FullTech Instruments
www.fulltech.it

Dr. Maurizio Dal Farra
Mob : +39 347.89.85.102
maurizio.dal_farra@alice.it

TITAN AFS 8220 – AS 60

* BREVE GUIDA OPERATIVA *

Check dello Strumento :

- **Sequenza quotidiana di accensione ed avvio** **Pag. 2**
- **Manutenzione normale** **Pag. 3**
- **Sequenza di installazione** **Pag. 3**

Preparazione delle Soluzioni

- **Carrier & Riducente** **Pag. 4**
- **Standards & Campioni** **Pag. 5**

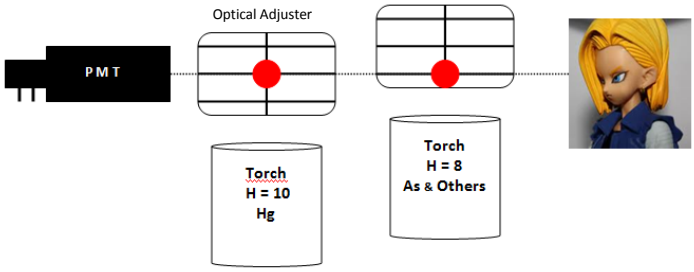
Guida al SoftWare **Pag. 6 – 25**

Schema di montaggio comparto pompa peristaltica **Pag. 26**

Foto AFS 8220 & AS60 **Pag. 27 - 28**

Elenco Consumabili e Ricambi **Pag. 29 – 30**

Certificato CE **Pag. 31**



- ✓ Controllare che lo Spettrofotometro sia spento.
- ✓ Inserire, fino a fine corsa, le lampade a catodo cavo previste per le successive analisi.
- ✓ Accendere lo Spettrofotometro e controllare gli allineamenti del PMT e delle lampade secondo quanto riportato nella figura a lato e servendosi dell' **Optical Adjuster** in dotazione.
  - ☞ I valori riportati in figura potrebbero differire leggermente (1 o 2 mm) da strumento a strumento. Verificare quelli più appropriati allo Spettrofotometro in uso.
- ✓ Aprire il gas regolando la pressione di uscita dal secondo stadio a 250 - 300 kPa.
- ✓ Accendere il PC ed avviare il SW. Deve apparire la pagina di Diagnostica. Avviare i controlli con il pulsante **Diagnosis** e al termine uscire, con **Return,** nella pagina di inizio del SoftWare.
- ✓ Aprire un metodo già esistente con il pulsante Open o costruirne uno nuovo iniziando dalla scelta degli Element (andare alla Pag. 9 per una più ampia descrizione dei parametri del Metodo).
- ✓ Verificare la risposta del PMT alle lampade dal Tool-Bar con RUN → HCL Energy → Show e poi, a esito positivo, **Return**.
  - ☞ E' sempre consigliabile verificare il corretto funzionamento di lampade e PMT per essere certi che il SW renda operativi gli elementi scelti (vedere sezione **Elements** Pag. 8)
- ✓ Inserire nella pompa peristaltica i tubi di aspirazione del Campione/Carrier e del Riducente e dello scarico e chiudere le leve.
- ✓ Caricare a livello con acqua distillata il 2° Gas Liquid Separator (all' interno del comparto torcia – Fig 05 Pag 27).
- ✓ Collegare il puntale di vetro al capillare di aspirazione del Campione/Carrier.
- ✓ Inserire di qualche centimetro il puntale nel braccio dell' AutoCampionatore.
- ✓ Controllare il corretto allineamento del puntale nella posizione 1 del piatto con la procedura **Test**. In caso di non corretto allineamento, allentare la vite di fermo con la chiave a brugola in dotazione e correggere la rotazione. Eseguire di nuovo il controllo dell' allineamento con la procedura **Test** (vedi Pag. 10 → **Measurements**)
- ✓ Ad allineamento eseguito, inserire il puntale di prelievo fino al segno rosso.
- ✓ Accendere la spirale di riscaldamento della torcia con il pulsante **Flame On** del tool-bar.
- ✓ Dall' accensione della torcia e prima di procedere con le analisi, è consigliabile una attesa di almeno 20 minuti.
- ✓ Prima di procedere con le analisi, è opportuno eseguire un lavaggio dei canali con una soluzione al 5% di HNO_3 in modo da eliminare ogni eventuale residuo presente nei tubi di aspirazione. Per questo può essere utilizzato il programma Washing (vedere più avanti).

CHECK DELLO STRUMENTO

Manutenzione Normale

- ✓ Controllare lo stato dei tubi della pompa peristaltica. In caso di usura sostituire con i seguenti tubi :
  - ❖ Campione & Carrier : Giallo/Blu 1.52 x 0.75 mm
  - ❖ Riducente : Rosso/Rosso 1.14 x 0.82 mm
  - ❖ Scarico : Nero/Bianco 3.18 x 0.9 mm – due tubi
- ✓ Controllare la pulizia del primo e del secondo Gas Liquid Separator. Se necessario smontarli e pulirli con HNO_3 al 10% e quindi acqua UP.
- ✓ Prima di avviare una sessione di analisi è utile aspirare c.a 50 mL di HNO_3 al 5% seguiti da acqua UP.
- ✓ Una lavaggio completo a fine sessione può essere eseguito con 50 mL di HNO_3 al 10% e HF allo 0.2% seguiti da 100 mL di acqua UP. Lasciare andare ancora il sistema fino a completo svuotamento dei tubi ed aprire quindi le due leve della pompa peristaltica
- ✓ In caso di soste prolungate aumentare il volume di acqua di lavaggio per una completa pulizia del 1° Gas Liquid Separator. Svuotare il più possibile i tubi facendo andare la pompa a vuoto. Aprire le due leve della pompa peristaltica.
- ✓ Per un lavaggio prolungato è possibile costruire un opportuno metodo e salvarlo sul DeskTop per un uso immediato. Più avanti, Pag. 21, viene descritto come costruire il metodo.

Sequenza di Installazione

- ✓ Collegare il cavo di comunicazione : Strumento – AutoCampionatore.
- ✓ Collegare il cavo di comunicazione : Strumento – PC Porta Seriale (default Com1).
- ✓ Inserire nei relativi supporti le due lampade in dotazione e collegare i cavi di alimentazione alle prese.
- ✓ Accendere lo Strumento, verificare la comunicazione con l' AutoCampionatore e l'accensione delle lampade (nel caso della lampada al Mercurio potrebbe essere necessario l' uso dell' accenditore piezoelettrico).
- ✓ Collegare, con il tubo nero in dotazione, l' attacco gas sul retro dello strumento alla linea del gas Argon : regolare il riduttore a 250 - 300 kPa.
- ✓ Montare i tubi della pompa peristaltica, montare il 1° Gas Liquid Separator e quindi il mixer (Foto 04 - Pag 26).
- ✓ Avvitare un tubo corto, in dotazione, nel foro libero del 2° Gas Liquid Separator (Foto 05 – Pag 27).
- ✓ Accendere il PC, caricare il programma dal CD in dotazione dello Spettrofotometro, avviare il SW AFS e verificare la comunicazione PC - AFS – AutoCampionatore (si avvia automaticamente la pagina di Diagnostica).
- ✓ In caso di mancata comunicazione tra PC e Spettrofotometro deve essere risolto un problema di conflitto con la porta Seriale del PC. Dal Pannello di Controllo, verificarne una libera e nel SW dello Strumento premere **:** Option → Instrument and User Information → Com Port No → impostare il valore della Com trovata libera sul PC.
- ✓ Riavviare il SW dello Strumento : si dovrebbe attivare automaticamente la pagina di Diagnostica a conferma della corretta comunicazione. In caso contrario controllare il cavo di comunicazione USB/RS232 o i relativi Drivers.
- ✓ Controllare l' allineamento del PMT
- ✓ Controllare l' allineamento delle lampade inserite (vedi descrizione della procedura nella sezione seguente)
- ✓ Controllare l' accensione della spiralina della torcia. In caso di mancata accensione, spegnere lo Spettrofotometro, sostituirla e ripetere la procedura di accensione.

PREPARAZIONE DELLE SOLUZIONI : CARRIER & RIDUCENTE

Mercurio

Altezza Torcia : 10-12 mm
Carrier : HCl al 3 % in acqua UP
Riducente : $NaBH_4$ allo 0.05% in NaOH allo 0.5%
Standard in HCl al 3 % stabilizzati con Bicromato allo 0.05 %

Arsenico

Altezza Torcia 7-8 mm
Carrier : HCl al 5 % in acqua UP
Riducente : $NaBH_4$ allo 2 % in NaOH allo 0.5 %
Standard in HCl al 10% + KI 1% + Ac. Ascorbico 0.5%

Selenio

Altezza Torcia 7-8 mm
Carrier : HCl al 5 % in acqua UP
Riducente : $NaBH_4$ allo 2 % in NaOH allo 0.5%
Standard in HCl 1:1

Antimonio

Altezza Torcia 7-8 mm
Carrier : HCl al 5 % in acqua UP
Riducente : $NaBH_4$ allo 2 % in NaOH allo 0.5%
Standard in HCl al 10% + KI 1% + Ac. Ascorbico 0.5%

Piombo

Altezza Torcia 7-8 mm
Carrier : HCl al 2 % in acqua UP
Riducente : $NaBH_4$ allo 2 % in NaOH al 1 % + $K_3Fe(CN)_6$ al 2 %
Standard in HCl al 2%

Cadmio

Altezza Torcia 7-8 mm
Carrier : HCl al 3 % in acqua UP
Riducente : $NaBH_4$ allo 4 % in NaOH allo 0.5 %
Standard in HCl al 3% + $CoCl_2$ al 0.1 %

Stagno

Altezza Torcia 7-8 mm
Carrier : HCl al 2 % in acqua UP
Riducente : $NaBH_4$ allo 2 % in NaOH allo 0.5%
Standard in HCl al 2%

Note : l' analisi di elementi in tracce a livello di ppt impone che vengano utilizzati materiali e reattivi particolarmente puliti e, quando possibile, testati. L' uso di materiale in polipropilene usa & getta è molto vantaggioso e può essere anche economico, ma deve garantire gli Standard di pulizia richiesti per queste analisi.

In tutte le reazioni del sistema AFS viene utilizzato il $NaBH_4$ in soluzione di NaOH per la sua stabilizzazione. Utilizzare, quando possibile, confezioni piccole di riducente conservate al buio. La soluzione di riducente deve essere preparata sciogliendo prima la soda nel volume di acqua UP necessario e solo dopo aggiungere la quantità necessaria di $NaBH_4$. Anche in soluzione basica $NaBH_4$ tende lentamente a decomporsi. In caso di routine gravose è consigliabile non preparare grandi quantità di riducente ma preparare quantitativi adatti a lavorare per non oltre 2 ÷ 3 ore (dipende dalle condizioni ambientali del laboratorio).

La soluzione di NaOH può essere sostituita con KOH che presenta per altro una cinetica più veloce di dissoluzione. Utilizzare la stessa concentrazione percentuale.

PREPARAZIONE DELLE SOLUZIONI : STANDARDS & CAMPIONI

Gli Standards devono essere assolutamente preparati con stato di ossidazione specificato qui di seguito :

Mercurio ^{II}

Il Mercurio deve essere preferibilmente allo stato di ossidazione superiore II. Campioni e Standards devono essere preparati preferibilmente in ambiente ossidante (HNO_3) e stabilizzati con $K_2Cr_2O_7$ allo 0.05% finale. La stabilizzazione con $K_2Cr_2O_7$ assicura anche la durata nel tempo delle soluzioni di Mercurio. Per tempi di conservazione brevi, poche ore, l' uso di HCl non comporta alcun inconveniente.

Arsenico ^{III}

L' Arsenico, per formare l' idruro, deve essere ridotto allo stato di ossidazione inferiore III. Gli Standard devono essere preparati direttamente in ambiente riducente (HCl 10% + KI 1% + Ac. Ascorbico 0.5%) anche da As^{III} facilmente reperibile in commercio. Consentire la riduzione a freddo per circa 1 ora. In alternativa Standards e Campioni, prima di essere analizzati, possono essere trattati anche con Tiourea (1%) e Acido Ascorbico (2%) a 80 °C per almeno 40'.

☞ Dopo le analisi con campioni trattati con KI eseguire un accurato lavaggio con 100 mL c.a dei tubi di aspirazione con HNO_3 al 10%.

Selenio ^{IV}

Il Selenio, per formare l' idruro, deve essere ridotto allo stato di ossidazione inferiore IV. Il Selenio^{IV} non e' reperibile come Standard e pertanto deve essere ridotto come i campioni.
Il Campione/Standard deve essere diluito 1:1 con HCl concentrato e riscaldato a 70-80 °C per circa 40'.

Antimonio ^{III}

L' Antimonio, per formare l' idruro, deve essere ridotto allo stato di ossidazione inferiore III. Gli Standard devono essere preparati direttamente in ambiente riducente (HCl 10% + KI 1% + Ac. Ascorbico 0.5%) anche da Sb^{III} facilmente reperibile in commercio. Consentire la riduzione a freddo per circa 1 ora. In alternativa Standards e Campioni, prima di essere analizzati, possono essere trattati anche con Tiourea (1%) e Acido Ascorbico (2%) a 80 °C per almeno 40'.

☞ Dopo le analisi con campioni trattati con KI eseguire un accurato lavaggio con 100 mL c.a dei tubi di aspirazione con HNO_3 al 10%.

Piombo ^{II}

Il Piombo per formare l' idruro necessita di ambienti catalizzati. Gli Standard possono essere preparati direttamente in ambiente riducente (HCl 2%) con Pb^{II} facilmente reperibile in commercio. I Campioni devono essere preparati in HCl al 2%. Carrier HCl al 2%. Riducente $NaBH_4$ al 2% in NaOH al 1% e $K_4Fe(CN)_6$ al 2%.

Cadmio ^{II}

Il Cadmio si trova praticamente sempre allo stato di ossidazione corretto II. I campioni non necessitano pertanto di trattamento anche se quando possibile è preferibile un ambiente riducente di HCl al 3%. Il Cadmio richiede un catalizzatore di Co.

Stagno ^{II}

Lo Stagno, per formare l' idruro, deve essere ridotto allo stato di ossidazione inferiore II. Gli Standard possono essere preparati direttamente in ambiente riducente (HCl 5%) con Sn^{II} facilmente reperibile in commercio. I Campioni/Standards deve essere diluito 1:1 con HCl concentrato e riscaldato a 70-80 °C per circa 40'. Le soluzioni possono essere quindi diluite per le analisi richieste.

