

# Agilent 7697A Headspace-Probengeber

## Funktionsweise

# Hinweise

© Agilent Technologies, Inc. 2012

Gemäß der Urheberrechtsgesetzgebung in den USA und internationaler Urheberrechtsgesetzgebung darf dieses Handbuch, auch auszugsweise, nicht ohne vorherige Vereinbarung und schriftliche Genehmigung seitens Agilent Technologies, Inc. vervielfältigt werden (darunter fällt auch die Speicherung auf elektronischen Medien sowie die Übersetzung in eine Fremdsprache).

## Handbuch Teile-Nr.

G4556-92015

## Ausgabe

Dritte Ausgabe, September 2012  
Zweite Ausgabe, November 2011  
Erste Ausgabe, Januar 2011

Gedruckt in den USA

Agilent Technologies, Inc.  
2850 Centerville Road  
Wilmington, DE 19808-1610 USA

安捷伦科技（上海）有限公司 上海市  
浦东新区外高桥保税区 英伦路 412 号  
联系电话：（800）820 3278

## Gewährleistung

**Das in diesem Dokument enthaltene Material wird ohne Mängelgewähr bereitgestellt. Änderungen in nachfolgenden Ausgaben vorbehalten. Darüber hinaus übernimmt Agilent im gesetzlich maximal zulässigen Rahmen keine Garantien, weder ausdrücklich noch stillschweigend, bezüglich dieses Handbuchs und beliebiger hierin enthaltener Informationen, inklusive aber nicht beschränkt auf stillschweigende Garantien hinsichtlich Marktgängigkeit und Eignung für einen bestimmten Zweck. Agilent übernimmt keine Haftung für Fehler oder beiläufig entstandene Schäden oder Folgesachschäden in Verbindung mit Einrichtung, Nutzung oder Leistung dieses Dokuments oder beliebiger hierin enthaltener Informationen. Falls zwischen Agilent und dem Benutzer eine separate schriftliche Vereinbarung mit Garantiebedingungen bezüglich des in diesem Dokument enthaltenen Materials besteht, die zu diesen Bedingungen im Widerspruch stehen, gelten die Garantiebedingungen in der separaten Vereinbarung.**

## Sicherheitshinweise

### Vorsicht

**VORSICHT** weist auf eine Gefahr hin. Dieser Hinweis macht auf einen Betriebsablauf oder ein Verfahren aufmerksam, der bzw. das bei unsachgemäßer Durchführung zur Beschädigung des Produkts oder zum Verlust wichtiger Daten führen kann. Wenn eine Prozedur mit dem Hinweis **VORSICHT** gekennzeichnet ist, dürfen Sie erst fortfahren, wenn Sie alle aufgeführten Bedingungen verstanden haben und diese erfüllt sind.

### WARNUNG

**WARNUNG** weist auf eine Gefahr hin. Dieser Hinweis macht auf einen Betriebsablauf oder ein Verfahren aufmerksam, der bzw. das bei unsachgemäßer Durchführung zu Verletzungen oder zum Tod führen kann. Arbeiten Sie im Falle eines Hinweises **WARNUNG** erst dann weiter, wenn Sie die angegebenen Bedingungen vollständig verstehen und erfüllen.

# Contents

## 1 Einführung

- Einführung 8
- Der Agilent 7697A Headspace Sampler 9
- Informationen zu diesem Handbuch 10
- Einführung in den Headspace-Probengeber 11

## 2 Arbeitsablauf

- Arbeitsablauf bei routinemäßigem Betrieb 14
- Arbeitsablauf zur Methodenentwicklung 15

## 3 Das Tastenfeld

- Die Tasten für die allgemeine Dateneingabe 18
- Die Analysetasten 20
- Die Komponententasten 22
- Die Taste „Adv Function“ 24
- Die Taste „Status“ 25
- Die Taste „Info“ 27
- Die Unterstützungstasten 28
- Die Tasten für Methodenspeicherung und Automatisierung 30
- Die Taste „Service Mode“ 31
- Tastenfeldfunktionen bei Steuerung des HS durch ein Agilent  
Datensystem 32
- Status des Headspace-Probengebers 33
- Warntöne 34
- Fehlerbedingungen 35
- Blinkender Sollwert 36
- Statusanzeigen 37
- Logs 38
- Sequenzprotokoll 39
- Wartungsprotokoll 40
- Ereignisprotokoll 41

## 4 Verbrauchsmaterialien

Verbrauchsmaterialien für die Headspace-Analyse 44

## 5 Probenfläschchen

Arten von Probenfläschchen 50

Septa und Kappen für Probenfläschchen 51

Fläschchenetiketten 52

Befüllen von Probenfläschchen 54

Verschließen eines Probenfläschchens 55

Bewegen des Probetellers in die bzw. aus der Ruheposition  
(111-Fläschchen-Modell) 58

Installieren eines Fläschchenständers (111-Fläschchen-Modell) 59

Laden einer Probe in den Probeteller (111-Fläschchen-Modell) 60

Laden einer Probe in den Probeteller (12-Fläschchen-Modell) 61

## 6 Methoden

Was ist eine Methode? 64

    Vordefinierte Methoden 64

    Methoden des Datensystems 65

Überblick über Methodenparameter 66

Erstellen einer Methode 69

Speichern einer Methode 72

Bearbeiten einer Methode 73

Laden einer Methode 74

Löschen einer Methode 75

Ermitteln der GC-Zyklusdauer 76

    Ermitteln der GC-Zyklusdauer 76

    Validieren der GC-Zyklusdauer 77

## 7 Sequenzen

Was ist eine Sequenz? 80

    Sequenzen, Extraktionsmodi und Fläschcheneinstiche 80

    Wie viele Sequenzen können auf dem HS gespeichert werden? 81

Prioritätsproben 82

    Positionen für Prioritätsproben 82

    Verarbeitung von Prioritätsproben durch den HS 82

    Prioritätsproben bei Verwendung eines Agilent Datensystems 84

Sequenzen und Durchsatz (111-Fläschchen-Modell)	85
Erstellen einer Sequenz	86
Speichern einer Sequenz	87
Laden einer Sequenz	88
Bearbeiten einer Sequenz	89
Löschen einer Sequenz	90
Sequenzaktionen der Methode	91

## **8 Verarbeiten von Proben**

Verarbeiten einer Reihe (Sequenz) von Proben	94
Unterbrechen einer laufenden Sequenz	95
Anhalten einer laufenden Sequenz	96
Verarbeiten einer Prioritätsprobe während einer Sequenz	97
Anzeigen des Fläschchen- und Sequenzstatus	99
Readiness status	99
Setpoint status	99
Vial status	99
Sequenzsteuerung mit einem Agilent Datensystem	101

## **9 Konfiguration**

Was bedeutet Konfiguration?	104
Konfigurieren des Headspace-Probengebers	105
Ressourcenschutz	106





# 1 Einführung

Einführung 8

Der Agilent 7697A Headspace Sampler 9

Informationen zu diesem Handbuch 10

Einführung in den Headspace-Probengeber 11

In diesem Handbuch wird die Bedienung des Agilent 7697A Headspace Samplers während des typischen Betriebs erläutert.



## Einführung

Die Headspace-Analyse ist eine Methode zum Analysieren flüchtiger organischer Verbindungen anhand der Gaschromatographie. Bei der Headspace-Analyse wird das Umgebungsvolumen über einer Probenmatrix erfasst, wobei die flüchtigen Verbindungen in Gasform auf berechenbaren Ebenen vorliegen.

Die Headspace-Analyse ist in folgenden Situationen hilfreich:

- Die betreffende Substanz ist flüchtig bei Temperaturen unter 285 °C (111-Fläschchen-Modell) oder 195 °C (12-Fläschchen-Modell).
- Die Probenmatrix ist fest, pastös oder flüssig und nicht einfach in einen GC-Einlass zu injizieren.
- Die Probenvorbereitung für eine einfache Flüssigkeitsinjektion ist derzeit schwierig.

Die Headspace-Analyse bietet gegenüber herkömmlichen Injektionen mehrere Vorteile:

- Einfachere Probenvorbereitung. Die Probe muss nicht zu einer injizierbaren Flüssigkeit verarbeitet werden.
- Sie können direkt eine breite Auswahl an Probenmatrizen (Flüssigkeiten, feste Substanzen und Pasten) analysieren.
- Der Lösungsmittel-Peak ist im Vergleich mit herkömmlichen GC-Methoden zur Flüssigkeitsinjektion kleiner oder nicht vorhanden.
- Säulen sind länger haltbar und erfordern weniger Wartungsaufwand. Das Headspace-Volumen über der Probenmatrix ist sauberer als die Matrix. Durch die Injektion einer geringeren Menge von Verunreinigungen ist die Analysensäule länger haltbar und erfordert weniger Wartungsaufwand (Trimmen, Ausheizen, Vorsäulenaustausch etc.).
- Hohe Genauigkeit.

## Der Agilent 7697A Headspace Sampler

Der Agilent 7697A Headspace Sampler (HS) ist ein Druckschleifen-Headspace-Probensystem mit einer Kapazität für entweder 12 oder 111 Fläschchen. Bei einer Konfiguration für 12 Probenfläschchen verwendet der HS einen Ofen für einzelne Fläschchen zum Einstellen der Probe auf die gewünschte Temperatur. Bei einer Konfiguration mit 111 Probenfläschchen verwendet der HS einen Ofen für 12 Fläschchen zum Einstellen der Proben auf die entsprechende Temperatur. Da die längste Haltezeit bei der Headspace-Analyse normalerweise der Gleichgewichtseinstellungszeit entspricht, kann mit dem HS höherer Kapazität durch Verwendung des Ofens für mehrere Fläschchen der Durchsatz erhöht werden, indem das Gleichgewicht mehrerer Fläschchen gleichzeitig eingestellt werden kann.

## Informationen zu diesem Handbuch

In diesem Handbuch werden die Konzepte und Aufgaben beim routinemäßigen Betrieb des Headspace-Probengebers beschrieben.

Informationen, die Sie zur Durchführung weitergehender Aufgaben und zur Methodenentwicklung benötigen, finden Sie im *Erweiterten Bedienungshandbuch*.

## Einführung in den Headspace-Probengeber



Figure 1 111-Fläschchen-Modell – Frontansicht



Figure 2 12-Fläschchen-Modell – Frontansicht

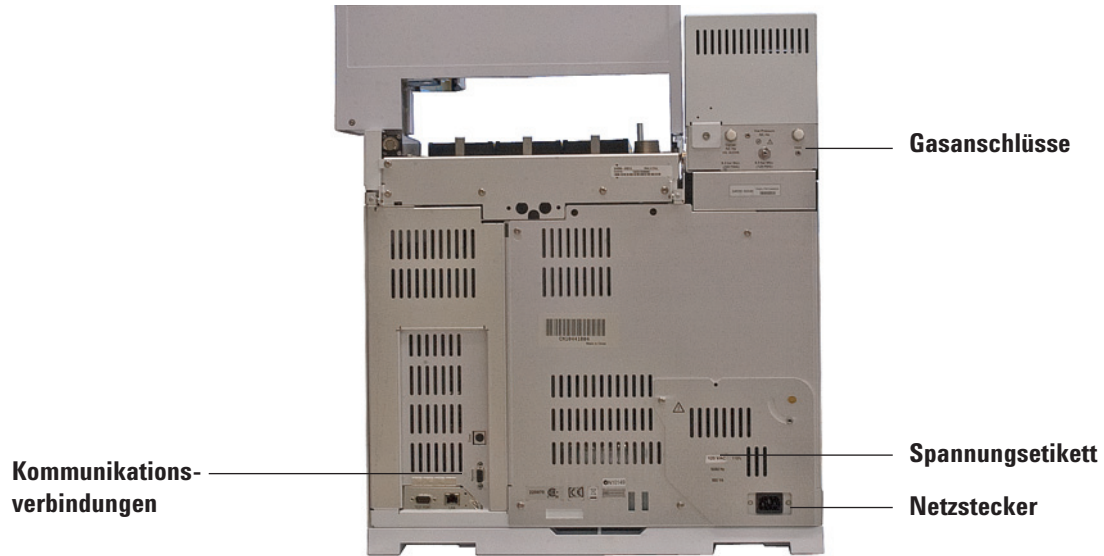


Figure 3 12-Fläschchen-Modell – Rückansicht (111-Fläschchen-Modell ähnlich)



## 2 Arbeitsablauf

Arbeitsablauf bei routinemäßigem Betrieb 14

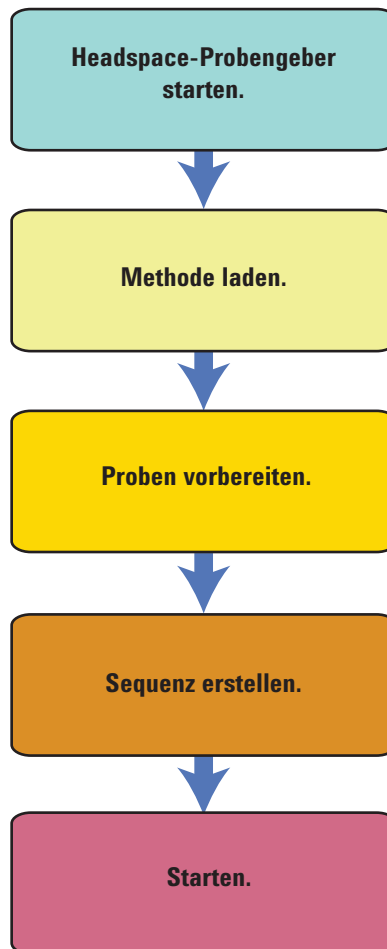
Arbeitsablauf zur Methodenentwicklung 15

In diesem Abschnitt wird der grundlegende Arbeitsablauf zur Verwendung des Headspace-Probengebers beschrieben.



## Arbeitsablauf bei routinemäßigem Betrieb

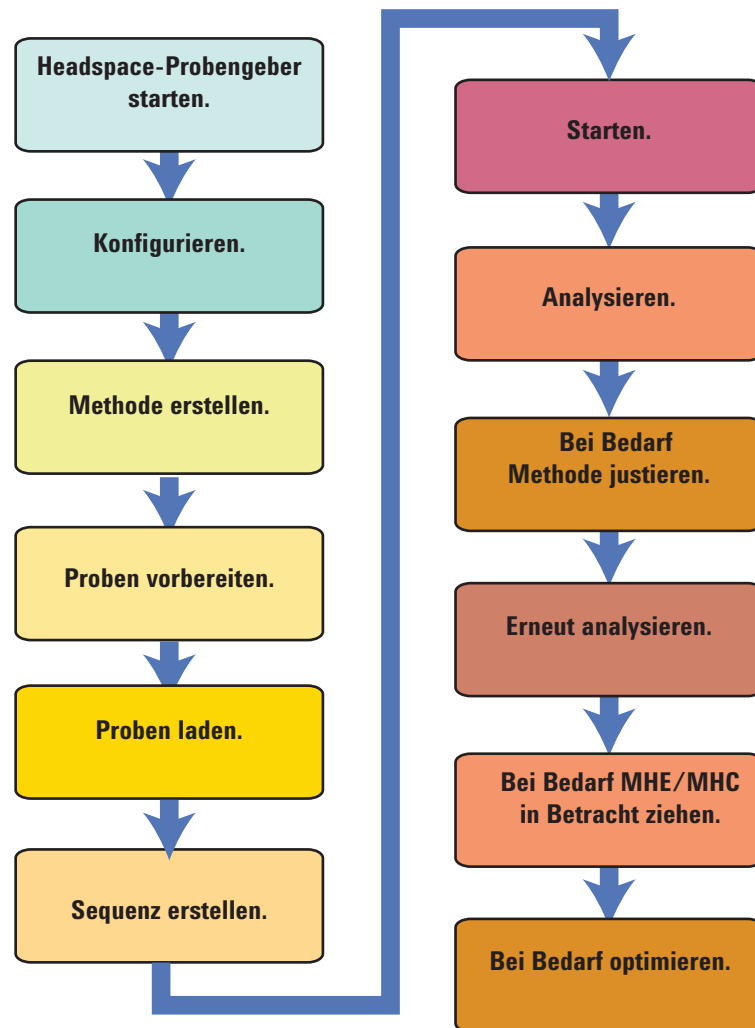
Abbildung 4 fasst den normalen Arbeitsablauf bei der Headspace-Analyse zusammen. Bei diesem Arbeitsablauf wird davon ausgegangen, dass der Headspace-Probengeber eingerichtet wurde und dass die Methoden und Proben bekannt sind.



