Method Development | Overview Scan**.
- ▶ Nella sezione **Measure** immettere l'intervallo di lunghezza d'onda desiderato (**from/to**).
- ▶ Se è stato attivato un metodo, i parametri di una riga del metodo possono essere selezionati per la scansione degli spettri. Se non è stato caricato alcun metodo, vengono utilizzati i parametri predefiniti.
- ▶ Preparare il campione. Se si desidera utilizzare un autocampionatore, attivare l'opzione **Use sampler** e selezionare la posizione del campione sull'autocampionatore.
- ▶ Avviare la scansione cliccando su **Start**.
Al termine della scansione, nella parte superiore della finestra viene visualizzata lo spettro d'insieme.
- ▶ Se si clicca su una sezione dello spettro d'insieme, viene visualizzata un'area dettagliata con la riga selezionata nel grafico. La larghezza dell'area dettagliata può essere impostata nell'elenco **+/-Range**.
- ▶ Le righe trovate sono riportate nella tabella sul lato destro. La visualizzazione può essere limitata all'intervallo spettrale mostrato tramite l'opzione **Show only detail range**.

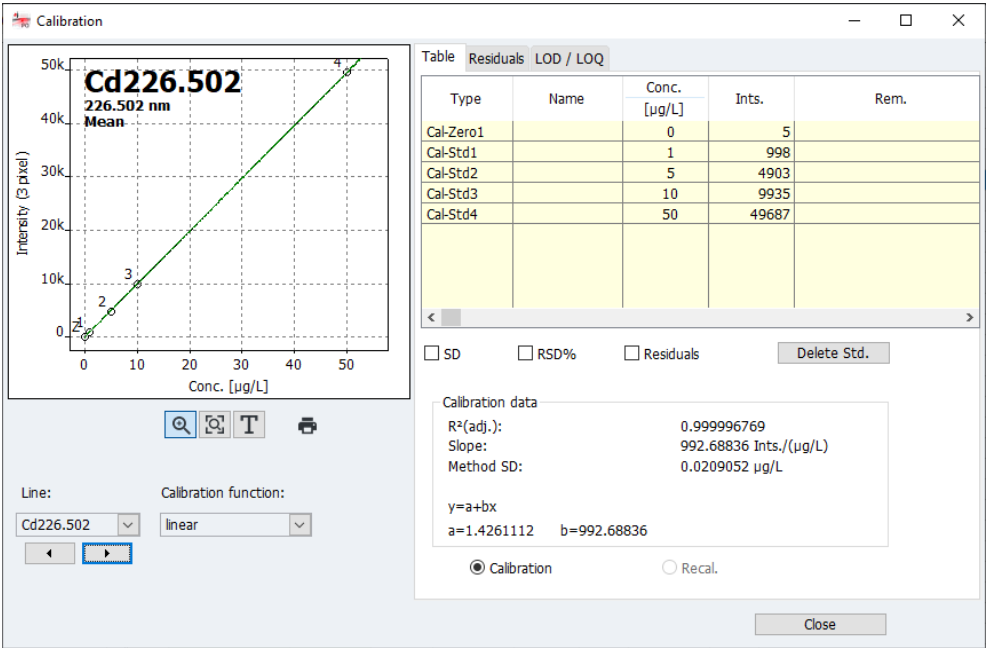
7 Calibrazione

La calibrazione viene eseguita durante la misurazione in base alle opzioni selezionate nella sequenza. Le curve di calibrazione e delle funzioni possono essere visualizzate e modificate terminata la misurazione.

► Aprire la finestra **Calibration** cliccando su  nella barra degli strumenti.
In alternativa, fare doppio clic su una delle righe della sequenza **Compute calib.** o selezionare la voce di menu **Method Development | Calibration**.

Finestra Calibration

La finestra **Calibration** mostra la curva di calibrazione tenendo in considerazione i parametri della curva.



- La finestra mostra, per ognuna delle righe da analizzare definite nella sequenza:
- la rappresentazione grafica della curva di calibrazione
 - la tabella di calibrazione
 - i parametri
 - i residui
 - i limiti di rivelabilità e rivelabilità

Selezione di una riga

Nel campo elenco **Line** selezionare la riga da analizzare per la visualizzazione della calibrazione. Mediante i tasti freccia, che si trovano sotto l'elenco, passare dalla visualizzazione di una singola linea all'altra.

Selezione della funzione di calibrazione

Nell'elenco **Calibration function**, è possibile selezionare tra i possibili calcoli di regressione della curva di calibrazione:

opzione di calibrazione	descrizione
linear	andamento lineare della funzione di calibrazione $y = a + bx$
nonlin. ratio.	andamento non lineare della funzione di calibrazione descritta da una funzione razionale fratta

opzione di calibrazione	descrizione
	$y = \frac{a + bx}{1 + cx}$
nonlin. quadr.	andamento non lineare della funzione di calibrazione descritta da una funzione quadratica $y = a + bx + cx^2$
automatically	Per la calibrazione vengono calcolate sia una funzione lineare che una non lineare. Dopodiché segue un test di Mandel in cui vengono confrontate le somme dei residui al quadrato. Se la somma della funzione non lineare è significativamente inferiore a quella della funzione lineare, viene selezionata la curva di calibrazione non lineare. In caso contrario, viene utilizzata la curva di calibrazione con andamento lineare. La funzione non lineare viene selezionata nella finestra Options Calibration . Come impostazione predefinita è prevista qui la funzione razionale fratta.

Vedere a riguardo anche

📖 Impostazioni generali per la calibrazione e la correzione del valore di fondo [► 140]

7.1 Rappresentazione grafica della curva di calibrazione

Nella rappresentazione grafica vengono visualizzati i punti di misurazione, la curva di calibrazione calcolata e i residui. I numeri nei punti di misurazione corrispondono a quelli utilizzati nella scheda **Table**. Il punto zero di calibrazione è identificato con Z (Zero).

Colori identificativi

I punti di misurazione sono identificati nel modo seguente:

Colore	Significato
Nero	Punto di misurazione normale
Grigio chiaro	Eliminato/valore erratico (non incluso nel calcolo)
Blu	Sospetto valore erratico (incluso nel calcolo)

Anche le curve sono identificate da un colore:

Colore della curva	Significato
Nero	Curva di calibrazione compresa nell'intervallo di calibrazione valido
Blu	Curva di calibrazione non compresa nell'intervallo di calibrazione valido
Verde	Limiti inferiore e superiore del range di previsione compreso nell'intervallo di calibrazione valido
Grigio chiaro	Limiti inferiore e superiore del range di previsione non compreso nell'intervallo di calibrazione valido

Nota sul range di previsione e/o sull'intervallo di confidenza

La posizione del range di previsione dipende dalla certezza statistica selezionata. Questa è una misura della "qualità" della calibrazione, dalla quale dipende anche la certezza statistica della misurazione dei campioni analitici. Inoltre, il range di previsione serve a identificare i sospetti valori erratici tra i punti di calibrazione. La certezza statistica può essere selezionata nella finestra **Method / Statistics**. Nella finestra **Options | Calibration** è possibile scegliere tra la visualizzazione del range di previsione o quella del range di confidenza.

Ingrandimento della curva di calibrazione	Cliccando su  , un'area del grafico può essere ingrandita tenendo premuto il tasto sinistro del mouse. Il tasto  consente di ritornare alle dimensioni originali del grafico.
Inserimento di un commento	È possibile inserire un campo di testo con un commento. ▶ Cliccare su . ▶ Tenendo premuto il tasto sinistro del mouse, trascinare sul grafico la cornice del campo di testo. ▶ Selezionare il font facendo clic su Font nella finestra di immissione aperta. ▶ Inserire il testo e cliccare su OK. ✓ Il testo viene visualizzato sul grafico.
Stampa della curva di calibrazione	Cliccare su  per lanciare la stampa della curva e dei dati di calibrazione. Vedere a riguardo anche  Impostazioni generali per la calibrazione e la correzione del valore di fondo [► 140]  Specificazione delle analisi statistiche (finestra Method Statistics) [► 44]  Stampa dei risultati dell'analisi [► 119]

7.2 Visualizzazione dei risultati della calibrazione

I risultati della calibrazione vengono visualizzati sul lato destro della finestra **Calibration** su 3 schede.

Vedere a riguardo anche

-  Impostazioni generali per la calibrazione e la correzione del valore di fondo [► 140]

7.2.1 Calibrazione – scheda Table

Nella finestra **Calibration**, alla scheda **Table**, vengono indicati le coppie di valori degli standard (concentrazione calcolata/valore misurato).

Se gli standard sono stati misurati più volte ed è stata definita analisi statistica nel metodo, è possibile calcolare i risultati della deviazione standard (SD) e della deviazione standard relativa (RSD%), così come dell'intervallo (R) e dell'intervallo relativo (R%) attivando le relative caselle.

Per escludere dal calcolo singoli standard di calibrazione, selezionare lo standard cliccando con il mouse nella tabella e poi quindi cliccare su **Delete Std..**

La misurazione non viene eliminata definitivamente e può essere riattivata in ogni momento.

I dati di calibrazione vengono visualizzati sotto la tabella dei valori misurati, sempre che possano essere significativamente calcolati:

Parametri	Significato
R²(adj.)	Coefficiente di determinazione
Slope	Pendenza della funzione di calibrazione
Method SD	Deviazione standard del metodo

Parametri	Significato
BEC	Il valore BEC (Background Equivalent Concentration) rappresenta la concentrazione dell'analita che produce un segnale uguale all'intensità del segnale di fondo. Un valore più basso corrisponde ad una maggiore sensibilità.

7.2.2 Calibrazione – scheda Residuals

Nella finestra **Calibration** le deviazioni dei punti di calibrazione dal grafico di calibrazione calcolato e i limiti dell'intervallo di previsione sono indicati nel grafico della scheda **Residuals**.

7.2.3 Calibrazione – scheda LOD/ LOQ

Nella finestra **Calibration** accedere alla scheda **LOD/ LOQ** dove vengono visualizzati i limiti di rivelabilità e di quantificazione dello strumento analitico ICP-OES. Questi limiti sono calcolati sulla base dei risultati di calibrazione correnti. I valori relativi al metodo del valore bianco e al metodo della curva di calibrazione vengono visualizzati in quest'area solo se lo strumento è già stato calibrato.

Parametri	Significato
Limit of detection	La massa (concentrazione) dell'elemento da analizzare che può essere ancora rilevata con una sicurezza statistica predefinita.
Limit of quantification	Il peso minimo (concentrazione) dell'elemento da analizzare che può essere rilevato con un livello di confidenza definito.
SD Blank (DL)	Soltanto per metodo del valore bianco Deviazione standard misurata del valore bianco (campione DL)

Avviare il calcolo dei limiti di rivelabilità e dei limiti di quantificazione con **calculate**.

Metodo della curva di calibrazione

Il calcolo dei limiti di rivelabilità e quantificazione in base al metodo del grafico di calibrazione necessita di una curva lineare di calibrazione. La calibrazione dovrebbe essere effettuata nell'intervallo di concentrazione più basso. I parametri di calibrazione che sono essenziali per i risultati del calcolo includono:

- Numero e posizione dei punti di calibrazione
- Numero di misurazioni reiterate per standard
- Qualità della compensazione
- Pendenza della curva di calibrazione
- Certezza statistica relativa (livello di probabilità)

I valori ottenuti dal metodo della curva di calibrazione possono essere considerati utili soltanto se la calibrazione è stata avviata nell'intervallo di concentrazione più basso.

Metodo del bianco

La deviazione standard del valore bianco è determinata nella misurazione del campione. A tale scopo, la misurazione del valore bianco (**QC blank DL**) è inclusa nella sequenza.

Per il metodo del valore bianco viene utilizzata la seguente regola di calcolo:

- Il valore bianco deve essere misurato 11 volte.
- Dai valori ottenuti, viene determinata la deviazione standard assoluta **SD** del valore bianco.
- Le formule seguenti si applicano ai limiti di rivelabilità e quantificazione:

Limite di rivelabilità (**LOD**)

$$\text{LOD} = 3 * \text{SD} / (\text{pendenza della curva di calibrazione})$$

Limite di quantificazione (**LOQ**)

$$\text{LOQ} = 9 * \text{SD} / (\text{pendenza della curva di calibrazione})$$

Vedere a riguardo anche

📄 Specificazione delle misure e delle azioni in una sequenza [► 57]

7.2.4 Calibrazione – scheda LOD/ LOQ

Nella finestra **Calibration** accedere alla scheda **LOD/ LOQ** dove vengono visualizzati i limiti di rivelabilità e di quantificazione dello strumento analitico ICP-OES. Questi limiti sono calcolati sulla base dei risultati di calibrazione correnti. I valori relativi al metodo del valore bianco e al metodo della curva di calibrazione vengono visualizzati in quest'area solo se lo strumento è già stato calibrato.

Parametri	Significato
Limit of detection	La massa (concentrazione) dell'elemento da analizzare che può essere ancora rilevata con una sicurezza statistica predefinita.
Limit of quantification	Il peso minimo (concentrazione) dell'elemento da analizzare che può essere rilevato con un livello di confidenza definito.
SD Blank (DL)	Soltanto per metodo del valore bianco Deviazione standard misurata del valore bianco (campione DL)

Avviare il calcolo dei limiti di rivelabilità e dei limiti di quantificazione con **calculate**.

Metodo della curva di calibrazione

Il calcolo dei limiti di rivelabilità e quantificazione in base al metodo del grafico di calibrazione necessita di una curva lineare di calibrazione. La calibrazione dovrebbe essere effettuata nell'intervallo di concentrazione più basso. I parametri di calibrazione che sono essenziali per i risultati del calcolo includono:

- Numero e posizione dei punti di calibrazione
- Numero di misurazioni reiterate per standard
- Qualità della compensazione
- Pendenza della curva di calibrazione
- Certezza statistica relativa (livello di probabilità)

I valori ottenuti dal metodo della curva di calibrazione possono essere considerati utili soltanto se la calibrazione è stata avviata nell'intervallo di concentrazione più basso.

Metodo del bianco

La deviazione standard del valore bianco è determinata nella misurazione del campione. A tale scopo, la misurazione del valore bianco (**QC blank DL**) è inclusa nella sequenza.

Per il metodo del valore bianco viene utilizzata la seguente regola di calcolo:

- Il valore bianco deve essere misurato 11 volte.
- Dai valori ottenuti, viene determinata la deviazione standard assoluta **SD** del valore bianco.
- Le formule seguenti si applicano ai limiti di rivelabilità e quantificazione:

Limite di rivelabilità (**LOD**)

$$\text{LOD} = 3 * \text{SD} / (\text{pendenza della curva di calibrazione})$$

Limite di quantificazione (**LOQ**)

$$\text{LOQ} = 9 * \text{SD} / (\text{pendenza della curva di calibrazione})$$

Vedere a riguardo anche

📄 Specificazione delle misure e delle azioni in una sequenza [► 57]

7.3 Modifica del grafico di calibrazione

È possibile modificare una curva di calibrazione esistente nella finestra **Calibration** nel seguente modo:

- cambio della funzione di calibrazione utilizzata
- attivazione/disattivazione degli standard
- sostituzione di uno standard misurato

Per modificare la funzione di calibrazione, selezionare un nuovo modello nel campo elenco **Calibration function**.

Per escludere uno standard dal calcolo, selezionarlo dalla scheda **Table** e confermare con **Delete Std..** La misurazione non viene eliminata definitivamente e può essere riattivata in ogni momento.

Quando si ricalcola i risultati, i parametri di calibrazione modificati vengono applicati ai risultati. A questo scopo, selezionare la voce di menu **Routine | Reprocess results** o cliccare su  nella barra degli strumenti.

Uno standard può anche essere rimisurato e i risultati ricalcolati.

Vedere a riguardo anche

-  Rielaborazione dei risultati di analisi [► 71]

8 Controllo qualità

La funzione del controllo di qualità serve a monitorare i risultati delle misurazione di un metodo per un lungo periodo di tempo. A tal fine, in un metodo vengono definiti degli speciali campioni QC di diverso tipo che vengono inseriti in una sequenza.

I risultati della valutazione vengono mostrati sui grafici del controllo di qualità (grafici QC) e salvati assieme al metodo. I grafici QC sono disponibili ogni volta che si attiva un metodo e vengono aggiornati al successivo avvio della misurazione.

Il tipo di campioni QC e i loro parametri vengono definiti nella finestra **Method | QCS**, mentre nella sequenza viene definita l'integrazione del campione QC.

I grafici QC del metodo caricato (attivo) vengono visualizzati nella finestra **QC**. Qui vengono anche definiti i parametri relativi al contenuto e al layout dei grafici QC.

- Aprire la finestra **QC** cliccando su  nella barra delle icone o selezionare la voce di menu **Method Development | QC**.

Vedere a riguardo anche

- 📖 Specificazione del controllo di qualità (finestra Method | QCS) [► 46]
- 📖 Specificazione delle misure e delle azioni in una sequenza [► 57]

8.1 Parametri dei grafici QC

Il tipo e la rappresentazione dei grafici QC sono definiti nella finestra **QC | QC chart parameters**.

Finestra QC | QC chart parameters

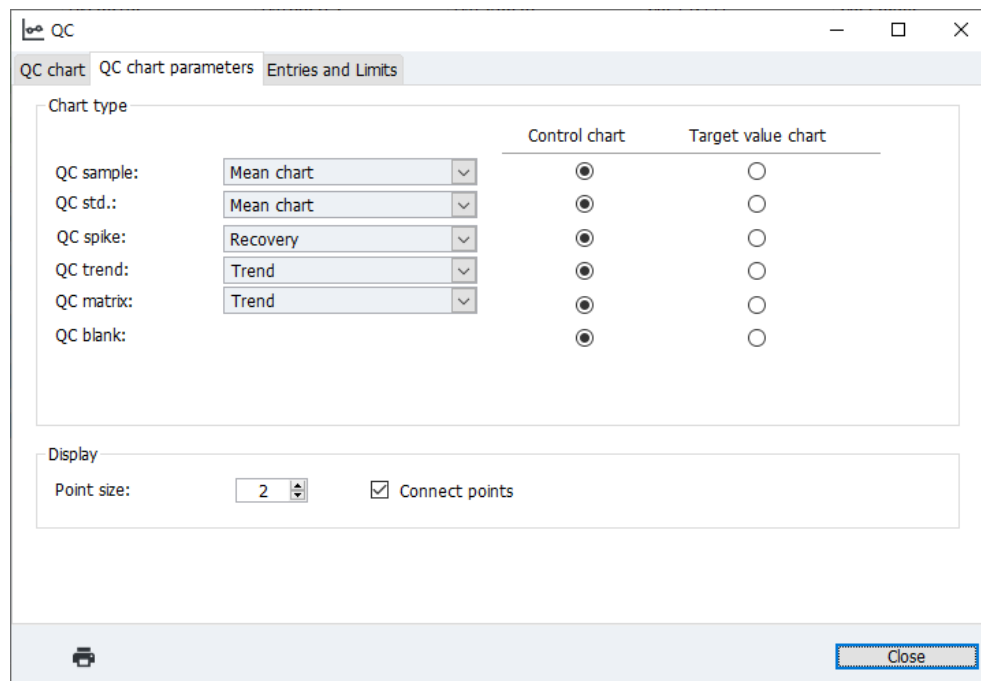


Chart type		Control chart	Target value chart
QC sample:	Mean chart	☒	☐
QC std.:	Mean chart	☒	☐
QC spike:	Recovery	☒	☐
QC trend:	Trend	☒	☐
QC matrix:	Trend	☒	☐
QC blank:		☒	☐

Display

Point size: ☒ Connect points

Close

Tipi di campioni QC e valutazio-
ni

Per i diversi tipi di campioni QC possono essere selezionati i seguenti tipi di valutazione:

Tipo di campione QC	Tipo di valutazione QC
QC sample	Mean chart
QC std.	Mean chart (norm.) – non per il grafico del valore target Recovery
QC spike	Recovery
QC trend	Trend
QC matrix	Ranges – non per il grafico del valore target Precisions – non per il grafico del valore di destinazione
QC blank	Non è prevista alcuna selezione. Viene visualizzata l'intensità dei valo- ri di fondo.

Per il tipo di grafico **Control chart** (grafico del controllo del processo), i parametri target, i limiti di controllo (C) e i limiti di avvertimento (W) vengono calcolati a partire dalla media e dalla dispersione dei valori dal periodo di preparazione. Per il tipo **Target value chart**, le grandezze target e i limiti di esclusione vengono determinati a partire dai valori previsti e dai limiti specificati per i tipi di campioni QC.

Visualizzazione

Per la rappresentazione grafica è possibile impostare la dimensione dei punti e il loro collegamento tracciando un poligono.

Opzione	Descrizione
Point size	I singoli punti vengono visualizzati in forma di cerchi. Più è alto il va- lore, più il cerchio è grande.
Connect points	Collega i punti nel grafico tracciando un poligono.

8.2 Inserimenti e limiti del grafico QC

Il contenuto dei grafici QC è definito nella finestra **QC | Entries and Limits** e può essere adattato ai requisiti del laboratorio in funzione della frequenza delle immissioni di dati.

QC

QC chart | QC chart parameters | Entries and Limits

Entry scheme: **all values**

Control and warning limits for process control charts

Number prep. period: 30

Exclusion limits for target value charts

Factor: 1.00

Exclusion limits are calculated from QC limits entered under Method/QCS and the factor.

Update chart display

Accept prep. period, delete remain

Process

Close

Opzione	Descrizione
Entry scheme	all values Inserire ogni controllo QC effettuato. 1 value/day Inserire soltanto l'ultimo controllo QC del giorno. 2 values/day Inserire soltanto il primo e l'ultimo controllo QC del giorno. Nota Un "day" corrisponde a un giorno secondo l'orologio del PC. Ciò significa che nel corso di una giornata, un dato già inserito nel grafico QC viene sovrascritto da un nuovo valore QC, mentre all'inizio di una nuova giornata viene creato un nuovo dato.
Number prep. period	Per Control chart : il periodo di preparazione è un numero di dati inseriti del grafico QC che viene utilizzato per calcolare i limiti di controllo (C) e di avvertimento (W). Il periodo di preparazione contiene sempre i dati inseriti nel grafico più vecchi. Se impostato su 0 (nessun periodo di preparazione), tutti i dati QC inseriti verranno inclusi nel calcolo dei limiti di controllo ed errore.
Exclusion limits for target value charts	Solo Target value chart : I limiti di esclusione vengono calcolati a partire dai limiti specificati per i campioni di controllo QC moltiplicati per Factor (preimpostato sul valore 1).

Rinnovo dei grafici

Occorre definire una procedura per la gestione dei grafici (quasi) pieni. A tale scopo, selezionare una delle opzioni dall'elenco:

Opzione	Descrizione
Accept prep. period, delete remain	Per Control chart : il periodo di preparazione viene acquisito e rappresenta il periodo di preparazione del nuovo grafico.
Last values -> new prep. period	Per Control chart : i valori misurati più di recente sul vecchio grafico costituiscono il periodo di preparazione del nuovo grafico, tutti gli altri valori vengono cancellati dal grafico. I nuovi valori misurati vengono valutati in base al nuovo periodo di preparazione.
Delete all, new prep. period	Tutti i valori vengono eliminati. Per Control chart : i nuovi valori misurati compilano per prima cosa il periodo di preparazione.

Cliccando su **Process** è possibile sostituire i grafici QC secondo l'opzione selezionata sopra.

8.3 Visualizzazione dei grafici QC

I grafici QC vengono visualizzati nella finestra **QC QC chart**. Per ogni tipo di campione QC definito nel metodo e per ogni riga dell'elemento presa in considerazione esiste un grafico separato.

Opzione/Visualizzazione

Opzione/Visualizzazione	Descrizione
Control sample	Selezionare il tipo di campione QC da visualizzare.
Line	Selezionare la riga dell'elemento da visualizzare.

Opzione/Visualizzazione	Descrizione
Displayed values	Numero di valori visualizzati e data del primo e dell'ultimo valore visualizzato.
Saved values	Numero totale di voci inserite nell'attuale grafico QC e data del primo e dell'ultimo valore.
x(min)/ x(max)	Impostare la voce iniziale e il numero di voci da visualizzare nel grafico.
y-scale	Entries Il valore massimo dell'asse delle y viene dimensionato in base al dato inserito più alto. Control limits Il valore massimo dell'asse delle y viene dimensionato in base al limite di controllo o di esclusione.
	Stampa il grafico QC comprensivo dei dati alfanumerici e dei valori misurati.

Area del grafico

Colore/Identificazione	Significato
Area gialla	Solo grafico di controllo: periodo di preparazione
Riga orizzontale in grigio chiaro	Solo grafico di controllo: valore medio calcolato a partire dal periodo di preparazione Solo grafico dei valori target: valore desiderato
Righe orizzontali rosse	Solo grafico di controllo: limiti di controllo superiore e inferiore (C) calcolati a partire dal periodo di preparazione (3 Sigma) Solo grafico dei valori target: limiti di esclusione superiore e inferiore (EU, EL) corrispondenti ai limiti del campione QC
Righe orizzontali verdi	Solo grafico di controllo: limiti di avvertimento calcolati (W; 2 Sigma).
Piccoli cerchi	Punti di misurazione (nero: punto di misurazione attivo; grigio: punto di misurazione inattivo)

Se si clicca su un valore misurato nel grafico, si apre una finestra con le seguenti informazioni su questo valore misurato.

Opzione	Descrizione
Number	Numero del valore misurato nella serie QC
Value	Valore misurato (convertito in base al tipo di presentazione del grafico QC)
Date/ Time	Data e ora della misurazione
Operator	Utente che ha effettuato l'accesso al momento della misurazione
Version	Versione del metodo utilizzato
Delete entry/ Activate entry	Contrassegna un valore misurato come eliminato/riattiva un valore misurato
Add comment	Aggiunge un commento al punto di misurazione, ad es. il motivo per il quale è stato eliminato

9 Controllo e monitoraggio del dispositivo e degli accessori

9.1 Spettrometro

La finestra **Spectrometer** serve a testare le funzioni dello spettrometro e a impostarne i parametri.

È possibile regolare o richiamare i seguenti dati:

- dati dello strumento analitico
- visualizzazione dei parametri di lettura del sensore
- avvio delle misurazioni per ottimizzare lo strumento analitico

Aprire la finestra **Spectrometer** cliccando su  o utilizzando la voce di menu **Method Development | Spectrometer**.

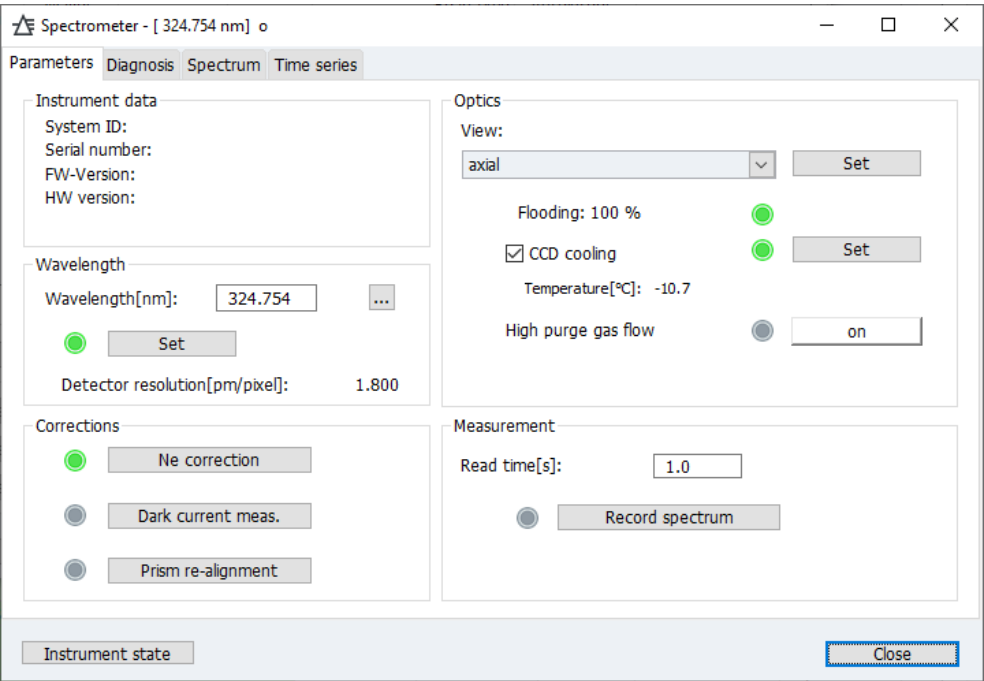
Cliccando su **Instrument state** viene visualizzato un grafico dello strumento analitico su cui vengono visualizzati i messaggi dei sensori di sicurezza. In caso di problemi con il plasma, qui è possibile vedere i messaggi di errore dei sensori.

9.1.1 Configurazione dei parametri dello spettrometro e test delle funzioni

La finestra **Spectrometer | Parameters** contiene le seguenti funzioni:

- controllo delle funzioni di base dello strumento analitico
- avvio automatico delle correzioni al sistema ottico
- avvio di una misurazione di prova su una lunghezza d'onda selezionata

Elementi della finestra Spectrometer | Parameters



Parametri	Descrizione
Instrument data	Nel gruppo Instrument data vengono visualizzati vari numeri di servizio e versioni necessari per la manutenzione dello strumento analitico.

Parametri	Descrizione
Wavelength	La lunghezza d'onda selezionata viene visualizzata nel campo Wave-length . È possibile impostare una lunghezza d'onda cliccando su  nella finestra Select element/line . Cliccando su Set , lo spettrometro viene regolato sulla lunghezza d'onda selezionata.
Ne correction	Esegue una calibrazione della lunghezza d'onda del sensore
Dark current meas.	Corregge il segnale di corrente scura
Prism re-alignment	Ottimizza la mappatura dell'ordine di dispersione sul sensore regolando il prisma (regolazione al massimo dell'energia).
View	Seleziona la direzione di osservazione del plasma nel campo elenco (axial – dall'alto, radial – dal lato)
CCD cooling	Se la casella di controllo è attivata, il raffreddamento del sensore CCD può essere avviato con Set . Se la casella di controllo è disattivata, il raffreddamento viene arrestato. Il raffreddamento CCD viene avviato automaticamente con l'accensione del plasma. Un controllo manuale è necessario soltanto in casi eccezionali, ad es. dopo un messaggio di errore verificatosi durante un avvio automatico. Nel campo Operating temperature viene visualizzata la temperatura attuale del sensore CCD.
High purge gas flow	Pulisce lo spettrometro con un flusso maggiore di argon
Measurement	Per avviare una misurazione sulla lunghezza d'onda selezionata, inserire il periodo di misurazione totale in Measurement . Cliccare su Record spectrum per avviare la misurazione. Le impostazioni predefinite per il plasma vengono utilizzate per la misurazione. Il campione deve essere inserito manualmente. Non viene utilizzato l'autocampionatore.

Misurazione del picco spettrale su una riga da analizzare selezionata

Avviare una misurazione di prova su una riga da analizzare selezionata nella finestra **Spectrometer | Parameters**.