GUIDA AL SOFTWARE

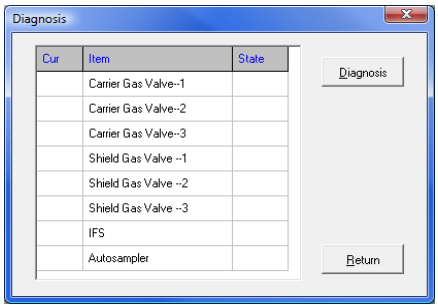
Elenco Argomenti

- Avvio del SoftWare Pag. 6
- Finestre del Tool-bar Pag. 7
- Open Pag. 8
- Element Pag. 8
- Param Pag. 9
- IFS Pag. 12
- Standards Pag. 13
- Sample Pag. 14
- Analyze Pag. 19
- Curve Pag. 21
- Recalc Pag. 23
- Report Pag. 23
- Data Pag. 24
- Foto Pag. 25

Avvio del SoftWare

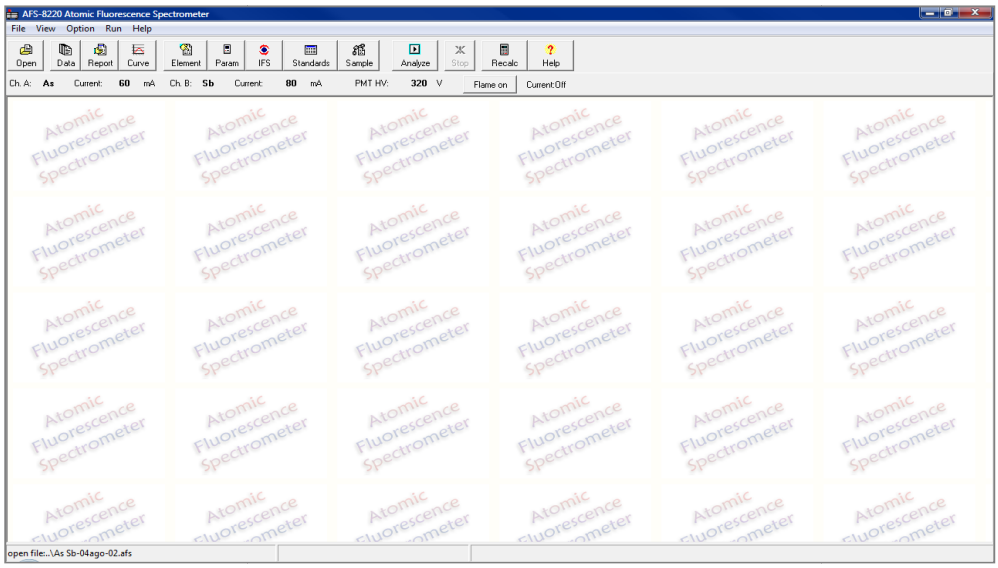
Nel Desktop del PC, collegato allo Spettrofotometro, doppio click sull' icona per avviare il SoftWare di controllo e gestione.

Se le comunicazioni sono corrette, compare la prima pagina del SoftWare, ma immediatamente dopo, si sovrappone a questa la pagina di Diagnostica. Premere il pulsante **Diagnosis** per verificare il corretto funzionamento delle valvole di controllo del gas. In caso positivo compariranno le spunte ✓ nella colonna di stato in corrispondenza di ciascuna voce.

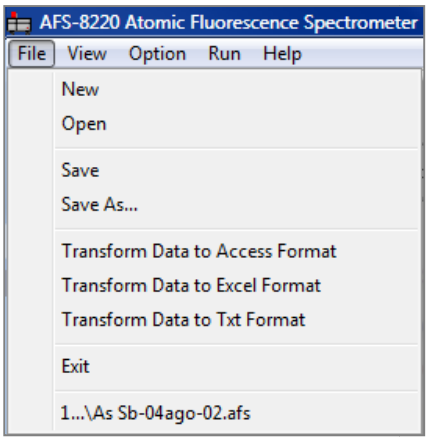


Premere il pulsante **Return** per uscire dalla pagina di **Diagnosis** e tornare alla pagina principale del SoftWare.

La pagina iniziale del SoftWare dell' AFS 8220-AS 60

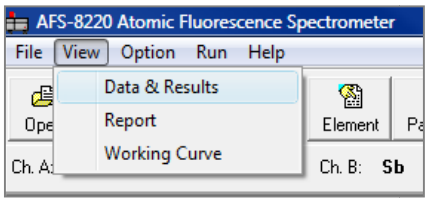


Finestre del Tool-Bar



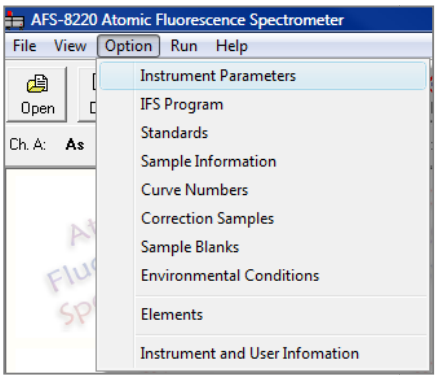
Selezionando **File** si apre la finestra a lato :

- **New :** porta a costruire un nuovo metodo
- **Open :** apre, da una cartella opportuna, un metodo archiviato
- **Save :** salva il file in uso con lo stesso nome e nella stessa cartella
- **Save As :** salva il file in uso con nome nuovo e in una cartella a scelta
- **Trasform Data to Acces Format :** memorizza i dati registrati in formato accessibile con Access
- **Trasform Data to Excel Format :** memorizza i dati registrati in formato accessibile con Excel
- **Trasform Data to Txt Format :** memorizza i dati registrati in formato accessibile con File Testo
- Exit : esce dal SoftWare AFS
- **1...\As Sb-04ago-02.afs :** file usato di recente. Fino a un massimo di 4 nomi



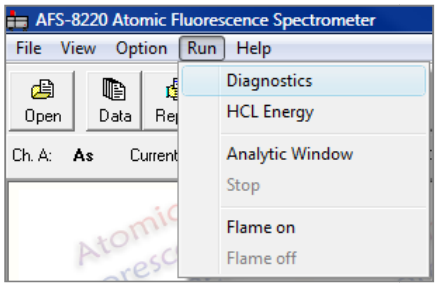
Selezionando **View** si apre la finestra a lato :

- **Data & Results :** visualizza la pagina dei Dati Originali e dei Risultati
- **Report :** apre la pagina per la costruzione di un report analitico
- **Working Curve :** apre la pagina di visualizzazione delle calibrazioni registrate durante le analisi



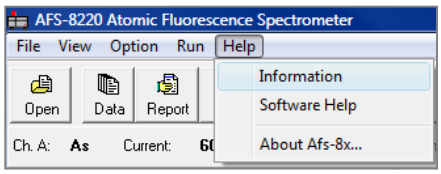
Selezionando **Option** si apre la finestra a lato :

- **Instrument Parameters :** si apre la pagina dei Parametri Strumentali
- **IFS Program :** apre la pagina delle impostazioni IFS
- **Standards :** apre la pagina di inserimento degli Standards
- **Sample Informations :** apre la pagina di inserimento delle informazioni relative ai campioni
- **Curve Numbers :** apre la pagina di definizione dei diversi intervalli di lavoro degli Standards
- **Correction Samples :** apre la pagina di inserimento delle Correzioni dei Campioni
- **Sample Blanks :** apre la pagina di inserimento delle correzioni dei Bianchi
- **Environmental Conditions :** apre la pagina per l' introduzione dei dati dell' Operatore, del Laboratorio, ambientali e la pagina delle Note
- **Elements :** apre la pagina degli Elementi/Lampade
- **Instrument and User Information :** apre la pagina informativa dello strumento, del relativo SN e della Porta Com in uso.



Premendo **Run** si apre la pagina a lato :

- **Diagnostic :** apre la pagina di Diagnostica delle valvole
- **HCL Energy :** apre la pagina di controllo dell' energia delle Lampade
- **Analytic Window :** apre la pagina di analisi
- **Stop :** ferma l' analisi in corso
- **Fame On :** accende la spiralina della torcia
- **Flame Off :** spegne la spiralina della torcia



Premendo **Help** si apre la finestra a lato :

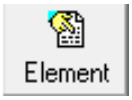
- **Information :** apre la pagina sulle procedure con un AFS
- **SoftWare Help :** apre la pagina di guida all' utilizzo del SoftWare
- **About Afs-8x... :** apre l' immagine di informazioni sulla versione attuale del SW Ver 6.3 →Win XP

Dopo l' avvio del SoftWare, nella pagina principale, ci sono solo due pulsanti attivi : **Open** e **Element.**

OPEN

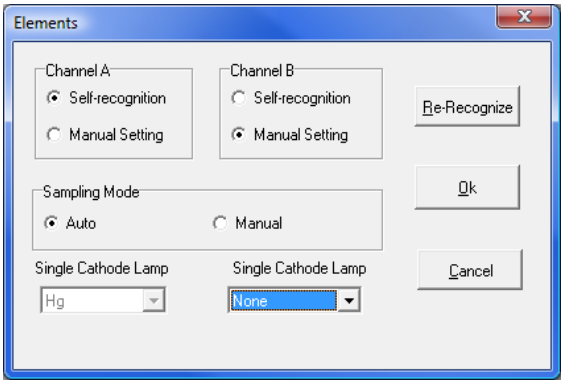
Il pulsante **Open** consente di aprire qualunque File precedentemente salvato per visualizzarlo, utilizzarlo per una nuova analisi o per modificarlo con l' inserimento di nuovi campioni o nuovi parametri.
☞ Per non sovrascrivere il File appena aperto, e quindi perderne definitivamente alcuni dati, si consiglia di dare subito un nuovo nome al File in lavoro ancor prima di inserire le modifiche.
Per questo : File → Save As → Nuovo Nome → Salva
Non ci sono limitazioni sulle destinazioni dei File da Salvare; il SW conserva memoria delle ultime destinazioni utilizzate. Questo migliora la velocità di accesso ai file.

Dopo aver aperto un file è necessario selezionare il pulsante **Element** per il controllo degli elementi selezionati.



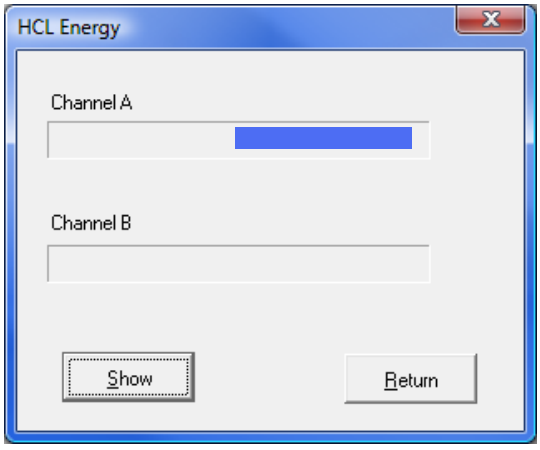
ELEMENT

Element apre la finestra di selezione degli elementi. Premere **Re-Recognize,** e, se sono attivate le opzioni **Self-recognition,** il sistema esegue il riconoscimento automatico delle lampade montate. Con **Manual setting** è possibile scegliere dal menù sottostante la lampada eventualmente non riconosciuta o selezionare, solo per una posizione, nessuna lampada.
Nella stessa pagina è possibile scegliere il modo di campionamento. La procedura AFS necessita di un Auto Campionatore essendo troppo faraginosa la procedura manuale. Pertanto questa opzione dovrebbe essere sempre impostata su **Auto**.



Premendo il pulsante **OK** si confermano gli inserimenti e si esce dalla pagina **Elements.** Con **Cancel** si esce dalla pagina senza aver attivato alcuna modifica a quella preesistente.

Dopo aver selezionato gli elementi (le lampade dovrebbero già essere state montate e collegate a strumento spento), è possibile controllarne il corretto funzionamento. Per fare questo, dal **ToolBar** selezionare **Run** e quindi **HCL Energy**. Inserire nella torcia spenta l' Optical Adjuster. Premere il pulsante **Show** e ruotare l' Optical Adjuster in modo da far entrare alternativamente la luce riflessa delle due lampade nel cono del rivelatore.



In caso di corretto funzionamento delle lampade deve comparire una barra blu, nella finestra a lato, ed in corrispondenza di ciascuna lampada. Non esiste in questo caso un valore di riferimento. E' importante che compaia la barra blu, alternativamente, per ciascuna lampada.

Per uscire da questa finestra premere il pulsante **Return** in basso a destra nella finestra.

Dopo l' inserimento degli elementi corrispondenti alle lampade (dall' eventuale controllo di corretto funzionamento) e usciti dalla pagina **Element**, diviene operativo il pulsante **Param.**

PARAM

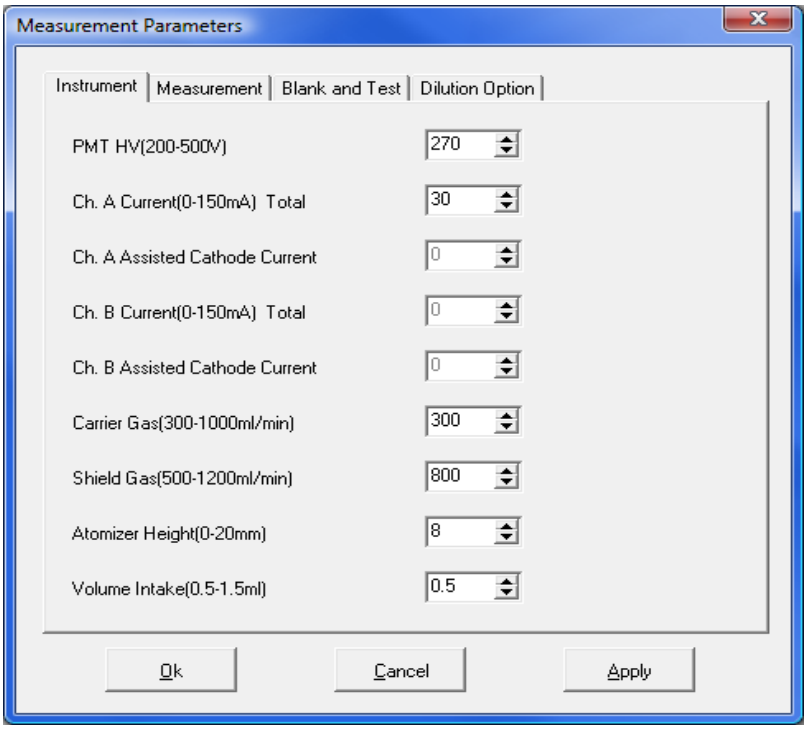
Param introduce alla finestra **Measurement Parameters** che permette l' inserimento dei parametri strumentali utilizzati con questo metodo di analisi. Questa finestra si suddivide in 4 sezioni : **Instrument**, **Measurement**, **Blank and Test** e **Dilution Option.**

Instrument

La pagina **Instrument** riporta i parametri strumentali del metodo.