**Figure 4** Routine-Arbeitsablauf bei der Headspace-Analyse

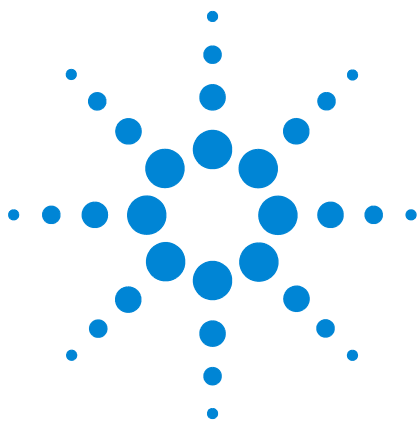
## Arbeitsablauf zur Methodenentwicklung

Abbildung 5 fasst den Arbeitsablauf zur Entwicklung von Methoden zusammen. Einzelheiten zur Methodenentwicklung finden Sie im *Erweiterten Bedienungshandbuch*.



**Figure 5** Arbeitsablauf bei der Methodenentwicklung

## 2 Arbeitsablauf



## 3 Das Tastenfeld

Die Tasten für die allgemeine Dateneingabe	18
Die Analysetasten	20
Die Komponententasten	22
Die Taste „Adv Function“	24
Die Taste „Status“	25
Die Taste „Info“	27
Die Unterstützungstasten	28
Die Taste „Service Mode“	31
Die Tasten für Methodenspeicherung und Automatisierung	30
Tastenfelfunktionen bei Steuerung des HS durch ein Agilent Datensystem	32
Status des Headspace-Probengebers	33
Logs	38

In diesem Abschnitt wird die grundlegende Bedienung des Tastenfeldes am Agilent 7697A HS beschrieben. Das Tastenfeld bietet Zugriff auf die gesamte Funktionalität des Geräts. Weitere Informationen zur Funktionalität des Tastenfeldes entnehmen Sie bitte dem *Erweiterten Bedienungshandbuch*.




## Die Tasten für die allgemeine Dateneingabe

Mithilfe dieser Tasten können Sie Sollwerte eingeben, eine Auswahl treffen und HS-Komponenten ein- oder ausschalten.

Tasten für die allgemeine Dateneingabe



<b>Mode/Type</b>	Öffnet eine Liste möglicher Parameter in Verbindung mit den nicht numerischen Einstellungen einer Komponente. Bei Auswahl des Fläschchenfüllmodus drücken Sie beispielsweise <b>[Mode/Type]</b> , um eine Liste der Optionen für den Fläschchenfüllmodus anzuzeigen.
<b>Clear</b>	Löscht einen falsch eingegebenen Sollwert, bevor die Taste <b>[Enter]</b> betätigt wird. Außerdem können Sie mit dieser Taste zur obersten Zeile einer mehrzeiligen Anzeige gelangen, zu einer vorherigen Anzeige zurückkehren, eine Funktion während einer Sequenz oder Methode beenden sowie das Laden oder Speichern von Sequenzen und Methoden abbrechen.
<b>Enter</b>	Übernimmt eingegebene Änderungen oder wählt einen alternativen Modus.
	Pfeiltasten. Ermöglichen das zeilenweise Durchlaufen einer Anzeige nach oben oder unten. Das Zeichen < in der Anzeige kennzeichnet die aktive Zeile.
<b>Numerische Tasten</b>	Werden zur Eingabe der Einstellungen für die Methodenparameter verwendet. (Drücken Sie <b>[Enter]</b> , um die Änderungen zu übernehmen.)

---

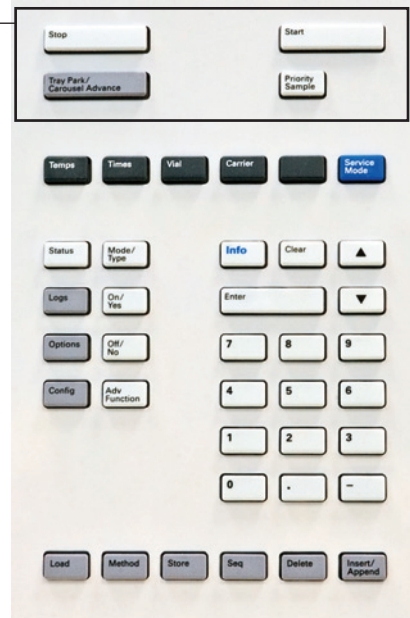
<b>On / Yes</b>	Werden bei der Einrichtung von Parametern, zum Beispiel des Warntons, des Signaltons für die Methodenmodifikation und des Tastenklicks, oder zum Ein- und Ausschalten eines Parameters oder Geräts (z. B. der Heizung für die Übertragungsleitung) verwendet.
<b>Off / No</b>	

---

## Die Analysetasten

Mithilfe dieser Tasten starten Sie die Probenvorbereitung, beenden die Vorbereitung und bewegen den Probenteller vor dem Laden von Probenfläschchen.

Analysertasten



### Stop

Während einer Sequenz:

- Drücken Sie die Taste einmal, um die Sequenz zu unterbrechen. Die aktuellen Proben werden weiter verarbeitet, es wird jedoch nicht mit der Verarbeitung von neuen Proben begonnen. Drücken Sie **[Start]**, um die Verarbeitung fortzusetzen.
- Drücken Sie die Taste zweimal (innerhalb von 5 Sekunden), um die Sequenz abubrechen. Jegliche Fläschchen im Fläschchenofen werden zum Probenteller zurückgeführt.

### Start

Beginnt mit der Verarbeitung der nächsten Probe oder Probensequenz. Wenn die Verarbeitung für eine Probe abgeschlossen ist, führt der HS eine Injektion in den GC durch und sendet ein Analysestartsignal.

---

<b>Tray Park/Carousel Advance</b>	<ul style="list-style-type: none"><li>• Drücken Sie diese Taste am 111-Fläschchen-Modell zum Bewegen des Probentellers in die bzw. aus der Ruheposition. (In der Ruheposition können Sie dem Probenteller Fläschchen oder Fläschchenständer hinzufügen oder entnehmen.) Wird die Taste während einer laufenden Sequenz gedrückt, wird die Sequenz unterbrochen, bis der Probenteller aus der Ruheposition bewegt wird.</li><li>• Drücken Sie diese Taste am 12-Fläschchen-Modell zum /Weiterdrehen des Karussells um eine Position.</li></ul>
<b>Priority Sample</b>	<p><b>Nur 111-Fläschchen-Modell. Nur bei Verwendung als Einzelgerät.</b></p> <p>Drücken Sie diese Taste zum Einführen eines Probenfläschchens in die ausgeführte Sequenz. Deaktiviert bei Verwendung der Datensystemsteuerung.</p>

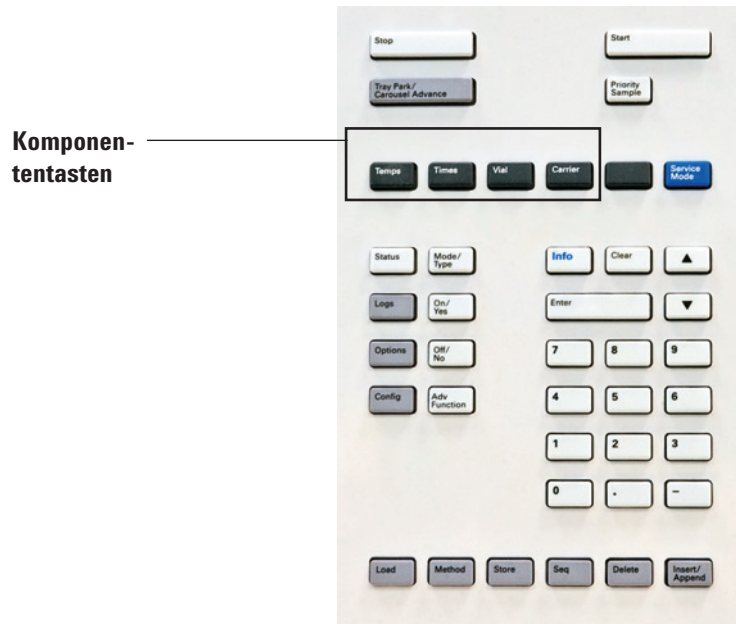
---

## Die Komponententasten

Mithilfe dieser Tasten greifen Sie auf die Methodentemperaturen, Zeitsteuerungsereignisse, Flüsse und Drücke, Fläschchenfüllmodi und ähnliche Parameter zu.

**Zur Anzeige der aktuellen Einstellungen** drücken Sie eine dieser Tasten. Möglicherweise sind mehr als drei Zeilen an Informationen verfügbar. Verwenden Sie die Pfeiltasten, um bei Bedarf weitere Zeilen anzuzeigen.

**Zur Änderung von Einstellungen** durchlaufen Sie die Anzeige bis zur gewünschten Zeile, geben die Änderung ein und drücken **[Enter]**.



<b>Temps</b>	Drücken Sie diese Taste zum Festlegen von Temperaturen für den Fläschchenofen, die Probenschleife und die Übertragungsleitung.
<b>Times</b>	Drücken Sie diese Taste zum Festlegen von Zeiten für die Fläschchen-Gleichgewichtseinstellung, die Injektionsdauer, die Druck-Gleichgewichtseinstellung und die GC-Zyklusdauer.
<b>Fläschchen</b>	Drücken Sie diese Taste zum Festlegen von Fläschchengröße, Fläschchenfüllmodus und Parametern, Schleifenfüllmodus und Parametern sowie des Fläschchenschüttelns.

---

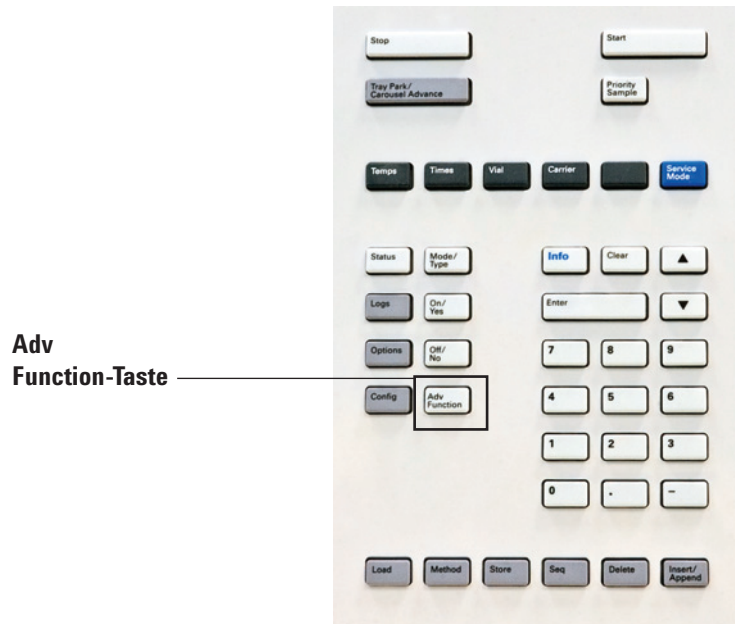
<b>Träger</b>	Wenn Sie das optionale HS-Trägergas-EPC-Modul verwenden, drücken Sie diese Taste zum Festlegen des Trägergas-Steuerungsmodus und der Parameter für das Trägerfluss- oder -druckprogramm. Steht die optionale HS-Trägergassteuerung nicht zur Verfügung, wird der Trägergasfluss durch den GC gesteuert.
---------------	--

---

Beachten Sie, dass bei Bearbeitung von Temperaturen und Zeiten über das Tastenfeld die jeweilige Einstellung in der aktuellen Methode sofort geändert wird und der HS beginnt, sich an die neue Einstellung anzupassen.

## Die Taste „Adv Function“

Mithilfe der Taste [Adv Function] greifen Sie auf erweiterte HS-Methodenparameter zu



---

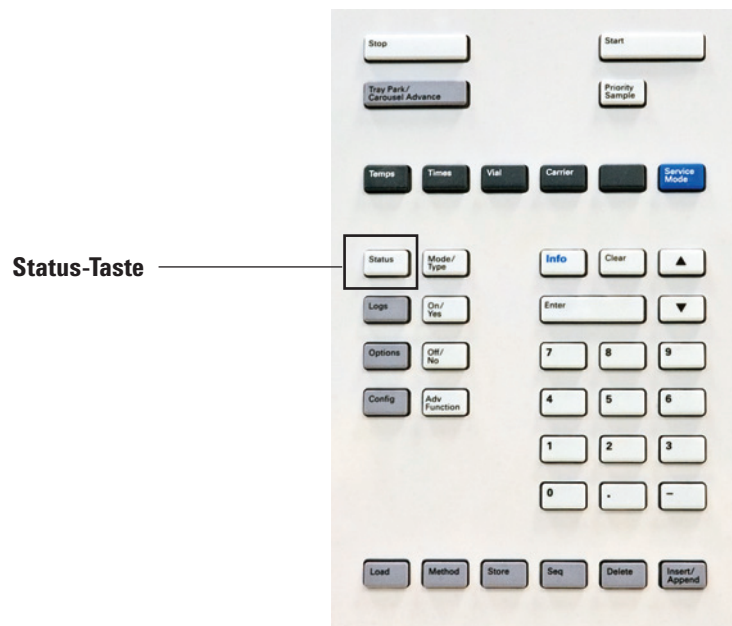
### Adv Function

Verwenden Sie diese Taste für den Zugriff auf folgende Parameter:

- Probenschleife und Sondenspülung zwischen Sequenzen
  - Headspace-Extraktionsmodus
  - Sequenzaktionen der Methode
  - Strichcode-Leser-Einstellungen
  - Parameter für die Methodenentwicklung
-

## Die Taste „Status“

Über die Taste **Status** rufen Sie den aktuellen HS-Zustand ab.



### Status

Schaltet um zwischen Informationen und Meldungen zu Sequenz, Sollwert und Fläschchenstatus. Zeigt außerdem Informationen wie „ready“ (bereit), „not ready“ (nicht bereit) und „fault“ (Fehler) an. Wenn die Statusleuchte „Not Ready“ (nicht bereit) blinkt, ist ein Fehler aufgetreten.

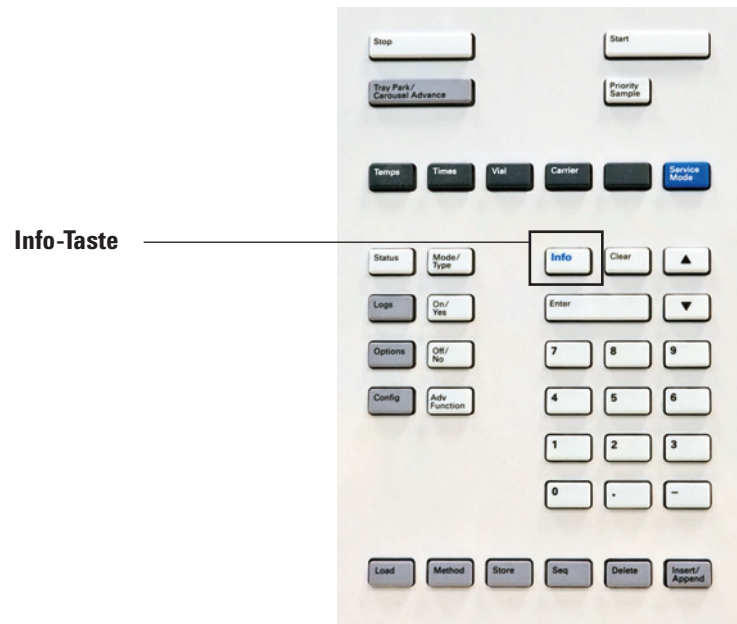
Sie können die Reihenfolge verändern, in der die Elemente im Anzeigefenster für den Sollwertstatus aufgeführt werden. Beispielsweise können Sie die am häufigsten zu prüfenden Punkte in den ersten drei Zeilen anzeigen, damit sie sofort und ohne Durchlaufen der Anzeige sichtbar sind. So ändern Sie die Reihenfolge der Statusanzeige:

- 1 Drücken Sie [**Config**] [**Status**].
- 2 Durchlaufen Sie die Anzeige bis zu dem Sollwert, den Sie in der ersten Zeile anzeigen möchten, und drücken Sie [**Enter**]. Dieser Sollwert erscheint jetzt ganz oben in der Liste.
- 3 Durchlaufen Sie die Anzeige bis zu dem Sollwert, den Sie in der zweiten Zeile anzeigen möchten, und drücken Sie [**Enter**]. Dieser Sollwert erscheint jetzt als zweiter Eintrag in der Liste.
- 4 Fahren Sie auf diese Weise fort, bis die Liste die gewünschte Reihenfolge aufweist.