- ▶ Accendere il plasma.
- ▶ Nell'area **Wavelength** aprire con  la finestra **Select element/line** e impostare la riga desiderata.
In alternativa, inserire il valore direttamente nel campo di immissione dati **Wave-length**.
- ▶ Con **Set** regolare lo spettrometro sulla lunghezza d'onda desiderata.
Quando l'impostazione è stata completata con successo, il contrassegno accanto all'impostazione diventa verde.
- ▶ Avviare la misurazione della corrente scura con **Dark current meas..**
- ▶ Per la misurazione successiva, selezionare la direzione di osservazione **axial** o **radial**.
- ▶ Impostare **Read time**.
- ▶ Preparare il campione e immergere il tubo di aspirazione nel campione.
- ▶ Attendere che il campione venga nebulizzato in modo stabile. Avviare la misurazione con **Record spectrum**.
 - ✓ La misurazione viene effettuata e i risultati vengono visualizzati nella finestra **Edit spectra**.

Vedere a riguardo anche

- Aggiunta di linee di analisi nella tabella delle linee [► 27]
- Visualizzazione e modifica degli spettri di intensità [► 81]

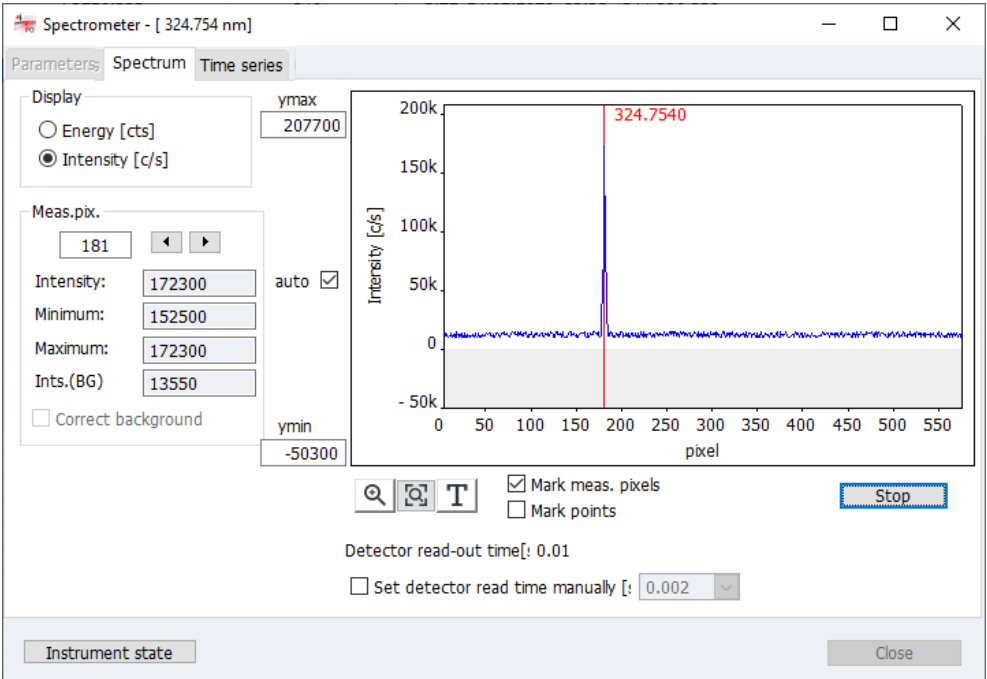
9.1.2 Diagnosi dei parametri del dispositivo

Nella finestra **Spectrometer | Diagnosis** vengono visualizzati i parametri relativi alla manutenzione.

9.1.3 Esecuzione di misurazioni continue del picco

Nella finestra **Spectrometer | Spectrum** è possibile avviare una misurazione continua su una lunghezza d'onda predefinita. Le misurazioni continue sono utilizzate per l'ottimizzazione dello strumento analitico durante la manutenzione.

Rappresentazione grafica e valutazione digitale



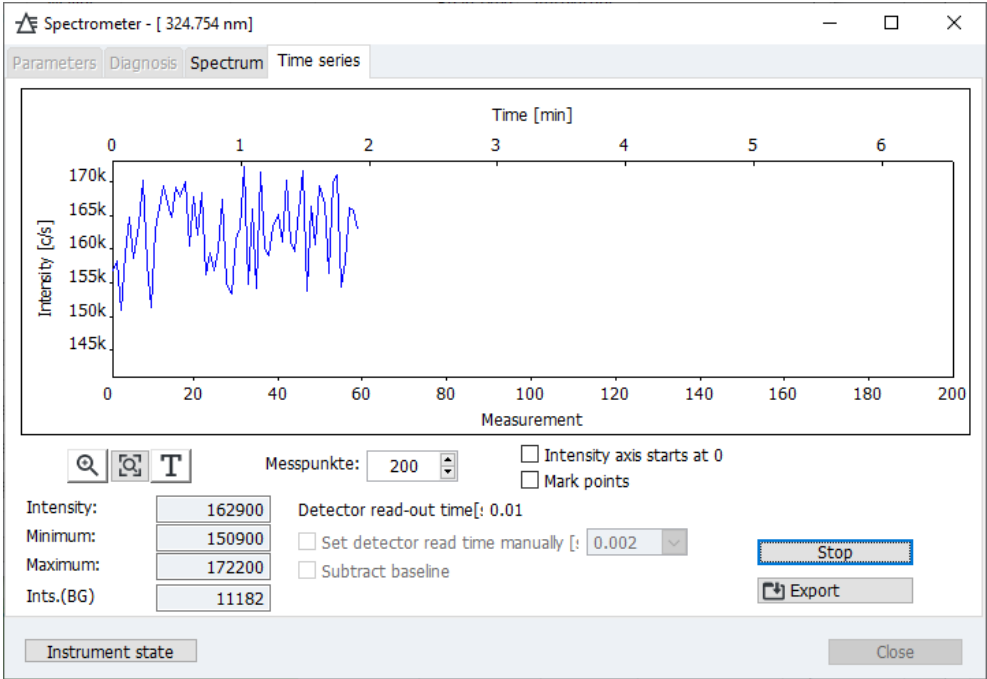
Opzione	Descrizione
Display	Opzioni per la visualizzazione dello spettro: Energy Visualizzazione dello spettro energetico, unità di misura: cts (counts) Per ottenere risultati di misurazione con il minor rumore possibile, i tempi di integrazione per il sensore vengono selezionati in modo tale che il massimo di energia sia pari a circa 30000 cts. Intensity Rappresentazione dell'energia per unità di tempo, unità di misura: cts/s (conteggi al secondo) L'intensità può essere utilizzata per confrontare diversi picchi indipendentemente dal tempo di integrazione.
Meas.pix.	Selezione del pixel il cui valore viene visualizzato in sequenza nel campo Energy o Intensity Nei campi Maximum e Minimum vengono visualizzati i risultati delle misurazioni continue.

Opzione	Descrizione
Mark meas. pixels	Evidenzia il pixel da misurare impostato nel grafico con una linea rossa verticale
Mark points	Evidenzia con un punto i valori misurati per ogni pixel nel grafico
Set detector read time manually	Seleziona il tempo di lettura per il sensore CCD dal campo elenco Tempi di lettura più lunghi comportano valori energetici maggiori. L'impostazione predefinita per il tempo di lettura del sensore CCD è 0,01 s.
Dimensiona il grafico in scala	Inserire i valori dei punti di avvio e fine delle ordinate direttamente nei campi di immissione dati degli assi. In alternativa, dopo aver attivato la modalità zoom  , selezionare l'area da visualizzare tenendo premuto il tasto sinistro del mouse. Il dimensionamento in scala viene annullato attivando l'opzione auto o cliccando su  .

- Avvio della misurazione del picco
- ▶ Nella finestra **Spectrometer | Parameters** impostare la lunghezza d'onda e la direzione di osservazione.
 - ▶ Passare alla scheda **Spectrum**.
 - ▶ Avviare la misurazione continua con **Start**.
- I valori di misurazione vengono rilevati con i parametri impostati e ripetuti continuamente fino all'attivazione di **Stop**.

9.1.4 Registrazione della progressione del segnale

Nella finestra **Spectrometer | Time series** è possibile tracciare l'andamento del segnale dell'intensità per la lunghezza d'onda attualmente impostata nello spettrometro su un numero selezionato di punti di misurazione.



Oltre alla rappresentazione grafica vengono visualizzati i valori digitali dell'intensità attuale, l'intensità massima e minima raggiunta e l'intensità di fondo.

È possibile impostare i seguenti parametri per la registrazione dell'andamento del segnale:

Opzione	Descrizione
Scaling	È possibile selezionare l'intervallo da visualizzare dopo aver attivato la modalità zoom  tenendo premuto il tasto sinistro del mouse. Il dimensionamento in scala viene annullato cliccando su 
Intensity axis starts at 0	Non impostare automaticamente la scala dell'asse y, ma farla iniziare da "0"
Messpunkte	Seleziona il numero dei punti di misurazione dall'elenco
Mark points	I punti di misurazione sono evidenziati con un punto nel grafico
Set detector read time manually	Seleziona il tempo di lettura del sensore CCD dal campo elenco
Subtract baseline	Visualizza i valori di intensità a cui è stata applicata la correzione del fondo

9.2 Plasma

La finestra **Plasma** comprende le seguenti funzioni:

- accensione/spegnimento del plasma
 - controllo del generatore ad alta frequenza
 - impostazione dei flussi di gas
 - controllo della pompa dell'analizzatore
 - regolazione del sistema ottico di trasferimento
 - ottimizzazione automatica del flusso di gas del nebulizzatore e della potenza del plasma
- Aprire la finestra **Plasma** cliccando su  nella barra delle icone o selezionare la voce di menu **Method Development | Plasma**.

Con **Instrument state** viene visualizzato un grafico dello strumento analitico in cui vengono visualizzati i messaggi dei sensori di sicurezza dello strumento ICP-OES. In caso di problemi con il plasma, qui è possibile vedere i messaggi di errore dei sensori.

9.2.1 Accensione del plasma e impostazione delle condizioni del plasma

Nella finestra **Plasma | Control** è possibile accendere/spegnere il plasma e regolare i flussi del gas nello strumento analitico.

Funzioni della finestra Plasma | Control

Plasma

Control

Sample introduction

Adjustment and Optimization

Plasma conditions:

Torch material: Quartz

Standard

...

Ignite plasma

Plasma off

Plasma is off

RF generator

Plasma power [W]:

1300

--

700

1700

Set

Gas flows

Nebulizer gas [L/min]:

0.65

24.00

0.00

1.50 (82%)

Aux. gas [L/min]:

0.80

0.00

0.00

2.00

Plasma gas [L/min]:

12.0

12.00

0.0

20.0

Cone gas:

medium

Oxygen [L/min]:

☐

0.00

0.00

0.00

0.05

Set

Shut off gas flows

Purge spray chamber

Exhaust unit

Suction power:

Instrument state

Close

Opzione	Descrizione
Plasma conditions	Selezionare le condizioni del plasma (potenza del plasma e flussi di gas).
Ignite plasma/Ex-tinguish plasma	Accende il plasma e lo spegne quando lo strumento analitico ICP-OES è pronto.
RF generator	Imposta la potenza effettiva del plasma. La potenza del plasma definisce la temperatura del plasma. Il firmware dello strumento analitico regola la corrente del generatore, in modo da ottenere la potenza effettiva del plasma.
Gas flows	Accende e regola i flussi di gas. Plasma gas Il gas plasmatco fluisce lungo il tubo esterno e serve per generare il plasma. Nebulizer gas Il gas del nebulizzatore nebulizza il campione e trasporta l'aerosol così ottenuto dentro il plasma. È collegato al nebulizzatore. Il valore percentuale della riga del gas del nebulizzatore fornisce informazioni su quanto il nebulizzatore sia permeabile/pulito (vedi sotto) Aux. gas Il gas ausiliario spinge via il plasma dall'iniettore e fluisce tra il tubo interno e l'iniettore. Cone gas Il gas del cono rimuove la scia di plasma "fredda" per eliminare le interferenze dovute alla ricombinazione nel plasma nella direzione di osservazione assiale. Allo stesso tempo, il gas del cono facilita il raffreddamento del cono. Oxygen L'ossigeno può essere aggiunto al gas del nebulizzatore in qualità di gas aggiuntivo in applicazioni selezionate. Il flusso di ossigeno deve essere attivato con la casella di controllo davanti all'impostazione del gas, prima di poter essere modificato.
Shut off gas flows	Chiude tutte le valvole del gas.

Opzione	Descrizione
Purge spray chamber	Il gas del nebulizzatore viene attivato per 1 minuto, per fare fuoriuscire l'aria dalla camera di nebulizzazione. In questo modo si facilita l'accensione del plasma in seguito a un'interruzione del funzionamento. Nel frattempo viene visualizzato un conto alla rovescia.
Suction power	Un circuito di sicurezza controlla che la potenza dell'estrattore collegato sia sufficiente per il funzionamento dello strumento analitico ICP-OES; Se questo è il caso, la spia luminosa diventa verde.

Con il pulsante **Set** è possibile configurare i parametri modificati (potenza del plasma e flussi di gas) sullo strumento analitico ICP-OES.

Valutazione della funzione del nebulizzatore

Il nebulizzatore deve essere pulito, quando è ostruito da particelle del campione o da alte concentrazioni di sale presenti nel campione. Un indicatore del fatto che il nebulizzatore è ostruito è dato dall'aumento della pressione del gas di nebulizzazione.

Confrontare la percentuale attuale (pressione) del parametro **Nebulizer gas** con il valore ottenuto dopo l'installazione del nuovo nebulizzatore o del nebulizzatore ripulito.

Pulire il nebulizzatore come descritto nelle istruzioni per l'uso dello strumento analitico ICP-OES, se il valore percentuale è aumentato notevolmente (di oltre la metà del valore iniziale). Al più tardi, pulire comunque il nebulizzatore al raggiungimento di un valore pari al 75%.

Selezione delle condizioni del plasma

L'elenco **Plasma conditions** contiene i parametri del plasma per diverse matrici dei campioni che sono stati salvati e, se è stato caricato un metodo, i parametri specifici del metodo.

Cliccando su , si apre un menu contestuale con le funzioni di gestione dei parametri selezionati nell'elenco:

Funzione	Descrizione
Save current plasma parameters	Salva le condizioni del plasma configurate (potenza del plasma e flussi di gas) e le aggiunge all'elenco
Delete entry	Cancella la voce selezionata Le impostazioni preliminari non possono essere eliminate Standard , Kerosine e Hydride technique .
Set plasma conditions	Configura i parametri del plasma della voce selezionata sullo strumento analitico ICP-OES
Copy to method line	Disponibile, quando nell'elenco è stata selezionata una riga del metodo Trasferisce le condizioni del plasma nei parametri del metodo della riga selezionata.
Copy to all method lines	Disponibile, quando nell'elenco è stata selezionata una riga del metodo Trasferisce le condizioni del plasma nei parametri del metodo di tutte le righe.
Set as method defaults	Salva le condizioni attuali del plasma come valori preimpostati per le nuove righe inserite nel metodo (non si applica alle righe preferite)

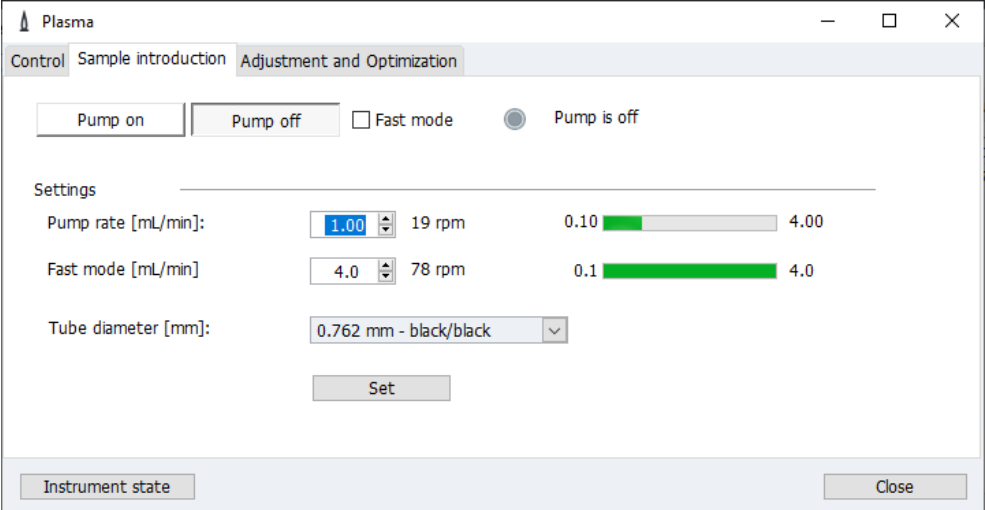
Vedere a riguardo anche

 Attivazione dello spettrometro e accensione del plasma ► 65]

9.2.2 Controllo dell'introduzione del campione della pompa

Nella finestra **Plasma | Sample introduction** controllare la funzione della pompa peristaltica dello strumento analitico ICP-OES.

Funzioni della finestra Plasma | Sample introduction

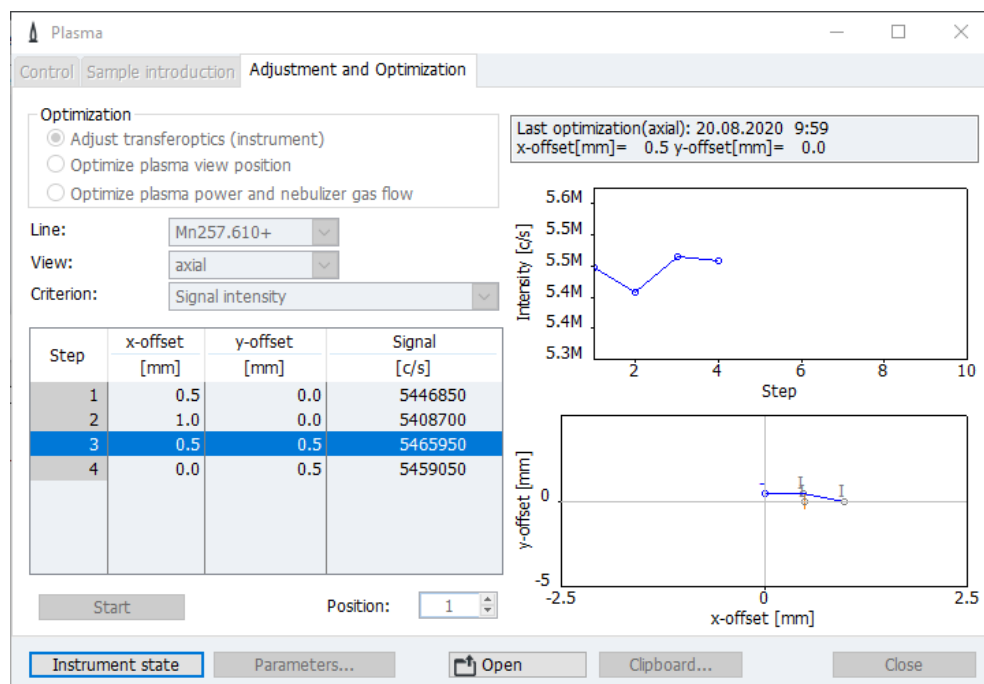


Funzioni/Parametri	Descrizione
Pump on/ Pump off	Accende e spegne la pompa. Nello stato di base dopo l'accensione dello strumento analitico ICP-OES, la pompa è attivata.
Fast mode	Impostare manualmente la pompa in modalità rapida La funzione può essere utilizzata per sciacquare manualmente il sistema di introduzione del campione. Dopo il risciacquo, la casella di controllo deve essere disattivata, per reimpostare la pompa sulla modalità di trasporto del campione.
Pump is running/ Pump is off	Stato della pompa La velocità attuale della pompa viene visualizzata con l'unità RPM (giri al minuto).
Pump rate	Impostare la portata della pompa per il trasporto del campione durante la misurazione
Fast mode	Impostare la portata della pompa per la modalità rapida In modalità rapida, viene ottimizzato il tempo di trasporto per un cambio di campione o il tempo di trasporto della soluzione di lavaggio verso il nebulizzatore.
Tube diameter	Selezionare il tipo di tubo flessibile utilizzato La quantità di campione trasportata (portata della pompa) viene calcolata sulla base delle informazioni relative alla velocità della pompa e al diametro del tubo flessibile. I tubi flessibili sono stati codificati con tappi colorati. Selezionare nell'elenco la combinazione di tappi per il tubo utilizzato.
Set	Acquisisce le impostazioni.

9.2.3 Regolazione e ottimizzazione del plasma

Nella finestra **Plasma | Adjustment and Optimization** effettuare le seguenti regolazioni:

- allineamento del sistema ottico di trasferimento con gli assi ottici dello spettrometro
- calcolo dei valori di offset del sistema ottico di trasferimento per una riga di analisi del metodo
- ottimizzazione della potenza del plasma e del flusso di gas del nebulizzatore



Sono disponibili due metodi differenti per la regolazione e l'ottimizzazione e possono essere selezionati cliccando su **Parameters**.

Procedura	Descrizione
Grid search	L'intervallo viene scansionato secondo una griglia. Tra tutti i punti di misurazione viene individuato quello con l'intensità maggiore. La regolazione è accurata, ma richiede molto tempo a causa dell'elevato numero di punti di misurazione.
Simplex optimization	Il massimo energetico è determinato iterativamente. Da un punto di misurazione iniziale viene determinato il punto di misurazione limitrofo con il valore più alto. Partendo da questo punto di misurazione viene nuovamente determinato il punto di misurazione con l'energia più elevata. Il processo continua fino a che non viene individuato il massimo energetico. Questo metodo è più veloce della ricerca in base a una griglia (grid search), ma meno sicuro. Nelle diverse zone calde del plasma possono verificarsi diversi massimi energetici e quindi, in caso di un punto di partenza non ottimale, può venire individuato il massimo di energia errato. Per il metodo Simplex deve essere definito un Stopping criterion come valore percentuale. Se 3 valori consecutivi non differiscono tra loro di più di tale percentuale, la regolazione viene interrotta. Quando l'opzione Start with optimized values è attiva, i parametri ottimizzati dell'ultima regolazione/ottimizzazione vengono utilizzati come valori iniziali per l'ottimizzazione attuale.

Come criterio per la regolazione del sistema ottico di trasferimento (strumento analitico) viene utilizzata l'intensità del segnale.

Il criterio di ottimizzazione viene configurato automaticamente in base alla lunghezza d'onda della riga da analizzare, ma può essere modificato manualmente:

Criterio	Intervallo della lunghezza d'onda delle righe da analizzare
Signal intensity	< 200 nm
Signal/background	da 200 a 350 nm

Criterio	Intervallo della lunghezza d'onda delle righe da analizzare
Signal/square root of background	> 350 nm

Regolazione del sistema ottico di trasferimento sugli assi ottici (centri del plasma)

La regolazione del sistema ottico di trasferimento sugli assi ottici avviene utilizzando una soluzione Mn. Per le regolazioni preparare soluzioni di Mn con la seguente concentrazione:

Direzione di osservazione	Soluzione Mn
axial	1 mg/L
radial	10 mg/L

- ▶ Attivare l'opzione **Adjust transferoptics (instrument)**.
 - ✓ La riga da analizzare Mn è automaticamente impostata nell'elenco **Line**.
- ▶ Selezionare il metodo di regolazione in **Parameters** (si veda sopra).
- ▶ Selezionare la direzione di osservazione:

Opzione	Descrizione
axial	Osservazione dall'alto
radial	Osservazione dal lato
attenuated axial	Osservazione dell'energia attenuata dall'alto
attenuated radial	Osservazione dell'energia attenuata dal lato
closed	Osservazione con otturatore chiuso (per i lavori di manutenzione)

- ▶ Immergere il tubo di aspirazione nel campione. Se si utilizza un autocampionatore, impostare la posizione sul rack per campioni.
- ▶ Cliccare su **Start**.
 - ✓ La regolazione del sistema ottico di trasferimento si avvia automaticamente. Al termine della regolazione vengono visualizzati i nuovi dati.
- ▶ Acquisire i nuovi valori di regolazione cliccando su **OK**.

Ottimizzazione della posizione di osservazione per una riga da analizzare del metodo attivato

Il plasma presenta zone con temperature diverse. Durante questa ottimizzazione viene determinato il punto di osservazione nel plasma in cui l'analita presenta la massima intensità di segnale. I valori vengono salvati nel metodo come **Offset**.

- ▶ Nell'elenco **Line** selezionare la riga da analizzare del metodo.
- ▶ Attivare l'opzione **Optimize plasma view position**.
L'indicazione relativa alla direzione di osservazione viene automaticamente ripresa dal metodo e viene impostato il criterio per l'ottimizzazione (vedi sopra).
- ▶ Dopo avere cliccato su **Parameters** selezionare il metodo di regolazione (vedi sopra).
- ▶ Immergere il tubo di aspirazione nel campione. Se si utilizza un autocampionatore impostare la posizione sul rack per campioni.
- ▶ Cliccare su **Start**.
 - ✓ L'ottimizzazione della posizione di osservazione si avvia automaticamente. Al termine, vengono visualizzati i valori di offset ottimizzati.
- ▶ Acquisire i nuovi valori di offset nel metodo cliccando su **OK**.

Ottimizzazione delle condizioni del plasma per un campione

Dopo avere definito la posizione di osservazione degli analiti in un campione, è possibile ottimizzare le condizioni del plasma (potenza del plasma e flussi di gas).

- ▶ Attivare l'opzione **Optimize plasma power and nebulizer gas flow**.

- ▶ Nell'elenco **Line** selezionare la riga da analizzare del metodo.
 - ✓ Le condizioni del plasma già esistenti vengono automaticamente acquisite nel metodo e viene impostato il criterio per l'ottimizzazione (vedi sopra).
- ▶ Selezionare il metodo di regolazione in **Set** (si veda sopra).
- ▶ Immergere il tubo di aspirazione nel campione. Se si utilizza un autocampionatore impostare la posizione sul rack per campioni.
- ▶ Cliccare su **Start**.
 - ✓ L'ottimizzazione della potenza del plasma e del flusso di gas del nebulizzatore si avvia automaticamente. Al termine, vengono visualizzati i valori ottimizzati.
- ▶ Acquisire i nuovi valori nel metodo cliccando su **OK**.

9.3 Campionatore

L'autocampionatore è un accessorio opzionale. L'autocampionatore viene rilevato durante l'inizializzazione nella finestra **Quick Start** delle impostazioni principali dopo aver avviato il programma ASpect PQ.

La finestra **Autosampler** comprende le seguenti funzioni:

- visualizzazione del tipo di autocampionatore collegato
- configurazione dell'autocampionatore
- regolazione dell'autocampionatore
- risciacquo dei tratti in cui viene fatto passare il campione
- reinizializzazione dell'autocampionatore
- esecuzione dell'autotest

I parametri direttamente rilevanti per l'analisi (caricamento sui rack per campioni e fasi del risciacquo) devono essere specificati nel metodo, nella sequenza e nei dati di identificazione del campione (ID del campione).

Aprire la finestra **Autosampler** cliccando su  o utilizzando la voce di menu **Method Development | Autosampler**.

Inizializzazione dell'autocampionatore

In genere, l'autocampionatore viene inizializzato quando viene attivato l'interruttore di alimentazione. Potrebbe essere necessaria una nuova inizializzazione se l'autocampionatore ha perso il proprio orientamento, ad es. a causa di un urto meccanico. Viene quindi stabilita la comunicazione tra l'autocampionatore, lo strumento analitico ICP-OES e il PC.

- ▶ Quando necessario, è possibile reinizializzare l'autocampionatore senza riavviare il software ASpect PQ cliccando su **Initialize**.

Rilevamento dell'autocampionatore

Se l'autocampionatore è stato acceso dopo l'avvio di ASpect PQ, è necessario registrare l'utilizzo dell'autocampionatore nel programma.

- ▶ Per farlo, cliccare su **Detect** e poi su **Initialize**.

Nota: se si utilizza Cetac ASX-560 con sistema di diluizione, il pulsante **Detect** non viene visualizzato.

Risciacquo dei tratti in cui viene fatto passare il campione

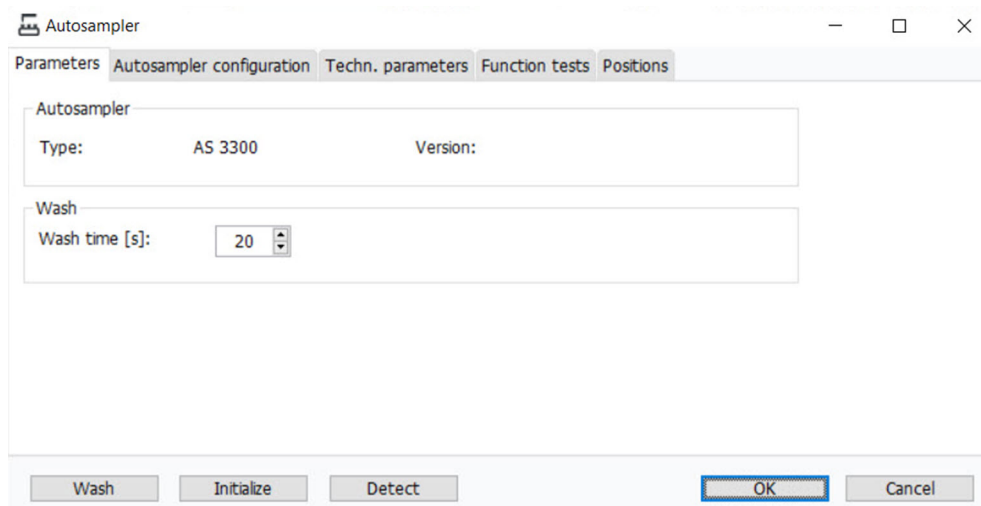
- ▶ Nella finestra **Autosampler | Parameters** impostare la voce **Wash time**. L'impostazione predefinita per il tempo di risciacquo viene acquisita dal metodo attivo al momento.
- ▶ Cliccare su **Wash**.
In alternativa, selezionare la voce di menu **Routine | Wash**.

- ✓ I tratti in cui viene fatto passare il campione (tubi, nebulizzatore, camera di nebulizzazione, torcia) vengono sciacquate con la pompa in modalità rapida per la durata del risciacquo specificata.

9.3.1 Visualizzazione del campionatore collegato

Nella finestra **Autosampler | Parameters** è possibile visualizzare o configurare i seguenti parametri:

- Tipo di autocampionatore
- Parametri di risciacquo



Tipo di autocampionatore

Nella finestra **Autosampler | Parameters** vengono visualizzati il tipo di autocampionatore rilevato durante l'inizializzazione e la versione del firmware dell'autocampionatore.

Parametri di risciacquo

La durata del risciacquo dei tratti in cui viene fatto passare il campione, dal recipiente del campione fino alla torcia, viene acquisita dal metodo attivo al momento. Le modifiche effettuate nella finestra **Autosampler | Parameters** non hanno invece alcuna influenza sui dati immessi nel metodo. Durante il risciacquo del sistema utilizzando l'autocampionatore, la soluzione di risciacquo viene prelevata dall'apposito recipiente dell'autocampionatore.

Vedere a riguardo anche

- 📖 Specificazione dell'introduzione del campione (finestra Method | Sample delivery) [▶ 34]

9.3.2 Configurazione della griglia del campionatore

Nella finestra **Autosampler | Autosampler configuration** configurare i rack per campioni utilizzati nell'autocampionatore:

Autosampler configuration:

No.	Rack	Positions
	Special cups	1...12
1	21 Pos	101...121
2	21 Pos	201...221
3	21 Pos	301...321

Wash Initialize Detect OK Cancel

A seconda dell'autocampionatore utilizzato, è possibile utilizzare diversi rack per campioni e griglie per campioni speciali.