Con esclusione delle correnti relative alle lampade, specifiche per ogni singolo ele-mento, tutti gli altri parametri sono comuni ad entrambi gli elementi e devono essere quindi inseriti con valori di compromesso tra i due elementi da analizzare.

PMT : Aumentarne il valore aumenta la sensibilità ma non migliora il rapporto S/N. Inoltre aumenta anche il valore del Bianco per cui alla fine il vantaggio e' minimo. Valori utili sono da 230 V a 350 V circa.



Correnti di lampada : con le lampade attualmente in uso, il sistema imposta in modo automatico i valori ottimali delle correnti. Non vi e' pertanto alcuna ragione per modificare questi valori.

Gas : si possono impostare due flussi di gas. Lo **Shield** si riferisce al gas che fluisce nella parte esterna della torcia. Ha generalmente minori effetti sul segnale. Il **Carrier** è il gas utilizzato per trasportare il campione dal Gas Liquid Separator alla Torcia.
Un suo aumento in genere ha l' effetto di abbassare il segnale, effetto diluizione. Lo si può per esempio ridurre quando la concentrazione di $NaBH_4$ è elevata per compensare il contributo dell' Idrogeno al gas di trasporto.

Atomizer Hight : è un parametro di sola lettura serve solo per memoria del valore da regolare manualmente sul riferimento nel comparto torcia. (vedi Pag. 2)

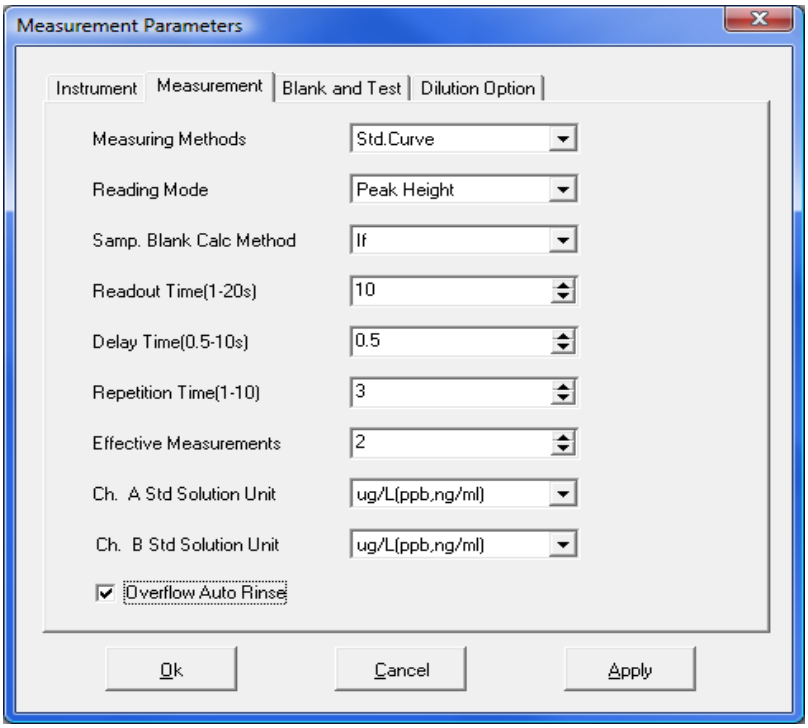
Volume Intake : è un parametro di sola lettura. Con questo strumento i volumi delle soluzioni

sono definiti dal tipo di tubi utilizzati sulla peristaltica, dal tempo di pompaggio e dalla velocità della pompa stessa.

Measurement

La pagina **Measurement** si riferisce ai parametri relativi al modo nel quale il segnale viene letto ed utilizzato.

Measuring Methods : è possibile scegliere tra **Standard Curve,** utilizzato generalmente nelle analisi, o **Statistic** per eseguire in automatico il calcolo del DL in funzione del valore di RSD del Bianco, o **Test** per eseguire letture singole di una definita soluzione oltre al



Bianco. Quest' ultima opzione e' anche utile per allineare e per controllare il puntale del Campionatore: con **Test** è possibile spostare il puntale in qualunque posizione inclusa quella del bianco.

Reading Mode : sono possibili **Peak Height** e **Peak Area.** Dal profilo dei segnali che si registrano con un AFS 8220 la lettura in P.A. porta in genera a risultati migliori e con valori di DL inferiori. La lettura in P.A. compensa meglio le eventuali oscillazioni del segnale causate nel percorso dal 1° GLS alla Torcia.

Sample Blank Calc Mode : la scelta è tra **If** e **Cont**. Con **If** (Intensity Fluorescence) lo strumento sottrae alla misura di ogni campione la lettura del Bianco precedentemente registrata ad inizio analisi. Con **Cont** lo strumento calcola la concentrazione del Bianco e la sottrae quindi ad ogni campione analizzato.

Readout Time : definisce l' intervallo di tempo di lettura attivato nello step **IFS** (vedi sotto) nel quale misurare l' Area o il Picco. In questo intervallo dovrebbe essere visualizzabile l' ingresso del picco e buona parte del segnale di uscita. La forma del segnale è visualizzabile nel riquadro piccolo in alto a destra nella pagina di **Analyze.** E' possibile memorizzarlo come immagine andando con il pulsante destro del mouse sul riquadro e scegliendo **Save Picture As.**

Delay Time : è il tempo che intercorre tra l' inizio dello step di lettura definito in **IFS** (vedi sotto) e l' inizio vero e proprio della registrazione dei segnali a fine dei successivi calcoli. Generalmente il valore dovrebbe essere il più basso possibile per rilevare il segnale dal suo inizio. Valori normali sono compresi tra 0.5 sec e 1.0 sec.

Ripetition Time : equivale a **Number of Replicates**. Sta ad indicare quante repliche vengono eseguite per ogni campione prima di darne la concentrazione finale mediata. I valori di **IF** vengono visualizzati in tempo reale con SD e RSD nel riquadro inferiore sul lato destro della pagina **Analyze.**

☞ E' importante ricordare che l' Auto Campionatore AS-60 porta provette da c.a 13 mL e che questo diventa determinante nel fissare il numero di repliche. In condizioni normali, una lettura richiede circa 1.5 mL di campione. Per le misure del DL e dell' RSD si possono utilizzare la posizioni centrali che possono alloggiare provette tipo Falcon da 50 ml.

Effective Measurements : sta ad indicare quante delle repliche misurate per ciascun campione verranno effettivamente considerate nei calcoli della concentrazione. In questo modo è, ad esempio, possibile eliminare una o due repliche utilizzate come avvinamento nei casi di letture a bassissima concentrazione. Il valore impostabile è sempre minore o eguale al numero delle repliche totali definito in **Ripetition Time**.

Ch. A Std Solution Unit : per l' elemento A si scelgono le unità di misura con cui esprimere i risultati. Dati i valori in gioco sono possibili g/L o mg/L o µg/L o ng/L.

Ch. B Std Solution Unit : per l' elemento B si scelgono le unità di misura con cui esprimere i risultati. Dati i valori in gioco sono possibili g/L o mg/L o µg/L o ng/L.

Overflow Auto Rinse : questa casella di spunta permette, se attivata, di eseguire automaticamente un lavaggio con il bianco impostato continuando fino a quando il valore letto non soddisfa le condizioni **B.J.V** (vedere impostazioni in **Blank** and **Test riportate sotto**). Si attiva quando il valore di un campione supera quello dello Standard più alto. Il nuovo valore di Bianco va poi a sostituire quello pre-esistente.

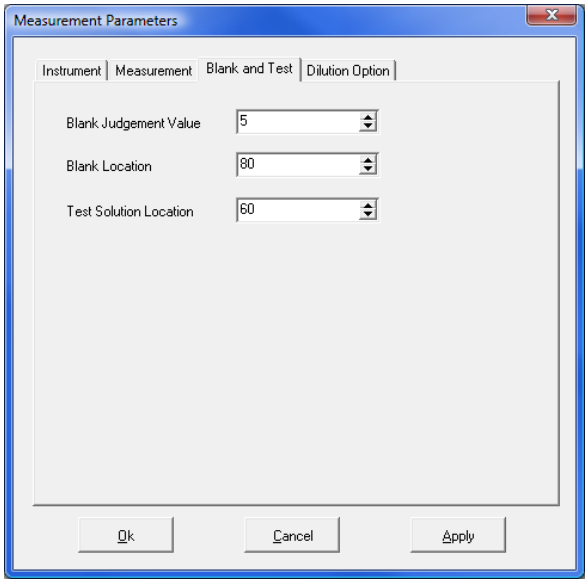
Blank & Test

In questa pagina vengono fatte solo tre scelte una operativa e due di posizione.

Blank Judgement Value : il valore impostabile va da 0 a 100. Quando una analisi viene avviata le letture iniziano con il Bianco, ripetuto fino a quando due letture successive differiranno, in **IFS**, di un valore inferiore a quello definito da **B.J.V.** Lo stesso accade, nel corso di una analisi, quando la lettura di un campione supera quella dello Standard più elevato: anche in questo caso viene riletto il Bianco che dovrà soddisfare il parametro **B.J.V.** ed il nuovo valore di **IFS** del Bianco andrà a sostituire quello precedente. Il valore impostato per **B.J.V.** assume quindi una importanza rilevante per le analisi. Scegliere il valore più opportuno in base al valore del bianco. Valori utili sono compresi tra 4 e 20 unità.

Blank Location : indica la posizione del Bianco. Il parametro di default coincide con la posizione 0 del Carrier, cioè nella vaschetta di lavaggio. Ma può anche essere utilizzata una delle due posizioni centrali da 50 mL. Per questo ricordare che quando l' analisi viene avviata, ogni volta che un campione viene letto over calibrazione, il sistema esegue le procedure B.J.V. Prima di partire è quindi necessario disporre di un adeguato volume di bianco.

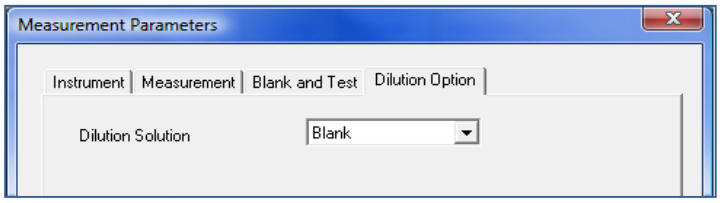
☞ Dopo lo Standard/Campione, il puntale passa sempre nella soluzione del Carrier che è una soluzione pulita al pari del bianco. Porre il bianco di lettura in una delle posizioni centrali ha il vantaggio di ridurre ulteriormente le cause di inquinamento proprio perchè l' ultima soluzione ad essere aspirata prima di passare nel bianco è una soluzione pulita come il Carrier.

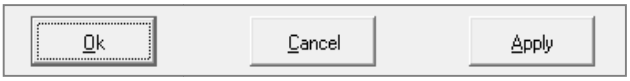


Test Solution Location : questa casella serve solo per definire la posizione della soluzione utilizzata come **Test.** Il **Test** serve unicamente per eseguire le prove necessarie a risolvere una esigenza che puo' essere il **Test** del metodo, l' allineamento del braccio e del puntale del Campionatore, il calcolo del DL del metodo, ecc.

Dilution Option

Questa pagina, di fatto, non è operativa con AFS 8220 in quanto questo Spettrometro è privo di capacità di auto diluizione.
Risulta pertanto non significativo il parametro visualizzato nella casella.

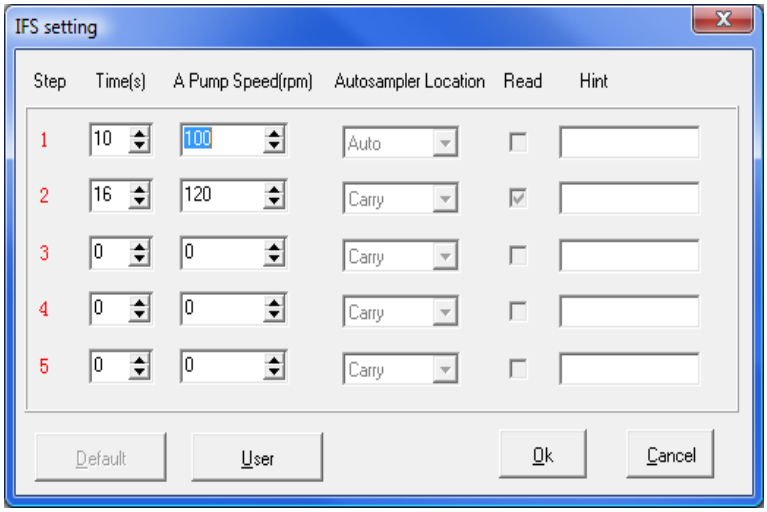




In basso alla finestra **Measurement Parameters** si trovano i tre pulsanti : **Apply** per applicare al metodo i parametri inseriti, **Cancel** per lasciare inalterati quelli precedenti ed **OK** per uscire dalla pagina. Questi tre pulsanti sono operativi in qualunque sezione della finestra **Measurement Parameters**.

IFS

La finestra di **IFS Setting** serve ad introdurre i parametri relativi al Campionatore ed alla Pompa Peristaltica. Come detto in precedenza, non è conveniente, con un AFS 8220, la procedura manuale. Nelle diverse colonne, in corrispondenza di ogni singolo step, sono definiti la durata dello step stesso, la velocità della pompa (da cui ne conseguono in base ad i tubi montati i volumi di soluzione aspirati), la posizione del puntale se cioè verrà a trovarsi in una provetta (**Auto**) o nella vaschetta di lavaggio (**Carry**), il comando di **Read**, quando lo strumento dovrà leggere il segnale.



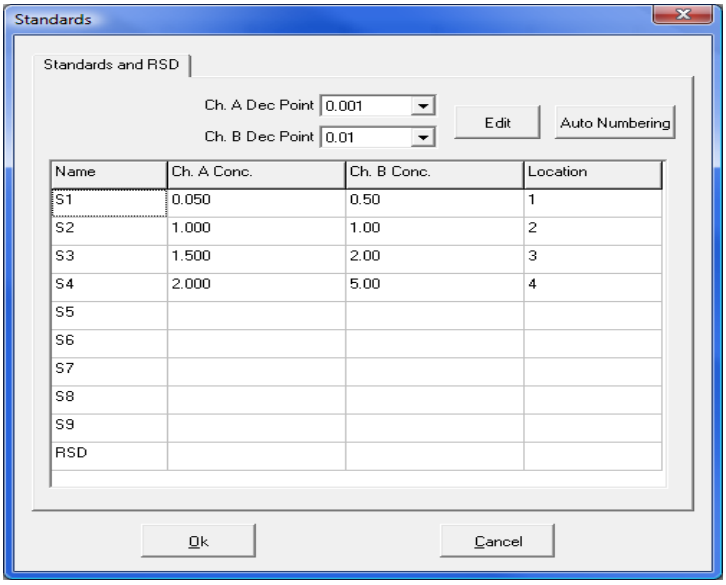
La calonna **Hint** serve solo come memoria delle operazioni eseguite in quello step e diventa fondamentale solo nel caso di operazioni manuali. I valori che compaiono sono quelli di default. Il pulsante **User** consente di modificare a propria discrezione tutta la pagina. In tal caso, conviene fare adeguate prove per trovare le condizioni migliorative. Con **Default** si ripristinano i parametri pre-impostati dalla fabbrica. In genere questi risultano essere anche i migliori in un compromesso lettura del segnale consumo delle soluzioni e tempi successivi di lavaggio.