### **3 Das Tastenfeld**

## Die Taste „Info“

Zur Anzeige der kontextabhängigen Hilfe drücken Sie **[Info]**. Wenn Sie z. B. für einen Sollwerteintrag **[Info]** drücken, wird in etwa folgender Hilfetext angezeigt: *Enter a value between 0.00 and 999.990 minutes* (Geben Sie einen Wert zwischen 0.00 und 999.990 Minuten ein).




---

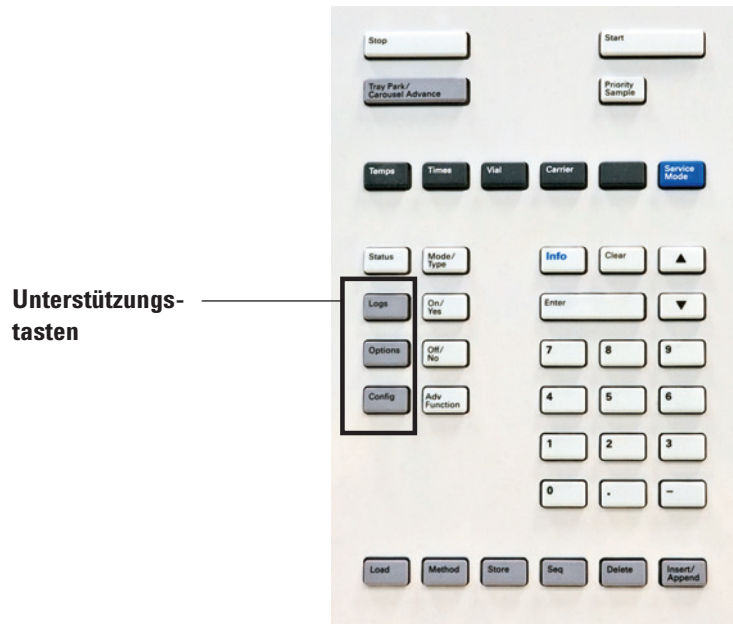
### Info

Bietet Hilfe für den derzeit angezeigten Parameter. Wenn z. B. **Vial equip time** die aktive Zeile der Anzeige ist (gekennzeichnet durch <), zeigt **[Info]** den gültigen Zeitbereich an. In anderen Fällen zeigt **[Info]** Definitionen oder Aktionen an, die ausgeführt werden müssen.

---

## Die Unterstützungstasten

Mithilfe dieser Tasten können Sie Konfigurationsparameter anzeigen und festlegen, Optionen einstellen und Verlaufsdaten für das Gerät anzeigen.



<p><b>Logs</b></p>	<p>Wechselt zwischen dem <b>Sequence Log</b> (Sequenzprotokoll), dem <b>Event Log</b> (Ereignisprotokoll) und dem <b>Maintenance Log</b> (Wartungsprotokoll). Die Informationen in diesen Protokollen können zur Unterstützung der GLP-Standards (Good Laboratory Practices) eingesetzt werden.</p>
<p><b>Options</b></p>	<p>Greift auf die Optionen für Gerätekalibrierung, Kommunikation sowie Tastatur und Anzeige zu. Wechseln Sie zur gewünschten Zeile und drücken Sie <b>[Enter]</b>, um auf die zugehörigen Einträge zuzugreifen. Weitere Informationen finden Sie im <i>Erweiterten Bedienungshandbuch</i>.</p>
<p><b>Config</b></p>	<p>Mithilfe von <b>[Config]</b> richten Sie Komponenten ein, die normalerweise vom HS nicht automatisch erkannt werden, jedoch für die Vorbereitung der Probe oder Ausführungsmethode von Bedeutung sind, beispielsweise Gastypen, Trägergasmodus, Schleifenvolumen und Uhr.</p>



## Die Tasten für Methodenspeicherung und Automatisierung

Diese Tasten dienen dem lokalen Laden und Speichern von Methoden und Sequenzen auf Ihrem HS. Über diese Tasten können Sie nicht auf Methoden und Sequenzen zugreifen, die vom Agilent Datensystem gespeichert wurden.

Tasten für Methodenspeicherung und Automatisierung

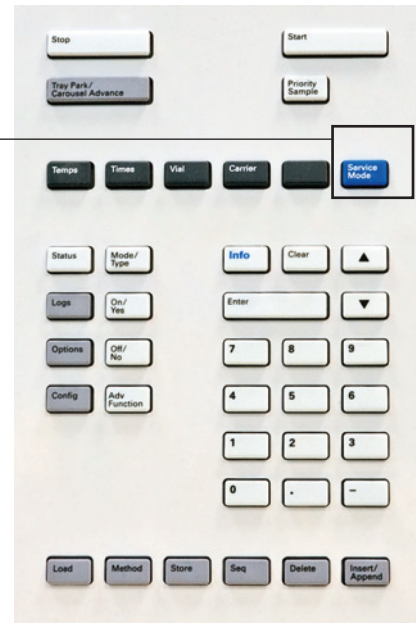


<b>LoadMethodStoreSeq</b>	Werden verwendet, um Methoden und Sequenzen auf dem HS zu laden und zu speichern. Drücken Sie beispielsweise zum Laden einer Methode auf die Tasten <b>[Load][Method]</b> , und wählen Sie eine Methode aus der Methodenliste aus, die auf Ihrem HS gespeichert ist. Siehe <a href="#">“Laden einer Methode”</a> , <a href="#">“Speichern einer Methode”</a> , <a href="#">“Laden einer Sequenz”</a> und <a href="#">“Speichern einer Sequenz”</a> .
<b>Delete</b>	Entfernt eine Methode, Sequenz oder Sequenzzeile. Siehe <a href="#">“Löschen einer Sequenz”</a> und <a href="#">“Löschen einer Methode”</a> .
<b>Insert/Append</b>	Wird zum Hinzufügen eines Probenfläschchens zu einer neuen oder einer vorhandenen Sequenz verwendet.

## Die Taste „Service Mode“

Mit dieser Taste greifen Sie auf Service-Informationen und -Verfahren zu.

Service  
Mode-Taste




---

### Service Mode

Wird verwendet, um auf Wartungsfunktionen und Einstellungen, auf Servicezähler, Fläschchenleckttests und Diagnosefunktionen für den HS zuzugreifen. Weitere Informationen finden Sie im *Erweiterten Bedienungshandbuch*.

---

## Tastenfeldfunktionen bei Steuerung des HS durch ein Agilent Datensystem

Während der Steuerung durch das Datensystem kann das Tastenfeld für die allgemeine Verwendung gesperrt werden. Durch diese Sperrfunktion wird verhindert, dass ein Benutzer unbeabsichtigte Änderungen an der Headspace-Methode vornimmt, während das Gerät durch das Datensystem gesteuert wird. Die Sperre bewirkt folgende Änderungen:

- Methodenparameter können angezeigt, jedoch nicht geändert werden.
- Eine Methode kann nicht geladen, bearbeitet oder gespeichert werden.
- Eine Sequenz kann nicht geladen, bearbeitet oder gespeichert werden.
- Sie können die Gerätekonfiguration nicht ändern oder erweiterte Funktionen durchführen.

Während der Steuerung durch das Datensystem kann das Tastenfeld zu folgenden Zwecken verwendet werden:

- Zum Anzeigen des Sequenzstatus, einschließlich der Zeitdaten, durch Auswahl von [**Status**].
- Zum Anzeigen der Methodeneinstellungen.
- Zum Unterbrechen oder Abbrechen einer Sequenz durch Auswahl von [**Stop**].
- Zum Ermitteln des Computers, der den HS steuert, durch Drücken von [**Options**] > **Communication** Der Name des Computers, der den HS steuert, ist zusammen mit der Anzahl der mit dem HS verbundenen Hosts unter der Einstellung **Enable DHCP** aufgeführt.

## Status des Headspace-Probengebers

Wenn der HS für den Start der aktuellen Sequenz bereit ist, zeigt der Anzeigebildschirm, wie unten dargestellt, den Status „Ready“ an:

```
STATUS - Ready
Ready for start sequence
```

Ist eine Komponente des HS nicht für den Vorgang bereit, leuchtet die Statusanzeige **Not Ready** auf. In diesem Fall lautet die Statusmeldung „Not Ready“, und der Grund wird aufgeführt.

```
STATUS - Not Ready
Oven is turned off
```

Drücken Sie zu einem beliebigen Zeitpunkt die Taste **[Status]**, um Meldungen zum aktuellen HS-Status anzuzeigen. Hierzu gehört, ob der HS zum Starten der Probenvorbereitung bereit ist oder welche Bedingungen derzeit eine Fortsetzung des Vorgangs verhindern.

**Sequence status:** Zeigt Statusinformationen im Zusammenhang mit der Sequenz an.

**Setpoint status:** Zeigt allgemeine Statusinformationen an, beispielsweise Bereitschaftsmeldungen und Fehlerzustände, und führt außerdem die Einstellung und die aktuellen Wertdaten für HS-Sollwerte auf.

**Vial status:** Zeigt während der Sequenzausführung Einzelheiten über den Status des ausgewählten Fläschchens an. Wählen Sie mit den Pfeiltasten das gewünschte Fläschchen aus.

## Warntöne

Ein Warnton ertönt, wenn ein Problem vorliegt, das den HS jedoch nicht daran hindert, die Sequenz durchzuführen. Der HS gibt einen Warnton aus und zeigt eine Meldung an. Der HS kann die Sequenz starten. Sobald eine weitere Sequenz beginnt, erlischt die Warnung.

Fehlermeldungen weisen auf Hardwareprobleme hin, die vom Benutzer zu beheben sind. Abhängig von der Art des Fehlers sendet der HS keinen Warnton oder einen einzelnen Warnton.

Eine Reihe von Warntönen wird ausgegeben, bevor ein Fluss ausgeschaltet wird. Die problembelastete Komponente wird nach kurzer Zeit heruntergefahren, der HS gibt einen Warnton aus, und eine kurze Meldung wird angezeigt. Beispielsweise ertönt eine Folge von Warntönen, wenn der Gasfluss zur Fläschchendruckbeaufschlagung den Sollwert nicht halten kann. Der Fluss wird nach 5 Minuten unterbrochen. In einer Meldung wird kurz darauf hingewiesen, dass der Fluss abgeschaltet wird. Drücken Sie [**Clear**], um jegliche Warntöne zu beenden. Das Gleichgewicht für Fläschchen im Ofen wird weiterhin eingestellt, der HS verarbeitet jedoch keine zusätzlichen Fläschchen und führt keine Extraktion oder Injektion durch.

Ein Dauersignalton wird ausgegeben, wenn die HS-Trägergassteuerung verwendet wird und wenn der Wasserstofffluss abgestellt wird oder wenn eine thermische Abschaltung erfolgt. Während einer Wasserstoff-Abschaltung werden alle HS-Heizungen und Motoren abgeschaltet.

### **WARNUNG**

**Bevor Sie den Betrieb fortsetzen, sollten Sie die Ursache für die Wasserstoff-Abschaltung ausfindig machen und beheben. Weitere Informationen zur [Wasserstoff-Abschaltung](#) finden Sie im Benutzerhandbuch zur Problembhebung (*Troubleshooting*).**

---

## Fehlerbedingungen

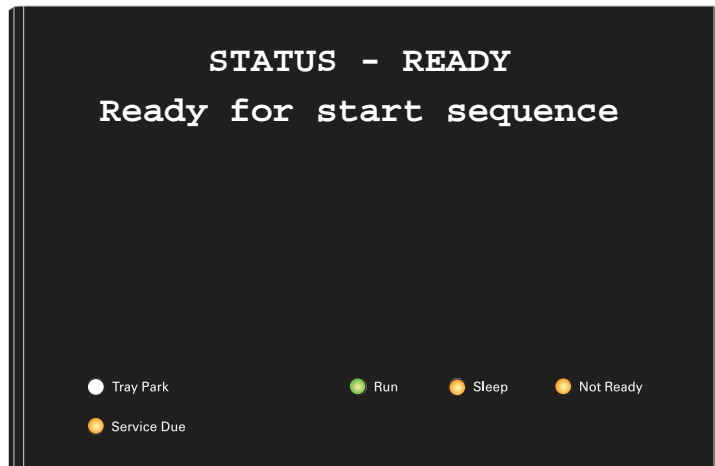
Tritt ein Problem auf, wird eine Statusmeldung angezeigt. Falls die Meldung einen Hardwareschaden anzeigt, sind eventuell weitere Informationen verfügbar.

## Blinkender Sollwert

Falls das System einen Gasfluss oder den Fläschchenofen abschaltet, blinkt die Anzeige **Off** in der entsprechenden Zeile der Komponentenparameterauflistung.

## Statusanzeigen

Auf dem Frontplatten-Display stehen fünf (5) Anzeige-LEDs bereit, um den Gerätestatus anzuzeigen.



<b>Tray Park</b>	Zeigt an, ob der Probenhalter sich in der Ruheposition befindet. (111-Fläschchen-Modell)
<b>Run</b>	Leuchtet auf, wenn der HS Proben verarbeitet.
<b>Sleep</b>	Leuchtet auf, wenn der HS sich im Ruhemodus befindet. Siehe "Ressourcenschutz".
<b>Not Ready</b>	Leuchtet auf, wenn der HS nicht zum Verarbeiten von Proben bereit ist.
<b>Service Due</b>	Leuchtet auf, wenn der Zähler für frühzeitige Warnungen für anstehende Wartungsaufgaben einen Schwellenwert überschritten hat und der Zähler für diese Anzeigeleuchte eingerichtet wurde.

## Logs

Sie können über die Tastatur auf drei Protokolle zugreifen: Analyselaufprotokoll, Wartungsprotokoll und Systemereignisprotokoll. Um die Protokolle aufzurufen, drücken Sie **[Logs]** und wechseln zum gewünschten Protokoll. In der Anzeige sehen Sie die Anzahl an Einträgen, die im Protokoll enthalten sind. Durchlaufen Sie die Liste.

## Sequenzprotokoll

Das Sequenzprotokoll wird zu Beginn einer neuen Sequenz gelöscht. Während der Sequenz werden in der Sequenzprotokolltabelle die Abweichungen von der geplanten Methode aufgelistet (einschließlich der Eingriffe über das Tastenfeld).

## Wartungsprotokoll

Das Wartungsprotokoll enthält die vom System erzeugten Einträge, wenn einer der benutzerdefinierten Komponentenzähler eine überwachte Grenze erreicht. Der Protokolleintrag enthält eine Beschreibung des Zählers, des aktuellen Werts, der überwachten Grenzen sowie Informationen darüber, welche Grenzen erreicht wurden. Darüber hinaus wird jede Benutzeraufgabe, die mit dem Zähler in Verbindung steht, im Protokoll aufgezeichnet. Dazu gehört das Zurücksetzen, das Aktivieren oder Deaktivieren der Überwachung sowie das Ändern von Grenzen oder Einheiten (Zyklen oder Dauer).

## Ereignisprotokoll

Im Ereignisprotokoll werden wichtige Ereignisse während des HS-Betriebs aufgezeichnet. Einige der Ereignisse werden auch im Sequenzprotokoll aufgeführt, wenn sie während der Sequenzausführung auftreten.