Selezionare i rack per campioni nella tabella. Per i rack campioni variabili sono previsti numeri a tre cifre come numeri di posizione. La prima cifra indica la posizione del rack per campioni sull'autocampionatore, le altre due cifre indicano la posizione dei campioni sul rack. Ad esempio, il numero 113 indicherà la posizione 13 sul rack per campioni numero 1. Il rack per campioni variabile 1 si trova sull'autocampionatore a monte del recipiente di risciacquo e è seguito dai rack 2 e 3.

9.3.3 Parametri tecnici del campionatore

Nella finestra **Autosampler | Techn. parameters** specificare la profondità di immersione della cannula nei vari recipienti.

Action	Type	Location	Depth mm
Take up	AS 3300	Sample cup	140
Take up	AS 3300	Special cup	140
Wash	AS 3300	Wash cup	140

Table Speed: 6
Depth [mm]: 140
Depth at pos.: 101
down open

☒ Move sampler probe into wash reservoir (when plasma on)

Wash Initialize Detect OK Cancel

Per i singoli recipienti vengono prese in considerazione le seguenti azioni:

Recipiente	Azione
Sample cups	Aspira i campioni attraverso il tubo della pompa.
Special cups	Aspira i campioni speciali attraverso il tubo della pompa.
Wash cup	Sciacqua la cannula e il tratto di aspirazione.

Elementi della tabella delle azioni

Opzione	Descrizione
Action	Possibili azioni: Take up Preleva il campione dal recipiente per trasportarlo fino alla torcia. Wash Preleva la soluzione di risciacquo.
Type	Tipo di autocampionatore collegato
Location	Il recipiente a cui di riferisce una determinata azione
Depth	Profondità di immersione della cannula espressa in mm

Sezione della tabella

Utilizzando i controlli nella sezione **Table**, è possibile modificare i parametri della riga della tabella selezionata.

Opzione	Descrizione
Depth	Impostare la profondità di immersione della cannula. La profondità di immersione viene misurata a partire dalla posizione più elevata del braccio dell'autocampionatore.
Depth at pos.	Posizione del recipiente del campione o del campione speciale sul quale viene misurata la profondità di immersione.
Set	Quando questa opzione è attiva, il braccio dell'autocampionatore si sposta sopra il recipiente la cui posizione deve essere regolata. Per i contenitori di campioni e speciali, si tratta della posizione del campione impostata in Depth at pos. Se questa opzione non è stata attivata, la profondità di immersione e la velocità vengono modificate senza che il braccio dell'autocampionatore si sposti sopra il recipiente.

Ulteriori opzioni

Se l'opzione **Move sampler probe into wash reservoir (when plasma on)** è attivata, la cannula viene immersa automaticamente nel recipiente di risciacquo dopo la chiusura della finestra.

Solo ASX-560: impostare la velocità della pompa di risciacquo (livelli: 0-99). Il pulsante **Set** consente di salvare permanentemente questo valore sull'autocampionatore.

9.3.4 Test delle funzioni dell'autocampionatore

Nella finestra **Autosampler | Function tests** è possibile verificare se l'autocampionatore è pronto per il funzionamento.

Finestra Autosampler | Function tests

Autosampler

Parameters Autosampler configuration Techn. parameters **Function tests** Positions Dilute

System status

☒ Autosampler is ready Refresh

Positions

☐ Cup no 1 Set

☒ Wash position ☐ Mix cup

Sampler arm

Depth [mm]: 0 Set open

☐ Wash pump

☒ Move sampler probe into wash reservoir (when plasma on)

Wash Initialize OK Cancel

Vengono testate le seguenti funzioni dell'autocampionatore:

Funzione	Descrizione
System status	Verifica l'operatività. Con Update viene verificato nuovamente se il sistema è pronto all'uso.
Positions	Dopo avere cliccato su Set l'autocampionatore si sposta nella posizione selezionata. Cup no L'autocampionatore si sposta nella posizione selezionata nell'elenco. Wash position L'autocampionatore si sposta fino al recipiente di risciacquo.
Sampler arm	Abbassa il braccio dell'autocampionatore fino alla Depth impostata nel campo elenco.
Wash pump	Accende e spegne la pompa.

Introduzione della cannula
dell'autocampionatore nel reci-
piente di risciacquo

Se la casella di controllo **Move sampler probe into wash reservoir (when plasma on)** è attivata, quando si chiude la finestra **Autosampler** la cannula viene immersa nel recipiente di risciacquo.

9.3.5 Visualizzazione delle posizioni dei campioni sul campionatore

Le posizioni del vassoio dei campioni utilizzato nella sequenza attiva al momento vengono visualizzate nella finestra **Autosampler | Positions**.

Per la visualizzazione è possibile scegliere tra le opzioni **all positions**, **only sample positions** e **only special positions**.

Accanto alla tabella viene mostrata una rappresentazione schematica dei rack per campioni con la posizione del campione selezionata al momento. La posizione del campione può essere selezionata sia nella rappresentazione schematica che nella tabella.

Autosampler

Parameters Autosampler configuration Techn. parameters Function tests Positions

Rack: 1

1

Pos	Samples
101	Cal-Zero1; Sample
102	Cal-Std1; Sample
103	Cal-Std2; Sample
104	Sample
105	Sample
106	Sample
107	Sample
108	Sample
109	Sample
110	Sample
111	
112	
113	
114	
115	
116	

21

Display: all positions

Wash Initialize Detect OK Cancel

9.3.6 Funzione di diluizione

I parametri per la diluizione del campione in caso di utilizzo dell'autocampionatore Cetac ASX 560 con Cetac SDX_{HPLD} vengono visualizzati nella finestra **Autosampler/Dilute**.

Autosampler

Parameters Autosampler configuration Techn. parameters Function tests Positions Dilute

Dilution system: CETAC Technologies ASX-560 Standard V 1.11.0 16-Mar-2018, Cetac Thermo AA Compatible
Cetac SDX Controller ver 1.0.0
Cetac Technologies ASXpress+ V 2.71 ASX-5x0 Standard, 2-Feb-2019

Settings:

Parameters	Range	Value
Max. dilution factor	2...5000	5000
Min. dilution factor	2...5000	2
Vessel wash cycles	1...4	2
Vortexing speed	500...3000 rpm	2500
Air gap volume	50...200 µL	50
Aspiration speed diluent	50...3500 µL/s	1800
Aspiration speed sample	50...3500 µL/s	170
Dispense speed	50...3500 µL/s	1800
Syringe delay	500...5000 ms	1000

☐ Consider dilution when calculating the internal standard

Service: Prime syringe and vortexer Start

Wash Initialize OK Cancel

Impostazioni

I parametri nella sezione **Settings** contengono le impostazioni predefinite che consentono di ottenere buoni risultati per la diluizione del campione. È possibile modificare questi parametri durante l'ottimizzazione del metodo entro gli intervalli di impostazione.

Consider dilution when calculating the internal standard

Se la casella è attivata, il software tiene conto della diluizione nel calcolo dello standard interno.

- Se si aggiunge lo standard interno al campione primario, anche lo standard interno viene diluito nel campione. Attivare la casella di controllo per tenere conto della diluizione nel calcolo.
- Se si aggiunge lo standard interno anche al diluente o lo si aggiunge alla soluzione campione tramite il kit per standard interno, lo standard interno non viene diluito. In questo caso, non selezionare la casella di controllo.
- Non selezionare la casella di controllo, anche se si utilizza l'argon come standard interno.

Manutenzione

Nell'elenco **Service** è possibile selezionare le funzioni di manutenzione su SDX_{HPLD} ed eseguirle con **Start**.

Opzione	Funzione
Prime syringe and vortexer	Il liquido per la diluizione viene pompato dal sistema con una pompa a siringa e iniettato nel miscelatore vortex. In questo modo vengono eliminate le bolle d'aria dal sistema e il vortexer viene condizionato.
Move syringe to removal position	Se la pompa a siringa deve essere smontata per un intervento di manutenzione, portare prima con questa funzione lo stantuffo della siringa prima nella posizione corretta.
Re-home ASXpress+ after disassembling for cleaning	Solo se è installato ASXpress+: dopo l'installazione o la manutenzione inizializzare ASXpress+.

9.4 Refrigeratore a ricircolo

Nel circuito di raffreddamento dello strumento analitico ICP-OES viene azionata una valvola che apre e chiude il circuito. La sostituzione dell'acqua di raffreddamento viene quindi gestita da una procedura guidata.



NOTA

Attenersi alle indicazioni relative alla manutenzione del refrigeratore a ricircolo e alla preparazione dell'acqua di raffreddamento riportate nelle istruzioni per l'uso dello strumento analitico ICP-OES.

- ▶ Selezionare la voce di menu **Extras | Maintenance**.
- ▶ Nella finestra **Maintenance** avviare il cambio del refrigerante cliccando su **Change**.
- ▶ Attenersi alle istruzioni della procedura guidata.

10 Gestione dei dati

Questa sezione contiene informazioni riguardo a

- Opzioni di stampa
- Gestione dei metodi e delle sequenze
- Gestione dei dati dei risultati
- Definizione delle unità delle concentrazioni e contenuto
- Gestione dei dati per le soluzioni madre utilizzate frequentemente e i campioni QC

10.1 Funzioni di stampa in ASpect PQ

ASpect PQ dispone di un gran numero di formati di output per l'emissione dei dati. Oltre alla stampa, i dati possono essere esportati in formato Excel, PDF, HTML, XML o testo oppure salvati come bitmap o grafici scalabili.

Per l'output dei risultati dell'analisi e dei contenuti delle finestre (ad es. delle finestre **Method** o **Sequence**) vengono utilizzati dei modelli di rapporti. Un set di modelli di rapporti è già preinstallato. Se necessario, questi modelli possono essere personalizzati con il report designer "Report-/Druckmodul List + Label" (Modulo di stampa/rapporto Elenco + Etichetta).

10.1.1 Stampa dei risultati dell'analisi

ASpect PQ offre una gamma di opzioni per la stampa dei risultati di misurazione:

- Stampa di un rapporto completo. Un rapporto completo di un'analisi contiene i parametri del metodo, la calibrazione e i risultati di analisi con i singoli valori dei campioni (misurazioni statistiche). È possibile stampare un rapporto dei risultati attuali dalla finestra principale e dai dati salvati.
- Stampa dei risultati attuali. Con questa opzione vengono stampati solo i dati della finestra principale. Qui è possibile scegliere tra una stampa completa e una compatta.
- Stampa dei dati selezionati della scheda **Overview**. Per questa stampa è possibile selezionare le righe analizzate e i risultati in una finestra di dialogo.

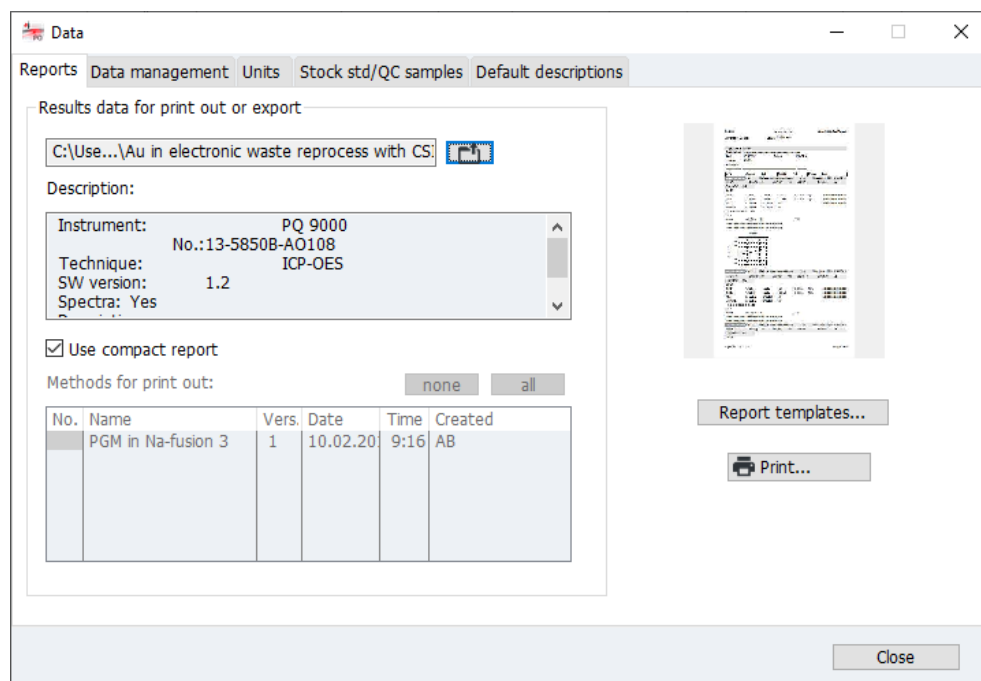
Stampa del rapporto completo

Un rapporto completo di un'analisi contiene i parametri del metodo, la calibrazione e i risultati di analisi con i singoli valori dei campioni (misurazioni statistiche). I rapporti completi dei risultati possono essere stampati dalla finestra principale o dai file salvati.

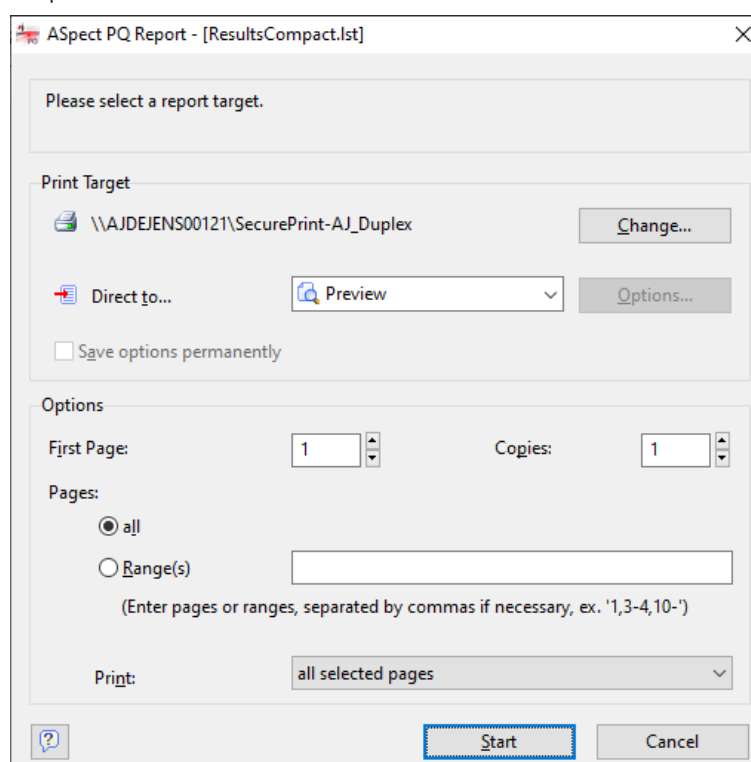
- ▶ Aprire la finestra **Data | Reports** con l'icona .
- ▶ In alternativa, aprire la finestra con i comandi di menu **Extras | Data** o **File | Print | Report**.

Vengono visualizzati il nome del file attuale, le informazioni del file (elenco **Description**) e tutte le versioni del metodo utilizzate per ottenere i risultati.

Finestra Data | Reports con la selezione dei dati dei risultati per la stampa



- ▶ Se si desidera stampare un file salvato, utilizzare per aprire la finestra standard **Open** e selezionare il file richiesto.
- ▶ Se si desidera stampare il rapporto riepilogativo, attivare l'opzione **Use compact report**.
- ▶ Selezionare nella tabella tutte le versioni del metodo che devono essere stampate. Tenendo premuto il tasto Shift o Ctrl, cliccare sulla versione del metodo che si desidera selezionare. Con il pulsante **all** vengono selezionate tutte le versioni, con il pulsante **(none)** vengono eliminate tutte le selezioni effettuate.
- ▶ Con **Print**] aprire la finestra **ASpect PQ Report** con la selezione dei formati di output.



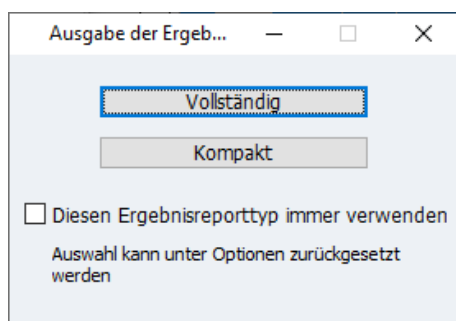
- ▶ Se necessario, modificare il formato nell'elenco **Direct to** ed impostare i parametri speciali per il formato di output con **Options**.
- ▶ Avviare la stampa con **Start**.

i NOTA! Utilizzare per la stampa l'impostazione **Direct to | Preview**. Cliccando su **Start**, le pagine da stampare verranno prima visualizzate nell'anteprima di stampa. Ciò consente di verificare che siano presenti tutti i dati necessari e che non vi siano dati superflui prima che venga lanciata la stampa.

Stampa dei risultati attuali

I risultati visualizzati nella finestra principale possono essere stampati nel seguente modo:

- ▶ Nella finestra principale attivare la scheda dei risultati di cui si vuole stampare il contenuto.
- ▶ Avviare la stampa con la voce di menu **File | Print | Active Window**.
✓ Viene visualizzata la finestra **Results report format**.

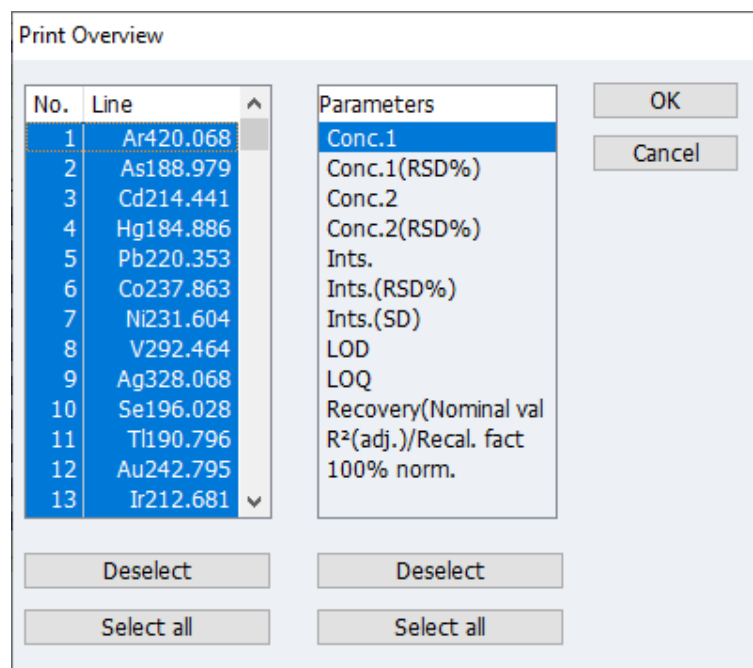


- ▶ Cliccare su **Complete** se si desidera stampare i risultati con i grafici del segnale. Selezionare **compact** per stampare i risultati in un formato sintetico.
- ▶ Proseguire come descritto sopra per "Stampa del rapporto completo".

i NOTA! Quando nella finestra **Results report format** viene attivata la casella di controllo **Always use this results report type** e poi si clicca su **Complete** o **compact**, questa finestra non apparirà più alla successiva stampa dei risultati; verrà utilizzato automaticamente l'ultimo tipo di rapporto dei risultati. È possibile resettare questa impostazione nella finestra **Options View**.

Stampa dei dati selezionati

- ▶ Passare alla scheda **Overview** della finestra principale.
- ▶ Cliccare su  nella sezione inferiore di questa scheda o selezionare la voce di menu **FilePrint | Active Window**.
Viene visualizzata la finestra **Print Overview**.



- ▶ Selezionare tutte le righe e i parametri che si desidera stampare e confermare la selezione con **OK**.
Viene visualizzata la finestra **ASpect PQ Report**.
- ▶ Proseguire come descritto sopra per "Stampa del rapporto completo".

Vedere a riguardo anche

📖 Opzioni di visualizzazione [▶ 135]

10.1.2 Stampa di ulteriori parametri e impostazioni

I seguenti parametri e le seguenti impostazioni di analisi possono essere stampati dalla rispettiva finestra:

- metodo
- sequenza
- dati dei risultati nella scheda **Overview** della finestra principale
- ID del campione
- QC (grafici del controllo di qualità)
- calibrazione
- posizioni dell'autocampionatore
- ▶ Attivare la finestra, di cui si desidera stampare il contenuto, nell'interfaccia utente di ASpect PQ.
- ▶ Avviare la stampa dei parametri cliccando su  nella finestra.
- ▶ In alternativa, azionare il comando di menu **File | Print | Active Window**.
✓ Viene visualizzata la finestra **ASpect PQ Report**.
- ▶ Se necessario, modificare il formato di output nell'elenco **Direct to** ed impostare i parametri speciali del formato di output con **Options**.
- ▶ Avviare la stampa con **Start**.

10.1.3 Modelli di report

Utilizzo della modalità di design del metodo

I modelli di report preinstallati possono essere adattati individualmente. I report possono essere modificati con valori reali per una migliore visualizzazione.

- ▶ Attivare la voce di menu **File | Report design mode**.
- ▶ Aprire la finestra di cui si desidera modificare il modello di rapporto.
- ▶ Se presente, cliccare su . In alternativa, selezionare la voce di menu **File | Print | Active Window**.
- ▶ Confermare la domanda se procedere con la modifica del modello del rapporto con **Yes**. Viene visualizzato il report designer.
- ▶ Effettuare le modifiche desiderate e salvare il modello di rapporto modificato.
- ▶ Collegare il modello di rapporto ai contenuti di stampa corrispondenti (vedi sotto "Modifica dell'assegnazione").

Breve introduzione allo strumento report designer

I singoli componenti del modello del rapporto sono chiamati "Oggetti". Una tabella può essere composta, ad esempio, da un oggetto per l'intestazione, uno per i valori dell'elenco e uno per il grafico.

Questi oggetti contengono a loro volta le informazioni da stampare e includono le caratteristiche di layout, come font, allineamento, impaginazione, colori, ecc.

Il report designer mette a disposizione vari tipi di oggetti, ad es. oggetti di testo, grafici, codice a barre. Questi possono essere posizionati a piacimento nell'area di lavoro e la loro dimensione può essere modificata. In base al tipo, un oggetto può presentare diverse informazioni o avere differenti caratteristiche.

In genere, gli oggetti prescelti vengono trascinati con il mouse sull'area di lavoro e quindi dotati dei contenuti e delle proprietà di layout corrispondenti. In alternativa, è possibile trascinare una variabile dell'elenco delle variabili sull'area di lavoro mediante la funzione drag + drop. Se nella posizione di destinazione non è ancora presente alcun oggetto, ne viene creato automaticamente uno e la variabile viene assegnata all'oggetto.

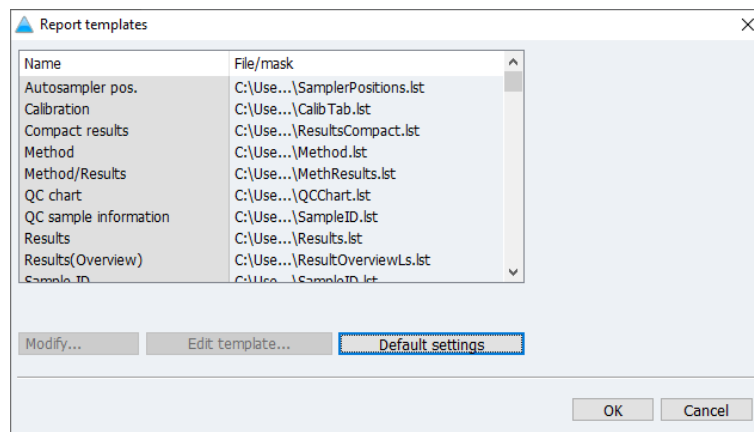
Per poter elaborare un oggetto già presente, questo deve prima essere selezionato. Per fare ciò, cliccare sull'oggetto con il tasto sinistro del mouse. L'oggetto selezionato è riconoscibile dalla sua cornice evidenziata. Se si crea un nuovo oggetto, questo viene automaticamente selezionato e può essere modificato direttamente per quanto riguarda dimensione e posizione. Con un doppio clic è possibile aprire una finestra di dialogo in cui è possibile modificare ulteriori impostazioni.

Ulteriori informazioni sul funzionamento e sulle funzioni del designer di report sono riportate nel manuale "designer_deu.pdf" / "designer_eng.pdf" sul CD di installazione del software.

Finestra Report templates

Nella finestra **Report templates**, i rapporti vengono modificati e assegnati alle finestre di ASpect PQ. A una finestra possono essere assegnati più modelli utilizzando una maschera di file, da cui è possibile selezionare il modello desiderato all'avvio della stampa.

- ▶ Con l'icona  aprire la finestra **Data | Reports**.
- ▶ Cliccare su **Report templates**.



Per le seguenti finestre deve essere disponibile un modello del rapporto:

Nome	Descrizione
Results	Contenuto della scheda Results nella finestra principale
Compact results	Panoramica compatta dei risultati
Results (Overview)	Contenuto della scheda Overview nella finestra principale
Calibration	Calibrazione dell'analisi: finestra Calibration
Method	Parametri del metodo: finestra Method
Method/Results	Rapporto completo
Autosampler pos.	Assegnazione delle posizioni dell'autocampionatore: finestra Auto-sampler Positions
Sample ID	Dati informativi sul campione: finestra Sample ID Sample Information
QC chart	Dati dei grafici QC: finestra QC
QC sample information	Dati dei campioni QC finestra Sample ID QC sample information
Sequence	Serie della sequenza: finestra Sequence

Modifica dell'assegnazione

- ▶ Nella finestra **Report templates** selezionare la finestra i cui modelli di rapporto devono essere modificati.
- ▶ Con **Modify** aprire la finestra di dialogo per l'assegnazione dei file.
- ▶ Se deve essere assegnato un modello di rapporto, attivare l'opzione **Use report template file (*.lst)** e selezionare il file desiderato cliccando su .
- ▶ Se si desidera che all'avvio della stampa vengano proposti più modelli contemporaneamente, attivare l'opzione **Allow file selection (mask, e.g. c:\Reports\Results*)**. Inserire il nome della maschera nel campo di inserimento dati, servendosi dei caratteri jolly.
- ▶ Confermare le impostazioni con **OK**.

Modifica del modello del rapporto

- ▶ Nella finestra **Report templates** selezionare la finestra i cui modelli di rapporto devono essere modificati.
- ▶ Con **Edit template** aprire la finestra **Report designer**.

Ripristino delle impostazioni predefinite

- È possibile ripristinare le impostazioni in base all'installazione del programma.
- ▶ Cliccare su **Default settings**.

10.2 Gestione dei dati per tutti i tipi di dati in ASpect PQ

In ASpect PQ vengono generati i seguenti dati:

- metodi
- sequenze
- dati dei risultati
- file delle righe/delle lunghezze d'onda
- modelli di correzione
- spettri di correzione
- modelli del rapporto
- righe preferite
- fogli di lavoro

I tipi di dati elencati sopra vengono organizzati nella finestra **Data | Data management**. La finestra si apre cliccando su  oppure selezionando il comando di menu **Extras | Data**.

10.2.1 Gestione dei metodi e delle sequenze

I metodi, le sequenze e i modelli di correzione vengono salvati separatamente in un database. Il database del metodo viene salvato con il nome "method.tps". Il database contenente i dati della sequenza ha il nome "sequ.tps". I metodi e le sequenze sono denominati "set di dati" nel resto del testo di questa sezione.

Elementi della finestra del database

Quando si salvano, aprono, cancellano, importano o esportano metodi o sequenze, si aprono finestre del database con gli stessi elementi.

Save method

Name:

Cat.:

Name	Vers.	Date	Time	Cat.	Operator	Status
------	-------	------	------	------	----------	--------

Sort by

Name/Vers.

▼

☒ Increasing
☐ Decreasing

☒ Current version only

☐ Use as routine method

☒ Save calibration data

Description:

...

^

▼

OK

Cancel

Opzione/Visualizzazione	Descrizione
Name	Inserire il nome del metodo o della sequenza oppure visualizzare il metodo o la sequenza selezionati
Cat.	Caratteristica aggiuntiva per la ricerca del metodo o della sequenza nel database Inserire al massimo 3 cifre come denominazione della categoria. È possibile limitare la visualizzazione dell'elenco inserendo la denominazione della categoria nel campo Cat. . Se si desidera vedere i record di dati di tutte le categorie, cancellare i dati inseriti nel campo Cat. .
Elenco dei record di dati	Metodi o sequenze salvati con nome, versione, data, orario, categoria e utente
Sort by	Ordinamento dell'elenco in base a varie caratteristiche A seconda dell'opzione selezionata, l'ordinamento può essere effettuato in ordine crescente o decrescente.
Description	Inserire o visualizzare note aggiuntive, ad esempio sull'utilizzo dei record di dati. Nella finestra Data Default descriptions è possibile inserire commenti predefiniti nella finestra.
Current version only	Se sono state create più versioni di un record con lo stesso nome, viene visualizzato solo il record con il numero di versione più alto.
Predefined methods	Salva le curve di calibrazione presenti insieme al metodo Le curve di calibrazione possono essere utilizzate per ulteriori analisi.

Nel software, i record di dati con lo stesso nome non vengono sovrascritti, ma viene creata un'altra versione e il numero della versione viene incrementato di 1.

Dai database dei metodi/delle sequenze è possibile importare, esportare o cancellare i record dei singoli metodi/delle singole sequenze.

Nota

se si tiene premuto il tasto Ctrl o Shift mentre si effettua la selezione con il mouse, vengono selezionati più record nella finestra del database.

Apertura della gestione dei dati

- Aprire la finestra **Data | Data management** cliccando su .
- Nell'elenco **Type**, selezionare il tipo di record dei dati da modificare: **Method** o **Sequence**.

Esportazione dei record dei dati

La funzione di esportazione consente di rendere disponibili i record di dati su altri dispositivi/computer. È possibile esportare contemporaneamente diversi record dei dati in un file comune. I file di esportazione hanno le seguenti estensioni: record dei metodi ".met", record delle sequenze ".seq".

- Con **Export** aprire la finestra del database.
- Selezionare i record dei dati e cliccare su **Export**.
- Nella finestra standard **Save as**, inserire il nome di un file e confermarlo con **Save**.
✓ Viene visualizzata la finestra del database con i file esportati.
- Uscire dalla finestra cliccando su **Close**.

Importazione dei record dei dati

La funzione di importazione consente di caricare i record dei dati da altri dispositivi/computer nel proprio database. Un file importato potrebbe contenere diversi record di dati, dai quali è possibile selezionare quelli da caricare.

- Con **Import** aprire la finestra **Select the method file for import** o **Select the sequence file for import**) con le funzioni preimpostate per l'apertura dei file.