Nella parte bassa della finestra **IFS** il pulsante **OK** conferma le impostazioni mentre **Cancel** annulla e ripristina i valori precedenti. Entrambi fanno uscire dalla finestra di impostazione.

Standards

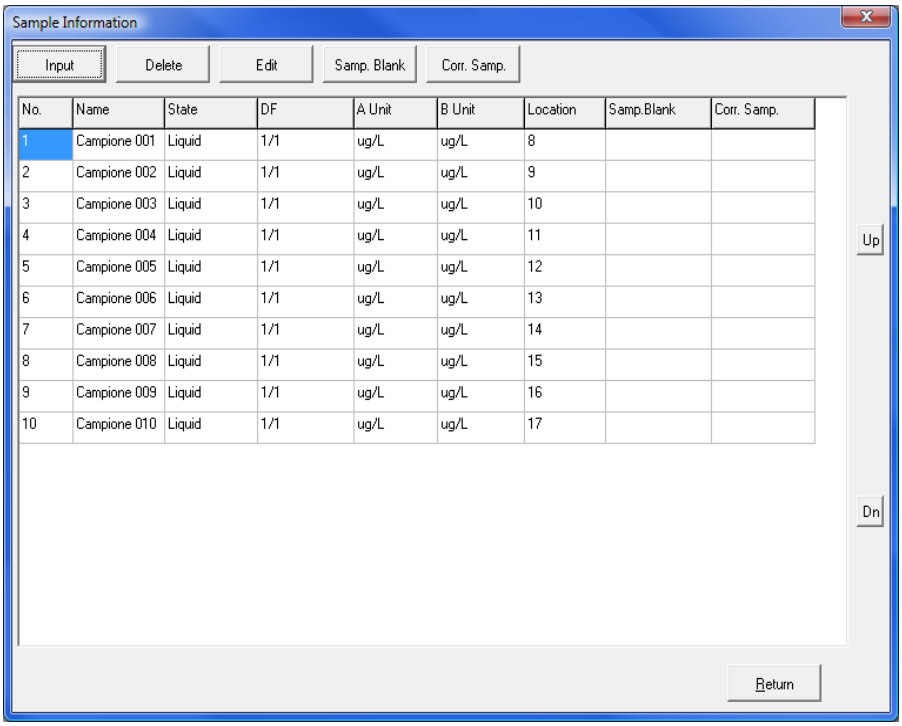
Nella finestra degli **Standards** si possono inserire le concentrazioni delle rispettive curve di calibrazione. I valori sono indipendenti per i due elementi analizzati. Valgono solo le solite regole di compatibilità chimica o di preparazione. Il numero di Standards per A e per B deve essere lo stesso. Per ciascun elemento sono poi definibili il numero di decimali significativi (Ch A Dec. Point & Ch B Dec Point). Nella Location si inseriscono le posizioni delle provette che contengono gli Standard. Una volta inserita la prima posizione ed aver selezionato le altre caselle, con Auto Numbering vengono attribuiteo in modo automatico le altre posizioni.
La riga in basso, RSD, richiede la concentrazione dello Standard e la sua posizione per le misurazioni che vengono fate in modalità Statistics.

Nella parte bassa della finestra Standards il pulsante **OK** conferma le impostazioni mentre **Cancel** annulla le ipostazioni e ripristina i valori precedenti. Entrambi fanno uscire dalla finestra di impostazione degli Standards.



SAMPLE

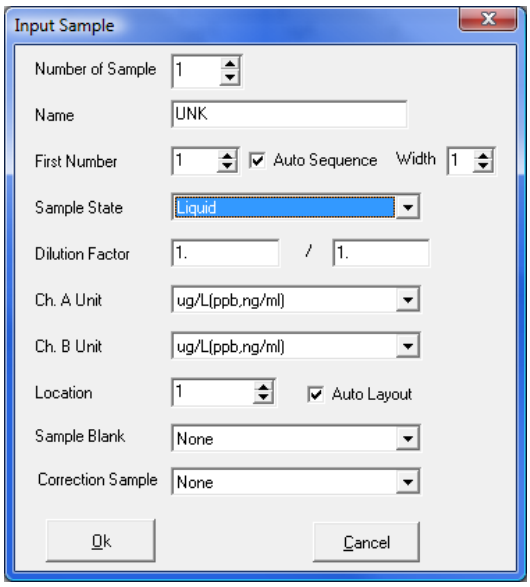
La pagina relativa ai campioni può essere la più lunga da compilare qualora si vogliano utilizzare tutte le opzioni consentite. Quella raffigurata sotto è una tipica pagina con 10 Campioni senza fattori di diluizione e inseriti nel Campionatore dalla posizione 8 alla 17 (le prime 7 posizioni possono essere riservate per Standards e altre soluzioni, ad esempio da bianchi di controllo).



In testa alla finestra 5 pulsanti introducono ad altrettante sezioni sezioni: **Input - Delete Edit Samp. Blank - Corr. Sample**

Input

Input apre una nuova finestra che permette di inserire il numero di campioni, il nome sequenziale ed alcuni altri valori oltre che la posizione del primo campione della lista.



Qui sopra è rappresentata la finestra di **Input Sample**.

Number of Samples ***:*** inserire in questa casella il numero di campioni da analizzare. Ad analisi ferma si possono sempre aggiungere nuovi campioni e cambiare l' ordine di esecuzione.

Name : è la parte del nome comune a tutti i campioni, spazi inclusi.

First Number - Auto Sequence – Width: tre parametri che operano contemporaneamente definendo il numero del primo campione e se la casella Auto e' spuntata l' incremento dei campioni successivi con il numero di cifre che compongono il numero stesso. Ad esempio se **Width** è 4 i numeri dei campioni saranno riportati da 0001 fino al completamento dei campioni .

Sample State : serve a definire lo stato fisico originale dei campioni. Come conseguenza i risultati finali possono variare a seconda che si sia partiti da un campione liquido o da un campione solido e mineralizzato.

Dilution Factor : riporta il fattore di diluizione comune a tutti i campioni che vengono inseriti. Se i campioni sono stati diluiti 1:5 inserire rispettivamente i numeri 1 e 5 nelle due caselle. Specifiche diluizioni dei singoli campioni effettuate nel corso dell' analisi potranno essere inserite nella pagina relativa ai campioni a fine analisi.

Ch A Unit – Ch B Unit : in funzione della scelta del parametro **Sample State** le unità di misura verranno espresse in massa/volume o in massa/massa.

Location – Auto Layout : con **Location** si indica la prima posizione nel Campionatore dalla quale partire per inserire i campioni. Se è attivata la spunta **Auto Layout,** i successivi campioni verranno inseriti nelle posizioni immediatamente successive.

Sample Blank : questa impostazione definisce quale Campione Bianco deve essere sottratto alla lettura dei campioni di questa serie. Per **Campione Bianco** è da considerare ad esempio un **Bianco Reagenti** definito in altra sezione della finestra **Sample Information.**

Correction Sample : ancora relativamente a questa serie si campioni, **Correction Sample** permette di indicare quale soluzione utilizzare per correggere il segnale di risposta**.** I **Correction Sample** vengono definiti in altra sezione della finestra **Samples Information.** Questa correzione può servire a correggere eventuali effetti matrice ma anche eventuali variazioni di risposta della curva di calibrazione. La correzione è definita dal rapporto **Correction Sample/Standard Sample** entrambi sottratti del **Bianco** o del **Sample Blank**.

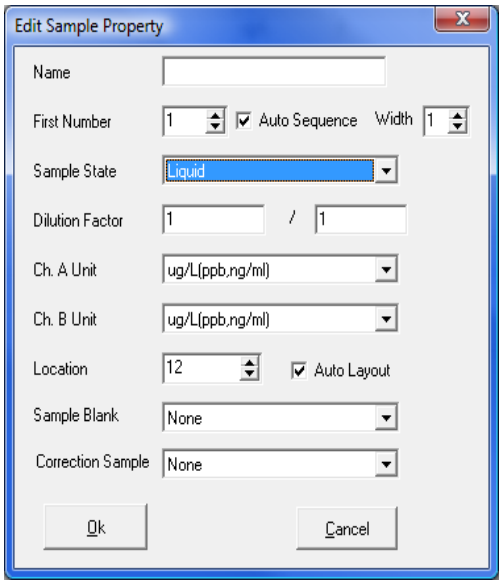
Nella parte bassa della finestra **Input Sample** il pulsante **OK** conferma le impostazioni mentre **Cancel** annulla e ripristina i valori precedenti. Entrambi fanno uscire dalla finestra **Input Sample.**

Delete

Delete non apre alcuna nuova finestra ma opera sulla principale **Sample Informations**. Selezionando con il mouse alcune caselle, verranno eliminate per intero le corrispondenti righe della tabella.
Non possono essere eliminate righe non successive e per questo aiutarsi eventualmente con i pulsanti ***Up*** e ***Dn*** per raggruppare le righe da eliminare (selezionare con il mouse la/le righe e spostarle quindi con i pulsanti ***Up*** & ***Dn***)

Edit

Prima di utilizzare il pulsante **Edit** è necessario selezionare i campioni da modificare nella tabella principale **Sample Informations.**
Fatta questa scelta, la finestra **Edit Sample Property** permette di modificare alcune



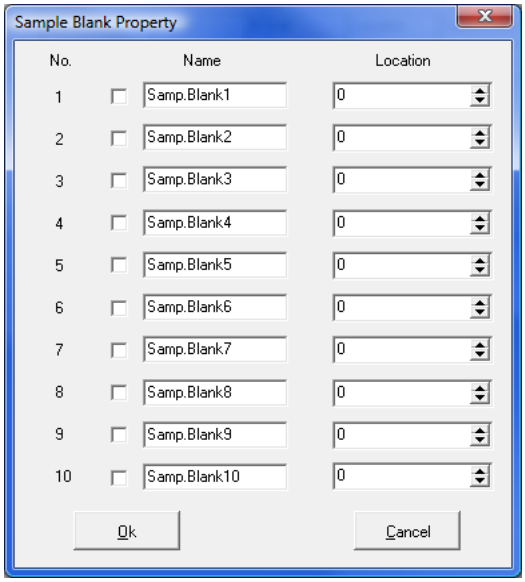
caselle già inserite cambiando, per ciascun campione selezionato, il nome, il numero progressivo, il fattore di diluizione, le unità di misura per A e per B, la prima posizione nel piatto del Campionatore e le correzioni per il **Sample Blank** e per il **Correction Sample**.

Nella parte bassa della finestra **Edit Sample Property** il pulsante **OK** conferma le impostazioni mentre **Cancel** annulla e ripristina i valori precedenti. Entrambi fanno uscire dalla finestra **Edit Sample Property.**

Sample Blank Property

Sample Blank Property è la finestra che permette di caratterizzare per alcune soluzioni il significato di **Bianco X** che verrà successivamente sottratto solo a determinati campioni. Si possono indicare, spuntando le caselle, fino a 10 **Sample Blank** numerati da 1 a 10 e per ciascuna dei quali può essere assegnata una posizione precisa. Come detto in precedenza queste soluzioni possono servire a risolvere il problema del Bianco Reagenti specifico per determinati gruppi di campioni analizzati. Nelle pagine di **Input** o di **Edit** è infatti possibile assegnare a diversi gruppi di campioni, specifici **Sample Blank X** per la correzione.

Nella parte bassa della finestra **Sample Blank Property** il pul-sante **OK** conferma le impostazioni mentre **Cancel** annulla e ripristina i valori precedenti. Entrambi fanno uscire dalla finestra **Sample Blank Property**.



Correction Sample Property

In modo quasi analogo si utilizza la finesta **Correction Sample Property.** Anche in questo caso è possibile definire alcune soluzioni (da 1 a 10) che, in conseguenza della risposta, consentiranno la corre-zione del risultato per i campioni ai quali sono state assegnate. Un utilizzo e' ad esempio la correzione di eventuali effetti matrice.

Name : è possibile assegnare un nome che ricordi ad esempio o a quali campioni assegnare poi questa correzione.

State : come nel caso dei campioni assegna lo stato fisico di questa correzione.

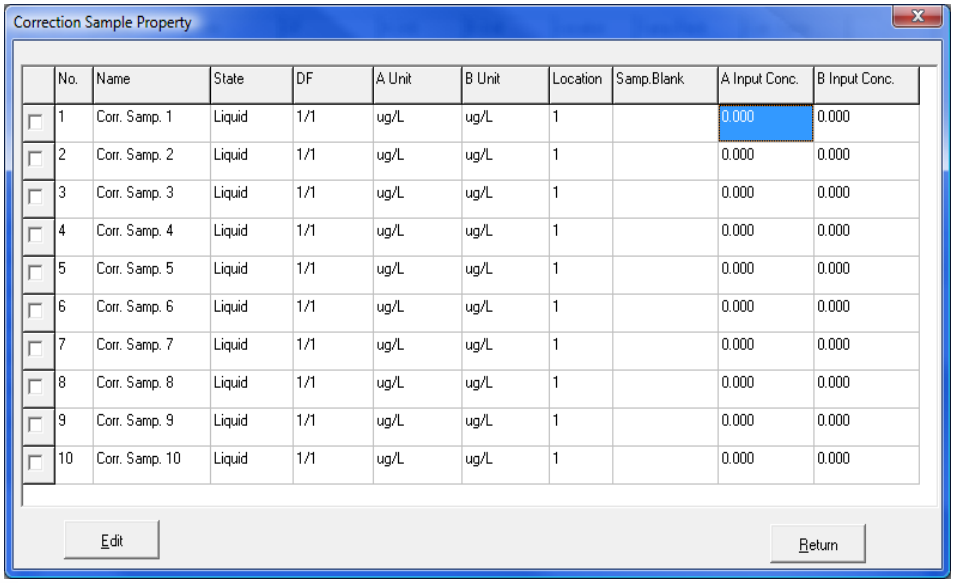
DF : il fattore di diluizione a cui e' stata sottoposta questa correzione

A Units: le unità di misura relative all' elemento A

B Units : le unità di misura relative all' elemento B

Location : la posizione assegnata sul piatto dell' AutoCampionatore

Sample Blank : la soluzione di Sample Blank che deve essere sottratta alla lettura di questa soluzione prima di eseguire il calcolo Correction Sample/Standard Sample.