### **3 Das Tastenfeld**



## 4 Verbrauchsmaterialien

Verbrauchsmaterialien für die Headspace-Analyse 44

In diesem Abschnitt werden häufig verwendete Teile wie Fläschchen und Probenschleifen aufgeführt, die für einen routinemäßigen Betrieb des Agilent 7697A Headspace Samplers erforderlich sind. Verfahren zum Austausch dieser Teile finden Sie in diesem Handbuch oder im [Wartungshandbuch](#).



## Verbrauchsmaterialien für die Headspace-Analyse

In den folgenden Tabellen werden häufig verwendete Verbrauchsmaterialien für den Headspace-Probengeber und die Headspace-Analyse aufgeführt. Die neuesten verfügbaren Teile finden Sie auf der Agilent Website unter [www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem).

**Table 1** Teile des Headspace-Probengebers und Standards

Beschreibung	Teilenummer
Lecktestkit. Inhalt:	G4556-67010
• Ferrule, ohne Bohrung	5181-7458
• Gering blutende 11-mm-Septa, 5 Stück pro Packung	5182-3413
• Headspace-Lecktestfläschchen (blau)	G4556-20600
• 1/8-Zoll-Nylon-Leitungsarmaturstecker	0100-2414
• 1/16-Zoll-Edelstahl-ZDV-Stecker (6er-Anschlussventilabdeckung)	G6600-80039
Fläschchenständersatz für Probenteller, 7697A (3 Ständer)	G4564A
Fläschchenständer	G4556-60019
Fläschchenständer-Etiketten	G4556-90500
Universeller/externer Split-Auslassfilter mit 3 Patronen, 1/8-Zoll-Swagelok-Armatur	RDT-1020
Säulenschneider-Wafer, Keramik	5181-8836
Probensonde, deaktiviert SN1030	G4556-60690
Probensonde, deaktiviert SN2000	G4556-60125
6er-Anschlussventil, Ersatzrotor, WT Serie, 300 psi, 350 °C	1535-4952
Probenschleifenadapter: 1 zur Verwendung mit 0,025-, 0,05- und 0,10-mL-Probenschleifen 2 zur Verwendung mit 0,5- und 1,0-mL-Probenschleifen	G4556-20177
Probenschleifenadapter: 1 zur Verwendung mit 0,025-, 0,05- und 0,10-mL-Probenschleifen	G4556-20178
<b>Standards</b>	
GC-Headspace-Teststandard, 1 x 1 ml	8500-4328
Headspace-OQ/PV-Probe	5182-9733

**Table 2** Teile der Headspace-Probengeber-Übertragungsleitung

Beschreibung	Teilenummer
<b>Komponenten der Übertragungsleitung</b>	
Ferrule, Polyamid Valcon, 5 Stück pro Packung	
0,53 mm, 1/32 Zoll für Leitung AD 0,50 ? 0,80 mm	0100-2595
0,25, 0,32 mm, 1/32 Zoll für Leitung AD 0,25 ? 0,40 mm	5190-1437
Septummutter, Übertragungsleitung, für Split/Splitless- und Multimodus-Einlässe	G3452-60835
Blindmutter, 1/16 Zoll, rostfreier Stahl	01080-83202
Mutter und Reduzierungsanschlussstück für Verbindung von 6er-Anschlussventil und Übertragungsleitung	0100-2594
<b>Übertragungsleitungen</b>	
Deaktiviertes Quarzglas, 250 µm x 5 m	160-2255-5
Deaktiviertes Quarzglas, 320 µm x 5 m	160-2325-5
Deaktiviertes Quarzglas, 450 µm x 5 m	160-2455-5
Deaktiviertes Quarzglas, 530 µm x 5 m	160-2535-5
ProSteel deaktivierter rostfreier Stahl, 5 m Länge	160-4535-5
ProSteel-Manschette für ProSteel, 5 m Länge	4177-0607

**Table 3** Headspace-Probengeber-Probenschleifen

Beschreibung	Teilenummer
<b>Probenschleifen, SN 2000</b>	
0,025 mL	G4556-80101
0,05 mL	G4556-80102
0,1 mL	G4556-80103
0,5 mL	G4556-80105
1,0 mL	G4556-80106
1,0 mL, zertifiziert	G4556-80126
3,0 mL	G4556-80108
3,0 mL, zertifiziert	G4556-80128

**Table 3** Headspace-Probengeber-Probenschleifen (continued)

Beschreibung	Teilenummer
5,0 mL	G4556-80109
<b>Probenschleifen, SN 1030</b>	
0,025 mL	G4556-80111
0,05 mL	G4556-80112
0,1 mL	G4556-80113
0,5 mL	G4556-80115
1 mL	G4556-80116
3 mL	G4556-80118
5 mL	G4556-80119
<b>Adapter für Probenschleifen</b>	
Probenschleifenadapter: 1 zur Verwendung mit 0,025-, 0,05- und 0,10-mL-Probenschleifen 2 zur Verwendung mit 0,5- und 1,0-mL-Probenschleifen	G4556-20177
Probenschleifenadapter: 1 zur Verwendung mit 0,025-, 0,05- und 0,10-mL-Probenschleifen	G4556-20178

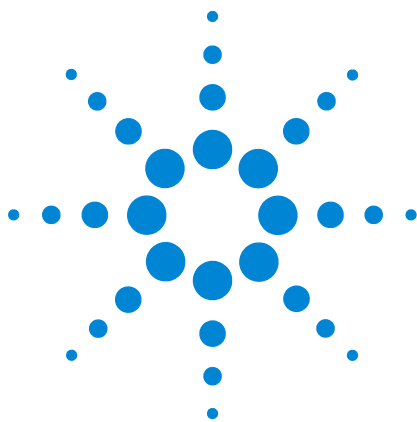
**Table 4** Headspace-Fläschchen und Abdeckungen

Beschreibung	Teilenummer
<b>Zertifizierte Fläschchen mit flachem Boden</b>	
Zertifizierte Headspace-Fläschchen mit flachem Boden, 20 ml, 100 Stück pro Packung	5182-0837
Zertifizierte Headspace-Fläschchen mit flachem Boden, 10 ml, 100 Stück pro Packung	5182-0838
<b>20-mm-Headspace-Abdeckungen mit Septa</b>	
Zertifizierte Headspace-Alu-Bördelkappe, PTFE/Si-Septum, 20 mm, 100 Stück pro Packung	5183-4477
<b>Headspace-Fläschchenkits</b>	

**Table 4** Headspace-Fläschchen und Abdeckungen (continued)

<b>Beschreibung</b>	<b>Teilenummer</b>
Fläschchenkit 20-ml-Headspace-Fläschchen mit flachem Boden, Bördelkappen aus silbernem Aluminium, einteilig mit Sicherheitsvorrichtung, Septa PTFE/Silikon weiß, 100 Stück pro Packung	5182-0840
<b>Verschluss- und Öffnungszangen</b>	
Elektronische Crimpzange für 20-mm-Kappenfläschchen	5062-0208
Elektronische Öffnungszange für 20-mm-Bördelkappen	5062-0210
Ergonomische manuelle Crimpzange für 20-mm-Kappen	5040-4669
Ergonomische manuelle Öffnungszange für 20-mm-Kappen	5040-4671

## 4 Verbrauchsmaterialien



## 5 Probenfläschchen

Arten von Probenfläschchen	50
Septa und Kappen für Probenfläschchen	51
Fläschchenetiketten	52
Befüllen von Probenfläschchen	54
Verschließen eines Probenfläschchens	55
Bewegen des Probentellers in die bzw. aus der Ruheposition (111-Fläschchen-Modell)	58
Installieren eines Fläschchenständers (111-Fläschchen-Modell)	59
Laden einer Probe in den Probenteller (111-Fläschchen-Modell)	60
Laden einer Probe in den Probenteller (12-Fläschchen-Modell)	61

Dieser Abschnitt befasst sich mit der Auswahl der Probenfläschchen, der Probenvorbereitung und der Fläschchenbehandlung mit dem Agilent 7697A Headspace-Probengeber.

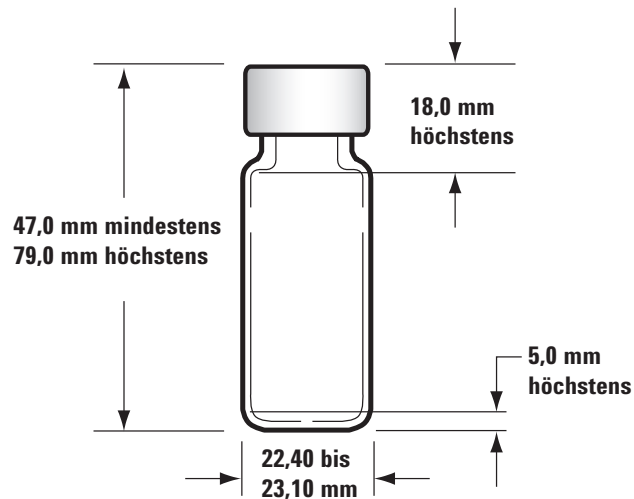


## Arten von Probenfläschchen

Der Headspace-Probengeber akzeptiert 10-ml-, 20-ml- oder 22-ml-Probenfläschchen. Legen Sie die Fläschchengröße in der Methode fest (siehe **“Erstellen einer Methode”**). Die Fläschchengröße kann sich mit jeder neuen Methode ändern, die in einer Sequenz verwendet wird, jedoch nicht innerhalb einer Methode. Durch die Verwendung einer anderen als der von der Methode erwarteten Fläschchengröße wird eine Laufzeitausnahme verursacht.

Der Headspace-Probengeber verwendet Probenfläschchen aus Klar- oder Braunglas mit Bördelkappe oder mit Gewinde. Verwenden Sie für lichtempfindliche Proben Fläschchen aus Braunglas. Beide Typen sind mit flachem oder mit rundem Boden verfügbar. Zulässige Fläschchentypen finden Sie im Agilent Katalog für Verbrauchsmaterialien und Zubehör oder auf der Agilent Website unter [www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem). Nicht kompatible Probenfläschchen können zu Greiferfehlern führen (111-Fläschchen-Modell).

Fläschchen müssen den Spezifikationen in Tabelle **Abbildung 6** entsprechen.



**Figure 6** Unterstützte Fläschchenabmessungen

**Vermeiden Sie die Wiederverwendung von Fläschchen.** Die mehrmalige Verwendung von Fläschchen erhöht das Risiko, dass sie zerbrechen.

## Septa und Kappen für Probenfläschchen

Es gibt zwei Typen von Septa für Bördelkappen und Schraubkappen mit jeweils verschiedenen Versiegelungseigenschaften und Resistenzstufen gegen Lösungsmittel.

Septummaterial	Verträglich mit	Nicht verträglich mit	Wiederverschleißbarkeit	Max. Temperatur*
PTFE/Butyl-Gummi	PTFE-Beständigkeit bis Einstich, danach für Septa oder Einsätze Kompatibilität wie bei Gummi (ACN, Aceton, DMF, Alkohole, Diethylamin, DMSO, Phenole)	Chlorierte Lösungsmittel, Aromaten, Kohlenwasserstoffe, Schwefelkohlenstoff	Gut	< 125 °C
PTFE/Silikon-Gummi	PTFE-Beständigkeit bis Einstich, danach für Septa Kompatibilität wie bei Silikon (Alkohol, Aceton, Ether, DMF, DMSO)	ACN, THF, Benzol, Chloroform, Pyridin, Toluol, Hexan, Heptan	Durchschnittlich	< 180 °C

\* Ungefährer Wert. Informationen finden Sie in den Empfehlungen des Herstellers.

Fläschchenkappen werden mit oder ohne interne Sicherheitsfunktion angeboten, welche eine Entlüftung des Fläschchens ermöglicht, wenn der Fläschchendruck etwa 310 kPa (45 psi) übersteigt.

Verwenden Sie Bördelkappen oder Septa generell nur einmal zur Headspace-Analyse.

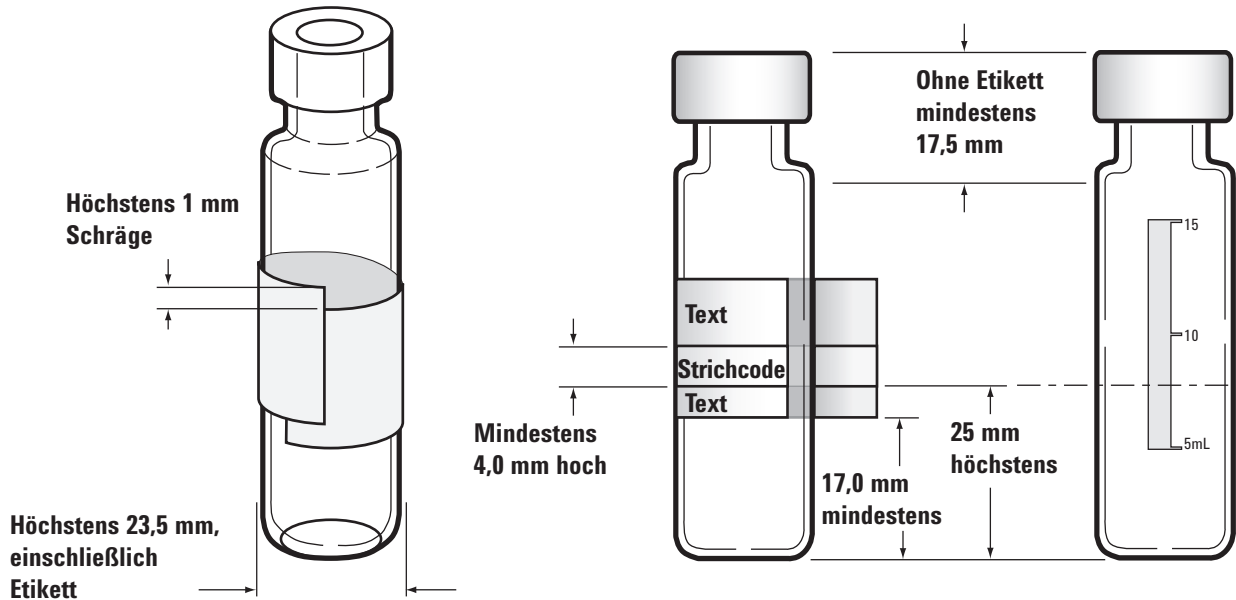
Zulässige Fläschchentypen finden Sie im Agilent Katalog für Verbrauchsmaterialien und Zubehör oder auf der Agilent Website unter [www.agilent.com/chem](http://www.agilent.com/chem).

## Fläschchenetiketten

**Vorsicht**

Stellen Sie sicher, dass das Etikett und die Tinte von der Ofenhitze nicht beeinträchtigt werden.

Wenn Sie Etiketten in einem 111-Fläschchen-Modell verwenden, müssen die Etiketten die unten stehenden Abmessungen aufweisen. Wenn Sie außerdem den optionalen Strichcode-Leser einsetzen, müssen die Strichcode-Etiketten den allgemeinen Abmessungen für Etiketten und außerdem den gezeigten Platzierungsanforderungen entsprechen.