	▶ Selezionare il file da importare. ✓ Si apre la finestra del database con l'elenco dei nomi, la data di creazione e la categoria dei record contenuti nel file. Il nome del file di importazione viene visualizzato nella barra di intestazione della finestra. ▶ Selezionare i record da importare nella finestra del database e cliccare su Import. I record di dati vengono importati nel database. Se è già presente un metodo o una sequenza con lo stesso nome, viene creata una nuova versione del metodo o della sequenza. Nella finestra del database vengono visualizzate le versioni attuali dei record di dati disponibili. ▶ Uscire dalla finestra del database con Close e tornare alla finestra Data.
Cancellazione dei record di dati	Utilizzando la funzione "Delete" (cancella), è possibile eliminare in modo permanente i record di dati dal database. ▶ Con Delete aprire la finestra del database. ▶ Selezionare i record di dati da cancellare. ▶ Cliccare su Delete. ✓ La finestra del database viene aggiornata e vengono visualizzati soltanto i record di dati rimasti. Il numero di versione dei record con lo stesso nome viene ridotto di 1.
Cancellazione dei record di dati mediante il menu File	▶ La finestra del database Delete method o Delete sequence può anche essere aperta con il comando di menu File Delete Method o File Delete Sequence. ▶ Dopodiché procedere come descritto sopra.

10.2.2 Gestione dei file dei risultati

	I dati dei risultati vengono salvati nel database durante la misurazione. Un database contenente i risultati può essere copiato o eliminato. ▶ Aprire la finestra Data Data management con la voce di menu Extras Data o cliccando su . ▶ Nell'elenco Type selezionare l'opzione Results.
Importazione dei dati dei risultati	È possibile importare i dati dei risultati nel software. Durante questo processo, i dati vengono archiviati nella cartella dei risultati all'interno della struttura dei file del software. ▶ Cliccare su Import. ✓ Viene visualizzata la finestra Select results files. ▶ Selezionare i file .tps e cliccare su Open. ▶ Selezionare una sottocartella per la memoria dei risultati e cliccare su OK. ✓ I file .tps e i file .spk associati (se disponibili) vengono copiati nella cartella dei risultati selezionata.
Esportazione dei dati dei risultati	Questo comando consente di copiare in un'altra cartella uno o più database, nonché i file degli spettri. ▶ Cliccare su Export. Viene visualizzata la finestra Export con la panoramica dei database dei risultati. ▶ Selezionare i database dei risultati che devono essere copiati cliccando con il mouse. Per selezionare più di un database, tenere premuto il tasto Ctrl o Shift. ▶ Con il comando Export aprire la finestra Select directory. ▶ Selezionare la cartella di destinazione e cliccare su OK.

- ✓ I file .tps e .spk vengono copiati nella cartella di destinazione.

Cancellazione dei dati dei risultati

I dati dei risultati possono essere eliminati in modo permanente.

- ▶ Cliccare su **Delete**.
- ▶ Nella finestra **Delete results files** selezionare il database dei risultati da eliminare cliccando con il mouse.
- ▶ Cliccare su **Delete** e confermare la richiesta di cancellazione con **OK**.
 - ✓ I dati vengono eliminati in modo permanente.

Ricerca dei risultati di singoli campioni

Nei database è possibile cercare singoli campioni con nomi di campioni noti.

- ▶ Nella finestra **Data | Data management** cliccare su **Search for sample**.
In alternativa, selezionare la voce di menu **Extras | Search Sample**.

Search for sample [3 file(s) found]

Search for:

Sample:

Search in (incl. subfolders):

☒ Substring search

☐ Date between: and:

Search results:

Results file	Folder	Technique	Method	Date
Au in electronic waste reproces	C:\Users\Public	ICP-OES	PGM in Na-fusion 3	28.02.2019
Au in electronic waste reproces	C:\Users\Public	ICP-OES	PGM in Na-fusion 3	28.02.2019
Au in electronic waste original r	C:\Users\Public	ICP-OES	PGM in Na-fusion 3	28.02.2019

- ▶ Inserire il nome del campione nel campo di immissione dati **Sample**.
- ▶ Per cercare i campioni il cui nome contiene la stringa inserita, selezionare la casella di controllo **Substring search**.
- ▶ Limitare l'orario della misurazione attivando la casella **Date between**.
- ▶ Avviare la ricerca con **Start**.
 - ✓ Nella tabella vengono visualizzati tutti i risultati che contengono i campioni con il nome inserito.
- ▶ Per aprire uno dei database dei risultati visualizzati, selezionare il database nell'elenco e azionare **Open**.
 - ✓ I risultati vengono visualizzati nella finestra principale.

10.2.3 Esportazione dei file delle linee/della lunghezza d'onda

Il file delle righe/delle lunghezza d'onda, assieme alle righe analizzate e ai picchi principali salvati è specifico per ogni strumento analitico. Viene salvato nel computer che gestisce lo strumento analitico ICP-OES. Per usare il file delle righe/delle lunghezza d'onda su un computer differente, procedere nel modo seguente:

- ▶ Aprire la finestra **Data | Data management** con il comando di menu **Extras | Data management** oppure cliccando sull'icona .
- ▶ Nell'elenco **Type** selezionare l'opzione **Lines/wavelength file** e cliccare su **Export**.

- ▶ Selezionare una cartella per salvare il file e cliccare su **OK**.
 - ✓ Il file con il nome "lines.dat" viene salvato nella cartella selezionata.

10.2.4 Gestione dei modelli di correzione

I modelli di correzione vengono utilizzati per le correzioni spettrali. Possono essere trasferiti da uno strumento analitico a un altro. I file dei modelli di correzione hanno l'estensione ".mod".

- ▶ Aprire la finestra **Data | Data management** con il comando di menu **Extras | Data management** oppure cliccando sull'icona .
- ▶ Nell'elenco **Type** selezionare l'opzione **Correction models**.

Importazione dei modelli di correzione

Questo comando consente di importare i modelli di correzione in ASpect PQ.

- ▶ Cliccare su **Import**.
- ▶ Selezionare il file del modello di correzione da importare e cliccare su **Open**. Viene visualizzata la finestra del database **Import Correction model**.
- ▶ Cliccare su **Import**.
 - ✓ Il modello di correzione viene acquisito nel database.

Esportazione dei modelli di correzione

Questo comando consente di esportare il modello di correzione per utilizzarlo su un altro computer.

- ▶ Cliccare su **Export**.
- ▶ Selezionare il modello desiderato nella finestra del database **Export Correction model**. È possibile selezionare più di un modello alla volta.
- ▶ Cliccare su **Export**.
- ▶ Nella finestra **Save as**, inserire il nome, specificare il percorso di destinazione e cliccare su **Save**.
 - ✓ Il file con il modello di correzione viene salvato.

Cancellazione dei modelli di correzione

Con questo comando è possibile eliminare i modelli di correzione che non sono più necessari.

- ▶ Cliccare su **Delete**.
- ▶ Selezionare il modello desiderato nella finestra del database **Correction models**.
- ▶ Cliccare su **Delete**.
 - ✓ Il modello di correzione viene cancellato dal database.



NOTA

La cancellazione dei modelli di correzione può rendere inutilizzabili i metodi

Si prega di notare che non viene verificato che il modello di correzione sia utilizzato in un metodo.

Vedere a riguardo anche

-  Rimozione delle interferenze spettrali – finestra Edit spectra | Spectral corrections [▶ 87]

10.2.5 Eliminazione degli spettri di correzione

Gli spettri di correzione non più richiesti possono essere eliminati dal database.

- ▶ Aprire la finestra **Data | Data management** facendo clic sull'icona .
- ▶ Nell'elenco **Type** selezionare l'opzione **Correction spectra** e cliccare su **Delete**.
- ▶ Nella finestra del database **Correction spectra** selezionare lo spettro da cancellare e cliccare su **Delete**.
 - ✓ Viene effettuato un controllo per verificare se lo spettro da cancellare viene utilizzato in un modello di correzione. Se così non fosse, lo spettro di correzione viene cancellato.

10.2.6 Importazione dei modelli di report

I modelli di rapporti da stampare creati esternamente devono essere importati in ASpect PQ tramite la gestione dei dati:

- ▶ Aprire la finestra **Data | Data management**, cliccando su .
- ▶ Nell'elenco **Type** selezionare l'opzione **Report templates** e cliccare su **Import**.
- ▶ Nella finestra **Open** selezionare il file e cliccare su **Open**.
I file di log hanno estensione ".lst".
 - ✓ Il modello di rapporto viene importato in ASpect PQ. A questo punto assegnare il modello di rapporto al contenuto da stampare.

Vedere a riguardo anche

 Modelli di report [▶ 123]

10.2.7 Gestione delle linee preferite

Le righe preferite possono essere definite nella finestra **Method**. Contengono le righe da analizzare utilizzate per una specifica applicazione e i parametri del metodo che dipendono dalle righe. I file delle righe preferite hanno l'estensione ".fav".

- ▶ Aprire la finestra **Data | Data management**, cliccando su .
- ▶ Nell'elenco **Type** selezionare l'opzione **Favorites**.

Importazione delle righe preferite

Con questo comando è possibile importare un record di dati preferito in ASpect PQ.

- ▶ Cliccare su **Import**.
- ▶ Nella finestra del database **Favorites details** cliccare su **Import**.
- ▶ Selezionare il file delle righe preferite da importare e cliccare su **Open**.
 - ✓ Dopo la conferma del messaggio con la domanda, il record di dati viene aggiunto alle righe preferite.

Esportazione delle righe preferite

- ▶ Cliccare su **Export**.
- ▶ Selezionare il record di dati desiderato nella finestra del database **Favorites details**. È possibile selezionare più di un record alla volta.
- ▶ Cliccare su **Export**.
- ▶ Nella finestra **Targetfile (new or existing file)')** immettere il nome, specificare il percorso di destinazione e cliccare su **Save**.
Come file target si può anche utilizzare un file esistente. In questo caso, il record di dati verrà integrato nel file esistente.

- ✓ Il file che contiene il record di dati delle righe preferite viene salvato.

Cancellazione delle righe preferite

Con questo comando è possibile cancellare le righe preferite che non sono più necessarie.

- ▶ Cliccare su **Delete**.
- ▶ Selezionare il record di dati nella finestra del database **Favorites details**.
- ▶ Cliccare su **Delete**.
- ✓ Il record di dati selezionato viene cancellato dal database.

Vedere a riguardo anche

- 📖 Definizione delle proprie linee di analisi preferite [▶ 31]

10.2.8 Importazione, esportazione e cancellazione dei fogli di lavoro

Nella finestra **Data | Data management** è possibile importare, esportare e cancellare i fogli di lavoro. Opzionalmente è possibile aggiungere i metodi e le sequenze memorizzati. I fogli di lavoro hanno l'estensione WST.

- ▶ Aprire la finestra **Data | Data management** con il comando di menu **Extras | Data management** oppure cliccando sull'icona .
- ▶ Nell'elenco **Type** selezionare l'opzione **Worksheet**.

Esportazione dei fogli di lavoro

- ▶ Cliccare su **Export**.
- ▶ Nella finestra **Export Worksheet** selezionare il foglio di lavoro da esportare. Per esportare i metodi e le sequenze contenuti nel foglio di lavoro, attivare l'opzione **including sequence and method(s)**.
- ▶ Cliccare su **Export** e indicare una cartella e un nome per il file esportato.
- ▶ Confermare i dati immessi con **Save**.
- ✓ Il foglio di lavoro viene esportato con l'estensione ".WST".

Importazione dei fogli di lavoro

- ▶ Cliccare su **Import**.
- ▶ Nella finestra **Import Worksheet** selezionare il foglio di lavoro e cliccare su **Import**. Per importare anche i metodi e le sequenze contenuti nel foglio di lavoro, attivare l'opzione **including sequence and method(s)**.
- ▶ Selezionare il foglio di lavoro nella finestra standard e cliccare su **Open**.
- ✓ Il foglio di lavoro viene importato.

Cancellazione dei fogli di lavoro

- ▶ Cliccare su **Delete**.
- ▶ Nella finestra **Delete** selezionare il foglio di lavoro e cliccare su **Delete**.

10.3 Salvataggio dei risultati nel formato ASCII/CSV

I risultati delle misurazioni e delle analisi possono essere salvati automaticamente e manualmente nel formato ASCII/CSV. Nella finestra **Options | ASCII/CSV export** è possibile impostare i parametri per i decimali e per i separatori delle colonne per entrambi i formati di esportazione.

- Esportazione di dati continua e automatica
- Con l'esportazione automatica e continua dei dati, ogni voce nella tabella dei risultati viene immediatamente trasferita nel file ASCII concordato. Il nome di questo file ASCII può essere definito nella finestra **Options | Continuous ASCII export**.
- Esportazione dei dati manuale
- Se si desidera esportare i dati manualmente, è possibile selezionare le righe della tabella dei risultati da esportare.
- ▶ Selezionare i campioni nell'elenco dei risultati.
Tenere premuto il tasto Ctrl o Shift e selezionare i campioni cliccando sulle relative righe. Per selezionare tutte le righe dei campioni, utilizzare il comando di menu **Edit | Select All**.
 - ▶ Con la voce di menu **Edit | Save Selection** aprire la finestra standard **Salva con nome**. In alternativa, è anche possibile cliccare con il tasto destro del mouse sulle righe selezionate e selezionare la voce di menu corrispondente nel menu contestuale.
 - ▶ Inserire il nome del file e confermare con **OK**.
I dati vengono salvati in un formato leggibile dai programmi per fogli di calcolo con estensione ".csv".

Vedere a riguardo anche

- 📖 Opzioni di esportazione [▶ 137]
- 📖 Opzioni per l'esportazione ASCII continua [▶ 137]

10.4 Specificazione delle unità di misurazione

Nella finestra **Data | Units** vengono gestite le unità disponibili a livello di programma.

- ▶ Aprire la finestra **Data | Units** facendo clic sull'icona .

Sono disponibili 3 varianti preferenziali (per soluzioni: mg/L, µg/L, ng/L, mg/kg(liq); per campioni solidi: mg/kg, µg/kg, ng/kg, m-%). Tali unità non possono essere modificate dall'utente. Le unità diverse da quelle sopra elencate possono essere definite a piacimento. Se non altrimenti specificato, immettere il fattore di conversione nella relativa voce.

Opzione	Descrizione
Unit	Nome dell'unità (max 10 caratteri)
Comment	Commenti (max 20 caratteri)
Factor	Il fattore 1 corrisponde a 1 µg/L o µg/kg, il fattore 1000 corrisponde a 1 ng/L o ng/kg
Type	solid Unità riferita a un campione solido liquid Unità riferita a un campione liquido (soluzione) liquid grav. Unità riferita a un campione liquido che viene pesato, ad es. olio

È possibile utilizzare i pulsanti per gestire le voci inserite personalmente.

Pulsante	Descrizione
Append	Aggiunge una nuova riga alla fine dell'elenco
Insert	Aggiunge una nuova riga sopra la riga evidenziata
Delete	Solo le unità definite dall'utente, le unità preferite non possono essere cancellate

Pulsante	Descrizione
Save	Salva le modifiche e i dati immessi

10.5 Gestione dei database per campioni madre e QC

I database con gli standard delle aggiunte e i campioni QC utilizzati più di frequente vengono gestiti nella finestra **Data | Stock std/QC samples**. I dati immessi in questi database possono essere aggiunti, cancellati o modificati. Gli standard di aggiunta e i campioni QC sono disponibili nello sviluppo del metodo.

- ▶ Aprire la finestra **Data | Stock std/QC samples** cliccando sull'icona .
- ▶ Selezionare l'opzione **Stock standard** o **QC samples**.
- ▶ Inserire o modificare i parametri degli standard nella tabella:

Colonna	Significato
Name	Inserire il nome dello standard (max 20 caratteri).
Unit	Selezionare il nome dello standard (max 10 caratteri).
Elements and concentrations	La concentrazione dell'elemento viene inserita nel formato "simbolo dell'elemento concentrazione" nell'unità selezionata, ad es. Fe 0,5;Cu 10; Co 0,005. In alternativa, con Concentrations aprire il campo di immissione dati Concentration entry in cui è possibile assegnare la concentrazione ad ogni elemento.

Le voci da inserire possono essere gestite con i pulsanti:

Pulsante	Funzione
Append	Aggiunge una nuova riga alla fine di un elenco
Insert	Aggiunge una riga sopra una riga selezionata nell'elenco.
Delete	Elimina la riga evidenziata.
Save	Salva gli elenchi degli standard di aggiunta/dei campioni QC.
Concentrations	Apri il campo di inserimento per l'elemento e la concentrazione dello standard selezionato.

10.6 Creazione di osservazioni predefinite

Per i processi elencati in seguito è possibile preimpostare dei commenti definiti dall'utente:

- salvataggio del metodo
- salvataggio della sequenza
- avvio di un ricalcolo
- avvio della misurazione

I commenti definiti dall'utente possono essere inseriti tramite il pulsante  accanto al campo **Description** nelle rispettive finestre.

Creazione di un commento

- ▶ Aprire la finestra **Data | Default descriptions** cliccando sull'icona .
- ▶ Selezionare il processo nell'elenco **Select category**.
- ▶ Cliccando su **Edit template** aprire l'elenco dei commenti.

- ▶ Creare un nuovo commento cliccando su **New**. Inserisci sotto **Name** una denominazione con cui è possibile selezionare il commento. Immettere nel campo **Text** il commento desiderato.
- ▶ Un commento può essere modificato con **Modify** o eliminato dall'elenco a discesa con **Delete**.

10.7 Utilizzo degli appunti di Windows

Copia dei dati dei risultati negli appunti

I risultati dei campioni selezionati possono essere copiati direttamente negli appunti di Windows e resi quindi accessibili per altre applicazioni di Windows.

I rispettivi comandi si trovano nel menu **Edit**:

menu Edit...	Descrizione
Copy visible Columns only	Copia i risultati visibili dei campioni della tabella corrente.
Copy all Columns	Copia i risultati dei campioni di tutte le tabelle.
Column Titles	Quando questa opzione è attiva (è presente il segno di spunta), vengono copiate anche le intestazioni delle colonne.

- ▶ Selezionare i campioni in una tabella dei risultati.
 - Tenere premuto il tasto Ctrl o Shift e selezionare i campioni cliccando sulle relative righe.
 - Per selezionare tutte le righe dei campioni, utilizzare il comando di menu **Edit | Copy all Columns**.
- ▶ Attivare eventualmente il comando di menu **Edit | Column Titles**, per copiare anche la riga di intestazione.
- ▶ Selezionare il comando di menu corrispondente, per copiare i risultati negli appunti.

Copia dei grafici come screenshot

Le finestre con i grafici e i grafici delle curve di calibrazione, così come i segnali di intensità e di emissione possono essere copiati come screenshot negli appunti di Windows.

- ▶ Cliccare con il tasto destro del mouse sul grafico. Si apre un menu contestuale con due comandi per copiare.
- ▶ Selezionare il comando per copiare l'oggetto desiderato: copiare soltanto il grafico o l'intera finestra così come viene visualizzata.
 - ✓ L'oggetto selezionato viene copiato negli appunti ed è disponibile per altre applicazioni di Windows.

11 Personalizzazione di ASpect PQ

Nella finestra **Options** è possibile effettuare le seguenti impostazioni che si applicano a tutte le funzionalità di ASpect PQ:

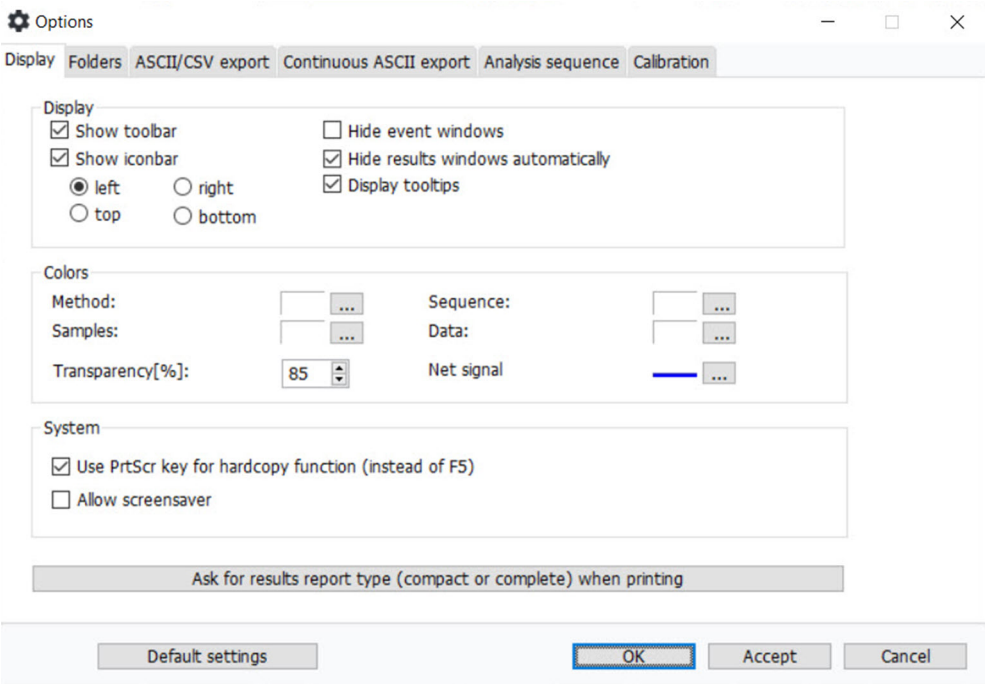
- opzioni di visualizzazione
- cartella di destinazione dei file
- parametri per l'esportazione dei dati
- impostazioni valide in generale per il processo di analisi, per la calibrazione e per la correzione del valore di fondo

Le impostazioni rimangono attive dopo la chiusura e il riavvio di ASpect PQ. Il pulsante **Default settings** resetta tutte le opzioni, ripristinando le impostazioni predefinite. La finestra **Options** può essere aperta con il comando di menu **Extras | Options**.

11.1 Opzioni di visualizzazione

Nella finestra **Options | Display** è possibile definire le funzioni visibili nell'interfaccia utente. Screenshot

Finestra Options | Display



Opzione	Descrizione
Show toolbar	Mostra la barra degli strumenti con i pulsanti per la routine di misurazione
Show iconbar	Mostra la barra delle icone con i pulsanti grandi per l'accesso rapido e seleziona la posizione della barra delle icone. La posizione della barra delle icone può inoltre essere modificata, trascinando la barra con il mouse, ma l'impostazione non viene salvata fino all'avvio successivo del programma.
Hide event windows	Non visualizza le finestre degli eventi (ad es. Delay time) I messaggi vengono invece visualizzati nella barra di stato della finestra principale.

Opzione	Descrizione
Hide results windows automatically	Le finestre dei risultati vengono nascoste, quando sono aperte le sottofinestre (ad es. Method). Alla chiusura delle sottofinestre, le finestre dei risultati vengono nuovamente mostrate.
Display tooltips	Brevi testi di aiuto (tooltip) vengono visualizzati, quando il puntatore del mouse passa sopra i pulsanti a icona e sulle intestazioni delle colonne nelle finestre Method , Sequence e Sample ID .
Colors	Il pulsante  apre la finestra di dialogo per la selezione dei colori. È possibile impostare i colori predefiniti o ridefiniti per lo sfondo dell'elenco.
Use PrtScr key for hardcopy function (instead of F5)	Per impostazione predefinita, la stampa dello screenshot viene avviata con F5. Il pulsante Print della tastiera è assegnato alla funzione Appunti di Windows. Se questa casella di controllo è attivata, il pulsante Print avvia la stampa dello screenshot. Questa opzione è attiva soltanto dopo un riavvio di ASpect PQ.
Allow screensaver	Quando questa opzione è attiva, durante i periodi di inattività si attiva lo screensaver di Windows.
Ask for results report type (compact or complete) when printing	Quando si stampano le finestre dei risultati tramite la voce di menu File Print Active Window è possibile scegliere tra il protocollo completo e quello riepilogativo. Se si clicca su questo pulsante, la selezione in Always use this results report type viene resettata e pertanto è possibile selezionare di nuovo il tipo di rapporto.

11.2 Cartelle di destinazione

Durante l'installazione vengono definiti i percorsi di memorizzazione dei file. Questi percorsi vengono visualizzati nella finestra **Options | Folder**, dove possono anche essere in parte modificati.

Cartella	Descrizione
Program	Percorso di installazione per file di programma eseguibili
Work directory	Cartella per i dati degli utenti La cartella di lavoro contiene altre sottocartelle. Viene definita durante l'installazione o mediante la gestione utente opzionale.
Temporary data	Cartella per i dati creati temporaneamente dal programma
Sample Information	Percorso preimpostato per l'apertura e il salvataggio dei file di informazioni sui campioni Questo percorso può essere modificato. Cliccare su  , per selezionare la nuova cartella. È inoltre possibile selezionare una cartella diversa durante l'apertura e il salvataggio dei file che contengono informazioni sui campioni.
Export/Import	Percorso preimpostato per l'esportazione o l'importazione dei dati dei metodi e della sequenza e per l'esportazione dei dati dei risultati come file CSV Questo percorso può essere modificato. Cliccare su  , per selezionare la nuova cartella. È possibile selezionare una cartella diversa anche per l'esportazione e l'importazione.
Results	Cartella dei dati dei risultati Questa cartella standard potrebbe contenere sottocartelle per il salvataggio dei risultati. In queste cartelle è possibile salvare i file dei risultati all'avvio della misurazione.
Application data	Cartella per i dati nei quali ASpect PQ salva i dati necessari

11.3 Opzioni di esportazione

Nella finestra **Options | ASCII/CSV export** vengono definiti i parametri per l'esportazione ASCII dei dati dei risultati. I parametri sono validi sia per l'esportazione dei dati automatica che per quella manuale.

Impostazioni

Opzione	Descrizione
Decimal separator	Definisce il separatore per i numeri decimali
List separator	Definisce il carattere utilizzato per separare gli elementi di un elenco

Per l'esportazione degli elenchi dei risultati selezionare **Decimal separator** e **List separator**.

Nella sezione **Results fields for export** è possibile determinare quali colonne della tabella dei risultati devono essere esportate nel file ASCII. L'opzione **all** consente di esportare tutte le colonne dell'elenco dei risultati (con tutte le sottoschede). L'opzione **only selected fields** apre un elenco in cui è possibile selezionare le colonne da esportare.

Vedere a riguardo anche

 Salvataggio dei risultati nel formato ASCII/CSV ► 131]

11.4 Opzioni per l'esportazione ASCII continua

Nella finestra **Options | Continuous ASCII export** si può attivare l'esportazione automatica dei dati dei risultati durante il processo di analisi. Il file di esportazione viene aggiornato ogni volta che viene visualizzata una nuova riga nella finestra di esecuzione e dei risultati. I dati vengono aggiunti ai file già esistenti.

Ulteriori opzioni per l'esportazione possono essere definite nella finestra **Options | ASCII/CSV export**.

Esportazione dei dati dei risultati

La casella di controllo **Continuous ASCII export of results data** attiva la funzione di esportazione. Successivamente deve essere selezionata un'opzione per il nome del file:

Opzione	Descrizione
Method name.csv	Il nome del file corrisponde al nome del metodo. L'estensione del file è ".csv". Il file viene salvato nel percorso di esportazione/importazione standard (finestra Options Folder).
Results file name.csv	Il nome del file corrisponde al nome del file dei risultati. L'estensione del file è ".csv". Il file viene salvato nel percorso di esportazione/importazione standard (finestra Options Folder).
other	Il nome del file e il percorso di destinazione sono impostabili liberamente. Con il pulsante  si apre la finestra standard Save as , per inserire un percorso di salvataggio e una cartella di destinazione. I dati vengono scritti continuamente in questo file fino a quando non viene assegnato un nuovo nome o selezionata un'altra opzione di denominazione.

Opzione	Descrizione
Create separate file for each sample (result row number and sample name is appended to file-name)	Il nome del file viene completato con il numero di riga dell'elenco dei risultati e il nome del campione. I caratteri non consentiti vengono sostituiti da trattini bassi (ad es. Testmethod-001 QC 1 mg_L.csv).

Esportazione degli spettri

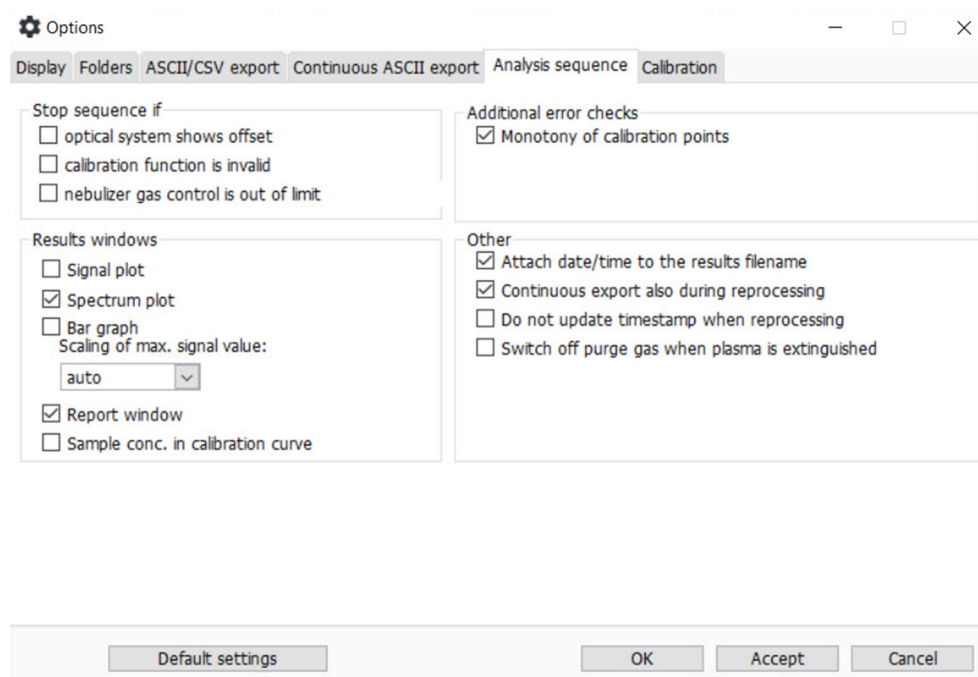
Per l'esportazione degli spettri, attivare l'opzione **Continuous export of spectra (CSV)** e selezionare un percorso di destinazione.

Gli spettri vengono inoltre esportati come file CSV nel percorso di esportazione specificato. Il nome del file viene generato in base allo schema "Riga dell'elenco-Nome del campione-Nome della riga-Misurazione reiterata", ad es. 0007-campione-AI309-02.csv.