No.	Name	State	DF	A Unit	B Unit	Location	Samp.Blank	A Input Conc.	B Input Conc.
1	Corr. Samp. 1	Liquid	1/1	ug/L	ug/L	1		0.000	0.000
2	Corr. Samp. 2	Liquid	1/1	ug/L	ug/L	1		0.000	0.000
3	Corr. Samp. 3	Liquid	1/1	ug/L	ug/L	1		0.000	0.000
4	Corr. Samp. 4	Liquid	1/1	ug/L	ug/L	1		0.000	0.000
5	Corr. Samp. 5	Liquid	1/1	ug/L	ug/L	1		0.000	0.000
6	Corr. Samp. 6	Liquid	1/1	ug/L	ug/L	1		0.000	0.000
7	Corr. Samp. 7	Liquid	1/1	ug/L	ug/L	1		0.000	0.000
8	Corr. Samp. 8	Liquid	1/1	ug/L	ug/L	1		0.000	0.000
9	Corr. Samp. 9	Liquid	1/1	ug/L	ug/L	1		0.000	0.000
10	Corr. Samp. 10	Liquid	1/1	ug/L	ug/L	1		0.000	0.000

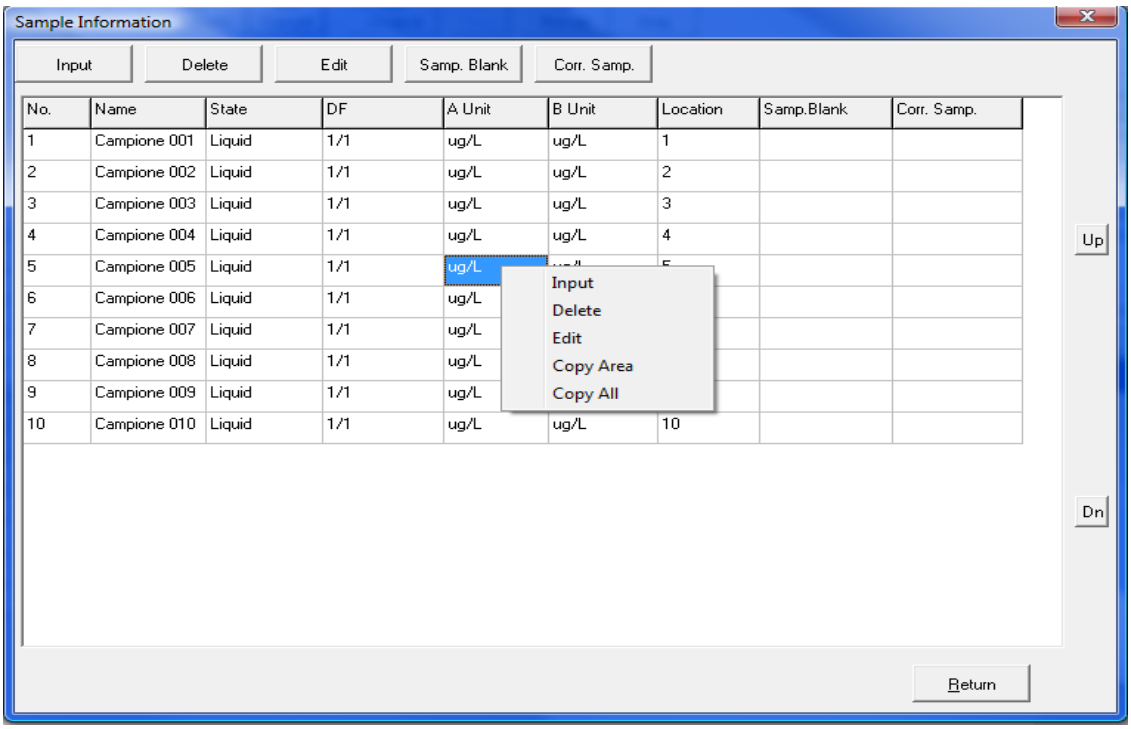
A Input Conc. : il valore noto di concentrazione per l' elemento A.

B Input Conc. : il valore noto di concentrazione per l' elemento B.

Nella parte bassa della finestra **Corretion Sample Property** il pulsante **Return** conferma le impostazioni e riporta alla finestra **Sample Informations** mentre **Edit** consente di modificare la casella o la riga selezionate.

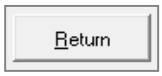
Sample Informations : attivando con il destro del mouse, una casella all' interno della finestra **Sample Informa-tions**, compare una nuova finestra a fondo grigio nella quale si possono scegliere alcune opzioni : **Input, Delete, Edit, Copy Area e Copy All**.

Input e Delete riportano alle opzioni già viste sopra (Pag. 15 e Pag. 16). Più pre-

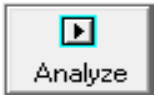


cisamente **Input** aggiunge i campioni alla fine della lista esistente indipendentemente dalla posizione assegnata nell' AutoCampionatore. **Edit** permette di modificare la singola casella senza correggere il resto della riga.

Copy Area e Copy All copia la zona evidenziata per incollarla in altro SoftWare come ad esempio Word o Excel.

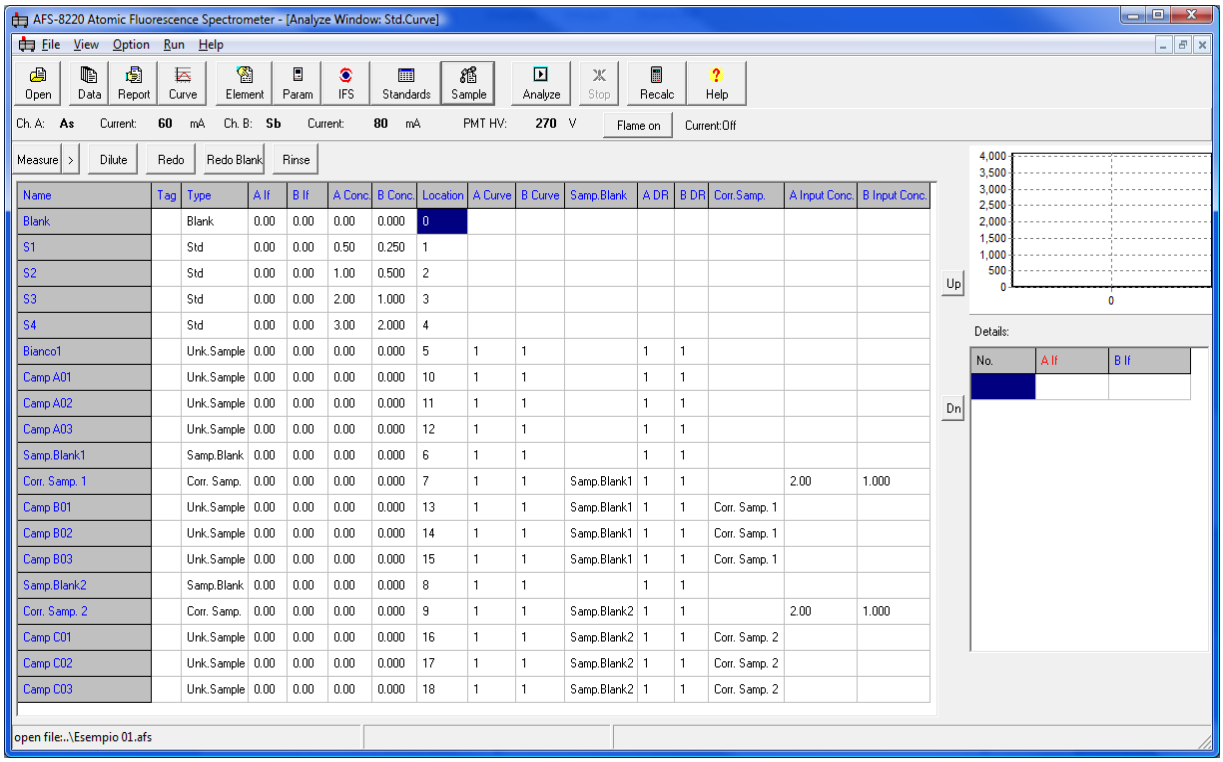


Il pulsante **Return** conferma gli inserimenti fatti e porta alla finestra di **Analysis** dalla quale , se tutto e' a posto, si può procedere con l' analisi delle soluzioni secondo l' ordine che compare in video. Eventuali modifiche all' ordine delle soluzioni da analizzare possono essere apportate con i pulsanti **Up** e **Dn** sul lato destro del monitor. **Up** e **Dn** muovono sia singole righe sia gruppi di righe adiacenti. Non si possono spostare righe non consecutive.



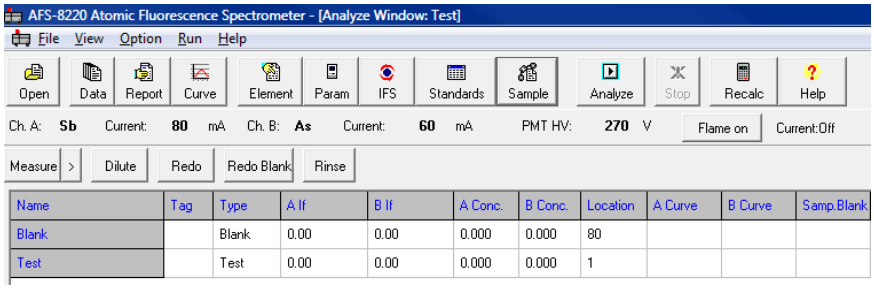
ANALYZE

Le Figure sotto riportate rappresentano i modi in cui può apparire la Pagina di Analisi in funzione delle scelte fatte in Parameters nella sezione Measurements. La prima Figura mostra una classica pagina di analisi. Verrà più ampiamente discussa in seguito.



Name	Tag	Type	A If	B If	A Conc.	B Conc.	Location	A Curve	B Curve	Samp.Blank	A DR	B DR	Corr.Samp.	A Input Conc.	B Input Conc.
Blank		Blank	0.00	0.00	0.00	0.000	0								
S1		Std	0.00	0.00	0.50	0.250	1								
S2		Std	0.00	0.00	1.00	0.500	2								
S3		Std	0.00	0.00	2.00	1.000	3								
S4		Std	0.00	0.00	3.00	2.000	4								
Bianco1		Unk.Sample	0.00	0.00	0.00	0.000	5	1	1		1	1			
Camp A01		Unk.Sample	0.00	0.00	0.00	0.000	10	1	1		1	1			
Camp A02		Unk.Sample	0.00	0.00	0.00	0.000	11	1	1		1	1			
Camp A03		Unk.Sample	0.00	0.00	0.00	0.000	12	1	1		1	1			
Samp.Blank1		Samp.Blank	0.00	0.00	0.00	0.000	6	1	1		1	1			
Corr. Samp. 1		Corr. Samp.	0.00	0.00	0.00	0.000	7	1	1	Samp.Blank1	1	1		2.00	1.000
Camp B01		Unk.Sample	0.00	0.00	0.00	0.000	13	1	1	Samp.Blank1	1	1	Corr. Samp. 1		
Camp B02		Unk.Sample	0.00	0.00	0.00	0.000	14	1	1	Samp.Blank1	1	1	Corr. Samp. 1		
Camp B03		Unk.Sample	0.00	0.00	0.00	0.000	15	1	1	Samp.Blank1	1	1	Corr. Samp. 1		
Samp.Blank2		Samp.Blank	0.00	0.00	0.00	0.000	8	1	1		1	1			
Corr. Samp. 2		Corr. Samp.	0.00	0.00	0.00	0.000	9	1	1	Samp.Blank2	1	1		2.00	1.000
Camp C01		Unk.Sample	0.00	0.00	0.00	0.000	16	1	1	Samp.Blank2	1	1	Corr. Samp. 2		
Camp C02		Unk.Sample	0.00	0.00	0.00	0.000	17	1	1	Samp.Blank2	1	1	Corr. Samp. 2		
Camp C03		Unk.Sample	0.00	0.00	0.00	0.000	18	1	1	Samp.Blank2	1	1	Corr. Samp. 2		

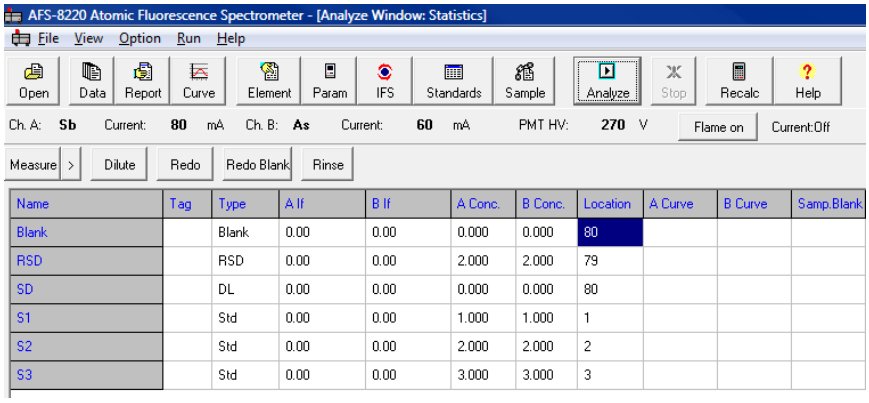
La seconda Figura mostra la Pagina di Analisi configurata per un Test. Compaiono solo le due soluzioni **Bianco e Test** e la loro posizione viene definita in **Blank & Test** all' interno di **Parameters**. In Test le concentrazioni non sono utilizate in quanto si tratta di sole prove da effettuare su soluzioni senza alcuna correlazione diretta.



Name	Tag	Type	A If	B If	A Conc.	B Conc.	Location	A Curve	B Curve	Samp.Blank
Blank		Blank	0.00	0.00	0.000	0.000	80			
Test		Test	0.00	0.00	0.000	0.000	1			

La terza figura, in basso, mostra invece la pagina di analisi configurata per **Statistics**. In questa si possono misurare non solo gli Standards di calibrazione ma anche il valore di RDS% e di DL calcolati, rispettivamente, su 15 repliche di uno Standard e del Bianco. Lo Standard scelto per calcolo del valore di RSD% viene definito in fondo alla pagina degli **Standards** e, considerato il numero di repliche, converrà che sia posto in una delle posizioni centrali (79 o 80). Il valore di DL viene calcolato sul bianco e, anche in questo caso, la soluzione dovrà forzatamente essere posta in una delle due posizioni centrali (79 o 80) per poterne garantire un adeguato volume.