**Figure 7** Spezifikationen zu Fläschchenetiketten und Strichcode (20-mL-Fläschchen abgebildet)

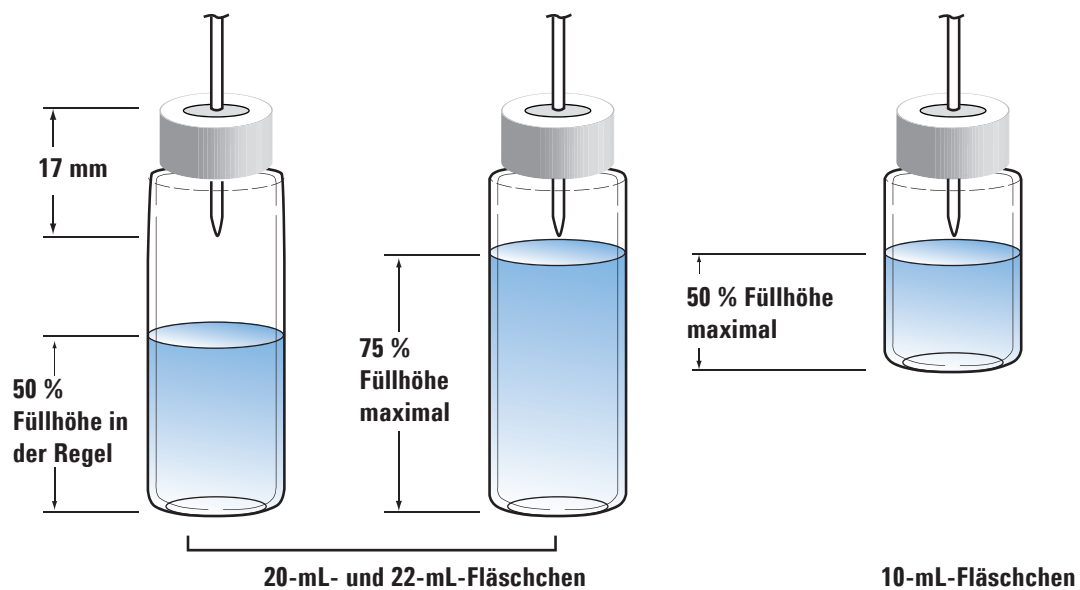
**Vorsicht**

Die korrekten Probenfläschchenmaße sind entscheidend für einen korrekten Greiferbetrieb. Fläschchen und Etiketten, die diese Spezifikationen nicht erfüllen, können zu Fehlern beim Probengeber führen. Kundendienstanrufe und Reparaturarbeiten aufgrund von Fläschchen und Etiketten, die diese Spezifikationen nicht erfüllen, werden nicht durch die Garantieleistung oder den Kundendienstvertrag abgedeckt.

Platzieren Sie zum Überprüfen der Etikettenposition ein Fläschchen mit Etikett im Strichcode-Leser. Drücken Sie [**Service Mode**] und wählen Sie **Diagnostics > Tray > Diagnostics > BCR**. Drücken Sie anschließend [**Enter**]. Der Strichcode-Leser versucht einen Strichcode vom Fläschchen abzulesen.

## Befüllen von Probenfläschchen

Im Allgemeinen befüllen Sie Probenfläschchen etwa bis zur Hälfte. Auch wenn die Probenmengen je nach Analyse variieren können, überschreiten Sie beim Befüllen der Fläschchen niemals die in [Abbildung 8](#). Durch eine korrekte Befüllung der Fläschchen wird sichergestellt, dass die Probensonde während der Probenerfassung nicht die Matrix berührt. Wenn Sie eine größere Probenmenge benötigen, verwenden Sie ein größeres Fläschchen oder optimieren Sie die Methode, um die Ergebnisse zu verbessern. Empfehlungen hierzu finden Sie im *Erweiterten Bedienungshandbuch*.



**Figure 8** Füllgrenzen für Fläschchen

## Verschließen eines Probenfläschchens

Das Fläschchen muss ordnungsgemäß versiegelt werden, um sicherzustellen, dass die Headspace-Gase nicht vorzeitig entweichen. Verschließen Sie Fläschchen mit Bördelkappe mithilfe einer Crimpzange für Headspace-Fläschchen mit 20-mm-Kappen. Außerdem sind auch Schraubkappen und Gewindefläschchen verfügbar. Siehe [“Verbrauchsmaterialien für die Headspace-Analyse”](#) .

- 1 Reinigen Sie zu Beginn die Innenflächen der Bördelbacken.
- 2 Wenn Sie separate Septa und Kappen verwenden, platzieren Sie ein Septum mit der PTFE-Seite zum Fläschchen hin in eine Fläschchenkappe. Stellen Sie sicher, dass das Septum nicht verunreinigt wird.
- 3 Legen Sie die Kappe mit der Öffnung nach oben auf einen Tisch.
- 4 Befüllen Sie das Fläschchen mit der Probe. (Die meisten Fläschchen sollten nicht mehr als zur Hälfte gefüllt sein, einige Fläschchen können jedoch Füllmengen von 75% erreichen. Siehe [“Befüllen von Probenfläschchen”](#) .)
- 5 Legen Sie die Kappe mit dem Septum über die Fläschchenöffnung.
- 6 Halten Sie das Fläschchen in die Crimpzange.
- 7 Drücken Sie langsam und mit stetigem Druck die Crimpzange zusammen, um das Fläschchen zu

verschließen. (Drücken Sie den Griff, bis er die Einstellschraube erreicht.)

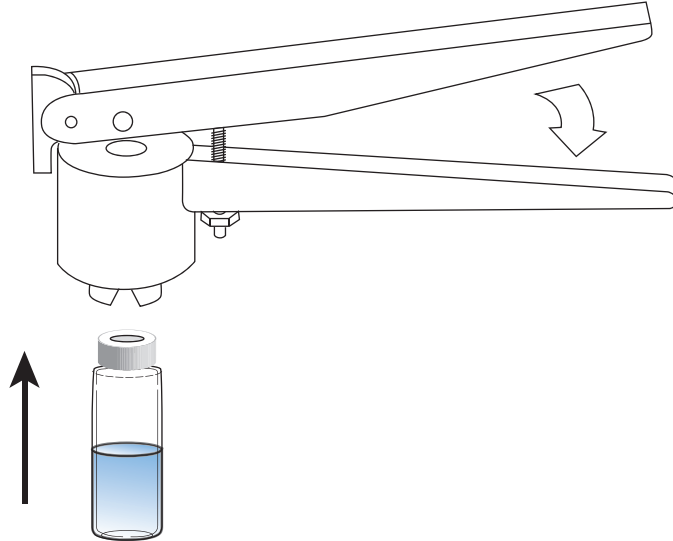
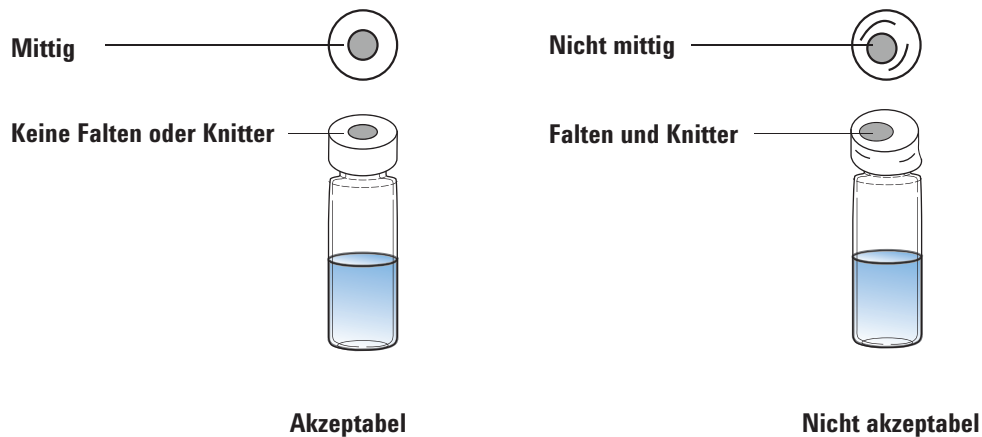


Abbildung 9 zeigt korrekte und fehlerhafte Fläschchenkappen.



**Figure 9** Geeignete und ungeeignete Fläschchenkappen

Prüfen Sie jedes Fläschchen auf einwandfreie Bördelung:

- Stellen Sie sicher, dass der Teil der Kappe, der sich unter dem Fläschchenhals befindet, nicht gefaltet und zerknittert ist. Um Falten und Knitter zu entfernen, drehen Sie das Fläschchen um 10°, und bördeln Sie es erneut. Stellen Sie die Crimpzange auf einen lockereren Bördel ein, indem Sie die Einstellschraube im Uhrzeigersinn drehen.

- Die Kappe sollte handfest sitzen. Wenn die Kappe locker ist, stellen Sie die Crimpzange auf einen engeren Bördel ein, indem Sie die Einstellschraube entgegen dem Uhrzeigersinn drehen. Bördeln Sie die Kappe erneut. Sitzt die Kappe zu fest, verwindet sich das Septum, und das Fläschchen ist möglicherweise undicht.
- Stellen Sie sicher, dass jede Kappe oben am Fläschchen über ein zentriertes flaches Septum verfügt.
  - Wenn das Septum nicht flach ist, nehmen Sie die Kappe ab, drehen Sie die Einstellschraube der Crimpzange im Uhrzeigersinn und versuchen Sie es erneut.
  - Wenn sich die Kappe nicht in der Mitte findet, entfernen Sie die Kappe und stellen Sie sicher, dass sich die neue Kappe flach oben am Fläschchen befindet, bevor Sie den Griff der Crimpzange zusammendrücken.

## Bewegen des Probenellers in die bzw. aus der Ruheposition (111-Fläschchen-Modell)

Durch das Platzieren des Probenellers in der Ruheposition wird der Probeneller sanft in eine sichere Position bewegt. In der Ruheposition können Sie die Ständer mit Fläschchen beladen oder Ständer im HS installieren oder daraus entfernen.

Drücken Sie [**Tray Park/Carousel Advance**], um den Probeneller in die Ruheposition zu bewegen. Die Anzeige lautet folgendermaßen:

```
TRAY PARKED
Tray Park - Unpark tray
Start - Start sequence
```

Drücken Sie [**Tray Park/Carousel Advance**], um den Probeneller aus der Ruheposition zu bewegen und dessen Verwendung zu ermöglichen. Die Anzeige lautet folgendermaßen:

```
SEQUENCE IDLE
Start - Start sequence
Tray Park - Park tray
```

Sie können keine Sequenz starten, solange der Probeneller sich in der Ruheposition befindet.

Durch das Platzieren des Probenellers in der Ruheposition während einer Sequenz wird die Sequenz unterbrochen. Die aktuellen Fläschchen werden weiter verarbeitet, es wird jedoch nicht mit der Verarbeitung von neuen Fläschchen begonnen.

## Installieren eines Fläschchenständers (111-Fläschchen-Modell)

- 1 Drücken Sie **[Tray Park/Carousel Advance]**, um den Probenteller in die Ruheposition zu bewegen, damit der Fläschchenständerbereich leicht zugänglich ist.

### Vorsicht

Vermeiden Sie beim Beladen eines Probentellerständers mit Probenfläschchen eine übermäßige Bewegung des Probentellers. Wenn die Probe das Septum oder das Fläschchen mehr als normal bedeckt, kann dies die Ergebnisse verändern.

- 2 Heben Sie das vordere Ende des Ständers an, und schieben Sie den Ständer zurück und unter die Halterungsklammer auf der HS-Oberseite. Senken Sie anschließend das vordere Ende des Ständers an seinem Platz ab.

Bei ordnungsgemäßer Installation leuchtet am Probentellerständer eine grüne LED-Anzeige auf.

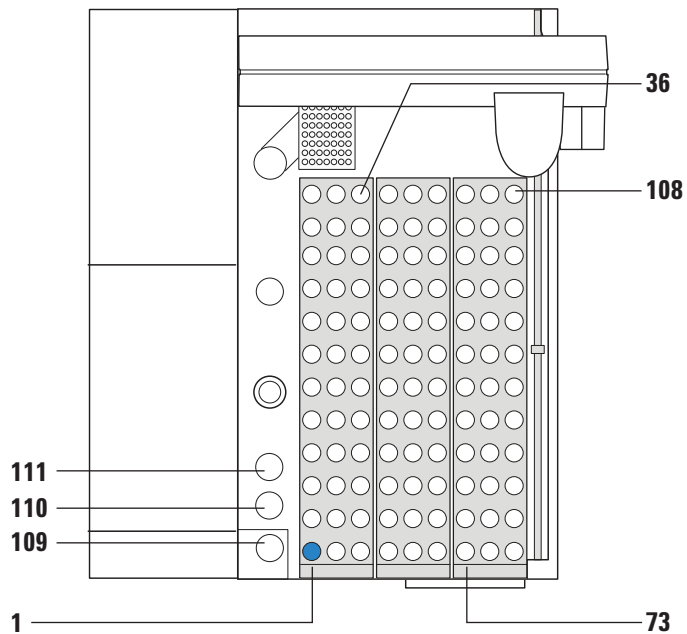


**Figure 10** Fläschchenpositionen auf dem Probenteller

- 3 Drücken Sie **[Tray Park/Carousel Advance]**, um den Teller für die Nutzung vorzubereiten.

## Laden einer Probe in den Probenhalter (111-Fläschchen-Modell)

- 1 Drücken Sie **[Tray Park/Carousel Advance]**, um den Probenhalter in die Ruheposition zu bewegen, damit die Fläschchenhalter leicht zugänglich sind.
- 2 Platzieren Sie die verschlossenen Probenfläschchen nach Bedarf auf dem Probenhalter. Siehe **Abbildung 11**.



**Figure 11** Fläschchenpositionen auf dem Probenhalter

- 3 Drücken Sie **[Tray Park/Carousel Advance]**, um den Teller für die Nutzung vorzubereiten.

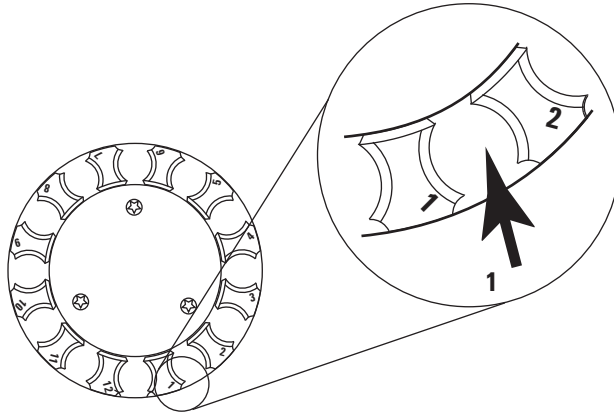
## Laden einer Probe in den Probenhalter (12-Fläschchen-Modell)

- 1 Öffnen Sie die Tellerabdeckung. Siehe [Abbildung 12](#).



**Figure 12** Öffnen Sie die Tellerabdeckung.

- 2 Ein Etikett links neben jeder Fläschchenposition bezeichnet die Nummer dieser Position. Siehe **Abbildung 13**.



**Figure 13** Positionen auf einem 12-Fläschchen-Probenteller

- 3 Falls die gewünschte Fläschchenposition nicht verfügbar ist, drücken Sie **[Tray Park/Carousel Advance]**, um den Teller zu drehen.
- 4 Platzieren Sie die verschlossenen Probenfläschchen nach Bedarf auf dem Probenteller.



## 6 Methoden

Was ist eine Methode?	64
Überblick über Methodenparameter	66
Erstellen einer Methode	69
Speichern einer Methode	72
Bearbeiten einer Methode	73
Laden einer Methode	74
Löschen einer Methode	75
Ermitteln der GC-Zyklusdauer	76

In diesem Kapitel wird die Methode des Headspace-Probengebers definiert. Ferner wird beschrieben, wie eine Methode über das Tastenfeld an der HS-Vorderseite geladen, gespeichert, erstellt und bearbeitet wird. Wenn Sie ein Agilent Datensystem verwenden, werden Sie zum Erstellen von Methoden wahrscheinlich das Datensystem einsetzen. Einzelheiten finden Sie in der Hilfe und in der Dokumentation des Datensystems sowie im *Handbuch für die Einarbeitung*.



## Was ist eine Methode?

Eine Methode ist die Sammlung an Sollwerten, die für den Headspace-Probengeber zum Vorbereiten einer Probe und zu deren Injektion in den Gaschromatographen erforderlich sind. Der Agilent 7697A Headspace Sampler kann bis zu 32 Methoden sowie mehrere vordefinierte Methoden intern speichern. Im Hauptteil der Methode werden Parameter gesteuert für:

- **Temperaturen** – für Fläschchen, Probenschleife und Übertragungsleitung
- **Zeiten** – für Gleichgewichtseinstellung und Injektion, plus die GC-Zyklusdauer (für Berechnungen zu Probenüberlappung und -durchsatz)
- **Fläschchen** – Einstellungen für Fläschchengröße, -befüllung, -schütteln und -entlüftung nach der Injektion
- **Träger** – Gaseinstellungen zur Steuerung der Gasflüsse während der Injektion und der GC-Analyse (bei Verwendung des optionalen EPC-Moduls)

Die verfügbaren Parameter hängen vom Gerätemodell und der aktuellen Konfiguration ab. Vollständige Informationen zu allen möglichen Methodenparametern finden Sie im *Erweiterten Bedienungshandbuch*.