11.5 Opzioni per la sequenza di analisi

Nella finestra **Options | Analysis sequence** è possibile definire le opzioni generali per il processo di analisi. Screenshot

Finestra Options | Analysis sequence



Interruzione della sequenza a seguito dei seguenti errori

L'analisi viene monitorata per individuare i seguenti errori e può essere interrotta se si verificano i seguenti errori:

Opzione	Descrizione
optical system shows offset	Arresta il processo, se l'impostazione della lunghezza d'onda ("Ne correction") è errata
calibration function is invalid	Arresta il processo, se non è stato possibile calcolare la funzione di calibrazione
nebulizer gas control is out of limit	Arresta il processo, se il valore di controllo del nebulizzatore è viene superato

	<table> <tr> <th>Opzione</th><th>Descrizione</th></tr> <tr> <td></td><td>Il valore di controllo del flusso del nebulizzatore viene determinato durante la calibrazione. Se durante l'analisi successiva il valore di controllo cambia, ciò indica che delle particelle stanno ostruendo il nebulizzatore.</td></tr> </table>	Opzione	Descrizione		Il valore di controllo del flusso del nebulizzatore viene determinato durante la calibrazione. Se durante l'analisi successiva il valore di controllo cambia, ciò indica che delle particelle stanno ostruendo il nebulizzatore.										
Opzione	Descrizione														
	Il valore di controllo del flusso del nebulizzatore viene determinato durante la calibrazione. Se durante l'analisi successiva il valore di controllo cambia, ciò indica che delle particelle stanno ostruendo il nebulizzatore.														
Ulteriore controllo degli errori	<table> <tr> <th>Opzione</th><th>Descrizione</th></tr> <tr> <td>Monotony of calibration points</td><td>Viene eseguito un test di monotonia dei punti di calibrazione. Il test di monotonia verifica se concentrazioni standard più elevate comportano anche valori di misurazione più elevati.</td></tr> </table>	Opzione	Descrizione	Monotony of calibration points	Viene eseguito un test di monotonia dei punti di calibrazione. Il test di monotonia verifica se concentrazioni standard più elevate comportano anche valori di misurazione più elevati.										
Opzione	Descrizione														
Monotony of calibration points	Viene eseguito un test di monotonia dei punti di calibrazione. Il test di monotonia verifica se concentrazioni standard più elevate comportano anche valori di misurazione più elevati.														
Visualizzazione dei risultati	<table> <tr> <th>Opzione</th><th>Descrizione</th></tr> <tr> <td>Signal Plot</td><td>Durante il processo di analisi viene visualizzata una finestra che mostra un andamento del segnale misurato in funzione di tempo.</td></tr> <tr> <td>Spectrum Plot</td><td>Durante il processo di analisi viene visualizzata una finestra che mostra un grafico dell'intervallo spettrale registrato.</td></tr> <tr> <td>Bar graph</td><td>Mostra le intensità misurate nel formato di un grafico a barre</td></tr> <tr> <td>Scaling of max. signal value</td><td>Imposta il valore massimo dell'asse dei valori misurati per la rappresentazione grafica dell'andamento del segnale. auto: dimensionamento automatico dell'asse. In alternativa, è possibile impostare questa opzione utilizzando la funzione di menu View Scaling.</td></tr> <tr> <td>Report window</td><td>Durante il processo di analisi viene visualizzata una finestra che mostra le informazioni sullo stato del plasma.</td></tr> <tr> <td>Sample conc. in calibration curve</td><td>Mostra la finestra Sample conc. in calibration curve con l'attuale curva di calibrazione e, se già misurata, il grafico di ricalibrazione. Dopo la misurazione del campione, il calcolo della concentrazione non corretta dall'emissione viene evidenziato con linee ausiliarie rosse. Se è utilizzata una calibrazione aggiuntiva, viene visualizzata la curva di calibrazione convertita.</td></tr> </table>	Opzione	Descrizione	Signal Plot	Durante il processo di analisi viene visualizzata una finestra che mostra un andamento del segnale misurato in funzione di tempo.	Spectrum Plot	Durante il processo di analisi viene visualizzata una finestra che mostra un grafico dell'intervallo spettrale registrato.	Bar graph	Mostra le intensità misurate nel formato di un grafico a barre	Scaling of max. signal value	Imposta il valore massimo dell'asse dei valori misurati per la rappresentazione grafica dell'andamento del segnale. auto: dimensionamento automatico dell'asse. In alternativa, è possibile impostare questa opzione utilizzando la funzione di menu View Scaling .	Report window	Durante il processo di analisi viene visualizzata una finestra che mostra le informazioni sullo stato del plasma.	Sample conc. in calibration curve	Mostra la finestra Sample conc. in calibration curve con l'attuale curva di calibrazione e, se già misurata, il grafico di ricalibrazione. Dopo la misurazione del campione, il calcolo della concentrazione non corretta dall'emissione viene evidenziato con linee ausiliarie rosse. Se è utilizzata una calibrazione aggiuntiva, viene visualizzata la curva di calibrazione convertita.
Opzione	Descrizione														
Signal Plot	Durante il processo di analisi viene visualizzata una finestra che mostra un andamento del segnale misurato in funzione di tempo.														
Spectrum Plot	Durante il processo di analisi viene visualizzata una finestra che mostra un grafico dell'intervallo spettrale registrato.														
Bar graph	Mostra le intensità misurate nel formato di un grafico a barre														
Scaling of max. signal value	Imposta il valore massimo dell'asse dei valori misurati per la rappresentazione grafica dell'andamento del segnale. auto: dimensionamento automatico dell'asse. In alternativa, è possibile impostare questa opzione utilizzando la funzione di menu View Scaling .														
Report window	Durante il processo di analisi viene visualizzata una finestra che mostra le informazioni sullo stato del plasma.														
Sample conc. in calibration curve	Mostra la finestra Sample conc. in calibration curve con l'attuale curva di calibrazione e, se già misurata, il grafico di ricalibrazione. Dopo la misurazione del campione, il calcolo della concentrazione non corretta dall'emissione viene evidenziato con linee ausiliarie rosse. Se è utilizzata una calibrazione aggiuntiva, viene visualizzata la curva di calibrazione convertita.														
Altre opzioni	<table> <tr> <th>Opzione</th><th>Descrizione</th></tr> <tr> <td>Attach date/time to the results filename</td><td>L'orario e la data all'avvio della misurazione vengono automaticamente aggiunti al nome del file dei risultati.</td></tr> <tr> <td>Continuous export also during reprocessing</td><td>Dopo il loro ricalcolo, i risultati vengono esportati automaticamente.</td></tr> <tr> <td>Do not update timestamp when reprocessing</td><td>Dopo il ricalcolo dei risultati, i tempi originali della misurazione rimangono invariati.</td></tr> <tr> <td>Switch off purge gas when plasma is extinguished</td><td>Per risparmiare gas, il gas di risciacquo viene disattivato dopo lo spegnimento del plasma.</td></tr> </table>	Opzione	Descrizione	Attach date/time to the results filename	L'orario e la data all'avvio della misurazione vengono automaticamente aggiunti al nome del file dei risultati.	Continuous export also during reprocessing	Dopo il loro ricalcolo, i risultati vengono esportati automaticamente.	Do not update timestamp when reprocessing	Dopo il ricalcolo dei risultati, i tempi originali della misurazione rimangono invariati.	Switch off purge gas when plasma is extinguished	Per risparmiare gas, il gas di risciacquo viene disattivato dopo lo spegnimento del plasma.				
Opzione	Descrizione														
Attach date/time to the results filename	L'orario e la data all'avvio della misurazione vengono automaticamente aggiunti al nome del file dei risultati.														
Continuous export also during reprocessing	Dopo il loro ricalcolo, i risultati vengono esportati automaticamente.														
Do not update timestamp when reprocessing	Dopo il ricalcolo dei risultati, i tempi originali della misurazione rimangono invariati.														
Switch off purge gas when plasma is extinguished	Per risparmiare gas, il gas di risciacquo viene disattivato dopo lo spegnimento del plasma.														

Vedere a riguardo anche

📄 Calibrazione ► 92]

📄 Inserimento dei parametri di calibrazione (finestra Method | Calibration) ► 39]

11.6 Impostazioni generali per la calibrazione e la correzione del valore di fondo

Nella finestra **Options | Analysis sequence** definire le impostazioni generalmente valide per la calibrazione e selezionare un metodo per la correzione del valore di fondo.

Calibrazione

Questa scheda consente di effettuare impostazioni di base per la calibrazione. Tutte le caselle di controllo sono disattivate di default.

Opzione	Descrizione
Correlation coefficient	Seleziona l'indice di qualità dell'adattamento della curva di calibrazione R: coefficiente di correlazione R^2 !: coefficiente di determinazione $R^2(\text{adj.})$: coefficiente di determinazione corretto
Show prediction instead of confidence interval	Quando questa opzione è attiva, viene visualizzata la banda di previsione per la calibrazione. L'intervallo di confidenza è definito nelle impostazioni predefinite.
auto compares with quadratic instead of rational function	"auto" designa la selezione automatica della funzione di calibrazione. Quando questa opzione è attiva, viene utilizzata la funzione quadratica per il confronto. L'impostazione predefinita è la funzione razionale fratta.
Compute slope for mean concentration instead of 0	Quando questa opzione è attiva, la pendenza della curva di calibrazione viene calcolata in base alla concentrazione media dell'intervallo di calibrazione. Nell'impostazione predefinita, la pendenza viene calcolata per la concentrazione 0.



NOTA

Per garantire la compatibilità del calcolo della funzione di calibrazione quadratica in conformità a DIN 38402 e ISO 8466-2, è necessario attivare tutte le opzioni sopra indicate.

Correzione del valore di fondo

Per la correzione del valore di fondo è possibile scegliere tra 2 metodi di calcolo diversi: basato sulla conc.1 o sulla conc.2

Con il metodo di calcolo basato sulla conc.2 viene calcolata per prima la concentrazione originale del valore di fondo ($\text{conc}_{2_{\text{BY}}}$) sulla base degli ID dei campioni del valore di fondo. Per la determinazione della conc.2 del campione si tiene conto della $\text{conc}_{2_{\text{BY}}}$.

Con il metodo di calcolo basato sulla conc.1, per il calcolo della concentrazione del campione viene utilizzata la concentrazione del valore di fondo ($\text{Conc}_{1_{\text{Blank}}}$) determinata direttamente dal campione. Questo metodo può essere utilizzato, quando i dati degli ID dei campioni (ad es. le diluizioni) non influenzano in modo significativo la concentrazione dei bianchi analitici e pertanto non vengono inseriti dati degli ID dei campioni per i valori di fondo.

Esempio di calcolo per un campione primario liquido precedentemente diluito:

■ Basato su conc.1 $\text{conc2}_{\text{Sample}} = (\text{conc1}_{\text{Sample}} - \text{conc1}_{\text{Blank}}) * \text{DF}_{\text{Sample}}$

■ Basato su conc.2 $\text{conc2}_{\text{Sample}} = (\text{conc1}_{\text{Sample}} * \text{DF}_{\text{Sample}}) - \text{conc2}_{\text{Blank}}$

$\text{conc1}_{\text{Sample}}$	Concentrazione del campione senza considerare i dati nell'ID del campione
$\text{conc2}_{\text{Sample}}$	Concentrazione originale del campione
$\text{conc1}_{\text{Blank}}$	Concentrazione del valore di fondo senza considerare i dati nell'ID del campione
$\text{conc2}_{\text{Blank}}$	Valore di fondo primario
$\text{DF}_{\text{Sample}}$	Fattore di diluizione del campione

L'impostazione predefinita per la correzione del valore di fondo è il metodo basato sulla conc.2. Se si desidera utilizzare il metodo breve basato sulla conc.1 senza considerare l'ID campione del valore di fondo, attivare l'opzione **Blank correction based on Conc1**.

Limite di rivelabilità e quantificazione

È possibile modificare i fattori e il numero di misurazioni reiterate per i limiti di rivelabilità e i limiti di quantificazione. I limiti di rivelabilità/quantificazione calcolati vengono visualizzati nella finestra **Calibration**. Quando le impostazioni devono essere applicate ai risultati già disponibili, questi ultimi devono essere ricalcolati. I fattori utilizzati e il numero di reiterazioni delle misurazioni vengono visualizzati nella finestra **Calibration** e nei protocolli stampati della calibrazione e delle misurazioni risultato/valore bianco.

Per modificare i fattori e le reiterazioni delle misurazioni, cliccare su **LOD e BG**. Sono previste le seguenti impostazioni predefinite:

Parametri	Valore
Factor LOD	3
FactorLOQ	9
Replicates	11

12 Impostazione dello scambio di dati con un sistema esterno di gestione ordini

È possibile esportare i risultati delle misurazioni in formato ASCII/CSV da ASpect PQ a un sistema di gestione delle informazioni di laboratorio (LIMS) o a un altro programma esterno tramite un'interfaccia dati.

Inoltre, è possibile importare dati informativi sui campioni (ID del campione) in formato ASCII/CSV da programmi esterni, ad es. LIMS o applicazioni Microsoft Office.

12.1 Esportazione dei risultati misurati

È possibile esportare i risultati misurati in formato ASCII/CSV sia automaticamente che manualmente per ulteriori elaborazioni in altre applicazioni, come un LIMS.

Impostazione delle opzioni di esportazione

- ▶ Aprire la finestra **Options** con la voce di menu **Extras | Options**.
- ▶ Nella scheda **Folder**, alla voce **Export/Import** specificare il percorso di memorizzazione per l'esportazione dei dati dei risultati.
- ▶ Nella scheda **ASCII/CSV export** specificare i separatori:
 - **Decimal separator**: selezionare il separatore per i numeri decimali.
 - **List separator**: selezionare il carattere che separa gli elementi di un elenco.
- ▶ Definire i campi per l'esportazione dei risultati:
 - **all**: esporta tutte le colonne dell'elenco dei risultati, comprese tutte le sottocartelle.
 - **only selected fields**: se si clicca su , si apre un elenco in cui è possibile selezionare le colonne da esportare.
- ▶ Applicare le impostazioni di esportazione cliccando sul pulsante **Accept**.
 - ✓ Le opzioni di esportazione sono state impostate. Le impostazioni vengono applicate all'esportazione automatica e a quella manuale.

Impostazione dell'esportazione automatica

Impostare l'esportazione automatica dei risultati in formato CSV durante il processo di analisi. Il software aggiorna il file di esportazione immediatamente dopo l'emissione di una nuova riga nella finestra del processo e dei risultati. Il software aggiunge i nuovi dati al file di esportazione già presente.

- ▶ Nella finestra **Options** passare alla scheda **Continuous ASCII export**.
- ▶ Attivare la casella di controllo **Continuous ASCII export of results data**.
- ▶ Specificare il nome del file di esportazione:
 - **Method name.csv**: il nome del file corrisponde al nome del metodo con estensione ".csv".
 - **Results file name.csv**: il nome del file corrisponde al nome del file dei risultati con estensione ".csv".
 - **other**: cliccando sul pulsante , aprire la finestra standard **Save as**. Assegnare un percorso di memorizzazione e un nome di file.
- ✓ Il software scrive i dati nel file in modo continuo fino a quando non viene assegnato un nuovo nome o viene selezionata un'altra opzione di nome del file.

- ▶ Attivare la casella di controllo **Create separate file for each sample (result row number and sample name is appended to filename)**, quando si desidera creare un file per ogni campione.
 - ✓ Il software aggiunge al nome del file il numero di riga dell'elenco dei risultati e il nome del campione. I caratteri non consentiti vengono sostituiti da trattini bassi (ad es. Testmethod-001 QC 1 mg_L.csv).
- ▶ Attivare la casella di controllo **Continuous export of spectra (CSV)**, quando si desidera esportare automaticamente anche gli spettri. Selezionare il percorso di memorizzazione in **Export path**.
- ▶ Applicare le impostazioni di esportazione cliccando sul pulsante **Accept**.
- ▶ Passare alla scheda **Analysis sequence**.
- ▶ Attivare la casella di controllo **Continuous export also during reprocessing**, quando si desidera esportare automaticamente i risultati anche dopo un ricalcolo.
- ▶ Uscire dalla finestra cliccando su **OK**.
 - ✓ L'esportazione automatica dei dati è stata impostata.

Esportazione manuale dei risultati

In alternativa, esportare manualmente i risultati delle misurazioni.

- ▶ Nella finestra principale passare alla scheda **Results**.
- ▶ Selezionare i campioni nell'elenco dei risultati.
Tenere premuto il tasto Ctrl o Shift e selezionare i dati da esportare cliccando sulla rispettiva riga di campioni.
Selezionare tutte le righe di campioni con la voce di menu **Edit | Select All**.
- ▶ Selezionare la voce di menu **Edit | Save Selection**.
- ▶ Inserire il nome del campione nella finestra predefinita **Save as**. Confermare i dati immessi cliccando su **OK**.
 - ✓ Il software esporta i risultati in formato ASCII/CSV con estensione ".csv".
- ▶ Se si seleziona la voce di menu **Edit | Copy visible Columns only** o **Copy all Columns**, il software copia i dati negli Appunti. È possibile incollare i dati in un file Excel aperto, utilizzando la combinazione di tasti Ctrl+V.

Formato dei dati

Il software separa le voci del file di testo utilizzando il separatore di elenco specificato. Ogni riga termina con una fine riga (CR/LF).

- Il file di esportazione inizia con dati di intestazione contenenti informazioni sullo strumento analitico, sulla versione del software utilizzata e sulla data e ora di creazione del file.
- La data viene formattata in base all'impostazione del Pannello di controllo di Windows. Viene utilizzato il formato della data (breve).
- Una riga vuota è seguita dall'elenco dei campi da esportare.
- I dati di intestazione vengono generati una sola volta. I dati di intestazione sono seguiti dai valori misurati.

Esempio di file di esportazione:

```

Instrument: PQ 9200 #10587200262BB0101 Tech: ICP-OES
SW-Version: ASpect PQ 1.3.2.2007 Created: 29.10.2024 14:04

Nr.;Name;Linie;Typ;Einheit;Konz.1;SD1;RSD%;VB;VF;Einheit;
Konz.2;SD2;RSD%;VB;100%
norm.;QC;QC;QC;Bem.;Ints.;SD(Ints.);RSD%;Datum;Zeit;
Norm.Ints.;SD;RSD%;Masse;Einh.;Feuchte[%];RHF[%];Einw.[mg];
Fehler;Pos;Vor-VF;Einw.[g];Vol.[mL];Ges.einw.
[[g];Name(2);AS-VF;BW-
Korr.;Faktor;Einzelwerte(Ints.);;Untergrund(Ints.);
1;Sample1;Co237.863;0;µg/L;1968;47.49;
2.41;215.9;1;mg/L;1.968;0.0475; 2.41;0.2159;;;;;>
KAL;257059;6194; 2.41;29.10.2024;14:04;;;;;;101;
1.000;;;;; 1;aus;
0.00;256411;251214;263551;20389;9786;27849;
2;Sample1;Ni231.604;0;µg/L;1537;62.95;
4.10;93.89;1;mg/L;1.537;0.0630;
4.10;0.0939;;;;;254729;10328;
4.05;29.10.2024;14:04;;;;;;101; 1.000;;;;; 1;aus;
0.00;246002;252054;266131;4598;16546;33369;
3;Sample2;Co237.863;0;µg/L;2289;17.01;
0.74;254.0;1;mg/L;2.289;0.0170; 0.74;0.2540;;;;;>
KAL;298914;2219; 0.74;29.10.2024;14:04;;;;;;102;
1.000;;;;; 1;aus;
0.00;300902;299321;296520;27198;27379;28180;
4;Sample2;Ni231.604;0;µg/L;1755;20.57;
1.17;108.4;1;mg/L;1.755;0.0206; 1.17;0.1084;;;;;>
KAL;290377;3374; 1.16;29.10.2024;14:04;;;;;;102;
1.000;;;;; 1;aus;
0.00;294115;287557;289459;26485;9243;18241;

```

Fig. 1 Esportazione CSV

12.2 Importazione di file di informazioni sui campioni

È possibile generare e importare manualmente file di informazioni sui campioni (ID del campione) in formato ASCII/CSV, utilizzando un LIMS o applicazioni Microsoft Office.

Per un'importazione corretta, assicurarsi che le singole righe del file di informazioni sul campione terminino con un carattere di fine riga (CR/LF).

Esempio di un file di informazioni sul campione valido:

```

Sample1;101;1.000000;mg/L;0.001;0;;100.000000;ID154-21;
1.000000;0;-1.000000;0.000000;alle
Sample2;102;1.000000;mg/kg (liq);0.001;2;5.6;100.000000;
ID154-22;5.000000;0;-1.000000;0.000000;Co

```

Fig. 2 Importazione CSV

Importazione manuale dell'ID del campione

- ▶ L'ID di un campione può essere aperto in uno dei seguenti modi:
 - sulla barra degli strumenti cliccare sull'icona  accanto al campo **Samples**.
 - selezionare la voce di menu **File | Open Sample Information File**.
 - cliccare nella finestra **Sample ID** su **Open**.
- ▶ Selezionare il file nella finestra standard **Apri**.
 - ✓ L'ID del campione viene visualizzato nella finestra **Sample ID** e può essere utilizzato per l'analisi successiva.

12.3 Campi di esportazione dei risultati

Nome del campo	Descrizione	Tipo di dati
No.	Numero nella sequenza di analisi	Numero intero
Name	Nome del campione, dello standard o del campione QC/dello standard QC	Stringa di caratteri, max 20 caratteri
Line	Riga dell'elemento	Stringa di caratteri, max 10 caratteri
Type	Analita o standard interno 0 = analita IS1 ... x = standard interno	Numero intero
Unit1	Unità di concentrazione 1 (concentrazione del campione analizzato)	Stringa di caratteri, max 10 caratteri
Conc.1	Concentrazione dell'analita nel campione/nello standard	Numero decimale
SD1	Deviazione standard di conc. 1 (calcolo statistico della media)	Numero decimale
RSD%	Deviazione standard relativa di conc. 1 (calcolo statistico della media)	Numero decimale
Cf	Intervallo di confidenza di Conc. 1	Numero decimale
DF	Fattore di diluizione per la diluizione automatica del campione (viene preso in considerazione per il calcolo della conc.)	Numero decimale
Unit2	Unità di concentrazione 2 (concentrazione del campione originale)	Stringa di caratteri, max 10 caratteri
Conc.2	Concentrazione del campione primario	Numero decimale
SD2	Deviazione standard di conc. 2 (calcolo statistico della media)	Numero decimale
RSD%	Deviazione standard relativa di conc. 2 (calcolo statistico della media)	Numero decimale
Cf	Intervallo di confidenza di Conc. 2	Numero decimale
100% norm.	Concentrazione normalizzata in percentuale, Conc. 2	Numero decimale
QC	Informazioni sul QC e sulla calibrazione	Stringa di caratteri, max 30 caratteri
QC	Informazioni sul QC e sulla calibrazione	Stringa di caratteri, max 30 caratteri
QC	Informazioni sul QC e sulla calibrazione	Stringa di caratteri, max 30 caratteri
Rem.	Note	Stringa di caratteri, max 40 caratteri
Ints.	Valore medio delle singole intensità misurate	Numero decimale
SD (Ints.)	Deviazione standard (calcolo statistico della media)	Numero decimale
RSD%	Deviazione standard relativa (calcolo statistico della media)	Numero decimale

Nome del campo	Descrizione	Tipo di dati
Date	Data della misurazione	Impostazione di Windows per il formato breve della data, ad es. 30.01.2024
Time	Ora della misurazione	hh:mm, ad es. 14:29
Norm.Ints.	(non utilizzato in ASpect PQ)	/
SD	(non utilizzato in ASpect PQ)	/
RSD%	(non utilizzato in ASpect PQ)	/
Mass	(non utilizzato in ASpect PQ)	/
Unit	(non utilizzato in ASpect PQ)	/
Hum. [%]	(non utilizzato in ASpect PQ)	/
RHF [%]	(non utilizzato in ASpect PQ)	/
Wt. [mg]	(non utilizzato in ASpect PQ)	/
Error	Messaggio di errore, quando si verifica un errore durante la misurazione	Stringa di caratteri
Pos	Posizione del campione sull'auto-campionatore	Numero intero
Pre-DF	Fattore di prediluizione. Fattore con cui il campione primario è stato diluito prima di essere posizionato sull'autocampionatore o, se si lavora senza autocampionatore, prima di essere aggiunto al plasma. Questo fattore è necessario per il calcolo della concentrazione del campione primario (Conc. 2).	Numero decimale
Wt. [mg]	Pesata iniziale in milligrammi. Peso del campione primario portato in soluzione durante il pretrattamento del campione (viene utilizzato nel calcolo della conc. 2)	Numero decimale
Vol. [mL]	Volume del solvente in cui è stata sciolta la rispettiva pesata iniziale in mL (viene utilizzato nel calcolo della conc. 2)	Numero intero
Total wt. [g]	Pesata iniziale totale del campione e del solvente in grammi	Numero decimale
Name(2)	Designazione aggiuntiva del campione	Stringa di caratteri, max 20 caratteri
AS-DF	Fattore di diluizione dell'autocampionatore o del sistema di diluizione	Numero decimale
Blank corr.	Correzione del valore di fondo off Non è stata eseguita nessuna correzione del valore di fondo. on Per calcolare la concentrazione del campione primario, viene sottratto l'ultimo valore di fondo misurato nella sequenza.	0 1
Factor	(non utilizzato in ASpect PQ)	/

Nome del campo	Descrizione	Tipo di dati
Single values(Ints.)	Valori singoli delle misurazioni dell'intensità	Stringa di numeri decimali separati da spazi, max 1000 caratteri
Background(Ints.)	Intensità di fondo sulla riga dell'elemento	Stringa di numeri decimali separati da spazi, max 1000 caratteri

12.4 Campi dei file informativi sul campione

Nome del campo	Descrizione	Tipo di dati
Pos	Posizione del campione sull'auto-campionatore	Numero intero
Name	Nome del campione, dello standard o del campione QC/dello standard QC	Stringa di caratteri, max 20 caratteri
Pre-DF	Fattore di prediluizione. Fattore con cui il campione primario è stato diluito prima di essere posizionato sull'autocampionatore o, se si lavora senza autocampionatore, prima di essere aggiunto al plasma. Questo fattore è necessario per il calcolo della concentrazione del campione primario (Conc. 2).	Numero decimale
Unit	Unità della concentrazione del campione	Stringa di caratteri, max 10 caratteri
Factor	Fattore unitario Il fattore 1 corrisponde a 1 µg/L o µg/kg, il fattore 1000 corrisponde a 1 ng/L o ng/kg	Stringa di caratteri, max 10 caratteri
Type	Tipo di unità 0 = liquido 1 = solido 2 = liquido gravimetrico	Numero intero
Wt. [mg]	Pesata iniziale in milligrammi. Peso del campione primario portato in soluzione durante il pretrattamento del campione (viene utilizzato nel calcolo della conc. 2)	Numero decimale
Vol. [mL]	Volume del solvente in cui è stata sciolta la rispettiva pesata iniziale in mL (viene utilizzato nel calcolo della conc. 2)	Numero intero
Total wt. [g]	Pesata iniziale totale del campione e del solvente in grammi	Numero decimale
Name(2)	Designazione aggiuntiva del campione	Stringa di caratteri, max 20 caratteri
AS-DF	Fattore di diluizione dell'autocampionatore o del sistema di diluizione	Numero decimale
Blank corr.	Correzione del valore di fondo	0 1

Nome del campo	Descrizione	Tipo di dati
	off Non è stata eseguita nessuna correzione del valore di fondo. on Per calcolare la concentrazione del campione primario, viene sottratto l'ultimo valore di fondo misurato nella sequenza.	
Sample type	Valore del campione o bianco 0 = campione 1 = valore del reagente - bianco	Numero intero
Elements	Elementi o righe da analizzare nel campione all = tutti gli elementi del metodo Simboli degli elementi separati da virgole, ad es. Fe, Co, Ni	Stringa di caratteri, max 10 caratteri

13 Modulo opzionale di conformità "Modul 21 CFR Part 11 Compliance ASpect PQ"

Il modulo opzionale di conformità "Modul 21 CFR Part 11 Compliance ASpect PQ" per ASpect PQ include le seguenti funzioni in conformità ai requisiti della FDA per le registrazioni elettroniche e le firme elettroniche (21 CFR Parte 11):

- Gestione utenti
- Firme elettroniche
- Audit trail
- Aj File Protection per proteggere i file dalla manipolazione intenzionale e non intenzionale dei dati.

Per impostazione predefinita, nell'amministrazione utenti vengono creati 6 livelli utente. I livelli utente possono essere configurati liberamente e integrati con ulteriori livelli utente.

Quando la gestione utenti è installata e configurata, viene attivata la voce di menu **System** in ASpect PQ, che può essere utilizzata per accedere alle funzioni di gestione utenti.

Tutte le modifiche apportate ai dati di un utente vengono salvate in modo permanente in un database criptato alla chiusura della relativa finestra.

13.1 Gestione utenti

13.1.1 Gestione degli utenti: visualizzazioni e impostazioni

La gestione utenti può essere configurata al suo primo avvio dopo l'installazione o in un secondo momento da utenti con diritti di amministratore.

Per ogni utente viene creato un account in cui viene salvato il profilo utente. Se un account utente non è più necessario, può essere disattivato o bloccato. Gli account utente non possono essere cancellati.

- ▶ In ASpect PQ selezionare la voce di menu **System | User Management**.
- ▶ In alternativa, è possibile aprire la gestione utenti esternamente a ASpect PQ tramite il menu di Windows **ASpect PQ | User Management**.
- ▶ Inserire i dati di accesso di un utente con diritti di amministratore.
 - ✓ Viene visualizzata la finestra **User Management**.

Finestra User Management

La finestra contiene un elenco dei nomi utente inseriti e dei relativi nomi completi. Le informazioni dettagliate del profilo dell'utente selezionato sono visualizzate sul lato destro della finestra.

Informazioni dettagliate del profilo utente

Dell'utente selezionato nell'elenco vengono visualizzati i seguenti dati:

Opzione	Descrizione
User ID	Nome di accesso dell'utente
User level	Livello utente assegnato con diritti di utente
Full name	Nome completo dell'utente
E-signature	Yes: l'utente può firmare elettronicamente i dati dei risultati. No: l'utente non può firmare elettronicamente.

Opzione	Descrizione
Status	Active: è possibile utilizzare il nome utente (cerchio verde). Disabled: il nome utente è disattivato e non può essere utilizzato (cerchio rosso).
Passwd. protect.	Active: l'accesso dell'utente richiede una password. Not active: l'utente può accedere senza password. Se si clicca sul simbolo del lucchetto, si apre la finestra Modify user data . Quando il lucchetto è chiuso, si attiva la protezione con password.
Valid until:	Indefinitely: la password non scade mai. Date/days: L'utente deve cambiare la password allo scadere del periodo specificato. L'opzione non viene visualizzata quando si accede tramite Active Directory.

Pulsanti

Pulsante	Descrizione
New ...	Creazione di un nuovo utente Viene visualizzata la finestra Add user data .
Modify ...	Modifica i dati utente per la riga di tabella selezionata Viene visualizzata la finestra Modify user data per un utente selezionato. La finestra può essere aperta anche facendo doppio clic sull'utente.
Active users only	Mostra solo gli utenti attivi
Audit trail	Apri il protocollo degli eventi
Permissions	Assegna le autorizzazioni agli utenti nel software
Exit	Esce dall'applicazione

13.1.2 Configurazione dei livelli utente

A partire dalla versione del modulo di conformità FDA 21 CFR Part 11 2.0, la gestione utenti dispone di una nuova funzionalità per l'impostazione dei livelli utente. Mentre nelle versioni precedenti del software le autorizzazioni disponibili per i livelli utente erano fisse, ora è possibile configurare liberamente i livelli utente. In un elenco di funzioni software, attivare o disattivare le funzioni che devono essere accessibili a un livello utente.

Numero dei livelli utente disponibili

Per impostazione predefinita, nella gestione utenti vengono creati 6 livelli utente. I livelli utente possono essere configurati liberamente e integrati con ulteriori livelli utente.