Nella prova Statistics può, molto convenientemente, essere letta anche la curva di calibrazione utilizzata con il metodo. Questa consente una migliore definizione del valore del DL calcolato.
Il valore del DL viene definito come 3x SD del Bianco.

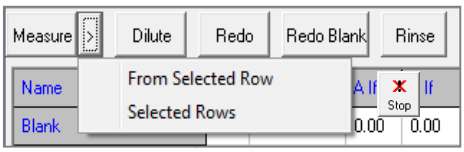


Name	Tag	Type	A If	B If	A Conc.	B Conc.	Location	A Curve	B Curve	Samp.Blank
Blank		Blank	0.00	0.00	0.000	0.000	80			
RSD		RSD	0.00	0.00	2.000	2.000	79			
SD		DL	0.00	0.00	0.000	0.000	80			
S1		Std	0.00	0.00	1.000	1.000	1			
S2		Std	0.00	0.00	2.000	2.000	2			
S3		Std	0.00	0.00	3.000	3.000	3			

Numero di repliche e calcolo del DL non possono essere modificati.
I risultati della prova **Statistics** verranno poi mostrati in **Report** (vedi sotto) al termine delle misure.

La prima figura della pagina precedente rappresenta un tipico esempio di pagina di analisi nella quale sono stati inseriti alcuni controlli.
Dopo la calibrazione, il controllo di eventuali effetti memoria lo si verifica con l' inserimento di un **Bianco**, lo stesso utilizzato per la calibrazione ma posto ad esempio in posizione **P5**.
Successivamente, in questo esempio, vengono letti i primi tre **Camp A01/02/03** per i quali non è prevista alcuna correzione.
Vengono poi, in sequenza, letti un **Sample Blank1** e un **Correction Samp1** in posizione rispettivamente **P6** e **P7** e quindi i campioni **Camp B01/02/03** dalla **P13** alla **P15**. Tutte queste soluzioni verranno corrette come previsto ed indicato nelle colonne **Sample Blank** e **Corr Sample**.
Per una terza serie di **Camp C01/02/03** vengono prima letti nelle posizioni **P8** e **P9** **Sample Blank2** e **Correction Samp2** e quindi i campioni dalla **P16** alla **P18.** Tutte le soluzioni saranno corrette secondo quanto riportato nelle colonne **Sample Blank** e **Corr Sample**.

☞ Questo è solo un esempio; con **Input** e **Up** e **Dn** è possibile configurare sequenze di analisi anche complicate con tutti i controlli eventualmente necessari.



Sopra alla lista dei campioni, si trovano i pulsanti rappresentati a lato che vengono utilizzati nel corso di una analisi. Una volta avviata la procedura diviene attivo solo il tasto **Stop** mentre le altre opzioni diventano momentaneamente inutilizzabili. Per accedere ad eventuali modifiche, fermare la procedura con **Stop**, apportare le variazioni necessarie e riavviare l' analisi.

Measure

Il pulsante **Measure** avvia l' analisi dalla posizione evidenziata nella lista Campioni e con la freccia > apre due opzioni : **From selected Row** e **Selected Rows.**

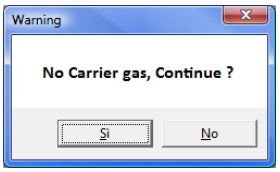
From Selected Row : avvia l' analisi dalla casella evidenziata fino alla fine dell' elenco campioni.

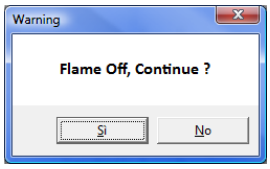
Selected Rows : esegue la lettura solo della/delle celle attivate.

Può ad esempio essere utile all' inizio per la verifica del Bianco, o per la verifica della Curva di Calibrazione, o per eseguire le misure solo su determinati campioni, o infine, per qualsivoglia altro controllo si ritenga opportuno fare.

Dopo la scelta di **From Selected Row** o **Selected Rows** possono comparire i due **Warning** relativi all' accensione della fiamma e alla mancanza di gas. Risolvere il problema e riavviare la procedura di analisi.

☞ E' importante ricordare che dopo l' accensione della spiralina, la torcia necessita di circa 20 minuti per andare a regime.





Dilute

Come già detto sopra la diluizione automatica non e' possibile con questo Spettrometro e pertanto questo pulsante non e' operativo.

Redo

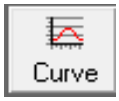
Redo permette, ad analisi terminata o interrotta, la rilettura di uno o più campioni selezionati con il mouse. Al termine della lettura verrà chiesto se sostituire i valori con i nuovi o lasciare i valori precedenti. La procedura avviene In modo indipendente per l' elemento **A** o per l' elemento **B.** Possono essere scelte sempre solo celle consecutive.

Redo Blank

Redo Blank : viene utilizzato per leggere nuovamente il valore del **Bianco**. Anche in questo caso verrà richiesto se memorizzare l' ultimo valore letto o tenere quello esistente. La scelta può ancora essere diversa per l' elemento **A** e per l' elemento **B.**

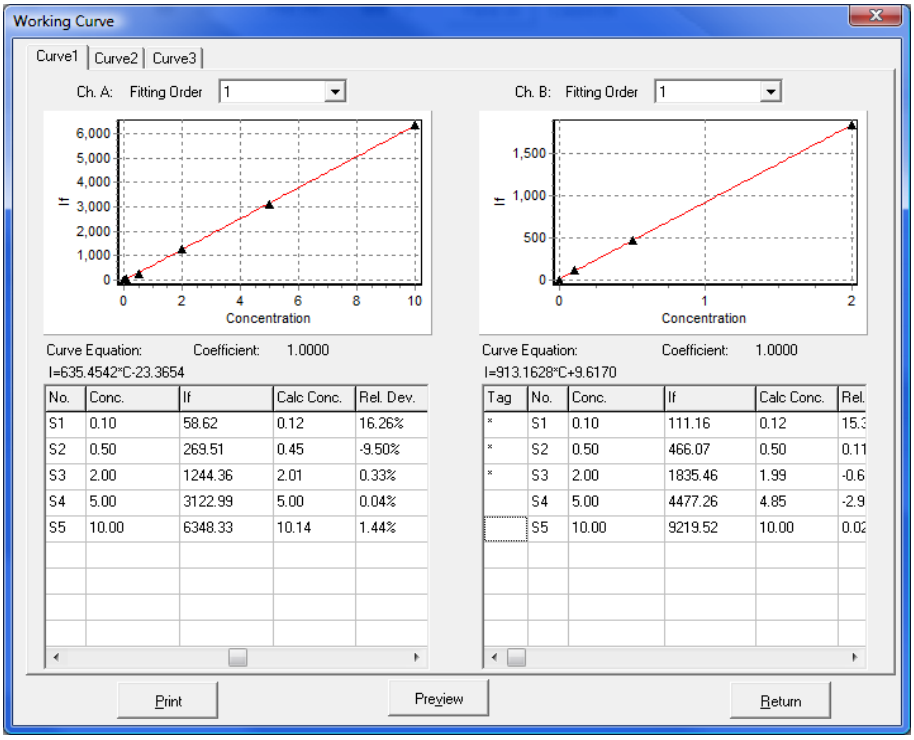
Rinse

Rinse : questo pulsante serve ad eseguire procedure di lavaggio. Per questa operazione entrambi i capillari, quello del puntale e quello del riducente devono essere immersi nella soluzione di lavaggio. L' operazione di **Rinse** dura circa 10 secondi. In genere è preferibile compilare un programma nel quale indipendentemente dagli elementi inseriti (la cosa non viene rilevata dal SoftWare) si utilizzano tempi lunghi (almeno 60 secondi) di funzionamento della pompa peristaltica, così da eseguire lavaggi sufficientemente lunghi, soprattutto a fine lavoro. Un tale programma può essere memorizzato sul DeskTop con un nome come **Washing** e richiamato con **Open** come qualunque altro programma.



CURVE

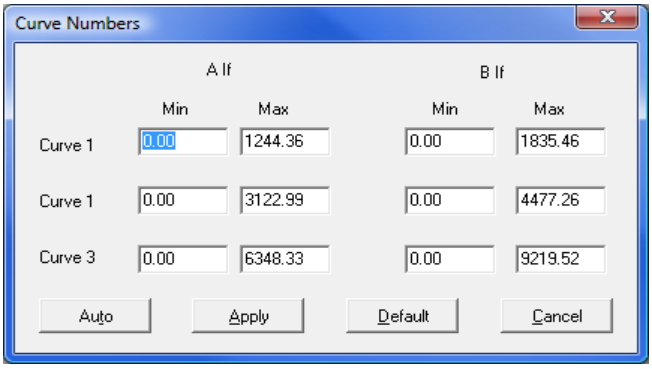
Si apre, con questo pulsante, la finestra Working Curve, raffigurata nella pagina seguente, che riporta risultati e grafici delle calibrazioni ottenute per gli elementi determinati. Se per un elemento non sono stati inseriti gli Standards il grafico e la tabella dati corrispondenti rimarranno vuoti. Sopra alle tabelle numeriche vengono riportati l' equazione ed il coefficiente di correlazione R^2 calcolati in base ai punti della curva.
Per ciascun elemento si possono definire fino a 3 Curve e per ciascuna curva è possibile scegliere il grado dell' equazione che la definisce (da 1 a 3).
La colonna Tag (vedi elemento B in figura) consente di rendere attivo o non attivo un determinato punto della curva. Nella figura di pagina seguente la Curva 1, per l' elemento A, è caratterizzata da 5 punti mentre per l' elemento B è caratterizzata solo da 3 punti. In origine per A e per B erano stati letti 5 punti di calibrazione.



No.	Conc.	If	Calc Conc.	Rel. Dev.
S1	0.10	58.62	0.12	16.26%
S2	0.50	269.51	0.45	-9.50%
S3	2.00	1244.36	2.01	0.33%
S4	5.00	3122.99	5.00	0.04%
S5	10.00	6348.33	10.14	1.44%

Tag	No.	Conc.	If	Calc Conc.	Rel.
*	S1	0.10	111.16	0.12	15.3
*	S2	0.50	466.07	0.50	0.11
*	S3	2.00	1835.46	1.99	-0.6
	S4	5.00	4477.26	4.85	-2.9
	S5	10.00	9219.52	10.00	0.02

Definendo quindi intervalli di concentrazione diversi per le curve **Curva 1, 2, 3** è possibile utilizzare con maggiore accuratezza zone diverse anche in un ampio intervallo di concentrazione.
Va inoltre ricordato che per ciascuna curva è possibile assegnare un grado diverso e che, nelle scelte, ciascun elemento è totalmente indipendente dall' altro.
Sotto è raffigurata la finestra **Curve Numbers** nella quale sono indicati gli intervalli di operatività di ciascuna curva. I valori possono essere ottenuti in modo **Auto** o inserendo i valori manualmente e premendo poi **Apply. Default** inserisce i valori predefiniti (se impostati).

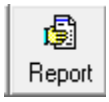


Alla finestra **Curve Number** si accede da **Option** nel Tool-bar.
Non si deve, tuttavia, dimenticare la caratteristica della Fluorescenza Atomica. Questa tecnica si caratterizza non solo per elevata sensibilità ma anche per estesa linearità. E' pertanto facile osservare con due o tre ordini di grandezza un andamento perfettamente rettilineo degli algoritmi di calibrazione (se gli Standards sono stati preparati bene . . .).
Diventano pertanto, in genere, superflue tutte le opzioni che la pagina di calibrazione e la pagina di definizione degli intervalli offrono.
Più semplicemente può essere talvolta utile escludere uno Standard dalla calibrazione ed ottenere un valore di $\mathbf{R^2}$ piu' vicino al valore 1.

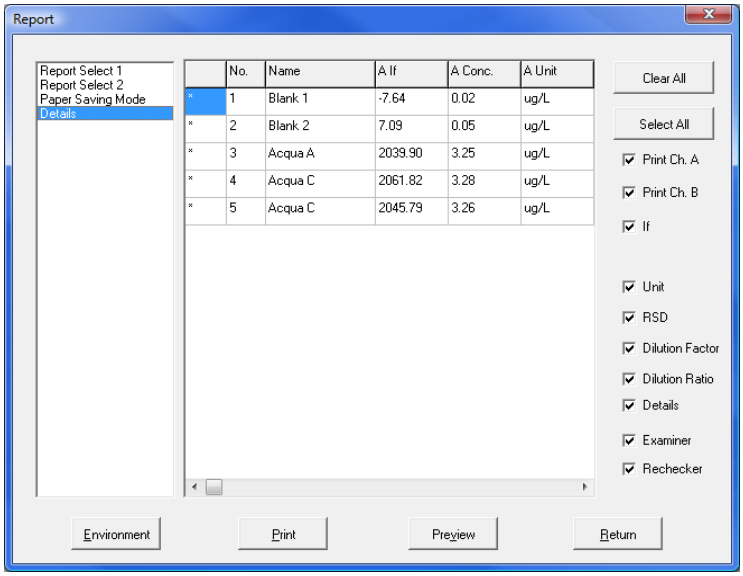
RECALC

Questo pulsante non apre di fatto alcuna finesta. Una volta eseguita una qualunque modifica nella pagina delle curve di calibrazione, come ad esempio l' esclusione di un punto, riesegue il ricalcolo delle concentrazioni dei campioni. Lo stesso avviene se vengono esclusi Bianchi o Correzioni. I dati non vengono eliminati definitivamente ma il nuovo risultato non tiene conto dei punti esclusi. E' sempre possibile ovviamente ritornare ai valori originali ripristinando le esclusioni effettuate.

Nella parte bassa della finestra **Working Curve** il pulsante **Return** conferma le impostazioni e riporta alla finestra di **Analysis**. **Preview** mostra l' anteprima della pagina di stampa mentre **Print** invia direttamente alla pagina di stampa per la conferma delle opzioni relative. Con la versione attuale del SW non e' possibile ottenere una stampa unica di curve di calibrazione e tabella dei risultati.



REPORT



La stampa dei risultati ottenuti è accessibile attraverso il pulsante **Report** che apre la finestra seguente. Prima di procedere con la stampa dei risultati, può essere utile compilare le finestre **Instrument and User Information** e **Environmental Conditions** riportate seguito.