## Vordefinierte Methoden

Zusätzlich zu den 32 benutzerdefinierbaren Methoden speichert der HS auch 6 Spezialmethoden:

Methode	Anmerkungen
<b>Standard</b>	Eine Elementarmethode, die als Basis für neue Methoden eingesetzt werden kann. Nicht bearbeitbar.
<b>Checkout</b>	Die zur anfänglichen Leistungsverifizierung erforderlichen Parameter. Nicht bearbeitbar.
<b>Qualification</b>	Die für die Agilent Leistungsverifizierung und den Qualifikationsservice erforderlichen Parameter. Nicht bearbeitbar.
<b>MeOH in H2O</b>	Grundlegende Startparameter zur Analyse von Methanol in Wasser. Nicht bearbeitbar.

Methoden	Anmerkungen
<b>Sleep</b>	Mithilfe der Methode <b>Sleep</b> können Sie Einstellungen für Phasen ohne Aktivität laden. Die Methode „Sleep“ kann bearbeitet werden. Wie Sie das Gerät so einstellen, dass zu einer bestimmten Tageszeit die Methode „Sleep“ geladen wird, können Sie dem <i>Erweiterten Bedienungshandbuch</i> entnehmen.
<b>Wake</b>	Mithilfe der Methode <b>Wake</b> können Sie Einstellungen laden, sobald die Ruhephase (Sleep) beendet ist, um beispielsweise den Fläschchenofen zu heizen oder die Gasflüsse zu erhöhen. Bei Bedarf kann die Methode „Wake“ einfach der letzten ausgeführten HS-Analysemethode entsprechen. Die Methode „Wake“ kann bearbeitet werden. Wie Sie das Gerät so einstellen, dass zu einer bestimmten Tageszeit die Methode „Wake“ geladen wird, können Sie dem <i>Erweiterten Bedienungshandbuch</i> entnehmen.

## Methoden des Datensystems

Wenn Sie ein Agilent Datensystem verwenden, werden Sie hauptsächlich die Methoden des Datensystems anstelle der lokal auf dem HS gespeicherten Methoden einsetzen. Methoden des Datensystems speichern Parameter für alle zugehörigen Geräte wie den GC und den HS, plus alle Einstellungen zu Datenanalyse und Berichterstattung .

Beim Ausführen einer Sequenz lädt das Datensystem die Sollwerte nach Bedarf auf den HS herunter. HS-Datensystem-Methodenparameter werden auf der HS-Anzeige als **HOST**-Methode angezeigt. HOST-Methoden werden vom HS nicht dauerhaft gespeichert. HOST-Methoden bleiben nur so lange gespeichert, bis sie überschrieben werden oder der HS ausgeschaltet wird.

## Überblick über Methodenparameter

In diesem Abschnitt werden Methodenparameter zusammen mit einer kurzen Beschreibung aufgeführt. Weiter gehende Informationen finden Sie im *Erweiterten Bedienungshandbuch*.

**Table 5** Allgemeine Methodenparameter

Parameter	Aktiviert in Modi	Beschreibung
<b>Taste [Temp]</b>		
Ofen		Ofentemperatur für Fläschchen-Gleichgewichtseinstellung.
Schleife/Ventil		Temperatur von Probenschleife und Ventil.
Übertragungsleitung		Temperatur der Übertragungsleitung (isothermisch).
<b>Taste [Time]</b>		
GC-Zykluszeit		Zeit zum Bereitmachen des GC nach einer Injektion.
Zeit für Fläschchen-Gleichgewichtseinstellung		Gleichgewichtseinstellungszeit für das Fläschchen im Ofen.
Zeit für Druck-Gleichgewichtseinstellung		Zeit für die Druckstabilisierung im Fläschchen nach erster Fläschchendruckbeaufschlagung.
Injektionszeit		Zeit zum Einlassen der Probenschleifendämpfe in den GC-Einlass.
<b>Taste [Vial]</b>		
Füllmodus		Auswählen der Druckbeaufschlagung des Fläschchens.
Fülldruck	Füllmodi: Fluss zu Druck und Füllen zu Druck	Finaler Zieldruck des Probenfläschchens.
Füllfluss	Füllmodus: Fluss zu Druck	Flussrate zur Druckbeaufschlagung des Fläschchens.
Fill volume, mL	Füllmodus: Konstantes Volumen	Bestimmtes Gasvolumen zur Druckbeaufschlagung des Fläschchens.
Schleifenfüllmodus		Auswahl der Befüllung der Probenschleife mit Gas durch den HS nach Druckbeaufschlagung und Einstich des Probenfläschchens.
Schleifengradienten-Füllgeschwindigkeit	Schleifenfüllmodus: Erweitert	Geschwindigkeit der Probenschleifenbefüllung.
Finaler Schleifendruck	Schleifenfüllmodus: Erweitert	Finaler Zieldruck für die gefüllte Probenschleife.

**Table 5** Allgemeine Methodenparameter (continued)

Parameter	Aktiviert in Modi	Beschreibung
Schleifen-Gleichgewichtseinstellung	Schleifenfüllmodus: Erweitert	Zeit für die Stabilisierung der Probenschleife nach der Druckbeaufschlagung.
Entlüftung nach Extraktion		Nach der letzten Extraktion und während der Probenübertragung an den GC Entlüftung des restlichen Fläschchendruck in die Atmosphäre. (Andere Entlüftung steht während der Konzentration der Extraktionen über die Taste <b>[Adv Function]</b> zur Verfügung.)
Fläschchengröße		Auswahl der Probenfläschchengröße für alle Fläschchen, die diese Methode verwenden.
Schütteln		Festlegen der Schüttelintensität für die Probe während der Gleichgewichtseinstellung im Ofen. (Nur 111-Fläschchen-Modell)
<b>Taste [Carrier]</b>		
Pressure (nur Lesen)	Trägersteuerung: GC-Steuerung	Weitere Trägerparameter finden Sie im <i>Erweiterten Bedienungshandbuch</i> .
<b>Taste [Adv Function]</b>		
Weitere Informationen finden Sie im <i>Erweiterten Bedienungshandbuch</i> .		
Extraktionsmodus		Festlegen der Extraktionsart für die Methode: Standard, mehrfach oder konzentriert.
Anzahl Extraktionen	Konzentrierte Extraktionen	Geben Sie die Anzahl der zu konzentrierenden Extraktionen ein.
Entlüftung zwischen Extraktionen	Konzentrierte Extraktionen	Ein oder Aus. Entlüften Sie das Fläschchen zwischen konzentrierenden Extraktionen
Spülfluss		Spülen der Probensonde und -schleife mit Fläschchendruckbeaufschlagungsgas nach dem Entfernen des Fläschchens von der Sonde.
Spülzeit		
Barcode reader		Erfordert den 111-Fläschchen-Probenteller und den optionalen Strichcode-Leser. Auswahl zum Festlegen von Strichcode-Leser-Parametern.
Sequence actions		Festlegen der Verarbeitung unerwarteter Sequenzprobleme durch den HS, beispielsweise ein fehlendes Fläschchen oder eine falsche Fläschchengröße.
Method development		Zugriff auf die während der Methodenentwicklung verwendeten Parameter.
<b>[Adv Function] &gt; Barcode reader</b>		
Erfordert den 111-Fläschchen-Probenteller und den optionalen Strichcode-Leser.		

**Table 5** Allgemeine Methodenparameter (continued)

<b>Parameter</b>	<b>Aktiviert in Modi</b>	<b>Beschreibung</b>
BCR action		Festlegen, ob und wie der Vorgang bei einem Strichcode-Fehler fortgesetzt wird.
BCR symbology		Festlegen der erwarteten Symbole für in dieser Methode verwendete Strichcodes.
Enable BCR checksum		Voraussetzen der Verwendung einer Prüfsummenfunktion durch die Strichcodes (Verfügbarkeit abhängig von den Strichcode-Symbolen).

## Erstellen einer Methode

Zum Erstellen einer grundlegenden Methode greifen Sie über die vier Komponententasten in folgender Reihenfolge auf die Methodenparameter zu: [**Temps**], [**Times**], [**Vial**] und [**Carrier**]. Eine Liste häufig verwendeter Parameter finden Sie unter [“Überblick über Methodenparameter”](#) .

- 1 Wenn der HS keine Proben verarbeitet, drücken Sie [**Temps**]. Die Anzeige zeigt die aktuellen Temperatursollwerte für Ofen, Schleife/Ventil und Übertragungsleitung sowie die tatsächlichen Temperaturen an.
  - a Wählen Sie **Oven** aus.
  - b Geben Sie über das Tastenfeld den neuen Sollwert für den Ofen ein, und drücken Sie [**Enter**].
  - c Geben Sie die gewünschte Temperatur für **Loop/Valve** ein, und drücken Sie [**Enter**].
  - d Geben Sie die gewünschte Temperatur für **Transfer line** ein, und drücken Sie [**Enter**].

Die Temperatureinstellung ist abgeschlossen.

- 2 Drücken Sie [**Time**].
  - a Wählen Sie **GC cycle time**.
  - b Geben Sie über das Tastenfeld für **GC cycle time** die neue GC-Zyklusdauer ein, und drücken Sie [**Enter**]. Den korrekten Wert für die Eingabe finden Sie unter [“Ermitteln der GC-Zyklusdauer”](#) .
  - c Geben Sie bei **Vial equip time** die Zeit für die Fläschcheneinstellung ein, und drücken Sie [**Enter**].
  - d Geben Sie bei **Pres equip time** die Zeit für die Druckstabilisierung ein, und drücken Sie [**Enter**].
  - e Geben Sie bei **Inject time** die Zeit für die Injektion ein, und drücken Sie [**Enter**].

Die Zeiteinstellung ist abgeschlossen.

- 3 Drücken Sie [**Vial**].
  - a Wählen Sie **Fill mode** aus.
  - b Drücken Sie [**Mode/Type**], um die Optionen für den Fläschchenfüllmodus anzuzeigen. Wählen Sie den gewünschten Füllmodus aus, und drücken Sie [**Enter**].
  - c Geben Sie Parameter für den Fläschchenfüllmodus ein, und drücken Sie nach jeder Einstellung [**Enter**].

**HINWEIS**

Wenn Sie den Schleifenfüllmodus **Constant volume** verwenden, bestimmt der HS die Schleifenfüllung. Überspringen Sie die Schritte **d** und **e**.

- d** Wählen Sie **Loop fill mode** aus, und drücken Sie [**Mode/Type**], um die Optionen für den Probenschleifen-Füllmodus anzuzeigen. Wählen Sie den gewünschten Schleifenfüllmodus aus.
- e** Geben Sie Parameter für den Probenschleifen-Füllmodus ein, und drücken Sie nach jeder Einstellung [**Enter**].
- f** Wählen Sie **Vent after extraction**. Drücken Sie [**On/Yes**], um die Probenschleife jeweils nach der letzten Extraktion zu entlüften, bzw. [**Off/No**], um die Schleife in ihrem Zustand zu belassen.
- g** Wählen Sie **Vial size** aus. Drücken Sie [**Mode/Type**], um die Fläschchengröße aus einer Liste auszuwählen, und drücken Sie [**Enter**].
- h** Wählen Sie **Shaking**. Drücken Sie [**On/Yes**], um diese Funktion zu aktivieren, und drücken Sie [**Mode/Type**], um die gewünschte Schüttelintensität auszuwählen. Drücken Sie [**Off/No**], um die Rüttelung für diese Methode zu deaktivieren.

Die Fläschcheneinstellungen sind abgeschlossen.

- 4** Drücken Sie [**Carrier**]. Wenn Sie kein optionales EPC-Trägergasmodul verwenden, sind diese Einstellungen deaktiviert und der HS verwendet die GC-Trägergassteuerung. Wenn Sie das optionale EPC-Trägergasmodul einsetzen, können Sie Parameter gemäß der Definition durch den konfigurierten Trägergas-Steuerungsmodus festlegen.

Wenden Sie zur Einstellung von Trägergasparametern dasselbe Verfahren wie für die anderen Methodenparameter an.

Trägergaseinstellungen werden im *Erweiterten Bedienungshandbuch* beschrieben.

- 5** Die grundlegenden Methodenparameter sind damit festgelegt. Speichern Sie die Methode. (Siehe auch *“Speichern einer Methode”* .)

Zusätzlich können Sie über die Taste **Adv Function** auf weitere Methodenparameter zugreifen. Hierzu gehören mehrere Headspace-Modi zur Extraktion und nützliche Funktionen

für die Methodenentwicklung.

Weitere Informationen finden Sie im *Erweiterten  
Bedienungshandbuch*.

## Speichern einer Methode

So speichern Sie eine Methode:

- 1 Drücken Sie [**Method**].
- 2 Wählen Sie in der Liste die Nummer der zu speichernden Methode aus.
- 3 Drücken Sie [**Store**]. Drücken Sie nach Aufforderung [**On/Yes**], um die Methode zu speichern, bzw. [**Off/No**], um zur Auswahlliste zurückzukehren.

Alternative Vorgehensweise:

- 1 Drücken Sie [**Store**].
- 2 Drücken Sie nach entsprechender Aufforderung [**Method**].
- 3 Wählen Sie nach Aufforderung in der Liste die Nummer der zu speichernden Methode aus.
- 4 Drücken Sie [**Enter**].
- 5 Drücken Sie nach Aufforderung [**On/Yes**], um die Methode zu speichern, bzw. [**Off/No**], um zur Auswahlliste zurückzukehren.

## Bearbeiten einer Methode

So bearbeiten Sie eine Methode:

- 1 Laden Sie die gewünschte Methode. Siehe [“Laden einer Methode”](#) .
- 2 Bearbeiten Sie die Parameter der Methode nach Bedarf. Siehe [“Erstellen einer Methode”](#) .
- 3 Wenn Sie die Bearbeitung abgeschlossen haben, speichern Sie die Methode. Siehe [“Speichern einer Methode”](#) .

## Laden einer Methode

So laden Sie eine Methode:

- 1 Drücken Sie [**Load**].
- 2 Drücken Sie nach entsprechender Aufforderung [**Method**].
- 3 Wählen Sie nach Aufforderung die zu ladende Methode aus der Liste aus, und drücken Sie [**Enter**].
- 4 Drücken Sie nach Aufforderung [**On/Yes**], um die ausgewählte Methode zu laden, bzw. [**Off/No**], um zur Auswahlliste zurückzukehren.

Alternative Vorgehensweise:

- 1 Drücken Sie [**Method**].
- 2 Wählen Sie die gewünschte Methode aus.
- 3 Drücken Sie [**Load**]. Drücken Sie nach Aufforderung [**On/Yes**], um die ausgewählte Methode zu laden, bzw. [**Off/No**], um zur Auswahlliste zurückzukehren.

## Löschen einer Methode

Sie können nur die internen benutzerdefinierten Methoden löschen. So löschen Sie eine Methode:

- 1 Drücken Sie [**Method**].
- 2 Wählen Sie in der Liste die zu löschende benutzerdefinierte Methode aus.
- 3 Drücken Sie [**Delete**]. Drücken Sie nach Aufforderung [**On/Yes**], um den Vorgang zu bestätigen.

Alternative Vorgehensweise:

- 1 Drücken Sie [**Delete**].
- 2 Drücken Sie nach entsprechender Aufforderung [**Method**].
- 3 Wählen Sie nach Aufforderung in der Liste die Nummer der zu löschenden Methode aus, und drücken Sie [**Enter**].
- 4 Drücken Sie nach Aufforderung [**On/Yes**], um die ausgewählte Methode zu löschen, bzw. [**Off/No**], um zur Auswahlliste zurückzukehren.

## Ermitteln der GC-Zyklusdauer

Der HS verwendet **GC cycle time** zum Berechnen des Durchsatzes und der Zeitvorgaben. Eine genaue Einstellung für **GC cycle time** ist entscheidend für die Durchsatzoptimierung und die korrekte Verarbeitung von Proben.