- Livello amministratore (livello 0)
L'amministratore ha pieni diritti per la gestione degli utenti e può impostare la gestione degli utenti, configurare i diritti nei livelli utente e creare o bloccare gli utenti. Per impostazione predefinita, l'amministratore non ha alcuna autorizzazione in ASpect PQ e non può accedere al software.
- Livello 1
Gli utenti di questo livello hanno tutte le autorizzazioni in ASpect PQ per lo sviluppo del metodo e la routine e possono configurare il software.
- Livello da 2 a 4
Gli utenti di questo livello dispongono di autorizzazioni graduate per le operazioni di analisi, dove vale quanto segue: livello 2 > livello 3 > livello 4. L'utente non è autorizzato a configurare ASpect PQ.

- Livello utente 5

Gli utenti di questo livello dispongono delle autorizzazioni per l'accesso alla gestione degli utenti e in ASpect PQ hanno autorizzazioni minime, ad esempio per scopi di verifica.

Opzionalmente è possibile creare fino a 4 livelli aggiuntivi (da 6 a 9) per configurazioni speciali.

Configurazione dei livelli utente

- ▶ Nella finestra **User Management** cliccare su **Permissions**.
✓ Viene visualizzata la finestra **Change user permissions**.
- ▶ Nella matrice Autorizzazioni/Livelli è possibile attivare una funzione in un livello selezionando le caselle di controllo.
Se si fa clic con il tasto destro del mouse su una casella di controllo, è possibile utilizzare il menu contestuale per impostare o rimuovere tutti i segni di spunta del livello o applicare le autorizzazioni di un altro livello.
- ▶ Se si desidera aggiungere altri livelli alla matrice, cliccare su **Configure**. Attivare l'opzione **Additional user levels (max.4)**: e impostare il numero desiderato nell'elenco.
- ▶ Se si desidera ripristinare l'assegnazione dei diritti alle impostazioni predefinite, cliccare su **Configure**. Attivare l'opzione **Reset permissions and levels to default**. Se agli utenti sono già stati assegnati livelli aggiuntivi, viene richiesto di modificare il profilo utente corrispondente.
- ▶ A ogni autorizzazione di funzione viene assegnato un ID. Se un utente vuole svolgere un'attività per la quale non ha l'autorizzazione, questo ID viene visualizzato nel messaggio di avviso/errore. È possibile utilizzare l'ID per identificare chiaramente l'autorizzazione mancante. Attivare l'opzione **Show column "ID"** se necessario.

Note sui diritti degli utenti

I diritti individuali degli utenti sono collegati alle impostazioni generali della gestione degli utenti. È possibile accedere a queste impostazioni nella finestra **User Management** tramite la voce di menu **Extras | Preferences**.

Diritto	Descrizione
Skip calibration interval (ME003)	Nelle impostazioni della gestione dell'utente, è possibile specificare un periodo di validità per la calibrazione. Se è stato attivato questo intervallo di tempo e l'utente non dispone di questa autorizzazione, non può avviare una misurazione.
Measurement with unreleased methods (categories) (ME004)	È possibile assegnare la caratteristica Cat. (categoria) ai metodi al momento del salvataggio e quindi contrassegnare i metodi da utilizzare. Nella gestione degli utenti è possibile specificare fino a 5 nomi di categorie con cui i metodi vengono etichettati come abilitati. Se un utente dispone di questo diritto, può avviare una misurazione con un metodo non abilitato.

Note sull'aggiornamento

Se è già stata impostata una gestione degli utenti, agli utenti vengono assegnati i nuovi livelli utente Admin e un livello da 1 a 4. Verificare se le autorizzazioni impostate soddisfano le esigenze e modificare i diritti nei livelli. Prestare particolare attenzione al fatto che nella nuova installazione l'amministratore abbia accesso solo alla gestione degli utenti e non abbia più diritti per l'utilizzo del nome del software ASpect PQ.

13.1.3 Configurazione delle impostazioni generali della gestione degli utenti

Nella finestra **Preferences** è possibile configurare la gestione degli utenti con le seguenti opzioni:

- registrazione e linee guida per la password
- utilizzo della cartella di dati

- impostazioni per l'utilizzo di calibrazioni e metodi
- Firme

Le impostazioni si applicano agli account utente appena creati e devono quindi essere effettuate dopo l'installazione, prima della creazione degli account utente.

- ▶ Nella finestra **ASpect PQ User Management** selezionare la voce di menu **Extras | Settings....**
Viene visualizzata la finestra **Preferences**.
- ▶ Selezionare il gruppo di azioni da modificare sul lato sinistro.
- ▶ Eseguire la configurazione.
Se si clicca su **Default settings**, le impostazioni predefinite per il gruppo di azioni selezionato vengono resettate. Le impostazioni degli altri gruppi rimangono invariate.
- ▶ Acquisire le impostazioni cliccando su **OK**.

User access

È possibile configurare il login localmente tramite la gestione degli utenti o tramite un server di login via Active Directory.

Per il login locale, selezionare l'opzione **Local (with user management)** nella pagina **User access** e configurare le linee guida generali per i nuovi login e password:

Opzione	Descrizione
Number of login attempts:	Numero di tentativi di accesso non validi (max 10) Se questo valore viene superato, ASpect PQ viene terminato allo scadere di un determinato tempo di attesa e deve essere riavviato per un altro login. Viene inserita una voce (avviso) nel file di audit trail.
Disable account after failed login attempts	Blocca l'utente dopo aver superato il numero di tentativi di accesso
Minium user name length:	Numero minimo di caratteri per i nomi degli utenti appena creati (max 10)
Enforce login with password	Per i nuovi nomi utente è necessario assegnare una password.
Password with letters and numbers:	È possibile assegnare solo password contenenti sia lettere che numeri. Questa linea guida si applica anche quando si cambiano le password.
Password and user ID must be different	È possibile assegnare solo password diverse dal nome utente. Questa linea guida si applica anche quando si cambiano le password.
User must change password at next login is active	Per impostazione predefinita, i nuovi utenti devono cambiare la password al primo accesso.
Password expires in	Una volta scaduta la validità della password, all'utente viene richiesto di cambiare la password al momento dell'accesso. La password viene quindi prolungata per il periodo impostato nelle linee guida (massimo 999 giorni). Il valore viene acquisito come predefinito.
Minium password length:	Numero minimo di caratteri per le nuove password create Massimo di caratteri: da 3 a 10

Per il login basato sul server, attivare l'opzione **Server-based (with Active Directory)** e configurare quanto segue:

Opzione	Descrizione
Domain name(s)	Nome di dominio del server di login È possibile specificare 2 server.

Opzione	Descrizione
Allow local login if login server not reached	Se il login tramite il server non va a buon fine, gli utenti che dispongono dei diritti corrispondenti possono registrarsi localmente nella gestione degli utenti tramite il menu Start di Windows. Per poterlo fare, agli utenti deve essere assegnata una password locale. Nella gestione degli utenti, gli utenti autorizzati possono attivare l'opzione Local (with user management) in modo da rendere possibile il login locale in ASpect PQ.
Allow local login for AJSservice account	L'attivazione di questa opzione consente al personale di assistenza AJ di eseguire interventi di manutenzione sullo strumento analitico senza ulteriore supporto da parte dell'amministratore.

Folders

È possibile specificare la cartella di lavoro del software di controllo e valutazione e la cartella per il file di audit trail.

Opzione	Descrizione
ASpect working directory	Impostazione della cartella di lavoro La cartella di lavoro contiene i database dei metodi e delle sequenze e i file dei risultati. La cartella di lavoro viene definita durante l'installazione di ASpect PQ e può essere modificata qui.
Audit trail	Impostazione del percorso del file di audit trail Il percorso può essere modificato.
Folder with user database	Visualizzazione del percorso del database degli utenti Questo percorso può essere modificato solo tramite il programma di installazione.
Software AJ File Protection	Un'ulteriore protezione è fornita dal software opzionale AJ File Protection. Questo software protegge i file dalla manipolazione intenzionale e non intenzionale dei dati, ad esempio dalla loro cancellazione o modifica. Se il software AJ File Protection è installato, il pulsante è attivo ed è evidenziato per indicare lo stato di protezione. Verde – la protezione dei file è attiva; rosso – il driver di protezione dei file non è attivo. Se si clicca sul pulsante, viene visualizzata una finestra con un elenco di cartelle protette.

Permissions (Details)

In questo gruppo vengono effettuate le impostazioni generali per i metodi e le calibrazioni che hanno effetto sulle autorizzazioni dei livelli utente.

Opzione	Descrizione
Calibration validity period [h:mm]:	Specificare facoltativamente il periodo di validità della calibrazione Quando l'autorizzazione Skip calibration interval è disattivata per un utente (vedere Livelli utente), l'utente non può avviare una sequenza dopo la scadenza del periodo di validità. Se l'autorizzazione Skip calibration interval è attivata, l'utente può avviare la sequenza. Viene visualizzato un messaggio che indica che il periodo di validità della calibrazione è scaduto.
Method categories for released methods	È possibile inserire fino a 5 categorie per contrassegnare i metodi come approvati. Inserire le categorie nel campo Cat. quando si salva il metodo. Se l'autorizzazione Measurement with unreleased methods (categories) è disattivata per un utente, questo non può avviare una sequenza se il metodo associato non è contrassegnato da una delle categorie specificate.

Signatures

L'elenco mostra i significati della firma e il livello utente corrispondente che può essere selezionato durante la firma.

Pulsante	Descrizione
Add	Aggiunge nuovo significato della firma Se si clicca su questo pulsante, viene visualizzata la finestra Edit list of signature meanings , in cui è possibile selezionare il significato di una nuova firma e il livello utente valido.
Modify	Modifica il significato della firma selezionato
Delete	Cancella il significato della firma selezionata

13.1.4 Creazione di un nuovo account cliente

Solo gli utenti con i diritti appropriati possono creare un nuovo account utente. I diritti di amministrazione degli utenti sono assegnati nel livello Admin nelle impostazioni predefinite dei livelli utente. La configurazione di un nuovo utente con determinati diritti ha luogo nella finestra **Add user data**.

Opzioni della finestra Add user data

Opzione	Descrizione
User ID	L'utente accede con questo nome. Le maiuscole e le minuscole non vengono verificate. La lunghezza minima dipende dalle configurazioni generali della gestione degli utenti.
Full name	Nome completo dell'utente Questo nome viene utilizzato come parte della firma elettronica. Numero massimo di caratteri: 32
Description	Campo per i commenti L'inserimento di un commento è facoltativo.
User level	Selezione del livello utente con i diritti corrispondenti
Password	Imposta la password Per queste password si distingue tra maiuscole e minuscole. Se la finestra di dialogo della password viene confermata senza immettere la password, la protezione della password viene annullata. La lunghezza minima e le altre linee guida per le password sono specificate nelle configurazioni generali della gestione degli utenti. Lunghezza massima della password: 20 caratteri
Simbolo del lucchetto	Chiuso: la protezione con password viene attivata assegnando una password. Aperto: la protezione della password non è ancora stata attivata.
Password never expires	Se attivata, la password è valida a tempo indeterminato. Se disattivata, la password ha un periodo di scadenza. Il valore predefinito viene acquisito dalle linee guida per le password. L'utente può anche prolungare la password in anticipo. Questa impostazione è nascosta quando si accede tramite il server di login e l'Active Directory.
User-specific working directory	Per l'utente viene impostata una cartella di lavoro separata secondo il seguente schema: \Cartella di lavoro ASpect\Nome utente. La struttura delle cartelle viene creata quando l'utente si collega per la prima volta.
Use e-signature	L'utente deve firmare elettronicamente i risultati della misurazione. A tal fine, ha a disposizione i significati delle firme del suo livello utente.

Opzione	Descrizione
Disable user ID	Disattiva l'account utente Il nome utente può essere temporaneamente disattivato. La disattivazione di un account utente impedisce che il nome dell'utente venga riassegnato agli utenti appena creati.
User must change password at next login	Al successivo accesso, all'utente verrà richiesto di cambiare la password.

Specificazione dei dati dell'utente

- ▶ Nella finestra **User Management** cliccare su **New ...**. Viene visualizzata la finestra **Add user data**.
- ▶ Effettuare le impostazioni nei campi e nelle opzioni e confermare cliccando su **OK**.
 - ✓ Il nuovo account utente viene visualizzato nella finestra **ASpect PQ User Management**.

Vedere a riguardo anche

 Configurazione delle impostazioni generali della gestione degli utenti [▶ 151]

13.1.5 Modifica dell'account utente esistente

È possibile modificare le proprietà di un account utente.

- ▶ Nella finestra **User Management**, selezionare l'account utente e cliccando su **Modify ...**. Appare la finestra **Modify user data** con le impostazioni dell'account.
- ▶ Effettuare le impostazioni e cliccare su **OK**.
 - ✓ Le modifiche vengono acquisite e vengono applicate al successivo accesso dell'utente.

Vedere a riguardo anche

 Creazione di un nuovo account cliente [▶ 154]

13.2 Modifica della password

Questa funzione è disponibile solo per il login locale in ASpect PQ o per la gestione degli utenti. Quando si effettua l'accesso tramite un server di login, le password e la loro validità vengono gestite da questo server.

In base a quanto definito nell'account utente, l'utente deve cambiare la password assegnata a intervalli regolari quando accede localmente.

- ▶ In **ASpect PQ** selezionare la voce di menu **System | Change password**. Viene visualizzata la finestra **Change password**.
- ▶ Inserire due volte la vecchia e la nuova password e confermare cliccando su **OK**.
 - ✓ Se la voce è corretta, viene visualizzato il messaggio **Password was changed**.

13.3 Visualizzazione, stampa o esportazione dell'audit trail

Gli eventi di sistema e tutti i messaggi di avvertimento e di errore di ASpect PQ e della gestione degli utenti vengono registrati nel file di audit trail. Per visualizzare l'audit trail è necessario disporre dei diritti nell'account utente.

Aprire l'audit trail in ASpect PQ tramite la voce di menu **System | Audit Trail** o nella gestione degli utenti, cliccando su **Audit Trail**.

Per l'audit trail sono disponibili le seguenti funzioni:

- Vista
- Filtro
- Aggiornamento
- Stampa
- Esportazione come file CSV (solo se l'audit trail è stato aperto dalla finestra della gestione degli utenti)

Nell'audit trail vengono documentati i seguenti parametri:

Colonna	Descrizione
Type	Visualizzazione del tipo di evento I seguenti tipi di eventi vengono annotati nell'audit trail ed etichettati con simboli: informazioni, avvertimenti, errori, login e logout
Date/Time	Data e ora dell'evento (orologio del PC) Con i pulsanti [+] e [-] nell'intestazione di entrambe le colonne della tabella è possibile ordinare le voci in base all'ora o alla data in ordine crescente o decrescente.
Time zone	Fuso orario valido al momento dell'evento (pannello di controllo di Windows)
User	Utente registrato al momento della misurazione
Source	Differenziazione in base agli eventi nella gestione degli utenti o in ASpect PQ.
Description	Informazioni dettagliate sull'evento selezionato

Selezione della vista

Se l'audit trail è stato aperto nella finestra **User Management**, gli eventi vengono visualizzati sia in ASpect PQ sia nella gestione degli utenti. Nell'elenco View è possibile limitare la visualizzazione agli eventi in ASpect PQ o agli eventi amministrativi.

Se l'audit trail è stato aperto in ASpect PQ con la voce di menu **System | Audit Trail**, vengono visualizzati solo gli eventi verificatisi in ASpect PQ.

Filtri dell'audit trail

Se si clicca su **Filter**, è possibile cercare gli utenti connessi, i tipi di dati inseriti o gli intervalli di tempo. È inoltre possibile limitare la ricerca alle azioni relative a metodi, sequenze, risultati o fogli di lavoro. Cliccare su **Deactivate filter** per rimuovere le restrizioni del filtro impostato.

Aggiornamento dell'audit trail

Cliccare su **Refresh** per aggiornare l'elenco delle voci dell'audit trail. Ciò può essere necessario se vengono aggiunte ulteriori voci mentre la visualizzazione dell'audit trail è già aperta.

Stampa dell'audit trail

È possibile stampare l'audit trail. Se è stato applicato un filtro, vengono stampate solo quelle filtrate.

- ▶ Avviare la stampa della vista attuale dell'audit trail cliccando su **Print**. Viene visualizzata la finestra di stampa.
- ▶ Nell'elenco **Direct to** selezionare il formato di output.

- ▶ Avviare la stampa cliccando su **Start**.
 - ✓ L'output dell'audit trail avviene nel formato selezionato.

Esportazione dell'audit trail

È possibile esportare le voci dell'audit trail in un file CSV. La funzione di esportazione è disponibile solo se l'audit trail è stato aperto dalla gestione degli utenti. Se il filtro è attivo, vengono esportate solo le voci filtrate.

- ▶ Cliccare su **Export** per aprire la finestra **Select directory**.
- ▶ Immettere un percorso e un nome e confermare cliccando su **OK**.
 - ✓ Il file dell'audit trail viene esportato.

13.4 Firme elettroniche

In ASpect PQ si ha la possibilità di firmare elettronicamente i dati dei risultati. La firma finalizza il lavoro su un file; le successive modifiche del file comportano uno stato di firma non valido. I significati delle firme e la loro assegnazione a un livello di autorizzazione vengono definiti nelle impostazioni generali dell'amministrazione utenti. L'impostazione che consente a un utente di firmare un documento viene effettuata nell'account utente. Un utente può quindi firmare un documento, se questa funzione è stata attivata nel suo account utente e se il suo livello di autorizzazione prevede le firme.

Il processo di firma crittografa i file, assegnando loro uno stato di firma e i dati dell'utente firmatario. Inoltre, viene creato un file di firma crittografato con lo stesso nome del file dei risultati, ma con l'estensione ".sig". Questo file contiene le checksum del file dei risultati, compreso (se disponibile) il file dello spettro.

Il processo di firma crittografa i file, assegnando loro uno stato di firma e i dati dell'utente firmatario. Inoltre, viene creato un file di firma crittografato con lo stesso nome del file dei risultati, ma con l'estensione ".sig". Questo file contiene le checksum del file dei risultati.

Un file può essere firmato da più utenti.

Vedere a riguardo anche

- 📖 Configurazione delle impostazioni generali della gestione degli utenti [▶ 151]
- 📖 Configurazione dei livelli utente [▶ 150]

13.4.1 Firma dei risultati della misurazione

I file dei risultati delle misurazioni possono essere firmati elettronicamente nella finestra **Sign off**, una volta terminata la misurazione o dopo che il file viene caricato da utenti autorizzati.

Opzioni della finestra Sign off

Opzione	Descrizione
User ID	Nome di accesso dell'utente registrato al momento Il nome utente può essere modificato. Ciò consente la firma da parte di altri utenti.
Password	Password dell'utente
Meaning	Significato della firma L'elenco dei significati delle firme è definito dall'amministratore della degli utenti.
Comment	Commenti opzionali (max 256 caratteri)

Opzione	Descrizione
Sign off	Firma il documento con le impostazioni di cui sopra

Firma dei risultati

- ▶ Visualizzare i risultati della misurazione per la firma nella finestra principale del software.
- ▶ Selezionare la voce di menu **System | Sign off results**.
- ▶ Inserire il nome utente e la password.
- ▶ Selezionare il significato della firma.
- ▶ Cliccare su **Sign off**.
 - ✓ Vi verrà chiesto se la firma deve essere apportata o se il processo deve essere annullato. L'assegnazione della firma è confermata.

Vedere a riguardo anche

- 📖 Creazione di un nuovo account cliente [▶ 154]
- 📖 Configurazione delle impostazioni generali della gestione degli utenti [▶ 151]

13.4.2 Visualizzazione della firma

Durante l'anteprima o la stampa dei dati dei risultati firmati, alla fine del protocollo viene aggiunta una sezione **Signatures**. Questa sezione contiene tutte le firme elettroniche del file corrispondente:

Opzione	Descrizione
Issued by	Nome e cognome dell'utente e nome utente di chi ha firmato il file
Signed on	Data/ora di assegnazione della firma
Status	Lo stato della firma può avere uno dei seguenti significati: Valid I dati relativi alla firma e ai risultati sono completi e corretti. Le checksum calcolate dei file non presentano differenze rispetto alle checksum salvate nel file di firma al momento della firma. Invalid (missing or invalid signature file) Il file di firma associato al record di dati non è stato trovato o non è corretto. Invalid (TPS data) Il file dei risultati è stato modificato dopo la firma. Il confronto tra le checksum ricalcolate e quelle salvate mostra delle differenze. Invalid (SPK data) Il file con i dati grezzi degli spettri è stato modificato dopo la firma. Il confronto tra le checksum ricalcolate e quelle salvate mostra delle differenze.
Status	Lo stato della firma può avere uno dei seguenti significati: Valid I dati relativi alla firma e ai risultati sono completi e corretti. Le checksum calcolate dei file non presentano differenze rispetto alle checksum salvate nel file di firma al momento della firma. Invalid (missing or invalid signature file) Il file di firma associato al record di dati non è stato trovato o non è corretto. Invalid (TPS data) Il file dei risultati è stato modificato dopo la firma. Il confronto tra le checksum ricalcolate e quelle salvate mostra delle differenze.

Opzione	Descrizione
Meaning	Significato della firma
Comment	Commento facoltativo nella firma

13.5 Software AJ File Protection

Il software opzionale AJ File Protection protegge i file dalla manipolazione intenzionale e non intenzionale dei dati, ad esempio dalla loro cancellazione o modifica. Un driver di filtro consente l'accesso alle cartelle ad applicazioni autorizzate, mentre blocca l'accesso ad altre applicazioni. Il funzionamento degli antivirus e dei software professionali di replica, sincronizzazione o backup dei dati non viene compromesso se vengono rispettati gli standard Microsoft.

AJ File Protection deve essere installato e configurato dall'amministratore del sistema. La sua installazione richiede i diritti di amministratore.

Una descrizione dettagliata dell'installazione e della configurazione del software è disponibile sul supporto dati di installazione.

Insieme ai diritti separati per il salvataggio e l'esportazione automatici, il software AJ File Protection garantisce la completa sicurezza dei dati per la creazione, la registrazione e la valutazione dei metodi.

14 Manutenzione e cura dello spettrometro di emissione

L'utilizzatore non deve provvedere alla cura o alla manutenzione dell'apparecchio e dei suoi componenti in modo diverso da quanto qui indicato.

Per tutti i lavori di manutenzione, attenersi alle indicazioni contenute nel paragrafo "Indicazioni di sicurezza". L'osservanza delle indicazioni di sicurezza è un prerequisito fondamentale per un funzionamento senza anomalie. Attenersi sempre a tutte le avvertenze e alle indicazioni riportate sull'apparecchio stesso o visualizzate dal software di controllo.

Per garantire un funzionamento corretto e sicuro, Analytik Jena accomanda una verifica e una manutenzione annuali da parte del servizio di assistenza clienti.



AVVERTENZA

Pericolo di scossa elettrica

- Spegner l'apparecchio prima di qualsiasi lavoro di manutenzione e scollegare la spina di alimentazione.
Soltanto togliendo la spina di alimentazione si scollega l'apparecchio in modo sicuro dalla rete elettrica. Dopo lo spegnimento, alcune parti sono ancora sotto tensione.
 - Lasciare acceso l'apparecchio e il software di controllo solo se espressamente indicato nelle istruzioni di manutenzione.
-



ATTENZIONE

Rischio di lesioni agli occhi e alla pelle a causa di radiazioni elettromagnetica e ultraviolette

Il plasma emette radiazioni UV e radiazioni elettromagnetiche ad alta frequenza che possono causare gravi lesioni agli occhi e alla pelle nonché altri problemi di salute.

- Non bypassare i circuiti di sicurezza con le operazioni di manutenzione.
 - Verificare il funzionamento dei circuiti di sicurezza dopo aver eseguito i lavori di manutenzione.
-



ATTENZIONE

Pericolo di ustioni sulla torcia bollente

Il plasma è estremamente caldo. La torcia rimane molto calda dopo che il plasma è stato spento. Il contatto con la sua superficie calda può provocare lesioni.

- In seguito allo spegnimento del plasma, attendere 5 minuti. Solo allora è possibile toccare la torcia.
-

14.1 Panoramica della manutenzione

Strumento base

Intervallo di manutenzione	Misura di manutenzione
Ogni giorno e dopo i lavori di manutenzione	■ Controllare il livello della soluzione di risciacquo nel flacone, riempire il flacone ■ Controllare il livello nel flacone di scarico, svuotarlo ■ Eliminare lo sporco dalla camera dei campioni e dalla camera del plasma, ■ Controllare che la bobina di induzione e l'anello isolante non siano sporchi e, se necessario, pulirli. ■ Verificare che i vetri del sistema ottico di trasferimento nella camera del plasma non presentino segni di corrosione e sporco. All'occorrenza pulirle o sostituirle. ■ Controllare la tenuta e l'elasticità dei tubi flessibili della pompa, sostituirli se necessario.
Ogni settimana	■ Controllare la tenuta dei raccordi per gas ■ Pulire il gruppo valvole del sistema opzionale di introduzione del campione Cetac ASXPress Plus . ■ Controllare la presenza di usura nei tubi flessibili dell'acqua di raffreddamento
Ogni mese	■ Controllare che il filtro dell'aria sul retro dello strumento non sia sporco, all'occorrenza sostituirlo
Ogni anno	■ Controllare che il filtro dell'acqua nel circuito dell'acqua di raffreddamento non sia sporco, sostituirlo all'occorrenza e almeno una volta all'anno ■ Far sostituire il filtro dell'aria sotto la camera del plasma almeno una volta all'anno dal servizio clienti. Cambiarlo più frequentemente se il carico di polvere nel locale di installazione è elevato
All'occorrenza	Sostituire i vetri del sistema ottico di trasferimento nella camera del plasma: ■ quando sono visibili striature e residui di bruciatura ■ quando si verificano perdite di energia Controllare nuovamente la tenuta dei raccordi per il gas: ■ quando i raccordi vengono nuovamente collegati ■ quando il manometro indica una chiara perdita di pressione ■ quando il plasma non si accende o è accompagnato da un forte rumore Sostituire il tubo dell'argon se il tubo si è scolorito. Sostituire il filtro di ingresso del sistema opzionale di introduzione del campione Cetac ASXPress Plus: ■ quando il flusso dell'acqua di risciacquo diminuisce ■ quando la stazione di risciacquo dell'autocampionatore non si riempie completamente

Sistema di introduzione del campione

Intervallo di manutenzione	Misura di manutenzione
All'occorrenza	■ Pulire la torcia se è presente dello sporco visibile (in particolare una pellicola metallica o una colorazione fortemente biancastra del vetro al quarzo). Gli intervalli dipendono dal materiale analizzato e variano da una scadenza giornaliera a una annuale.

Intervallo di manutenzione	Misura di manutenzione
	■ Pulire il nebulizzatore quando la riproducibilità peggiora significativamente in assenza di altre circostanze o vi è una deriva della riga di base. Lo sporco si presenta con particolare frequenza se si utilizzano campioni dall'elevato contenuto salino o con sostanze in sospensione. ■ Pulire la camera di nebulizzazione secondo le istruzioni allegate se le prestazioni analitiche diminuiscono e, ad esempio, i limiti di rivelabilità si deteriorano. ■ Sostituire il corpo della torcia smontabile se è incrinato. Sostituire completamente la torcia monopezzo se danneggiata.

Autocampionatore

Intervallo di manutenzione	Misura di manutenzione
Ogni giorno e dopo i lavori di manutenzione	■ Pulire le superfici ■ Eliminare i residui di liquido dalla vasca ■ Verificare che il tubo del campione e la cannula non presentino depositi ■ Verificare la flessibilità e la tenuta dei tubi della pompa, all'occorrenza sostituirli
Ogni settimana	■ Pulire il recipiente di risciacquo

Refrigeratore a ricircolo

Intervallo di manutenzione	Misura di manutenzione
Ogni settimana e dopo i lavori di manutenzione	■ Controllare il livello dall'indicatore e rabboccare
Ogni sei mesi	■ Verificare la conduttività del fluido di raffreddamento
Ogni anno	■ Cambiare il refrigerante ogni anno e ogni volta che la conduttività aumenta superando i 50 ... 200 $\mu\text{S}/\text{cm}$

14.2 Pulizia della torcia smontabile



AVVERTENZA

Pericolo di corrosione da acqua regia

L'acqua regia è una miscela composta da acido cloridrico concentrato e acido nitrico in un rapporto 3:1. L'acqua regia è fortemente corrosiva e ha un effetto ossidante.

- Indossare occhiali e indumenti protettivi quando si produce e maneggia l'acqua regia. Lavorare sotto una cappa di estrazione.
- Seguire tutte le indicazioni e le specifiche riportate nelle schede di sicurezza degli elementi.



ATTENZIONE

Pericolo di ustioni sulla torcia bollente

Il plasma è estremamente caldo. La torcia rimane molto calda dopo che il plasma è stato spento. Il contatto con la sua superficie calda può provocare lesioni.

- In seguito allo spegnimento del plasma, attendere 5 minuti. Solo allora è possibile toccare la torcia.



ATTENZIONE

Pericolo di lesioni

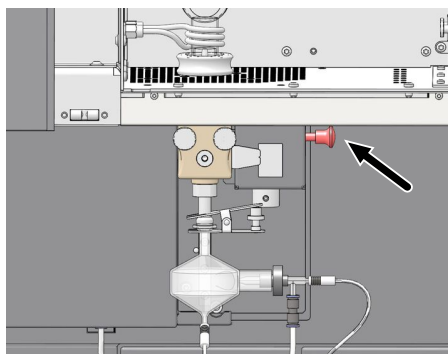
Quando si maneggiano parti in vetro sussiste il pericolo di lesioni dovute alla rottura del vetro.

- Prestare particolare attenzione alle parti in vetro.
- Indossare guanti antiscivolo che consentano una presa salda e sicura.

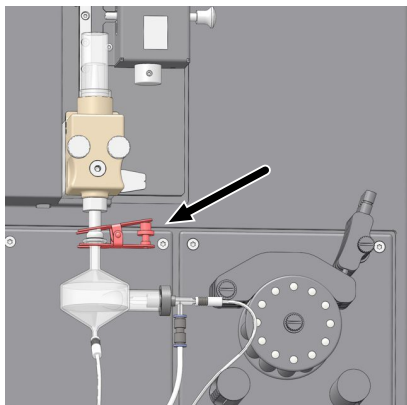
Pulire la torcia in caso di sporco visibile (depositi o incrostazioni). In base alla matrice del campione, potrebbe essere necessario effettuare la pulizia ogni giorno o a intervalli di tempo molto più lunghi (mensilmente).



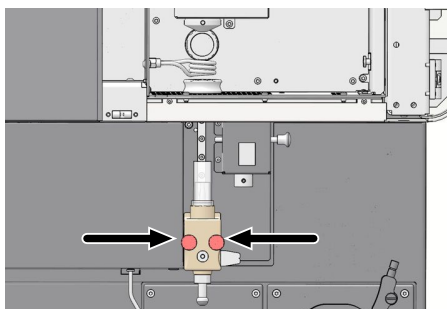
Fig. 3 Video: pulizia della torcia smontabile (disponibile nella guida online)



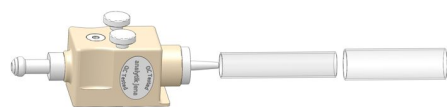
- Estrarre il bullone della molla della regolazione dell'altezza e con prudenza fare scivolare verso il basso il carrello di trasporto con la torcia sulla guida di regolazione.