Queste due finestre contengono tutti i dati che possono completare, assieme ai risultati analitici, un rapporto di analisi. **Instrument e User Informations** dovrebbe essere già stata compilata durante l' installazione e non necessita pertanto di nuova compilazione. Al contrario, la finestra **Environmental Conditions** può essere modificata prima di ogni **Report**. Le due finestre sono sempre accessibili dal Tool-bar del SW :

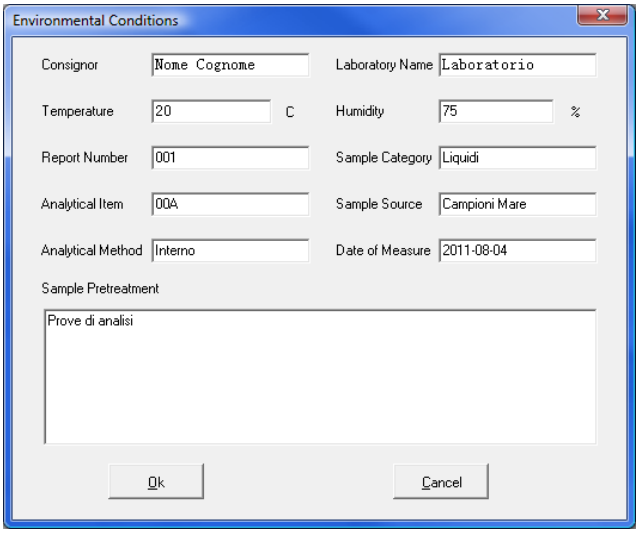
Option →

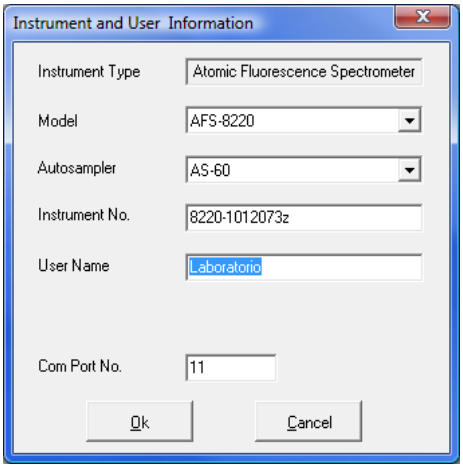
- **→ Instrument and User Informations**
- **→ Environmental Conditions**

Dopo aver compilato queste due finestre secondo le necessità, la stampa procederà secondo le scelte fatte nella finestra **Report.**

Vi sono diversi tipi di **Report** possibili, tutti per altro facilmente intuibili dalle impostazioni stesse. Il comando **Print**, che attiva la stampa, invia il processo direttamente alla **stampante predefinita.**

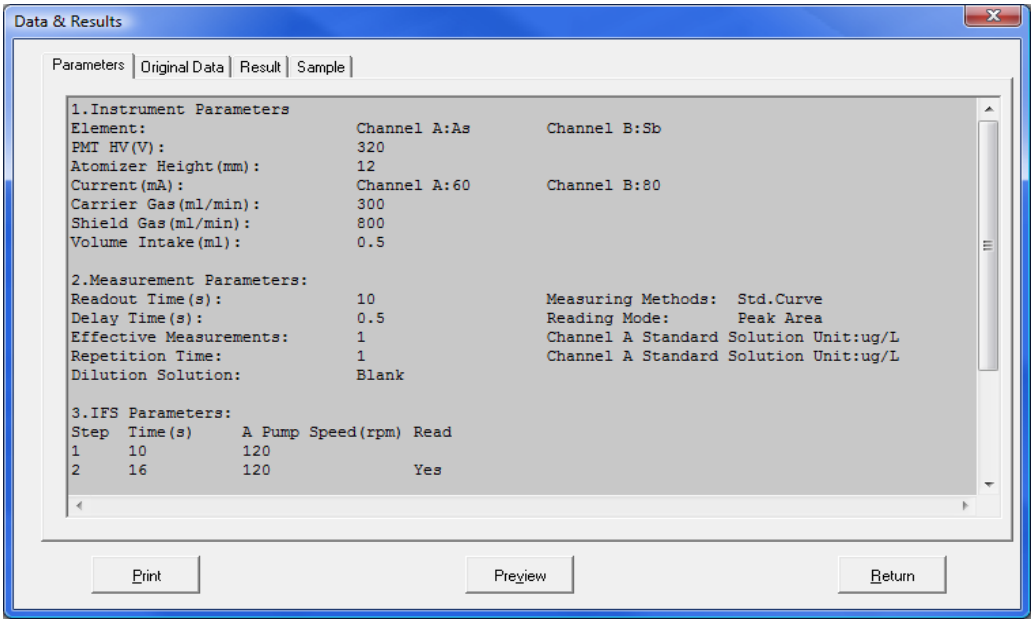
Pertanto, è necessario impostare preventivamente la stampante e le caratteristiche di stampa. Se ad esempio si vo-gliono i dati solo in formato PDF è necessario scegliere nella cartella stampanti come stampante predefinita il SW che gestisce questo formato.





DATA

Apre la finestra relativa ai dati raccolti durante l' analisi inclusi tutti i parametri di lavoro impostati per lo strumento. In questa finestra ci sono quattro sezioni che possono essere consultate : **Parameters, Original Data, Results e Sample**



Parameter

È la finestra che compare di default. Mostra tutti i parametri utilizzati nel corso dell' analisi in esame nel SW. I pulsanti in basso di **Preview** e **Print** consentono la stampa diretta della pagina alla **stampante predefinita**.

Original Data

Original Data mostra tutte le letture ottenute durante le misure. Da questi dati, stampabili, è possibile analizzare in dettaglio tutto il corso delle analisi e verificare eventuali problemi o anomalie nei risultati. Per aiutare nella interpretazione viene anche riportata l' ora nella quale un determinato valore è stato registrato dallo strumento.

Results

Results permette la stampa contemporanea di Bianco, Calibrazione e Risultati riportando solamente per A i valori di If e di Concentrazione e, analogamente per B, i valori di If

AFS-8220 Atomic Fluorescence Spectrometer

Result

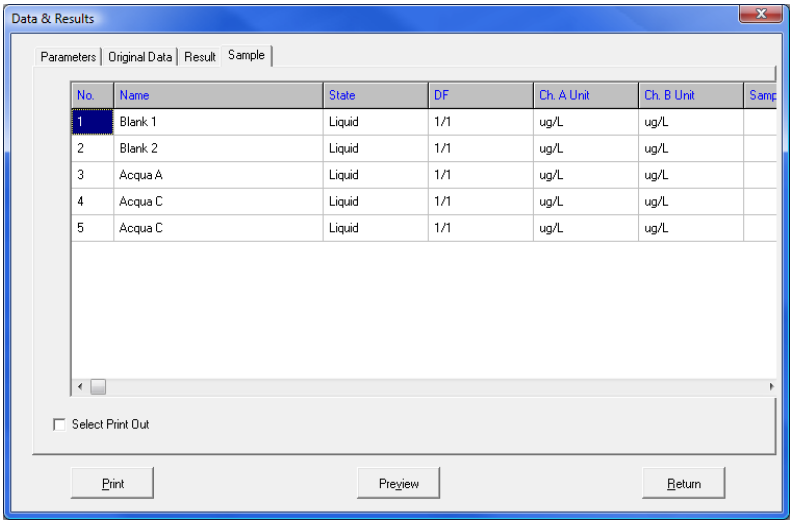
08/04/2011

Name	Type	Ch. A If	Ch. A Conc.	Ch. B If	Ch. B Conc.
Blank	Blank	251.49	0.00	424.42	0.00
S1	Std	58.62	0.10	111.16	0.10
S2	Std	269.51	0.50	466.07	0.50
S3	Std	1244.36	2.00	1835.46	2.00
S4	Std	3122.99	5.00	4477.26	5.00
S5	Std	6348.33	10.00	9219.52	10.00
Blank 1	Unk.Sample	-7.64	0.02	39.93	0.05
Blank 2	Unk.Sample	7.09	0.05	44.96	0.06
Acqua A	Unk.Sample	2039.90	3.25	248.27	0.28

e Concentrazione. Anche in questo caso, con la spunta sulla casella **Select Print Out** verranno stampate solo le caselle evidenziate con il mouse. Come rappresentato nella figura qui sopra, se non vi sono particolari esigenze di formato, questo può essere l' alternativa alla stampa completa (Calibrazione e Risultati) non ottenibile in **Report**. Il foglio è corredato dei nomi dei campioni e della data di esecuzione del lavoro. Non contiene e non può contenere grafici.

Sample

Sample è una tabella che riporta il nome del campione, lo stato fisico, il fattore **DF** di diluizione inserito, le unità di misura dei due elementi il **Sample Blank** ed il Correction Sample, attribuiti, la curva di calibrazione utilizzata per il calcolo.



Nella parte bassa della finestra **Data and Results** il pulsante **Return** riporta alla finestra principale del SW. **Preview** mostra l' anteprima della pagina di stampa mentre **Print** invia direttamente alla **Stampante predefinita** quanto selezionato.

Quando nella finestra compare la casella **Select Print Out**, selezionandola verranno stampate solo le righe evidenziate con il mouse. In caso contrario verranno stampate tutte le righe della pagina.

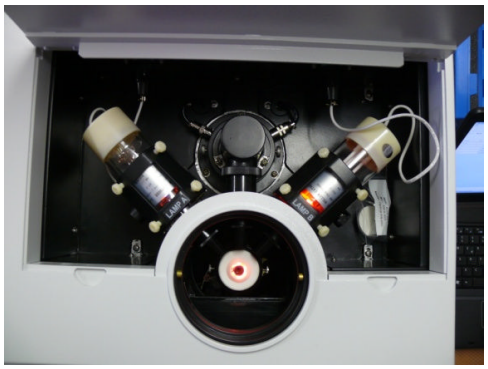


Foto 01 : comparto lampade e PMT e comparto torcia con la spiralina accesa

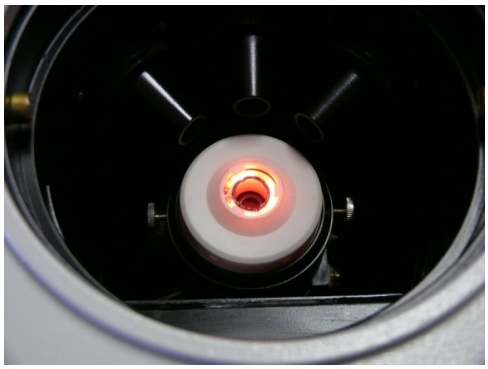


Foto 02 : comparto torcia con la spiralina accesa

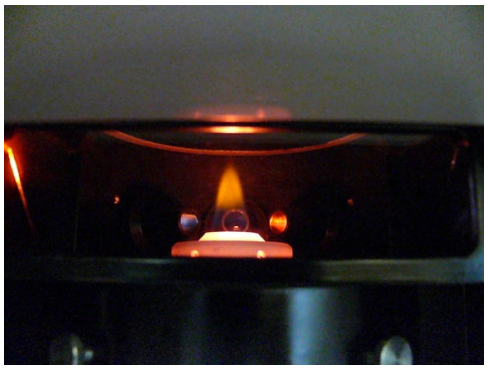


Foto 03 : comparto torcia con la fiamma Ar/H accesa durante una analisi

La fiamma Ar/H può non essere sempre visibile. Questo non è indice di cattivo funzionamento del sistema. Con soluzioni di riducente più diluite e concentrazione di $NaBH_4$ del 2% o inferiori può accadere che la fiamma possa essere poco visibile. Per l' efficacia della reazione è più importante controllare l' effervescenza nel tubo che collega il Mixer al 1° Gas Liquid Separator. La mancanza di effervescenza sta ad indicare o un errore di preparazione della soluzione di riducente o l' utilizzo di un Sodio Boro Idruro già deteriorato.

La **Foto 04** mostra i collegamenti dei tubi all' interno del comparto 1°GLS. Dal Foro sul pannello sinistro entrano i due capillari che provengono dal puntale del Campionatore (YB) e dalla bottiglia del Riducente (RR). Questi due tubi vengono fatti passare nella parte inferiore del rotore della pompa. Nella parte superiore del rotore vengono invece fatti passare i due tubi (BW) dello scarico che vanno, uniti con una Y al tubo che esce dal foro in basso a sinistra del comparto. Gli stessi due tubi vengono raccordati con una Y allo scarico del 1° GLS.

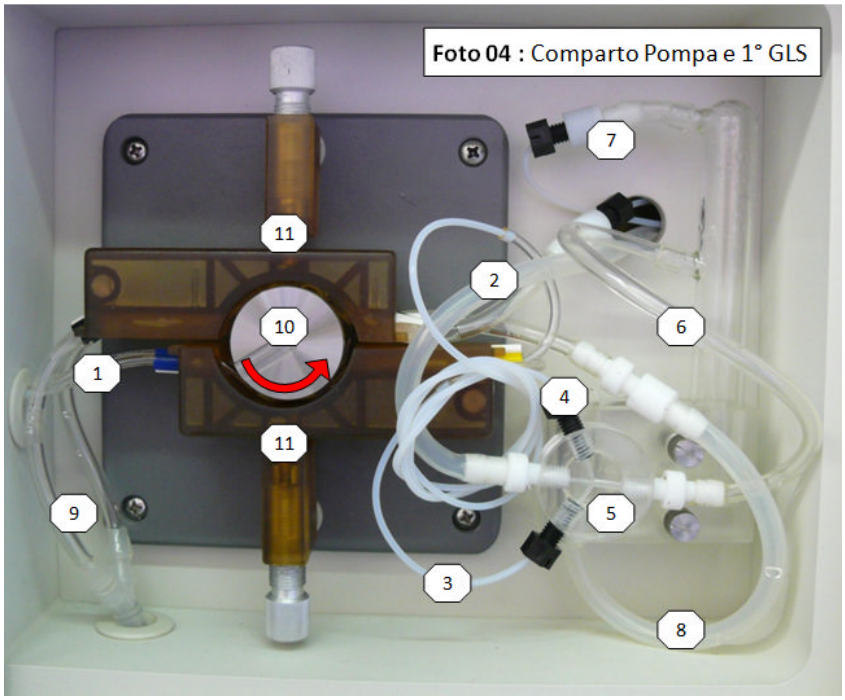


Foto 04 : Comparto Pompa e 1° GLS

1. Tubi di ingresso del Riducente e del Campione/Carrier
2. Ingresso gas al Mixer
3. Riducente
4. Campione /Carrier
5. Mixer
6. Prodotti di reazione al 1° GLS
7. Hydruro dal 1° GLS al 2° GLS e poi alla Torcia
8. Scarico dal 1°GLS
9. Tubi si Scarico
10. Rotore (senso antiorario)
11. Leve della Peristaltica

I due tubi, invece, che portano Campione/Carrier e Riducente escono verso destra nella parte inferiore del rotore e devono essere collegati ai tubi del Mixer. Il campione deve essere collegato al capillare più lungo con funzione di Loop di campionamento.