Ist der Wert für **GC cycle time** zu hoch, kann dies zu folgenden Ergebnissen führen:

- Niedrigerer Durchsatz. Fläschchen warten länger als nötig auf ihre Verarbeitung.

Ist der Wert für **GC cycle time** zu niedrig, kann dies zu folgenden Ergebnissen führen:

- Sequenzfehler. Fläschchen werden möglicherweise zu früh verarbeitet und warten zu lange, bis der GC bereit ist.

Es ist besser, eine längere Zeit als erforderlich als eine zu kurze Zeit einzugeben und die Probenqualität möglicherweise herabzusetzen.

Die GC-Zyklusdauer (**GC cycle time**) entspricht der GC-Analysezeit plus eventuell zusätzlicher Zeit, die der GC zum Ausführen eines Nachanalyseprogramms und zum Zurückkehren zum Bereitschaftsmodus benötigt.

## Ermitteln der GC-Zyklusdauer

Zum Ermitteln der **GC cycle time** programmieren Sie den GC für die Durchführung einer Sequenz aus zwei oder drei leeren Analysen (ohne Injektion).

- Bei Verwendung eines Datensystems können Sie die Zyklusdauer dem Datensystem-Sequenzprotokoll entnehmen. Vergleichen Sie die Startzeiten für die Analyseläufe. Ein guter Wert für **GC cycle time** ist die durchschnittliche Differenz zwischen den Startzeiten plus 0,2 bis 0,5 Minuten.
- Wenn Sie kein Datensystem verwenden, beobachten Sie den GC. Nehmen Sie die Zeit zwischen dem Start des ersten Analyselaufs und dem Zeitpunkt, zu dem der GC für den zweiten Analyselauf bereit ist. Fügen Sie anschließend 1 bis 2 Minuten hinzu.

Außerdem können Sie die **GC cycle time** auch *schätzen*, ohne einen Analyselauf durchzuführen. Durch Addieren der Dauer des GC-Ofenprogramms und der Dauer eines eventuellen

Nachanalyseprogramms können Sie die tatsächliche Zyklusdauer annähern. Allerdings kann die Einschätzung durch die Temperaturprogrammierung und den kryogenen Betrieb erschwert werden. Fügen Sie zusätzliche Zeit hinzu.

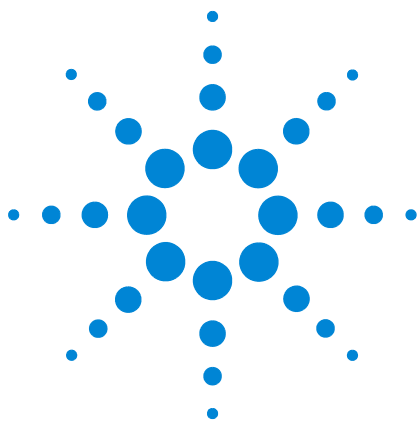
Berücksichtigen Sie außerdem die Zeit für die Datenverarbeitung. Während die Datenverarbeitung in den meisten Fällen kein Problem darstellt, kann ein sehr ausgelastetes Datensystem zwischen den Proben zusätzliche Zeit beanspruchen.

### Validieren der GC-Zyklusdauer

Sehen Sie sich die GC-Analysezeit an. Die **GC cycle time** kann nicht kürzer sein als die gesamte Analysezeit.

Sehen Sie sich die Dauer des GC-Nachanalyseprogramms an. Die **GC cycle time** kann nicht kürzer sein als die gesamte Analysezeit plus die Dauer des Nachanalyseprogramms.





## 7 Sequenzen

Was ist eine Sequenz?	80
Prioritätsproben	82
Sequenzen und Durchsatz (111-Fläschchen-Modell)	85
Erstellen einer Sequenz	86
Speichern einer Sequenz	87
Laden einer Sequenz	88
Bearbeiten einer Sequenz	89
Löschen einer Sequenz	90
Sequenzaktionen der Methode	91

In diesem Kapitel wird die Sequenz des Headspace-Probengebers definiert. Ferner wird beschrieben, wie eine Sequenz geladen, gespeichert, erstellt und bearbeitet wird.





- **Extraction mode** ist **Multiple**.

Wenn die Anzahl der Injektionen pro Fläschchen größer ist als 1, durchsticht der HS das Fläschchen nur einmal und führt dann die Extraktionen und Injektionen durch. Der HS nimmt *nicht* mehrere Fläschcheneinstiche vor.

Wenn für ein Fläschchen mehrere aufeinander folgende Einträge vorliegen und die Einträge dieselbe Methode verwenden, durchsticht der HS das Fläschchen einmal und führt dann die Extraktionen und Injektionen durch. Der HS nimmt *nicht* mehrere Fläschcheneinstiche vor.

- **Extraction mode** ist **Concentrated**.

Wenn ein Fläschchen in einer Sequenz mehrmals enthalten ist oder die Anzahl von Injektionen größer als 1 ist, wird das Fläschchen für jeden Eintrag oder jede Injektion vollständig neu verarbeitet.

Siehe auch [“Erstellen einer Sequenz”](#) und [“Sequenzen und Durchsatz \(111-Fläschchen-Modell\)”](#) .

### **Wie viele Sequenzen können auf dem HS gespeichert werden?**

Der HS kann bis zu 9 Sequenzen intern speichern. Zusätzlich kann der HS vorübergehend Sequenzen speichern, die aus dem Datensystem heruntergeladen werden.

## Prioritätsproben

Eine *Prioritätsprobe* ist ein Fläschchen, das Sie so bald wie möglich, vor anderen Fläschchen in der derzeit ausgeführten Sequenz, verarbeiten möchten. Mithilfe der Prioritätsprobenfunktion können Sie ein oder mehrere spezielle Fläschchen in die aktuelle Sequenz einfügen, ohne die Sequenz anzuhalten, zu bearbeiten und neu zu starten.

Diese Funktion steht nur für das 111-Fläschchen-Modell und nur im Standalone-Modus zur Verfügung. (Die Funktion ist bei Verwendung eines Agilent Datensystems nicht erforderlich. Siehe [“Prioritätsproben bei Verwendung eines Agilent Datensystems”](#) .)

### Positionen für Prioritätsproben

Die Positionen von Prioritätsproben sind die Fläschchenpositionen 109, 110 und 111. Siehe [Abbildung 14](#) unten.

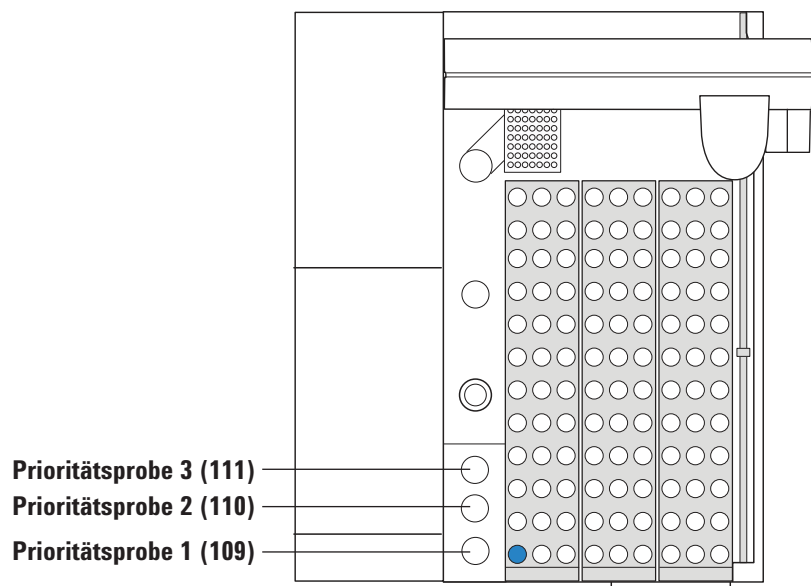


Figure 14 Positionen für Prioritätsproben

### Verarbeitung von Prioritätsproben durch den HS

Wenn Sie während einer laufenden Sequenz erstmals [**Priority Sample**] drücken, prüft der HS die erste Position für Prioritätsproben ([Abbildung 14](#)). Er nimmt das Fläschchen

von dieser Position und fügt es zum nächsten passenden Zeitpunkt in die aktuelle Sequenz ein. (Der HS unterbricht nicht die aktuelle Bewegung oder Verarbeitung von Fläschchen.)

- Ist kein Fläschchen vorhanden, tritt der Fehler „Fläschchen nicht gefunden“ auf. (Informationen zur Einstellung der HS-Vorgehensweise bei fehlenden Fläschchen finden Sie im *Erweiterten Bedienungshandbuch*.)
- Der HS fährt mit der Verarbeitung der übrigen Fläschchen fort, bevor nach dem neuen Prioritätsprobenfläschchen gesucht wird.
- **Der HS verwendet die Methode des letzten im Ofen platzierten Fläschchens zum Verarbeiten des Prioritätsprobenfläschchens.** Wenn Sie eine andere Methode verwenden möchten, müssen Sie die aktuelle Sequenz unterbrechen.
- Sie können nur drei Prioritätsproben pro Sequenz einfügen.
- Vermeiden Sie die Probenfläschchenpositionen 109–111, wenn Sie eventuell Prioritätsproben verwenden möchten. Wenn Sie die Positionen 109–111 in Ihren normalen Sequenzen verwenden, müssen Sie die Fläschchen der normalen Sequenz durch die Prioritätsfläschchen ersetzen, die Prioritätsfläschchen verarbeiten und die Fläschchen der normalen Sequenz anschließend erneut an diese Positionen setzen.

Durch mehrmaliges Drücken von [**Priority Sample**] rufen Sie die Prioritätspositionen nacheinander auf.

- 1 Beim ersten Drücken von [**Priority Sample**] überprüft der HS Position 1 und verarbeitet das entsprechende Fläschchen.
  - Unter **Vial Status** wird dieses Fläschchen mit **P 1** bezeichnet.
- 2 Beim zweiten Drücken von [**Priority Sample**] überprüft der HS Position 2 und verarbeitet das entsprechende Fläschchen.
  - Unter **Vial Status** wird dieses Fläschchen mit **P 2** bezeichnet.
- 3 Beim dritten Drücken von [**Priority Sample**] überprüft der HS Position 3 und verarbeitet das entsprechende Fläschchen.

- Unter **Vial Status** wird dieses Fläschchen mit **P 3** bezeichnet.

Wenn Sie [**Priority Sample**] ein viertes Mal drücken, wird eine Fehlermeldung angezeigt. Sie können mithilfe dieser Funktion nur drei Proben in die Sequenz einfügen. Wenn Sie eine vierte Änderung vornehmen müssen, unterbrechen Sie die Sequenz, und bearbeiten Sie sie, indem Sie die benötigte Probe hinzufügen.

### **Prioritätsproben bei Verwendung eines Agilent Datensystems**

Das Agilent Datensystem bietet bereits die Flexibilität der Bearbeitung einer laufenden Sequenz. Bei Verwendung eines Agilent Datensystems ist die Prioritätsprobenfunktion deaktiviert. Um eine neue Probe in die laufende Sequenz einzufügen, bearbeiten Sie einfach die Sequenz so, dass die neuen Proben eingefügt werden. In der Online-Hilfe zum Datensystem finden Sie hierzu weitere Einzelheiten.

## Sequenzen und Durchsatz (111-Fläschchen-Modell)

Der HS optimiert den Durchsatz durch Überprüfen der Temperatur- und Schüttelparameter für die in der aktuellen Sequenz angegebenen Fläschchen. Wenn für aufeinander folgende Fläschchen dieselben Temperatur- und Schütteleinstellungen verwendet werden, untersucht der HS die Zeitparameter für die Proben und berechnet die optimalen Zeiten zum Platzieren der einzelnen Fläschchen im Ofen. Durch diesen Ansatz wird die Anzahl der Fläschchen optimiert, deren Gleichgewicht gleichzeitig eingestellt wird.

Fläschchen, für die nicht dieselben Temperatur- und Rüttelungsparameter gelten, werden nicht verarbeitet, bis die vorherigen Proben den Ofen verlassen haben.

Weitere Informationen finden Sie im *Erweiterten Bedienungshandbuch*.

## Erstellen einer Sequenz

So erstellen Sie eine neue Sequenz:

- 1 Drücken Sie [**Seq**].
- 2 Wählen Sie die Methode für den ersten Fläschchenbereich aus.
  - a Drücken Sie [**Mode/Type**].
  - b Wählen Sie die gewünschte Methode aus.
  - c Drücken Sie [**Enter**], um die Methode auszuwählen.
- 3 Geben Sie den Fläschchenbereich ein, der mit dieser Methode vorbereitet werden soll.
  - Für einen einfachen Bereich, beispielsweise Fläschchen 1 bis 5, drücken Sie [**1**][**-**][**5**][**Enter**].
  - Für ein einzelnes Fläschchen geben Sie das Fläschchen zweimal ein, zum Beispiel [**6**][**-**][**6**][**Enter**].
- 4 Geben Sie die Anzahl der Injektionen pro Fläschchen ein, und drücken Sie anschließend [**Enter**].

Die Sequenz wird erstellt. Jetzt können Sie die Sequenz speichern (siehe [“Speichern einer Sequenz”](#) ), ausführen (siehe [“Verarbeiten einer Reihe \(Sequenz\) von Proben”](#) ) oder, wie unten beschrieben, weitere Zeilen hinzufügen.

- 5 Um einen weiteren Fläschchenbereich einzugeben, drücken Sie [**Insert/Append**]. Wählen Sie nach Aufforderung aus, an welcher Stelle die neue Sequenzzeile hinzugefügt werden soll, und drücken Sie dann [**Enter**]:
  - **Append to sequence:** Hinzufügen der neuen Zeile am Ende der Sequenz
  - **Insert into sequence:** Hinzufügen der neuen Zeile vor der aktuellen Sequenzzeile
- 6 Geben Sie für die neue Zeile die Methode, den Fläschchenbereich und die Anzahl der Injektionen pro Fläschchen ein.
- 7 Wiederholen Sie [Schritt 5](#) und [Schritt 6](#) nach Bedarf.

Jetzt können Sie die Sequenz speichern (siehe [“Speichern einer Sequenz”](#) ) oder ausführen (siehe [“Verarbeiten einer Reihe \(Sequenz\) von Proben”](#) ).

## Speichern einer Sequenz

Durch das Speichern einer Sequenz wird die aktuelle Sequenz im permanenten Speicher abgelegt. Sie müssen die aktuelle Sequenz nicht anzeigen, um sie zu speichern.

Bei der Bearbeitung der Sequenz speichern Sie sie folgendermaßen:

- 1 Drücken Sie [**Store**].
- 2 Drücken Sie nach entsprechender Aufforderung [**Sequence**].
- 3 Wählen Sie nach Aufforderung in der Liste die Nummer der zu speichernden Sequenz aus.
- 4 Drücken Sie [**Enter**].
- 5 Drücken Sie nach Aufforderung [**On/Yes**], um die Methode zu speichern, bzw. [**Off/No**], um zur Auswahlliste zurückzukehren.

Alternative Vorgehensweise:

- 1 Drücken Sie [**Seq**].
- 2 Wählen Sie in der Liste die Nummer der zu speichernden Sequenz aus.
- 3 Drücken Sie [**Store**]. Drücken Sie nach Aufforderung [**On/Yes**], um die Methode zu speichern, bzw. [**Off/No**], um zur Auswahlliste zurückzukehren.

## Laden einer Sequenz

So laden Sie eine Sequenz:

- 1 Drücken Sie [**Load**].
- 2 Drücken Sie nach entsprechender Aufforderung [**Seq**].
- 3 Wählen Sie nach Aufforderung die zu ladende Sequenz aus der Liste aus, und drücken Sie [**Enter**].
- 4 Drücken Sie nach Aufforderung [**On/Yes**], um die ausgewählte Sequenz zu laden, bzw. [**Off/No**], um zur Auswahlliste zurückzukehren.