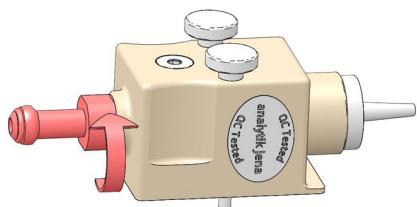
- ▶ Rimuovere il morsetto ed estrarre la camera di nebulizzazione.
- ▶ Abbassare con cautela la camera di nebulizzazione con il nebulizzatore.



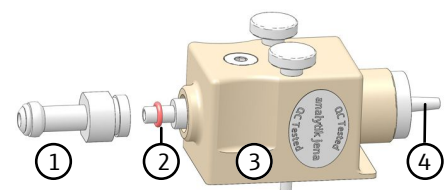
- ▶ Svitare la torcia dal carrello di trasporto sulla guida.



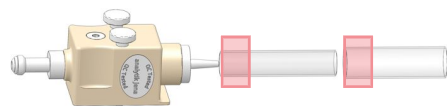
- ▶ Estrarre con cautela dal supporto prima il tubo esterno, quindi quello interno con un movimento rotatorio.
- ⚠ **ATTENZIONE!** I tubi al quarzo sono molto fragili e sono saldamente fissati sul connettore di vetro smerigliato del supporto. Per lo smontaggio della torcia, indossare guanti per la manipolazione del vetro.



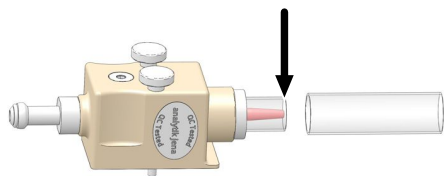
- ▶ Svitare il raccordo dal supporto.
- ▶ Con un movimento rotatorio sganciare l'iniettore dal raccordo.
- ▶ Immergere tutti i componenti di vetro in acqua regia per circa 12 ore.
- ▶ Sciacquare i componenti di vetro con acqua deionizzata ($< 1\mu\text{S}/\text{cm}$) e asciugarli con aria compressa o argon.



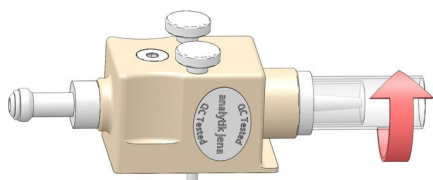
- ▶ Spingere l'O-ring (2) nel lato largo dell'iniettore per circa 1 cm.
- ▶ Inserire l'iniettore con l'O-ring nel raccordo (1).
- ▶ Spingere il raccordo con l'iniettore nel supporto (3). Avvitare fino in fondo il raccordo (1). Ciò sigillerà e regolerà correttamente l'iniettore.



- ▶ Ingrassare la giunzione a terra del tubo interno ed esterno nel quarto inferiore con il panno oleato in dotazione. Applicare l'olio con parsimonia. Posizionare i tubi in verticale e lasciar assorbire l'olio per circa 2 minuti.



- ▶ Spingere con attenzione il tubo interno nel corpo della torcia del supporto quanto più a fondo possibile. Mentre si fa questo, ruotare leggermente il tubo per assicurarsi che non si inclini e che il giunto di vetro smerigliato sia accuratamente sigillato.
- ▶ La punta dell'iniettore deve quindi essere esattamente a livello con il bordo esterno del tubo interno. La punta dell'iniettore non deve sporgere dal bordo esterno del tubo interno. La punta può tuttavia arrivare a 1 mm al massimo sotto al bordo esterno.
- ▶ Se non è stato possibile allineare correttamente la punta dell'iniettore:
 - Togliere il tubo interno dal supporto e allentare il collegamento a vite del raccordo.
 - Spingere l'iniettore nel supporto quanto più a fondo possibile. Deve essere qui vinta una leggera resistenza causata dalla guarnizione dell'O-ring.
 - In seguito, reinserire il tubo interno e controllare che l'iniettore sia correttamente sigillato.



- ▶ Inserire il tubo esterno con un movimento rotatorio nel corpo della torcia. Assicurarsi che il giunto smerigliato sia ben serrato.
- ▶ Rimontare la torcia.

14.3 Sostituzione del corpo della torcia

Il corpo della torcia smontabile deve essere sostituito soltanto se è incrinato. Durante la pulizia della torcia, verificare che il corpo non sia sporco di particelle o solventi. All'occorrenza, pulire il corpo della torcia.

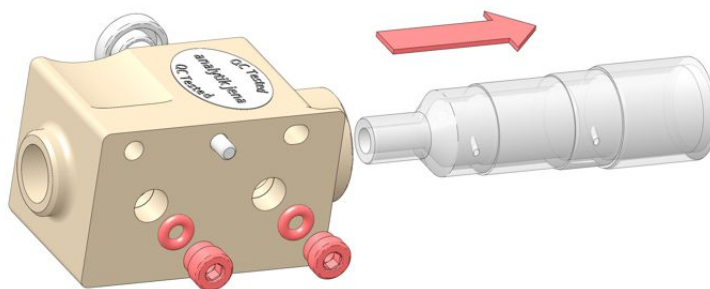
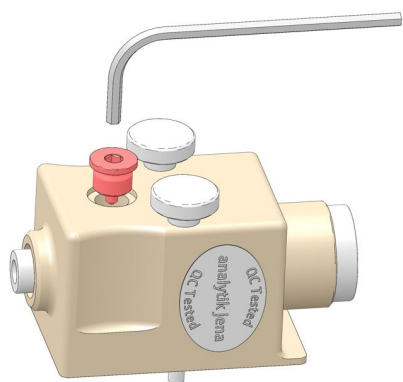
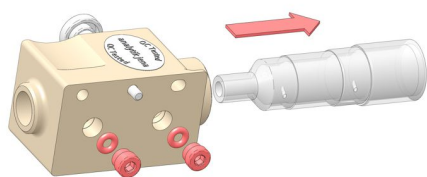


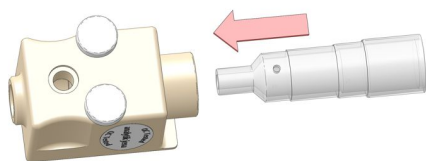
Fig. 4 Video: sostituzione del corpo in vetro (disponibile nella guida online)



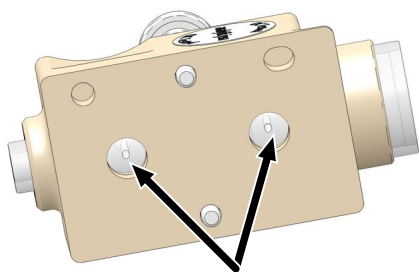
- ▶ Smontare la torcia come descritto.
- ▶ Svitare la vite a brugola bianca sulla parte anteriore del supporto. La vite fissa il corpo del vetro nella posizione corretta.



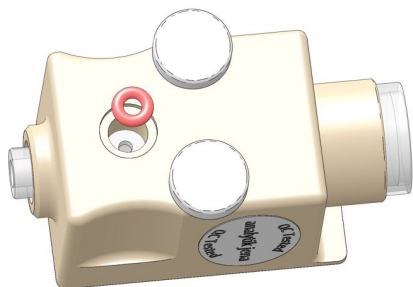
- ▶ Svitare entrambi i collegamenti dell'erogazione dell'argon sul retro del supporto.
- ▶ Estrarre il corpo della torcia dal supporto. Rimuovere ogni scheggia, se presente.
- ▶ Far uscire gli O-ring dal supporto.
- ▶ Rimuovere la polvere e i depositi dal supporto.



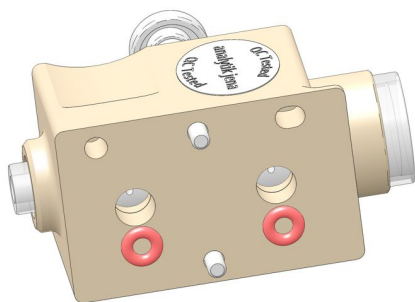
- ▶ Spingere il corpo della torcia nuovo o pulito nel supporto. Allineare il corpo della torcia per assicurarsi che il foro singolo sia visibilmente centrato nell'apertura frontale del supporto.



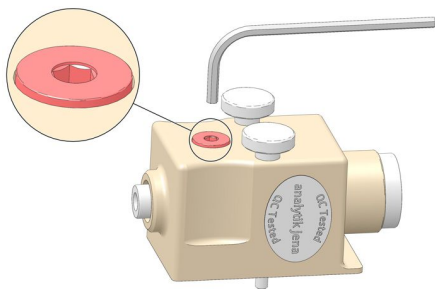
- ▶ Il corpo della torcia è allineato correttamente se i due fori inclinati per l'ingresso dell'argon si trovano al centro delle aperture che si trovano sul retro del supporto.



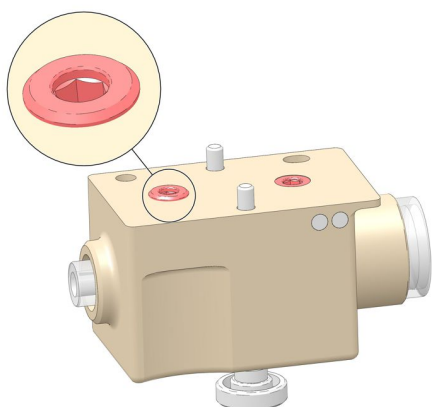
- ▶ Controllare gli O-ring. Sostituire gli O-ring usurati.



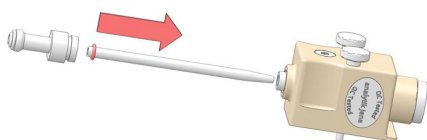
- Posizionare gli O-ring in ognuno dei tre fori delle viti e premere con attenzione sul corpo della torcia. Un O-ring si trova sul lato anteriore del supporto, due O-ring sul retro.



- Avvitare la vite a brugola bianca nell'apertura frontale finché non fuoriesce di circa 1 mm dalla superficie del supporto. L'O-ring non deve ancora premere contro il corpo della torcia. Il perno di chiusura deve fuoriuscire dal foro del corpo della torcia e quindi pre-centrare il corpo della torcia.
- Verificare che il foro angolato per l'ingresso dell'argon sia centrato rispetto all'O-ring.



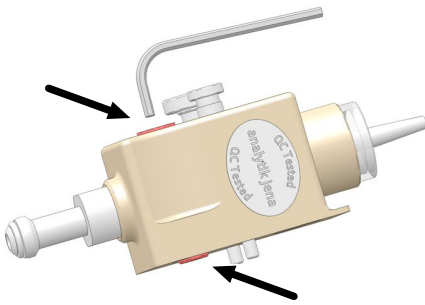
- Avvitare il raccordo del gas più corto (circa 7 mm) nell'apertura superiore affinché sia a livello con la superficie del sostegno.
- Avvitare il raccordo del gas più lungo (circa 8 mm) nell'apertura inferiore in modo che sporga di circa 1 mm dalla superficie del supporto.
- i** **NOTA!** I raccordi del gas sono di lunghezza diversa e non devono essere confusi. Avvitare i raccordi del gas solo fino a che sono a livello con la superficie del sostegno. In caso contrario, il corpo della torcia potrebbe rompersi quando i raccordi del gas sono avvitati.
- Verificare nuovamente che i due fori angolati siano centrati rispetto agli attacchi del gas avvitati.



- Spingere l'O-ring nel lato largo dell'iniettore per circa 1 cm.
- Spingere l'iniettore con un movimento rotatorio nel supporto.



- Avvitare il raccordo nel supporto quanto più a fondo possibile. Ciò sigillerà e regolerà correttamente l'iniettore. Durante l'avvitamento, si deve percepire soltanto la resistenza procurata dall'attrito della filettatura. Non esercitare alcuna pressione sul corpo della torcia.



- ▶ Avvitare il raccordo del gas (8 mm) e la vite a brugola bianca alternandole con un mezzo giro a testa. La vite a brugola deve fuoriuscire leggermente. Il raccordo del gas deve terminare a livello con il bordo superiore del supporto.
- ▶ Per controllare, svitare leggermente il pezzo di raccordo e riavvitarlo.
- ▶ Nel caso di una resistenza rilevante contro il corpo della torcia, svitare di circa 1 mm il raccordo del gas e la vite a brugola e ripetere la procedura di avvitamento alternato.
- ▶ Montare il tubo interno ed esterno Pulizia della torcia smontabile.

14.4 Manutenzione della torcia a singolo pezzo



AVVERTENZA

Pericolo di corrosione da acqua regia

L'acqua regia è una miscela composta da acido cloridrico concentrato e acido nitrico in un rapporto 3:1. L'acqua regia è fortemente corrosiva e ha un effetto ossidante.

- Indossare occhiali e indumenti protettivi quando si produce e maneggia l'acqua regia. Lavorare sotto una cappa di estrazione.
- Seguire tutte le indicazioni e le specifiche riportate nelle schede di sicurezza degli elementi.



ATTENZIONE

Pericolo di ustioni sulla torcia bollente

Il plasma è estremamente caldo. La torcia rimane molto calda dopo che il plasma è stato spento. Il contatto con la sua superficie calda può provocare lesioni.

- In seguito allo spegnimento del plasma, attendere 5 minuti. Solo allora è possibile toccare la torcia.



ATTENZIONE

Pericolo di lesioni

Quando si maneggiano parti in vetro sussiste il pericolo di lesioni dovute alla rottura del vetro.

- Prestare particolare attenzione alle parti in vetro.
- Indossare guanti antiscivolo che consentano una presa salda e sicura.

Pulizia della torcia monoblocco

È necessario pulire la torcia se è visibilmente sporca. È necessario sostituire gli anelli di tenuta solo se la torcia non è a tenuta di gas.

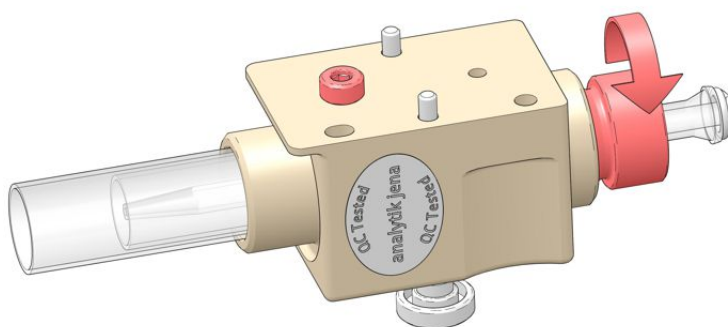
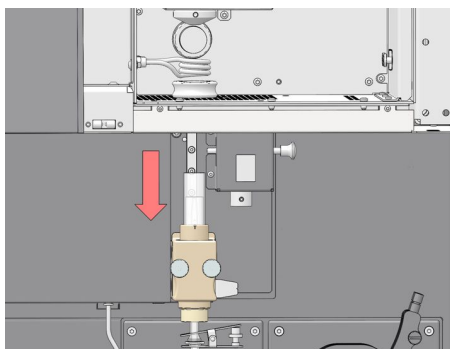
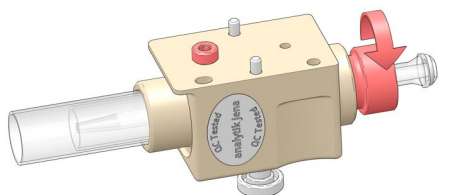


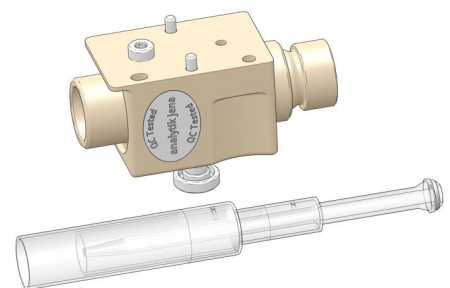
Fig. 5 Video: pulizia della torcia monoblocco, compresa la sostituzione degli anelli di tenuta (disponibile nella guida online)



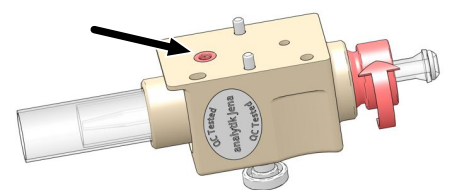
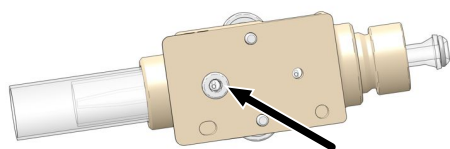
- ▶ Estrarre il bullone della molla della regolazione dell'altezza e con prudenza fare scivolare verso il basso il carrello di trasporto con la torcia sulla guida di regolazione.
- ▶ Rimuovere il morsetto ed estrarre la camera di nebulizzazione. Posizionare con attenzione la camera di nebulizzazione su un lato.
- ▶ Svitare la torcia dal carrello di trasporto Pulizia della torcia smontabile.



- ▶ Svitare leggermente l'attacco del gas sul retro del supporto.
- ▶ Allentare la vite di fissaggio sul supporto della torcia ruotandola una volta.



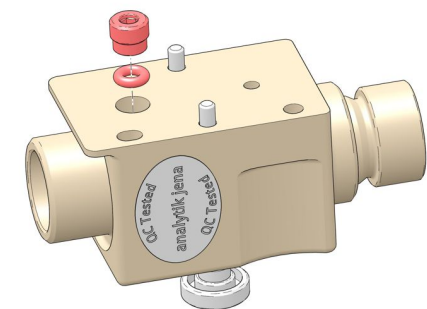
- ▶ Estrarre con cautela la torcia monoblocco dal supporto con un leggero movimento rotatorio.
- i** **NOTA!** La torcia può essere molto saldamente incastrata nel supporto. Indossare guanti per la manipolazione del vetro per toccare in sicurezza la torcia. Quando si estrae la torcia, non inclinarla.
- ▶ Immergere tutti i componenti di vetro in acqua regia per circa 12 ore.
- ▶ Sciacquare i componenti di vetro con acqua deionizzata ($< 1 \mu\text{S}/\text{cm}$) e asciugarli con aria compressa o argon.
- ▶ Spingere la torcia nel supporto quanto più a fondo possibile. Orientarla affinché l'apertura d'ingresso del gas della torcia sia centrata nell'apertura per il raccordo del gas (freccia) del supporto.



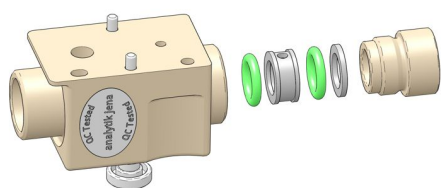
- ▶ Avvitare il raccordo del gas solo fino a che è a livello con la superficie del sostegno.
- i** **NOTA!** Pericolo di rottura del vetro! Non avvitare il raccordo del gas più a fondo in nessuna circostanza.
- ▶ Avvitare il raccordo nel supporto quanto più a fondo possibile. Per assicurare la tenuta del gas nella parte inferiore della torcia, la distanza tra la vite di fissaggio e il supporto non deve essere maggiore di 0,5 mm.

Sostituzione degli anelli di tenuta

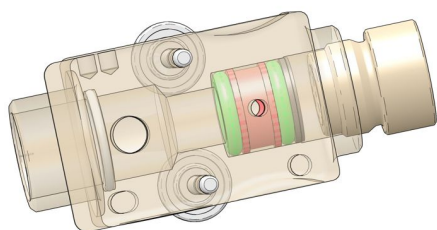
Se la torcia non è a tenuta di gas, si verificano problemi al momento dell'accensione del plasma. È quindi necessario controllare l'usura degli anelli di tenuta e sostituirli.



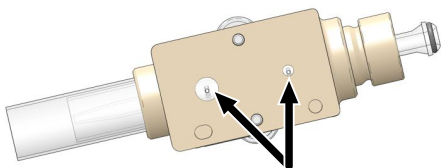
- ▶ Togliere la torcia dal suo supporto come descritto.
- ▶ Svitare il tappo dal raccordo del gas e rimuovere l'O-ring.



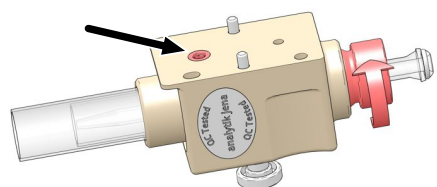
- ▶ Svitare il raccordo dal supporto della torcia.
- ▶ Rimuovere l'anello di pressione, i 2 O-ring e l'anello distanziatore dal supporto.
- ▶ Controllare gli O-ring. Sostituire gli anelli usurati.



- ▶ Reinserire gli anelli nell'apertura inferiore del supporto della torcia. Osservare la seguente sequenza:
O-ring verde – anello distanziatore – O-ring verde – anello di pressione piatto – vite di serraggio
- ▶ Ruotare l'anello distanziatore in modo che uno dei due fori sia allineato con la piccola apertura di ingresso del gas nel supporto della torcia.



- ▶ Spingere la torcia nel supporto quanto più a fondo possibile. Allo stesso tempo ruotarla affinché l'apertura d'ingresso del gas della torcia sia centrata nelle aperture del raccordo del gas (freccia) del supporto.
- ▶ Inserire l'O-ring nell'apertura più grande.



- ▶ Avvitare il raccordo del gas solo fino a che è a livello con la superficie del sostegno.
- ▶ **i** **NOTA!** Pericolo di rottura del vetro! Non avvitare il raccordo del gas più a fondo in nessuna circostanza.
- ▶ Avvitare il raccordo nel supporto quanto più a fondo possibile. Per assicurare la tenuta del gas nella parte inferiore della torcia, la distanza tra la vite di fissaggio e il supporto non deve essere maggiore di 0,5 mm.

14.5 Pulizia del nebulizzatore

Il nebulizzatore deve essere pulito se è ostruito da particelle o da alte concentrazioni di sale. Un indicatore del fatto che il nebulizzatore è ostruito è dato dall'aumento della pressione del gas vettore.



Fig. 6 Video: pulizia del nebulizzatore (disponibile nella guida online)

Controllo della pressione del gas vettore

- ▶ Con  aprire la finestra **Plasma | Control**.
- ▶ Raffrontare la percentuale corrente (pressione) del gas del nebulizzatore con il valore ottenuto dopo l'installazione del nuovo nebulizzatore o del nebulizzatore ripulito.
- ▶ Pulire il nebulizzatore come descritto qui sotto se la percentuale è cresciuta in modo significativo, per esempio di più della metà del valore originale, e pulirlo in ogni caso quando si raggiunge il 75%.

Pulizia del nebulizzatore

Pulire il nebulizzatore utilizzando l'utensile specifico per la pulizia del nebulizzatore. Tale utensile può essere ordinato diretta presso Analytik Jena. L'utensile è adatto al nebulizzatore standard con o senza connessione al gas installata in modo permanente.

Viene fornito in dotazione un utensile specifico per la pulizia del nebulizzatore particolarmente adatto al nebulizzatore PFA (HF Kit) e il nebulizzatore opzionale dal percorso parallelo.

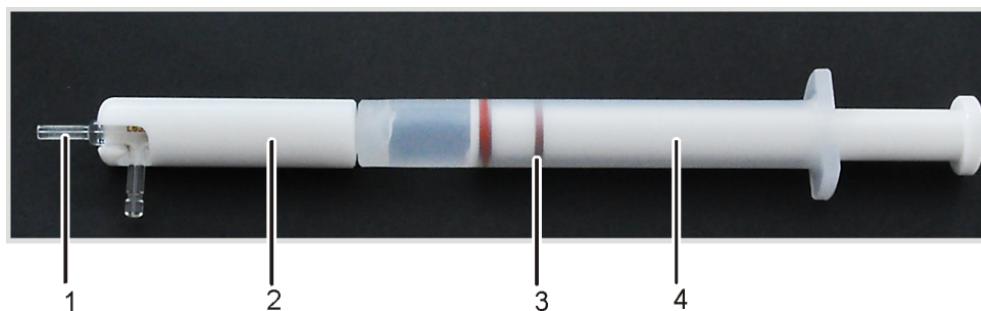


Fig. 7 Utensile per la pulizia del nebulizzatore

- | | |
|----------------------|------------------------------|
| 1 Nebulizzatore | 2 Supporto del nebulizzatore |
| 3 Primo O-ring rosso | 4 Siringa |



AVVERTENZA

Pericolo di avvelenamento da metanolo

Il metanolo è tossico se inalato, ingerito e se entra in contatto con la pelle. Allo stato liquido e gassoso è facilmente infiammabile.

- Indossare occhiali e indumenti protettivi quando si lavora con il metanolo. Lavorare sotto una cappa di estrazione.
- Tenere lontano il metanolo da calore, scintille, fiamme libere e superfici calde.
- Seguire tutte le indicazioni e le specifiche riportate nella scheda di sicurezza.

- ▶ Svitare la siringa dal supporto del nebulizzatore.
- ▶ Inserire il nebulizzatore nel supporto. Spingere il nebulizzatore con la punta in avanti nel supporto fino a che il raccordo laterale del gas vettore non si appoggi sulla scanalatura del supporto.
- ▶ Riempire la siringa di metanolo. Estrarre il pistone dal primo O-ring rosso.
- ▶ Avvitare la siringa sul supporto del nebulizzatore.
- ▶ Tenere l'utensile per la pulizia del nebulizzatore su di un recipiente e spingere il pistone nella siringa. Il metanolo dovrebbe scorrere fuori da entrambi i supporti dei raccordi.
- ▶ Per rimuovere le particelle incastrate dalla cannula del nebulizzatore:
 - Chiudere l'ingresso del campione con un dito, per sciacquare via le particelle dall'ugello del gas vettore.
 - Chiudere quindi il raccordo del gas vettore con un dito. Questo aumenta la pressione all'ingresso del campione.
- ▶ Svitare la siringa dal supporto del nebulizzatore. Aspirare l'aria nella siringa.
- ▶ Riavvitare la siringa sul supporto del nebulizzatore.
- ▶ Premere lo stantuffo nella siringa per rimuovere i residui di metanolo dal nebulizzatore.
- ▶ Rimuovere il nebulizzatore dal supporto. Collegare il nebulizzatore alla camera di nebulizzazione.
- ▶ Lasciare fluire l'argon fuori dal nebulizzatore per almeno 3 minuti prima di utilizzarlo per la prossima analisi.

14.6 Pulizia e decontaminazione della camera dei campioni e della camera del plasma

È responsabilità del gestore garantire che venga effettuata un'adeguata decontaminazione nel caso lo strumento analitico sia stato contaminato all'esterno o all'interno da sostanze pericolose. Quando si lavora con materiale infettivo, prestare particolare attenzione e garantire la massima pulizia, poiché lo strumento analitico non può essere decontaminato integralmente.

- ▶ Spegnerne il plasma tramite il software. Dopo lo spegnimento del plasma, attendere almeno 5 minuti prima di toccare i componenti della camera del plasma.
 - ⚠ ATTENZIONE! Rischio di ustioni sui componenti caldi della camera del plasma.
- ▶ Pulire lo strumento analitico con un panno umido e non gocciolante. In caso di sporco più ostinato, utilizzare un tensioattivo disponibile in commercio.

- ▶ Provvedere all'eliminazione di schizzi, gocce o quantità di liquido di maggiore entità con materiale assorbente come cotone, panni per laboratorio o cellulosa.
- ▶ In presenza di impurità biologiche, pulire i punti interessati con un disinfettante idoneo, come ad es. la soluzione Incidin-Plus. Poi asciugare le aree pulite, passandole con un panno.
- ▶ L'alloggiamento si presta solo a essere disinfettato mediante strofinamento. Se il flacone del disinfettante impiegato è provvisto di una testina di spruzzo, spruzzare il disinfettante su un panno adatto.

Pulire i vetri del vano plasma e il cono se i componenti sono visibilmente contaminati da depositi di campione.

- ▶ Pulire i vetri e il cono con un panno di carta umido.
- ▶ Asciugare con carta assorbente.

14.7 Pulizia e sostituzione dei vetri della camera del plasma

I vetri che si trovano nella camera del plasma di fronte al sistema ottico di trasferimento devono essere sostituiti nel caso in cui la loro trasmissione si sia seriamente deteriorata, specialmente nella gamma UV. La pulizia dei vetri solitamente non ripristina la permeabilità UV. Gli effetti della pulizia variano con la lunghezza d'onda. È necessario prevedere una perdita media del 30% nel vuoto UV. Nella gamma visibile, è solitamente possibile un ripristino completo della trasparenza.



AVVERTENZA

Pericolo di corrosione da acqua regia

L'acqua regia è una miscela composta da acido cloridrico concentrato e acido nitrico in un rapporto 3:1. L'acqua regia è fortemente corrosiva e ha un effetto ossidante.

- Indossare occhiali e indumenti protettivi quando si produce e maneggia l'acqua regia. Lavorare sotto una cappa di estrazione.
- Seguire tutte le indicazioni e le specifiche riportate nelle schede di sicurezza degli elementi.



ATTENZIONE

Rischio di ustioni sulla bobina di induzione e sulla torcia

Il plasma è estremamente caldo. Anche dopo aver spento il plasma, la bobina di induzione e la torcia sono ancora molto calde. Il contatto con la sua superficie calda può provocare lesioni.

- Prima di eseguire la manutenzione dei vetri della camera del plasma, spegnere il plasma tramite il software.
- In seguito allo spegnimento del plasma, attendere 5 minuti. Solo a questo punto è possibile lavorare nella camera del plasma.



NOTA

Pericolo per la finestra al quarzo a causa del sudore della mano e degli ultrasuoni

Le impronte si imprime sulla superficie della finestra al quarzo e compromettono la permeabilità.

- Non toccare con le dita le estremità delle finestre al quarzo. Togliere immediatamente ogni impronta digitale con etanolo.
- Non pulire le finestre al quarzo con un bagno a ultrasuoni. La trasparenza all'ultravioletto della finestra ne può venire ridotta.

Pulizia dei vetri

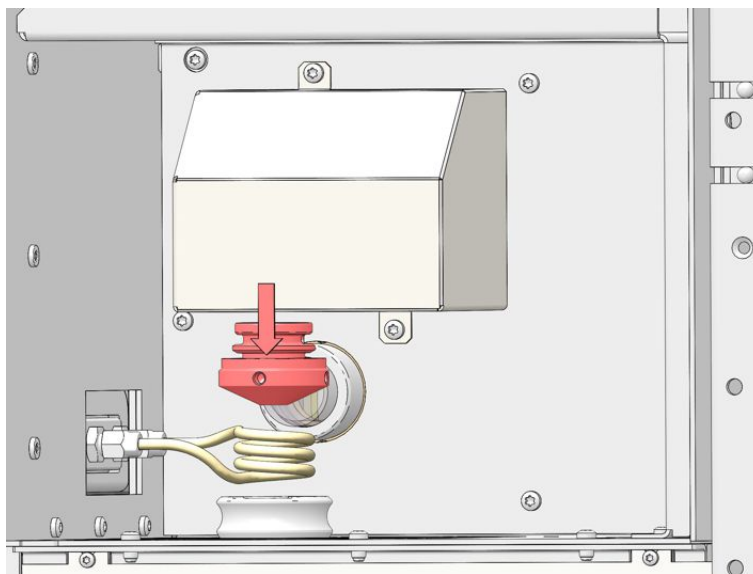


Fig. 8 Video: pulizia e sostituzione dei vetri della camera del plasma (disponibile nella guida online)

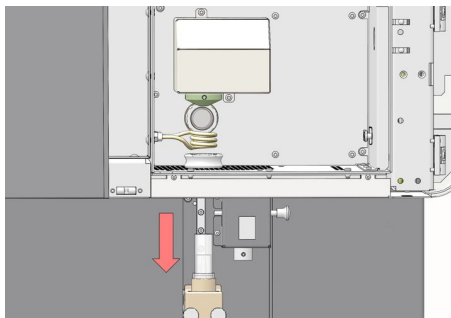
- ▶ Prima di procedere a una pulizia approfondita, rimuovere i vetri dallo strumento, vedi descrizione.
- ▶ Pulire i vetri con acqua, un detergente tensioattivo disponibile in commercio e un battuffolo di cotone.
- ▶ In alternativa, pulirle con acqua regia.
 ⚠ **AVVERTENZA!** Osservare le indicazioni di sicurezza per l'uso dell'acido concentrato.
- ▶ Risciacquare i vetri puliti con acqua.
- ▶ Asciugare nel flusso del gas (argon o aria compressa).