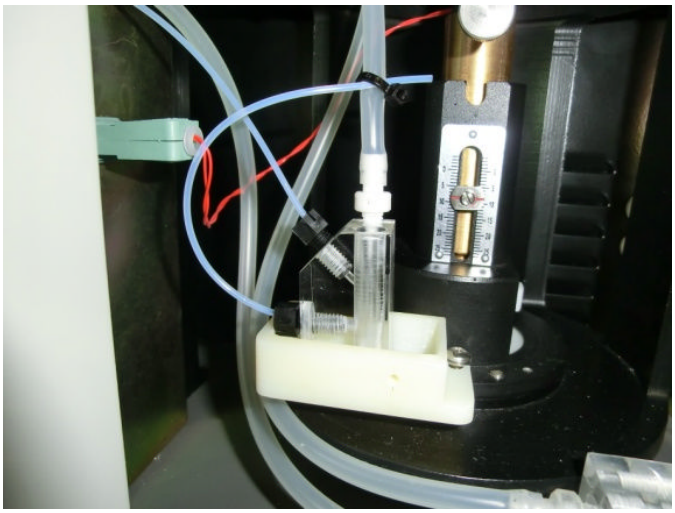


Foto 05 : Torch Compartment
&
2nd Gas Liquid Separator

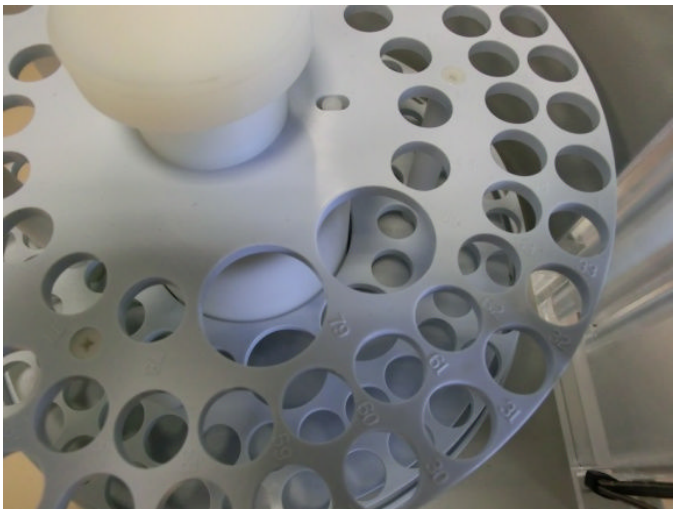


Foto 06 : Autosampler Carousel Central Position 79 & 80 for 50 mL Sampling Tube Used for Blank & RSD Statistics

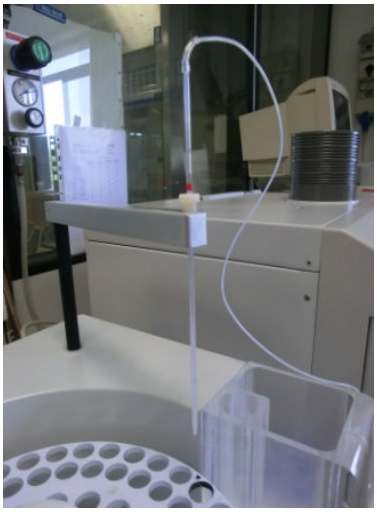


Foto 07 :
Autosampler
&
Sanded Probe
with
Red Stop Mark

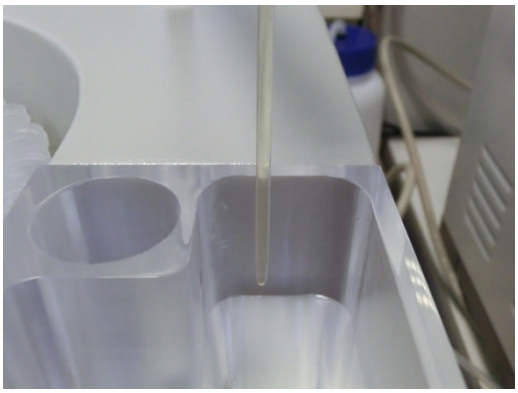
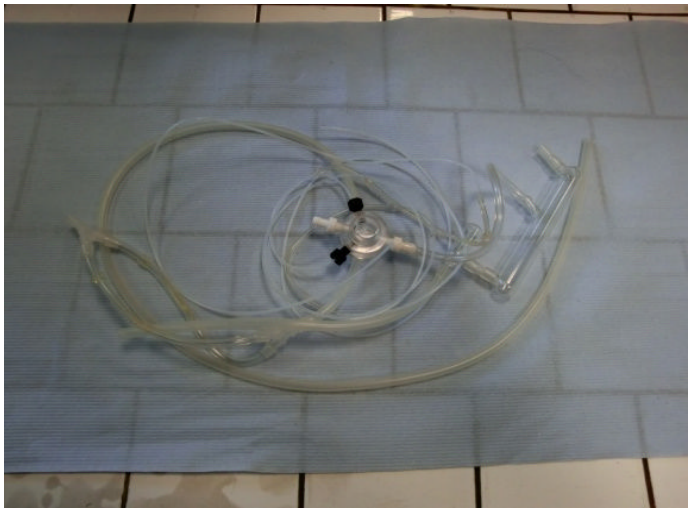
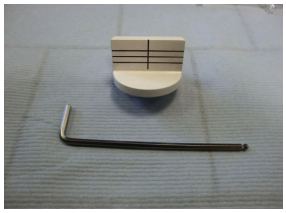


Foto 08 : Autosampler Sanded Probe showing NO Carry Over

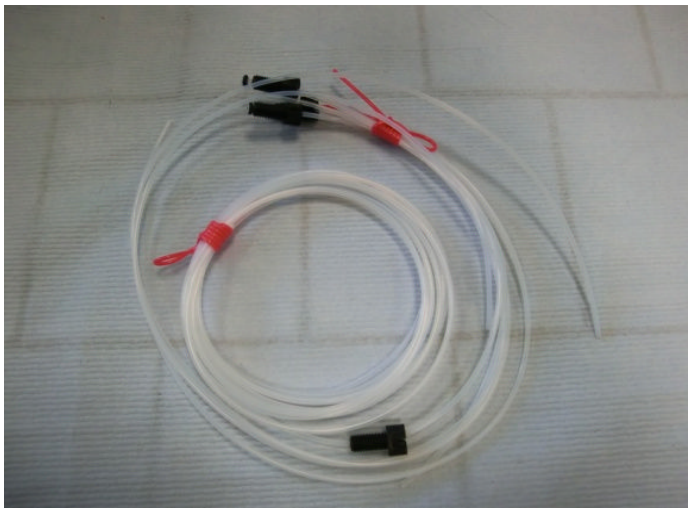


S&R Box - Sampling

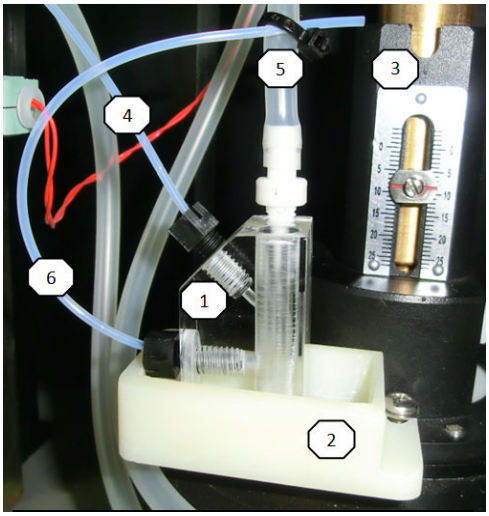


Optical Adjuster
&
Inner Exagon Spanner

Pulse Ignitor



Capillary Kit



Torch Compartment

1 : Gas Liquid Separator2
2 : GLS2 Support
3 : Torch Height Position Meter
4 : Inlet Sample Gas from GLS1
5 : Outlet to Atomizer & Torch
6 : GLS2 Drain

Gas Liquid Separator

Packing List

Nome	Spettrofotometro a Fluorescenza Atomica	Imballo	Conforme a Strumentazione Fragile
Modello	AFS-8220	Dimensioni (mm)	660 (L) x 630 (P) x 500 (A)
Numero di Serie	8220-1012073Z_8	Peso Lordo (Kg)	50

N.o	Descrizione	Composizione	Q.tà	Note
01	Spettrofotometro	1	1	Strumento fragile
02	AutoCampionatore	1	1	Strumento fragile
03	Spare Parts	Set	1	Vedere lista
04	Lampade a Catodo Cavo x AFS	Set	2	As, Sb, Bi, Hg, Se, Te, Ge, Sn, Pb, Zn, Cd
	Accessori di campionamento e di reazione	Set	1	
	Torcia	1	1	
	Atomizzatore	1	1	
	Manuale	1	2	
	Lista confezionamento	1	1	
	Carta di controllo e verifica della confezione	1	1	
	Certificato di Qualità	1	1	

Spare Parts List : Zona Pompa Peristaltica & Zona Reazione

N.o	Nome	Descrizione	Q.tà	P.N.
01	Tubi di connessione	25 cm - 2 connettori dal 1° GLS al 2° GLS	1	TAFSB-001
		10 cm - 1 connettore dal tubo riducente della peristaltica al modulo reazione	1	TAFSB-002
		30 cm – nessun connettore dalla bottiglia riducente al tubo riducente della peristaltica	1	TAFSB-004
		60 cm – 1 connettore dal tubo campione della peristaltica al modulo reazione	1	TAFSB-005
		60 cm – nessun raccordo dal Campionatore al tubo campione della peristaltica	1	TAFSB-010
02	Tubi Pompa Peristaltica	1.14 x 8.82 – 2 fermi – Red/Red – Riducente	1	TAFSB-007
		1.52 ^{x} 0.75 – 2 fermi – Yellow/Blu – Campione & Carrier	1	TAFS-008
		3.18 ^{x} 0.9 – 2 fermi – Black/White – Scarico	2	TAFS-009
		3.18 ^{x} 0.9 No fermi – da Modulo Reazione a 1° GLS	1	TAFS-012
03	Rubber Gasket	ϕ 5 x 1	5	TAFS-030
04	Capillari	ϕ 0.8 x 1.8	200 cm	TAFSB-011
05	Silicone	Bottiglia di olio silicone x pompa peristaltica	1	TAFS-031
06	Gas Liquid Separator	Set speciale per AFS 8228	1	TAFSB-015
07	Connettori PTFE	Tipo B	3	TAFSB-009
		Tipo C	1	TAFSB-010
08	Connettore Y	Raccordo a Y per scarico	2	TAFS-032
09	Connettori Linee Gas	PVC Polistirolo	4	TAFS-033

Spare Parts List : Generale

N.o	Nome	Descrizione	Q.tà	P.N.
8220-01	Atomizzatore		0	TAFS-001
8220-02	Fusibili Fornetto	Speciali lunga durata	3	TAFS-002
8220-03	Optical Adjuster		1	TAFS-003
8220-04	Lampade Catodo Cavo Speciali x AFS	As, Sb, Bi, Hg, Se, Te, Sn, Ge, Pb, Zn, Cd	2 sono comprese con la fornitura	TAFS-004 TAFS-014
8220-05	Fusibili di Potenza	3A	3	TAFS-015
8220-06	Cavo Alimentazione	Cavo Spettrofotometro	1	TAFS-016
8220-07	Cavi Comunicazione	9 Pin	1	TAFS-017
		25 Pin	1	
8220-08	CD Software		1	8228-001
8220-09	Set Installazione		1	TAFS-018
8220-10	Carta	100 Fogli	1	TAFS-019
8220-11	Puntali Vetro	Puntali Autocampionatore	5	TAFS-020
8220-12	Piatto Autocampionatore		1	TAFS-021
8220-13	Provette Polipropilene	10 mL	100	TAFS-022
		30 mL	4	
8220-14	Kit di Campionamento	Set tubi e raccordi	1	M8220
8220-15	Tubo Nylon	Tubo gas ϕ 10 x 1	5 m	TAFS-023
8220-16	Tubo Silicone	ϕ 4 x 6	1 m	TAFS-024
8220-17	Tubo in Polipropilene	ϕ 4 x 7	1 m	TAFS-025
8220-18	Bottiglie Plastica	2x500 mL 1x1000mL	3	TAFS-026
8220-19	Manuali	Hardware Software	2	8228-002
8220-20	HandBook	Solo in Cinese	2	TAFS-027
8220-21	Piezoelettrico	Speciale per HCL Hg	1	TAFS-028
8220-22	Batteria	Per piezoelettrico	2	TAFS-029
8220-23	Cover	Coperta per Strumento	1	TAFS-030
8220-24	Camino Vapori	Camino con filtri	1	TAFS-031
8220-25	Raccordo Gas	Raccordo con attacco rapido	1	TAFS-037
8220-26	Chiave brugola esagonale	Chiave per regolazione del braccio dell' AS-60	1	TAFS-038

Accessori e Consumabli di Uso Frequente

Reagenti Sigma
71321-100g Sodium Borohydride
452882-6x25g Sodium Borohydride
S5881-500g Sodium Hydroxide
306568-100g Potassium Hydroxide
30315-100g Potassium Iodide
95209-50g Ascorbic Acid
88810-100g Thiourea ACS
84418-1L Hydrochloric Acid Fuming 37%
244023-100g Potassium Hexacyanoferrate(III)
68018-50g Cobalt Chloryde (II)

Provette Monouso
100 x 50 mL graduate in PP con tappo e base di appoggio (tipo Falcon)
1500 x 15 mL graduate in PP con tappo (tipo Falcon)
1000 x 15 mL non gradute PP con tappo a vite
1000 x 10 mL non graduate PP senza tappo

Tubi CPI
1 x Tubi CPI Pk 12 Red-Red-Red Cod 4062-545
1 x Tubi CPI Pk 12 Yel-Blu-Yel Cod 4062-560
1 x Tubi CPI Pk 12 Blk-Wht-Blk Cod 4062-5125

Cappa Snodata Alluminio
Braccio in alluminio con snodo Plastica Rossa
Staffa a Parete - Motore Aspirazione Fumi con ventola in plastica.

Pipette Dosatrici a Volume Regolabile
Pipette a Volume Variabile Gilson
Gilson P-5000 (1 – 5 mL)
Gilson P-1000 (200-1000 µL)
Gilson P-200 (5-200 µL)
250 x Puntali x Gilson P-5000
1000 x Puntali x Gilson P-1000
1000 x Puntali x Gilson P-200

Siringhe e Filtri Nylon
60 x Siringhe Luer Lock 60 mL
100 x Filtri D33x0.45 Nylon

Questa guida ha il solo scopo di fornire un ulteriore contributo all' uso dello Spettrofotometro AFS (Atomic Fluorescence Spectrophotometer) Titan Modello 8220 e dell' AutoCampionatore AS-60. La guida non e' sostitutiva dei manuali SoftWare e HardWare originali e delle informazioni contenute nel programma originale, materiale che ogni Operatore è tenuto a consultare prima di operare con lo Spettrofotometro. In caso di informazioni contrastanti, fanno fede quelle contenute nei documenti originali della Titan.