Alternative Vorgehensweise:

- 1 Drücken Sie [**Seq**].
- 2 Durchlaufen Sie die Zeilen der Anzeige bis zur gewünschten Sequenz.
- 3 Drücken Sie [**Load**]. Drücken Sie nach Aufforderung [**On/Yes**], um die ausgewählte Sequenz zu laden, bzw. [**Off/No**], um zur Auswahlliste zurückzukehren.

## Bearbeiten einer Sequenz

So bearbeiten Sie eine Sequenz:

- 1 Laden Sie bei Bedarf die Sequenz, die Sie bearbeiten möchten.
- 2 Durchlaufen Sie die einzelnen Zeilen der Sequenz.
  - Ändern Sie nach Bedarf für jede Zeile die Methode, den Fläschchenbereich und die Injektionen pro Fläschchen.
  - Löschen Sie die gesamte aktuelle Zeile, indem Sie [**Delete**] drücken. Drücken Sie [**On/Yes**], um den Vorgang zu bestätigen, oder [**Off/No**], um den Vorgang abubrechen.

## Löschen einer Sequenz

So löschen Sie eine Sequenz:

- 1 Drücken Sie [**Delete**].
- 2 Drücken Sie nach entsprechender Aufforderung [**Seq**].
- 3 Durchlaufen Sie nach Aufforderung die Liste der Sequenzen bis zu gewünschter Sequenz. Drücken Sie [**Enter**], um diese Sequenz auszuwählen.
- 4 Drücken Sie nach Aufforderung [**On/Yes**], um den Vorgang zu bestätigen und die Sequenz zu löschen, oder [**Off/No**], um den Vorgang abubrechen.

Alternative Vorgehensweise:

- 1 Drücken Sie [**Seq**].
- 2 Wählen Sie in der Liste die zu löschende benutzerdefinierte Sequenz aus.
- 3 Drücken Sie [**Delete**]. Drücken Sie nach Aufforderung [**On/Yes**], um den Vorgang zu bestätigen, oder [**Off/No**], um den Vorgang abubrechen.

## Sequenzaktionen der Methode

Wenn der HS während einer Sequenz bestimmte Probleme feststellt, kann er Fläschchen überspringen und den Vorgang dennoch fortsetzen oder die Sequenz anhalten. Die Einstellungen zum Steuern des HS-Verhaltens während der Sequenzausführung werden als *Sequenzaktionen* bezeichnet. Sequenzaktionen sind Teil der HS-Methode und können während der Ausführung einer Sequenz von Probe zu Probe variieren. Mithilfe von **Sequence Actions** geben Sie an, wie der HS bei Problemen vorgehen soll wie beispielsweise Fläschchen falscher Größe, fehlende Fläschchen, Strichcode-Fehler etc. Weitere Informationen finden Sie im *Erweiterten Bedienungshandbuch*.





## 8 Verarbeiten von Proben

Verarbeiten einer Reihe (Sequenz) von Proben	94
Unterbrechen einer laufenden Sequenz	95
Anhalten einer laufenden Sequenz	96
Verarbeiten einer Prioritätsprobe während einer Sequenz	97
Anzeigen des Fläschchen- und Sequenzstatus	99
Sequenzsteuerung mit einem Agilent Datensystem	101

Zum Verarbeiten von Proben mit dem Agilent 7697A  
Headspace-Probengeber wird eine Sequenz erstellt und  
ausgeführt.



## Verarbeiten einer Reihe (Sequenz) von Proben

- 1 Erstellen oder laden Sie die erste Methode. (Hierdurch werden die HS-Temperaturen und Flüsse für die erste Probe vorbereitet.)
  - Erstellen Sie die Methode bei Bedarf. Siehe [“Erstellen einer Methode”](#) .
  - Wenn sie bereits erstellt wurde, laden Sie die vorhandene Methode. Siehe [“Laden einer Methode”](#) .
- 2 Bereiten Sie die Probenfläschchen vor.
- 3 Befüllen Sie den Probensteller mit den Probenfläschchen. Siehe [“Laden einer Probe in den Probensteller \(111-Fläschchen-Modell\)”](#) oder [“Laden einer Probe in den Probensteller \(12-Fläschchen-Modell\)”](#) .
- 4 Erstellen oder laden Sie die auszuführende Sequenz.
  - Erstellen Sie die Sequenz bei Bedarf. Siehe [“Erstellen einer Sequenz”](#) .
  - Wenn sie bereits erstellt wurde, laden Sie die vorhandene Sequenz. Siehe [“Laden einer Sequenz”](#) .
- 5 Drücken Sie **[Start]**.

Wenn der HS bereit ist (alle Temperaturen und Flüsse entsprechen dem Methodensollwert), beginnt der HS mit der Verarbeitung der Proben.

Um den Fortschritt der Fläschchen anzuzeigen, drücken Sie **[Status]**. Siehe auch [“Anzeigen des Fläschchen- und Sequenzstatus”](#) .

## Unterbrechen einer laufenden Sequenz

Drücken Sie einmal **[Stop]**.

- Alle zurzeit in Verarbeitung befindlichen Fläschchen werden durch Injektion weiterverarbeitet (und auf den Probenteller zurückgesetzt).
- Es wird keine Verarbeitung weiterer Fläschchen gestartet.

## Anhalten einer laufenden Sequenz

Zum Anhalten einer laufenden Sequenz drücken Sie [**Stop**] zweimal innerhalb von 5 Sekunden. Die aktuelle Probe wird sofort abgebrochen. Die gesamte Verarbeitung wird angehalten. Alle Fläschchen werden auf den Probenteller zurückgesetzt (111-Fläschchen-Modell). Es werden keine weiteren Fläschchen verarbeitet.

## Verarbeiten einer Prioritätsprobe während einer Sequenz

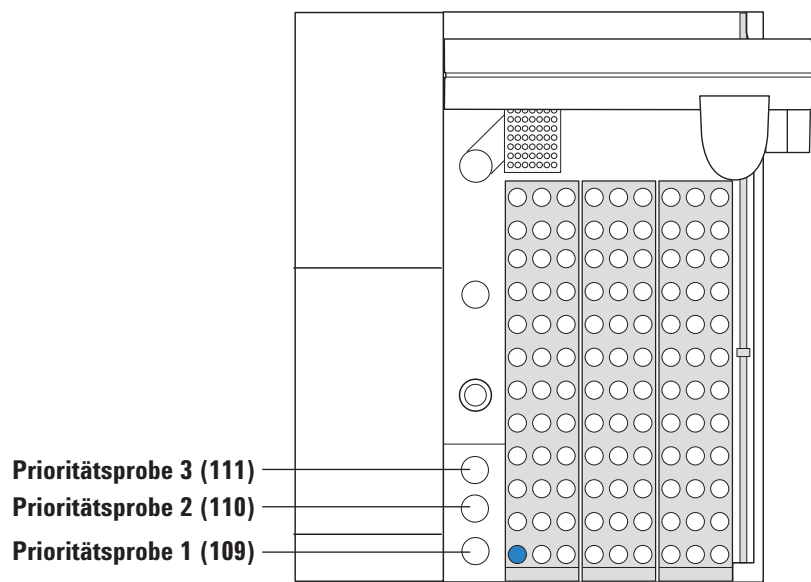
### HINWEIS

Diese Funktion steht nur für das 111-Fläschchen-Modell und nur im Standalone-Modus zur Verfügung. Wenn Sie ein Agilent Datensystem verwenden, bearbeiten Sie stattdessen die laufende Sequenz.

Während einer Sequenz können Sie nur drei Prioritätsproben verarbeiten. Sie sollten die Verwendung der Probenfläschchenpositionen 109–111 vermeiden, wenn Sie Prioritätsproben verwenden.

So verarbeiten Sie Prioritätsproben während einer Sequenz:

- 1 Überprüfen Sie den Status der Sequenz. Finden Sie das zuletzt im Ofen platzierte Fläschchen. (Drücken Sie **[Status]**. Siehe [“Anzeigen des Fläschchen- und Sequenzstatus”](#) .) Der HS verwendet die Methode des entsprechenden Fläschchens zum Verarbeiten der neuen Probe.
- 2 Platzieren Sie das neue Probenfläschchen in die nächste Position für Prioritätsproben. Beginnen Sie mit Prioritätsprobenposition 1. Siehe [Abbildung 15](#).



**Figure 15** Positionen für Prioritätsproben

- 3 Drücken Sie **[Priority Sample]**. Das neue Fläschchen wird anhand der Methode für das letzte im Ofen platzierte Fläschchen verarbeitet.

- Der Probenteller überprüft die erste Position für Prioritätsproben auf ein Probenfläschchen, sobald er zum Laden einer weiteren Probe im Ofen bereit ist.
- Drücken Sie zum Verfolgen des Fläschchenstatus [**Status**], bis die Anzeige **VIAL STATUS** lautet. Die Fläschchennummer wird als **P n** angezeigt, wobei *n* für 1, 2 oder 3 steht.

**Prioritätsprobe** ———

	VIAL STATUS
1:	Completed
2:	Equilibrating 15:18
P 1:	Equilibrating 18:35

## Anzeigen des Fläschchen- und Sequenzstatus

Drücken Sie während einer laufenden Sequenz die Taste [**Status**], um den Status der Sequenz und der einzelnen Fläschchen anzuzeigen. Mit der Taste [**Status**] können Sie die Anzeigen für den Bereitschaftsstatus, Temperaturen und Sollwerte sowie den Fläschchenstatus durchlaufen.

### Readiness status

Dieser Anzeige können Sie den allgemeinen Zustand des Headspace-Probengebers entnehmen, zusammen mit Meldungen zur Systembereitschaft. Zu diesen Meldungen gehören Warnungen, Fehler oder andere Bedingungen, die eine Bereitschaft des HS verhindern.

```
STATUS - Ready
Ready for start sequence
```

### Setpoint status

In dieser Anzeige werden die Sollwerte und die aktuellen Werte für HS-Temperaturen, Flüsse und Drücke aufgeführt. Informationen zum Ändern der Daten in dieser Liste finden Sie unter "Die Taste „Status“".

```
STATUS
Oven temp      100.0  100.0
Loop temp      110.0  110.0
Übertragungsleitung 115.0  115.0
```

### Vial status

Diese Anzeige enthält die Statusinformationen für die nächsten Fläschchen, die in der Sequenz aufgeführt sind. Der HS zeigt Folgendes an:

- Zeit bis zur geplanten Ausführung der Fläschchenfunktion.
- Aktuelle oder nächste Fläschchenfunktion (z. B. Gleichgewichtseinstellung, Injektion, Laden etc.).

- Abgeschlossen.

VIAL STATUS		
1:	Completed	
2:	Equilibrating	15:18
P 1:	Equilibrating	18:35

## Sequenzsteuerung mit einem Agilent Datensystem

Wenn Sie ein Agilent Datensystem einsetzen, verwenden Sie im Allgemeinen das Datensystem zum Starten, Beenden und Anhalten einer Sequenz. Ein Agilent Datensystem kann die Taste [**Start**] jedoch deaktivieren.

Wenn Sie hingegen die Tasten [**Start**] und [**Stop**] am HS drücken, erhalten Sie dieselbe Funktionalität sowohl bei der Standalone- als auch bei der Datensystemsteuerung.





## 9 Konfiguration

Was bedeutet Konfiguration?	104
Konfigurieren des Headspace-Probengebers	105
Ressourcenschutz	106

In diesem Abschnitt wird beschrieben, wie Sie den Agilent 7697A Headspace-Probengeber vor seiner Verwendung konfigurieren.



## Was bedeutet Konfiguration?

Die meiste im Headspace-Probengeber (HS) verwendete Hardware ist den Programmen, die ihn steuern, bekannt. Beispielsweise kann der HS erkennen, ob eine Übertragungsleitung installiert ist und ob ein 12- oder ein 111-Fläschchen-Probenteller verwendet wird. Einige Einstellungen werden jedoch nicht erkannt, beispielsweise Gastypen, Sleep- und Wake-Modus oder die Probenschleifengröße. Im HS werden Ihre Eingaben für diese Elemente als Einstellungen gespeichert. *Konfiguration* ist der Vorgang zum Festlegen dieser Einstellungen. Die *aktuelle Konfiguration* ist die Sammlung dieser Einstellungen zu einem bestimmten Zeitpunkt.

Im Zuge der Installation haben Sie den HS konfiguriert. Allerdings werden Sie den HS erneut konfigurieren müssen, wenn Sie eine der folgenden Aktionen durchführen möchten:

- Ändern eines Gastyps
- Hinzufügen eines Zubehörs, beispielsweise des optionalen EPC-Moduls oder Strichcode-Lesers
- Ändern der Probenschleife
- Ändern des Trägergas-Steuerungsmodus
- Aktivieren, Deaktivieren oder Ändern der Einstellungen zum Ressourcenschutz
- Ändern des Standby-Flusses (der zum Sauberhalten des Systems verwendete Spülfluss zwischen den Sequenzen)

## Konfigurieren des Headspace-Probengebers

Drücken Sie [**Config**], um auf die Konfigurationsparameter zuzugreifen. [Tabelle 6](#) listet die gängigsten Parameter zusammen mit kurzen Beschreibungen auf. Ausführliche Informationen hierzu finden Sie im *Erweiterten Bedienungshandbuch*.

**Table 6** Gängigste Konfigurationsparameter

Einstellung	Anmerkungen
<b>Fläschchengastyp</b>	Mit der Taste [ <b>Mode/Type</b> ] können Sie den richtigen Gastyp auswählen.
<b>Schleifenvolumen (mL)</b>	Geben Sie das Volumen der Probenschleife in ml ein, und drücken Sie [ <b>Enter</b> ].
<b>Carrier Gas type</b>	Falls verfügbar. Mit der Taste [ <b>Mode/Type</b> ] können Sie den richtigen Gastyp auswählen.
<b>Träger</b>	Mit der Taste [ <b>Mode/Type</b> ] können Sie den gewünschten Steuerungsmodus für das Trägergas auswählen. Wenn das optionale EPC-Modul nicht installiert ist, wird dieser Modus automatisch auf <b>GC Control</b> gesetzt.
<b>Standby flow</b>	Geben Sie den gewünschten Fluss ein, der zum Spülen der Probensonde zwischen den Sequenzen verwendet wird, und drücken Sie anschließend [ <b>Enter</b> ]. Um den Fluss vollständig abzuschalten (nicht empfohlen), drücken Sie [ <b>Off/No</b> ].
<b>Status</b>	Wählen Sie die einzelnen Sollwerte aus, die Sie anzeigen möchten, und drücken Sie [ <b>Enter</b> ]. Wählen Sie Parameter in der Reihenfolge aus, in der sie angezeigt werden sollen. Wählen Sie beispielsweise zuerst den Parameter aus, der als erster in der Liste aufgeführt werden soll.
<b>Clock</b>	Wählen Sie [ <b>Clock</b> ], um auf eine Liste mit Parametern zuzugreifen, mit deren Hilfe Sie die aktuelle Uhrzeit, das aktuelle Datum, die Zeitzone und das gewünschte Datumsformat festlegen können. Weitere Informationen finden Sie im <i>Erweiterten Bedienungshandbuch</i> .
<b>APG polarity</b>	Informationen hierzu finden Sie unter <i>Installation und erster Start</i> .
<b>Geräteplan</b>	Siehe <i>Ressourcenschutz</i> und im <i>Erweiterten Bedienungshandbuch</i> .

## Ressourcenschutz

Der Agilent 7697A Headspace Sampler bietet die folgenden Funktionen zum Schutz von Ressourcen:

- Geräteplan (Methoden für den Ruhe- und Wachmodus („Sleep“ und „Wake“)): Laden Sie eine Methode zu einer bestimmten Tageszeit, um Flüsse und Temperaturen zu reduzieren, und laden Sie eine andere Methode, um sie vor dem Betrieb wiederherzustellen.
- Steuerung des Standby-Spülflusses.
- Erweiterte Funktionen zum Ressourcenschutz stehen zur Verfügung, wenn Sie ein Agilent Datensystem einsetzen. Informationen hierzu finden Sie in der Hilfe des Datensystems.

Weitere Einzelheiten finden Sie im *Erweiterten Bedienungshandbuch*.