Controllo della permeabilità

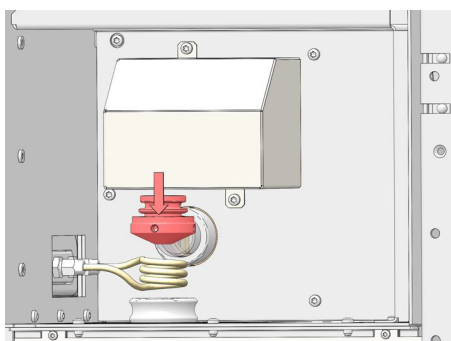
Dopo la pulizia, verificare la permeabilità dei vetri nella gamma UV.

- ▶ Selezionare un metodo di routine.
- ▶ Selezionare 3 righe, una nell'intervallo UV inferiore, una nell'intervallo di lunghezza d'onda medio e una in quello superiore.
- ▶ Per un campione QC, determinare le intensità con queste 3 lunghezze d'onda e registrare i risultati in una scheda QC o in una tabella.
- ▶ Quando i limiti di rivelabilità necessari non possono più essere raggiunti, pulire o sostituire i vetri.

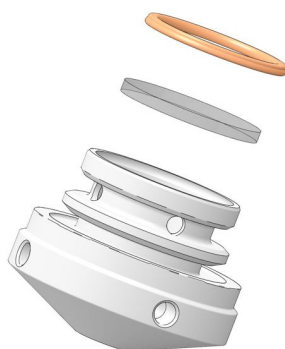
Sostituzione del vetro nel cono Il vetro nel cono serve per l'osservazione radiale.



- ▶ Prima della pulizia: spegnere il plasma tramite il software ASpect PQ cliccando su  nella barra degli strumenti. In alternativa, con  aprire la finestra **Plasma** e cliccare su **Plasma off**. Lasciare raffreddare la bobina a induzione e la torcia per 5 minuti.
- ▶ Dalla finestra **Spectrometer** del software accedere alla scheda **Parameters** e attivare il risciacquo rapido tramite il pulsante **on**. Il risciacquo previene la contaminazione dello spettrometro dovuta all'aria del laboratorio. Se possibile, spegnere l'aspirazione del laboratorio durante la pulizia.
- ▶ Spostare la torcia verso il basso dalla posizione operativa. Queste misure precauzionali servono a impedire danni alle parti in vetro durante l'installazione del cono.



- ▶ Pulire il cono con un panno umido, quindi asciugarlo.
- ▶ Svitare il cono ruotandolo in senso orario con la chiave a gancio in dotazione. Se il vetro è incastrato nella struttura, vedere di seguito la descrizione.
- ▶ Se possibile, chiudere l'apertura del sistema ottico durante la pulizia, ad esempio con una pellicola di plastica, per evitare di sporcare il sistema ottico.



- ▶ Pulire o sostituire i vetri.
 - ▶ Inserire un vetro nuovo o il vetro pulito nel cono e installare un anello di tenuta.
 - ▶ Sostituire l'anello di tenuta usurato.
 - ▶ Avvitare saldamente il cono nell'apertura del cono nella camera del plasma.
- i** **NOTA!** Se il cono è allentato non verrà raffreddato a sufficienza e si corroderà rapidamente.

Se il vetro è incastrato nell'alloggiamento:

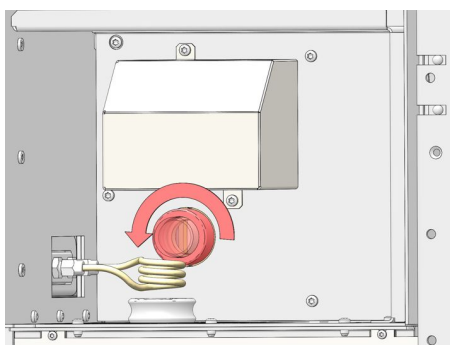
- ▶ tenere una mano con un guanto sotto l'apertura del cono.
- ▶ Inserire con cautela un'unghia della mano con il guanto o una bacchetta (di legno o plastica) nella fessura tra il vetro e l'alloggiamento e fare leva per estrarre il vetro. Il vetro si sfila all'indietro.
- ▶ Tenere il vetro mentre si sfila dall'alloggiamento.
- ▶ Togliere l'anello di tenuta dall'alloggiamento.

Manutenzione del vetro orizzontale

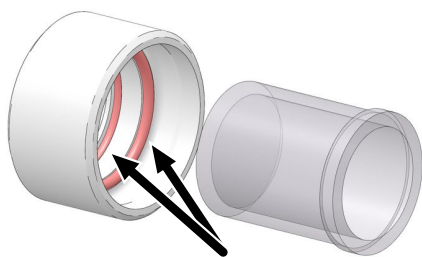
Il vetro orizzontale serve per l'osservazione radiale.

- ▶ Prima della pulizia: spegnere il plasma tramite il software ASpect PQ cliccando su  nella barra degli strumenti. In alternativa, con  aprire la finestra **Plasma** e cliccare su **Plasma off**. Lasciare raffreddare la bobina a induzione e la torcia per 5 minuti.

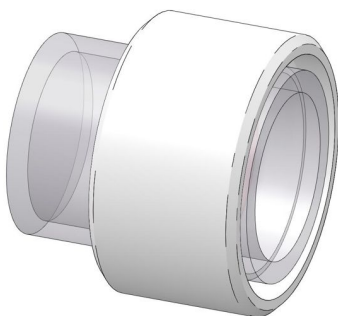
- ▶ Dalla finestra **Spectrometer** del software accedere alla scheda **Parameters** e attivare il risciacquo rapido tramite il pulsante **on**.
Il risciacquo previene la contaminazione dello spettrometro dovuta all'aria del laboratorio.
Se possibile, spegnere l'aspirazione del laboratorio durante la pulizia.
- ▶ Spostare la torcia verso il basso dalla posizione operativa.
Queste misure precauzionali servono a impedire danni alle parti in vetro durante l'installazione del cono.



- ▶ Rimuovere il cono con il vetro per accedere meglio al vetro orizzontale.
- ▶ Svitare il supporto del vetro in senso antiorario.
- ▶ Premere il vetro per farlo uscire dall'alloggiamento.
- ▶ Pulire il vetro, se necessario:
 - Pulire con acqua e un tensioattivo disponibile in commercio utilizzando un batuffolo di cotone.
 - Sciacquare con acqua e asciugare nel flusso del gas (argon o aria compressa).



- ▶ Verificare l'usura degli anelli di tenuta e sostituirli se necessario.



- ▶ Inserire un vetro nuovo o un vetro pulito nel supporto. Si veda la nota sull'inserimento della finestra qui sotto. Nel farlo, non toccare con le dita le estremità.
La parte anteriore può essere coperta con il cappuccio protettivo in dotazione per evitare la contaminazione durante l'inserimento.
- ▶ Riavvitare il supporto nell'apertura della camera del plasma dello strumento analitico.

Nota sull'inserimento del vetro orizzontale:

- Il vetro può essere inserito nel supporto in vari modi. Il supporto è progettato in modo tale che il vetro possa essere spostato di 9,5 mm così da posizionarlo in modo ottimale.
- Fare scorrere il vetro sul fondo quanto più possibile per minimizzarne l'appannamento causato dal plasma.
- Fare scorrere il vetro quanto più vicino possibile alla torcia soltanto se si vuole ottenere i limiti di rivelabilità minimi nel vuoto UV con l'osservazione radiale. In tal caso, però, sussiste il rischio che il vetro si appanni più rapidamente, causando una deriva. Pertanto, nel caso dell'UV del fondo, è preferibile effettuare misurazioni con osservazione assiale, al fine di ottenere i limiti di rivelabilità più bassi possibile.

14.8 Verifica della presenza di eventuali perdite nel sistema del gas

Controllare la tenuta a scadenza settimanale o prima di rimettere in funzione lo strumento analitico, se questo è stato in precedenza scollegato dal sistema di erogazione del gas. A tale scopo, chiudere la valvola di arresto del sistema di erogazione del gas e controllare la pressione con il manometro installato a valle. Se la pressione diminuisce rapidamente, ricercare perdite nel sistema di erogazione del gas.

- ▶ Aprire la valvola di arresto.
- ▶ Applicare un liquido fortemente schiumoso (ad es. soluzione di sapone) sui raccordi. Se all'avvio si formano bolle di schiuma nei raccordi del gas, scollegare l'erogazione del gas.
- ▶ Controllare che i raccordi del gas siano ben saldi in sede. Svitare il tappo a chiusura rapida e controllare l'anello di tenuta. Sostituire gli anelli di tenuta usurati.
- ▶ Reinserire il tubo nel raccordo del gas rispettando il corretto posizionamento, quindi controllare nuovamente la presenza di perdite.

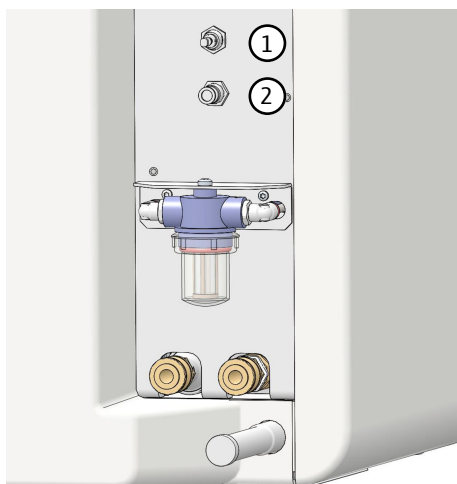


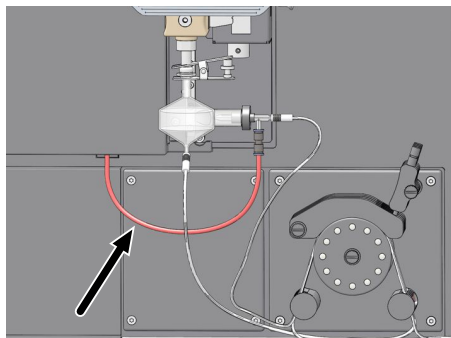
Fig. 9 Raccordi per gas

1 Gas ausiliario (ossigeno)

2 Argon

14.9 Sostituzione del tubo dell'argon

Il tubo per l'erogazione di argon al nebulizzatore potrebbe scolorirsi nel tempo. In tal caso, il tubo deve essere sostituito.



- ▶ Scollegare il tubo dell'argon dal raccordo nella camera dei campioni. Spingere in alto l'anello colorato sul connettore a spina e spingere in basso il tubo.
- ▶ Scollegare il tubo dell'argon, compreso il connettore a spina, dall'ingresso del gas del nebulizzatore. Altrimenti: Svitare il tubo dell'argon, compreso il connettore a vite, dal nebulizzatore.
- ▶ Collegare un nuovo tubo flessibile con connettore al nebulizzatore.
- ▶ Inserire il tubo dell'argon nel raccordo della camera dei campioni.

14.10 Sostituzione del filtro dell'aria

L'apertura del filtro dell'aria si trova sul retro dello strumento analitico. Controllare il filtro mensilmente e sostituirlo se eccessivamente sporco. Controllare soprattutto la parte inferiore del filtro per verificare che non sia sporca.

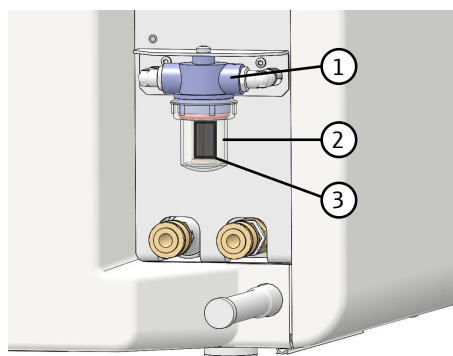
Un filtro molto sporco può ridurre la dissipazione del calore dallo strumento. Il surriscaldamento può danneggiare i componenti.



- ▶ Rimuovere il vassoio portacampioni.
- ▶ Cassetto aperto.
- ▶ Estrarre i filtri sporchi dal supporto nel cassetto.
- ▶ Inserire i nuovi filtri nel cassetto.
- ▶ Spingere il cassetto all'interno dello strumento analitico.
- ▶ Fissare nuovamente il vassoio portacampioni allo strumento analitico utilizzando i perni di posizionamento.

14.11 Sostituzione del filtro dell'acqua

Il filtro dell'acqua si trova sul retro dello strumento analitico. Controllare mensilmente la cartuccia filtrante all'interno del filtro per verificare un'eventuale contaminazione, e pulire la cartuccia come richiesto. Sostituire la cartuccia almeno una volta all'anno, e in caso questa sia fortemente contaminata. Utilizzare soltanto cartucce fornite da Analytik Jena.



- ▶ Spegnerlo strumento base e il refrigeratore a ricircolo mediante l'interruttore di accensione.
- ▶ Preparare un becher grande.
- ▶ Svitare il contenitore del filtro (2) in senso orario dal filtro dell'acqua (1). Tenere un tovagliolo di carta sotto.
- ▶ Posizionare il filtro a tazza nel becher.
- ▶ Rimuovere la cartuccia filtrante (3).
- ▶ Sciacquare il filtro a tazza e la cartuccia sotto l'acqua corrente. Sostituire la cartuccia se necessario.
- ▶ Inserire la cartuccia filtrante nuova o pulita dal basso nel filtro dell'acqua. Riavvitare il filtro a tazza.

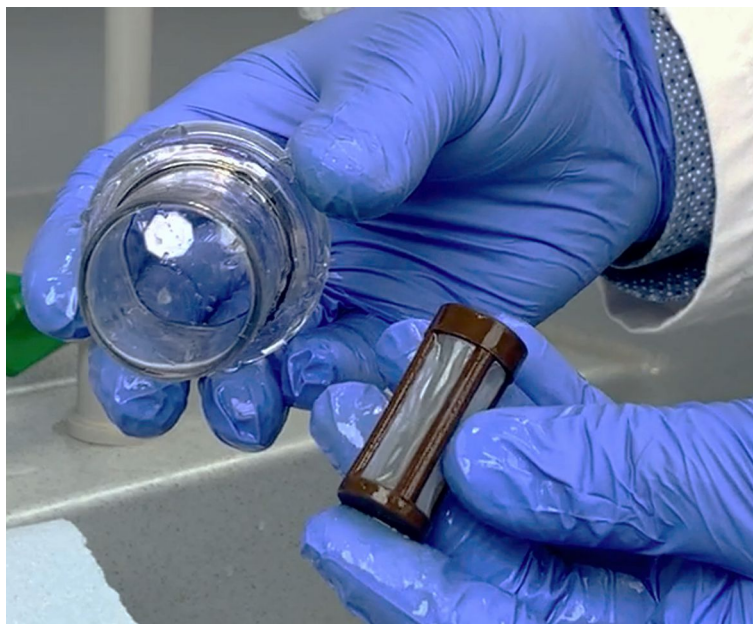


Fig. 10 Video: pulizia del filtro dell'acqua sotto l'acqua corrente (disponibile nella guida online).

14.12 Manutenzione dell'autocampionatore ASPQ 3300

14.12.1 Sostituzione della cannula e del tubo del campione

Gli autocampionatori vengono forniti con una cannula alla quale è fissato il tubo di campionamento. Cannula e tubo del campione vengono sempre sostituiti assieme.

- ▶ Spegner l'autocampionatore mediante l'interruttore di alimentazione.
- ▶ Scollegare il raccordo tra il tubo del campione dell'autocampionatore e dello strumento base.
- ▶ Estrarre con attenzione il tubo del campione dalle guide sull'autocampionatore.
- ▶ Svitare la cannula dal supporto sull'autocampionatore. Togliere dal supporto sull'autocampionatore la cannula assieme al tubo del campione e ai raccordi.
- ▶ Preparare la nuova cannula con tubo del campione:
 - Infilare il raccordo (1) nel tubo del campione.
 - Spingere sulla cannula il cono di tenuta con profilo conico con il lato più stretto verso il basso. Posizionare il cono di tenuta vicino al bordo superiore della cannula.
 - Spingere sulla cannula la vite cava (3) dal basso. Avvitare assieme la vite cava e il raccordo (1).
- ▶ Inserire la cannula nel supporto dell'autocampionatore. Fissare dal basso la cannula con il raccordo (4) nel supporto. Per farlo, avvitare assieme i raccordi (1) e (4).
- ▶ Infilare il tubo del campione attraverso le guide del tubo dell'autocampionatore Messa in funzione del campionario.

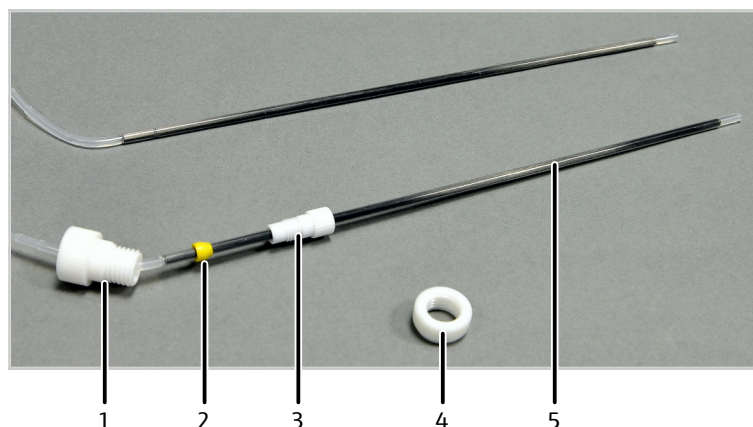


Fig. 11 Sostituire la cannula e il tubo del campione dell'autocampionatore

- | | |
|---|-------------------------------------|
| 1 Raccordo (fissaggio sul supporto) | 2 Cono di tenuta |
| 3 Vite cava | 4 Raccordo (fissaggio sul supporto) |
| 5 Cannula con tubo del campione (un solo pezzo) | |

14.12.2 Sostituzione dei tubi della pompa di lavaggio



ATTENZIONE

Pericolo di corrosione nella fase di sostituzione di un tubo

Nei tubi ci possono essere ancora piccole quantità di soluzioni acide.

- Indossare guanti e indumenti protettivi quando si cambiano i tubi.
- Raccogliere con un panno assorbente il liquido che fuoriesce.

Sostituzione dei tubi

- ▶ Spegner l'autocampionatore mediante l'interruttore di alimentazione.
 - ▶ Posizionare un contenitore poco profondo o del materiale assorbente sotto il recipiente di risciacquo.
 - ▶ Allentare i morsetti della pompa e abbassarli.
 - ▶ Sganciare i tubi della pompa e rimuoverli dai collegamenti con il recipiente di risciacquo.
 - ▶ Estrarre i tubi di collegamento per la soluzione di risciacquo e gli scarti dai tubi della pompa.
 - ▶ Collegare il tubo della pompa per la soluzione di risciacquo al connettore di entrata più in basso (1a) del recipiente di risciacquo. Posizionare i tubi della pompa sopra il blocco di fissaggio del tubo da sopra e stringere tra i due tappi. Collegare il tubo di ingresso della soluzione di risciacquo all'altra estremità del tubo (1b). Immergere il tubo di aspirazione nella soluzione di risciacquo.
 - ▶ Collegare il tubo della pompa per lo scarico al connettore di uscita più in alto (2a) del recipiente di risciacquo. Posizionare il tubo della pompa sopra il blocco del tubo da sotto, e stringere tra i due tappi. Collegare il tubo di scarico all'altra estremità del tubo (2b). Inserire il tubo di scarico nella bottiglia di scarico.
- i** **NOTA!** Prestare attenzione alla direzione di pompaggio! La pompa ruota in senso orario.
- ▶ Fissare i morsetti sopra i tubi della pompa mediante la leva di serraggio.

- Controllare la velocità di pompaggio e se necessario regolarla tramite pressione di contatto o velocità della pompa.

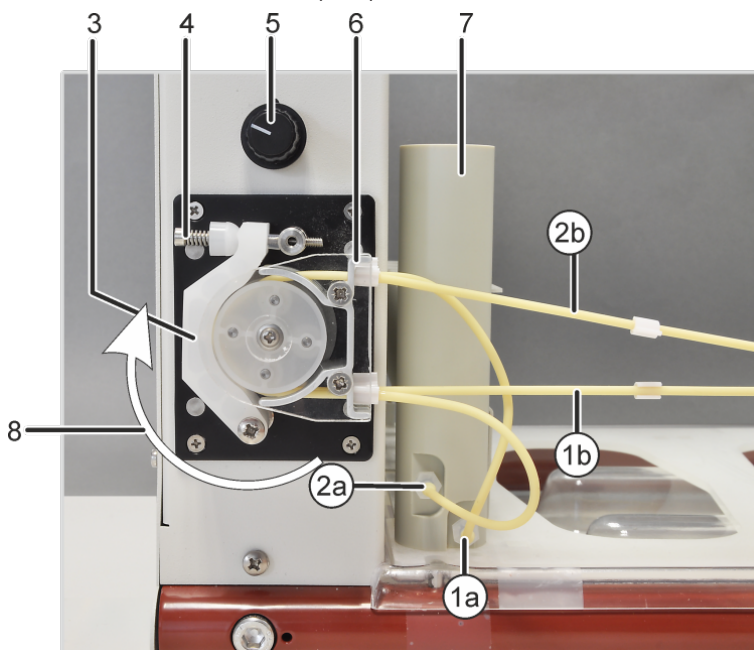


Fig. 12 Recipiente di lavaggio e pompa del campionatore

- | | |
|---|--|
| 1a Connettore di entrata per soluzione di lavaggio del recipiente di lavaggio | 1b Tubo di collegamento alla soluzione di lavaggio |
| 2a Connettore di scarico del recipiente di lavaggio | 2b Tubo di collegamento al contenitore di scarico |
| 3 Morsetto | 4 Leva di serraggio con molla |
| 5 Regolatore di velocità della pompa | 6 Blocco di fissaggio dei tubi della pompa |
| 7 Recipiente di lavaggio | 8 Rotazione della pompa |

Regolazione della pressione di contatto e della portata

La pressione effettiva sul tubo viene regolata con la leva di serraggio. Per massimizzare la vita utile dei tubi e le prestazioni della pompa, impostare la pressione di contatto come segue:

- Allentare la vite della leva di serraggio finché i morsetti non esercitano più pressione sui tubi.
- Immergere il tubo di aspirazione nella soluzione di lavaggio. Inserire il tubo di scarico nel flacone di scarico.
- Accendere lo strumento base e l'autocampionatore mediante l'interruttore di alimentazione. Avviare il software di controllo.
- Cliccare sul pulsante **Autosampler** e nella finestra **Autosampler** passare alla scheda **Function tests**. Attivare l'opzione **Wash pump** e uscire dalla finestra con **OK**.
- Serrare la vite della leva di serraggio finché la soluzione di risciacquo non comincia a scorrere. Serrare la vite con un ulteriore giro.
- Regolare allo stesso modo la pressione sul tubo della pompa per lo scarico.
- Regolare nuovamente la portata della pompa mediante la manopola. Il livello del liquido nell'autocampionatore dovrebbe rimanere costante e non dovrebbe traboccare un'eccessiva quantità di liquido di risciacquo.
- Nella finestra **Autosampler** disattivare l'opzione **Wash pump**.

14.12.3 Sostituzione dei fusibili

Sostituire i fusibili del campionatore come segue:

- ▶ Spegnerne il campionatore mediante l'interruttore di accensione.
- ▶ Estrarre il portafusibili. Per fare ciò, inserire la lama di un cacciavite nell'alloggiamento del portafusibili e spingere in fuori il supporto con molta attenzione.
- ▶ Sostituire i fusibili di rete difettosi. Utilizzare solo fusibili di tipo T 5 A H 250 V, 5 x 20 mm.
- ▶ Inserire il fusibile nella clip contrassegnata con una freccia (si veda la figura).
- ▶ Collegare il cavo di alimentazione e la spina seriale (HOST) al campionatore.
- ▶ Spegnerne il campionatore mediante l'interruttore di accensione.

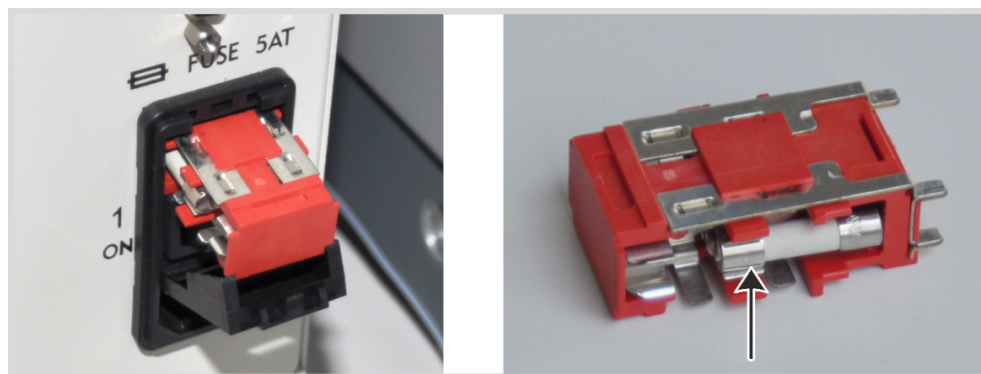


Fig. 13 Sostituzione dei fusibili del campionatore

14.13 Manutenzione del refrigeratore a ricircolo: cambio dell'acqua di raffreddamento



AVVERTENZA

Danni alla salute da additivo dell'acqua di raffreddamento

Il biocida utilizzato è corrosivo e può causare sensibilizzazione cutanea da contatto.

- Indossare occhiali e indumenti protettivi, in particolare guanti di protezione, quando si maneggia l'additivo dell'acqua di raffreddamento.
- Seguire tutte le indicazioni e le specifiche riportate nella scheda di sicurezza.



NOTA

Pericolo di danni all'apparecchio da corrosione e crescita di alghe

L'uso di additivo per l'acqua di raffreddamento è l'unico modo realmente efficace per evitare danni al dispositivo dovuti alla corrosione o a contaminazione biologica.

Si esclude la rivendicazione dei diritti di garanzia in caso di danni al dispositivo riconducibili al mancato utilizzo dell'additivo nell'acqua di raffreddamento.

- Preparare sempre l'acqua di raffreddamento con l'apposito additivo fornito da Analytik Jena (418-13-410-540).

L'acqua di raffreddamento deve essere cambiata almeno una volta all'anno. L'acqua di raffreddamento deve essere sostituita ogni volta che la conduttività aumenta superando i 50 ... 200 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

- ⇒ Mezzi ausiliari necessari: 10 l di acqua deionizzata/distillata, set additivo per l'acqua di raffreddamento del refrigeratore a ricircolo, recipiente adatto in vetro, plastica o acciaio inossidabile per mescolare l'acqua di raffreddamento, secchio per contenere il refrigerante scaricato
- ▶ Dissolvere il contenuto di entrambi i flaconi del set di additivi per acqua di raffreddamento (biocida e antincrostante) in 10 l di acqua.
- ▶ Nel software di controllo ASpect PQ, avviare la procedura guidata per il cambio dell'acqua di raffreddamento. Per farlo, selezionare la voce di menu **Extras | Maintenance** e cliccare sul pulsante **Change**.
- ▶ Seguire le istruzioni della procedura guidata:
 - Spegnerne il refrigeratore a ricircolo.
 - Rimuovere il collegamento di ritorno dell'acqua di raffreddamento del refrigeratore a ricircolo e tenere il tubo nel contenitore (secchio).
 - Accendere nuovamente il refrigeratore a ricircolo e lasciarlo in funzione fino al termine del flusso del fluido di raffreddamento, ossia quando fuoriesce soltanto spray.
 - Ricollegare il tubo al collegamento di ritorno dell'acqua di raffreddamento del refrigeratore a ricircolo.
 - Svitare il tappo di sigillatura dall'apertura del serbatoio e inserire l'imbuto.
 - Versare nel serbatoio il refrigerante preparato fino a raggiungere il simbolo del livello massimo.
 - Accendere il refrigeratore a ricircolo e verificare l'indicatore del livello. Il livello cala quando la pompa è in funzione.
 - Continuare a riempire lentamente il serbatoio con il fluido di raffreddamento finché il livello non si stabilizza poco sotto il segno.
 - Rimuovere l'imbuto e sigillare l'apertura con il tappo a vite.
 - Confermare la chiusura nella procedura guidata.
- ▶ Attendere il messaggio nella procedura guidata che indica che il fluido di raffreddamento è stato sostituito.
- ▶ Uscire dalla procedura guidata.

15 Supplemento

15.1 Descrizione dei contrassegni utilizzati nella visualizzazione dei valori

Nota	Significato	Valori	Output
> Cal	Il valore medio è maggiore dell'intervallo di lavoro della curva di calibrazione	Valori medi	Finestra delle sequenze e dei risultati
< Cal	Il valore medio è minore dell'intervallo di lavoro della curva di calibrazione	Valori medi	Sequenza e finestra dei risultati
< LOD	Il valore è minore del limite di rivelabilità	Valori medi	Finestra delle sequenze e dei risultati
< LOQ	Il valore è minore del limite di determinazione e maggiore del limite di rivelabilità	Valori medi	Finestra delle sequenze e dei risultati
RSD!	Il valore medio non è compreso nell'intervallo della deviazione standard relativa specifica.	Valori medi	Finestra delle sequenze e dei risultati
RR!	Il valore medio non è compreso nell'intervallo relativo specifico	Valori medi	Finestra delle sequenze e dei risultati
Factor!	Il limite del fattore di ricalibrazione per la curva di calibrazione è stato superato	Curva di calibrazione	Finestra delle sequenze e dei risultati
$R_2(\text{adj.})$ o R	La qualità della regressione $R_2(\text{adj.})$ o R (a seconda della selezione nella finestra Options Analysis sequence) della curva di calibrazione è inferiore al valore specifico.	Curva di calibrazione	Finestra delle sequenze e dei risultati Finestra Calibration
#MAN.	Il valore individuale è stato escluso manualmente dal calcolo dei valori medi.	Valori singoli	Finestra Sample single values
#COR.	Il valore singolo è stato automaticamente escluso dal calcolo dei valori medi dal test dei valori erratici di Grubbs	Valori singoli	Finestra Sample single values