



Agilent 8697 Headspace-Probengeber

Funktionsweise



Hinweise

© Agilent Technologies, Inc. 2023

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.

G4511-92004

Ausgabe

Zweite Ausgabe, April 2023

Erste Ausgabe, Februar 2021

Gedruckt in USA und China

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

Der Hinweis VORSICHT weist auf eine Gefahr hin. Er 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. Setzen Sie den Vorgang nach einem Hinweis mit der Überschrift VORSICHT erst fort, wenn Sie die darin aufgeführten Hinweise vollständig verstanden haben und einhalten können.

WARNUNG

Eine WARNUNG weist auf eine Gefahr hin. Sie 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.

Inhalt

1 Einführung

Einführung	8
Headspace-Techniken	9
Statische Headspace-Probe mit Ventil und Schleife	10
Der Agilent 8697 Headspace-Probe	13
Informationen zu diesem Handbuch	14
Einführung in den Headspace-Probengeber	15
Statusanzeigen-LED	16
Schaltfläche und Anzeige „Ruheposition“	16

2 Arbeitsablauf

Arbeitsablauf bei routinemäßigem Betrieb	18
Arbeitsablauf zur Methodenentwicklung	19

3 Verbrauchsmaterialien

Verbrauchsmaterialien für die Headspace-Analyse	22
---	-----------

4 Probenfläschchen

Arten von Probenfläschchen	26
Septa und Kappen für Probenfläschchen	27
Fläschchenetiketten	28
Unterstützte Strichcodes	29
Befüllen von Probenfläschchen	30
Verschließen eines Probenfläschchens	31
Verschließen eines Probenfläschchens mithilfe einer elektronischen Crimpzange	31
Verschließen eines Probenfläschchens mit einer manuellen Crimpzange	32
Sichtprüfung der Bördelung von Fläschchen	33
Gewährleisten einer ordnungsgemäßigen Bördelung mithilfe des benutzerseitigen Fläschchenlecktests	34
Bewegen des Probentellers in bzw. aus der Ruheposition	35
Installieren eines Fläschchenständers	36
Laden einer Probe in den Probenteller	37

5 HS-Methodenparameter

HS-Methodenparameter	40
Lokale Benutzeroberfläche	41
Browseroberfläche	42
Überblick über Methodenparameter	43
Ermitteln der GC-Zykluszeit	46
Ermitteln der GC-Zykluszeit	46
Validieren der GC-Zykluszeit	47
Betrieb und Spezifikationen der Kühlplatte	48
Temperatur	48
Kühlquelle	48
Kondensat- und Umgebungsbedingungen	48

6 HS-Sequenzen

Was ist eine HS Sequenz?	52
Sequenzen, Extraktionsmodi und Fläschcheneinstiche	53
Sequenzen und Durchsatz	54
Prioritätsproben	55
Sequenzaktionen der Methode	56
Abhilfemaßnahmen bei Sequenzfehlern	56
Verfügbare Aktionen	56
Bei Verwendung eines MS	57
Sequenzaktionen für Browseroberfläche und Datensystem	58
Stoppen, Abbrechen oder Pausieren einer laufenden Sequenz	59
Fläschchenstatus	60

7 Einstellungen

Headspace-Einstellungen	62
Settings (Einstellungen) > Configuration (Konfiguration) > Headspace	62
Einstellungen> Kalibrierung > Headspace	63
Einstellungen > Servicemodus > Headspace	66
Einstellungen > Scheduler: Ressourcenschutz	67

8 Die Funktionsweise des 8697 Headspace-Probengebers

Verarbeitung eines Probenfläschchens durch den HS	70
HS Fläschchen-Gleichgewichtseinstellung	71
HS Druckbeaufschlagung eines Fläschchens	72
Fluss zu Druck	72
Druck	72
Konstantes Volumen	72
Dynamische Leckprüfung	73
Befüllen der Probenschleife durch den HS (Extraktion einer Probe)	74
Standard-Schleifenfüllmodus	74
Benutzerdefinierter Schleifenfüllmodus	74
Typen von HS-Extraktionen und Injektionen	75
Standardextraktion	77
Mehrere Headspace-Extraktionen	77
Konzentrierte Heaspace-Extraktionen	78
Entlüften des Fläschchen-Restdrucks	78
Reduzierung von Verschleppungen durch den HS	79

9 Methodenentwicklung

Überblick	82
Berücksichtigung von Probe und Matrix	83
Die Theorie der Headspace-Analyse	83
Der Einfluss von K und das Phasenverhältnis	84
Berücksichtigen Sie den GC-Einlass	86
Laden einer ähnlichen Methode	87
Bearbeiten der neuen Methode	88
Temperaturen	88
Times	88
Fläschchen und Schleife	89
Füllmodi	90
Entlüftung und Spülen	91
Weitere Parameter	92
Entwicklung und Verbesserung der Methode	93
Verwendung der Parameter-Inkrementierung	93
Fläschchengröße	95
Fläschchen schütteln	95
Probeschleifengröße	95

Fläschchen-Druckbeaufschlagung	96
Befüllen der Probenschleife	97
Extraktionsmodus	99
Optimierung des Durchsatzes	100
Einrichten für eine neue Methode	101
Durchführen von Blindanalysen	102
10 Frühzeitige Warnung für anstehende Wartungsaufgaben	
HS Frühzeitige Warnung für anstehende Wartungsaufgaben	104

Einführung

Einführung	8
Headspace-Techniken	9
Statische Headspace-Probe mit Ventil und Schleife	10
Informationen zu diesem Handbuch	14
Einführung in den Headspace-Probengeber	15

Dieses Kapitel beschreibt den Agilent 8697 Headspace-Probe und identifiziert die Hauptkomponenten und die allgemeine Probentechnik des Headspace.

1 Einführung

Einführung

Einführung

Die Headspace-Analyse ist eine Technik zur Analyse flüchtiger Komponenten einer Probenmatrix. Bei der Headspace-Analyse wird das Umgebungsvolume über einer Probenmatrix erfasst, wobei die flüchtigen Verbindungen in Gasform auf berechenbaren Ebenen vorliegen.

Die Headspace-Analyse ist in folgenden Situationen hilfreich:

- Das betreffende Analyt ist bei Temperaturen unter 300 °C flüchtig.
- 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.
- Nichtflüchtige Komponenten der Probe sind gefährlich (bei der Headspace-Analyse kommt die Probe nur mit einem Einweg-Probenfläschchen in Berührung).

Die Headspace-Analyse bietet gegenüber herkömmlichen Injektionen mehrere Vorteile:

- Einfachere Probenvorbereitung. Die Probe muss nicht zu einer injizierbaren Flüssigkeit verarbeitet werden.
- Analysieren Sie direkt eine breite Palette von Probenmatrizen (Feststoffe, Pasten, Flüssigkeiten und Gase).
- 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 Analysesäule länger haltbar und erfordert weniger Wartungsaufwand (Trimmen, Ausheizen, Vorsäulenaustausch etc.).
- Hohe Genauigkeit.
- Die Temperatur des Headspace-Ofens kann angepasst werden, um schwerere Komponenten selektiv von der Analyse auszuschließen. Dies ermöglicht schnellere Ofenprogramme, ein schnelleres Abkühlen des Ofens sowie eine längere Lebensdauer der Säule.

Headspace-Techniken

Derzeit gibt es drei Haupttechniken zur Durchführung von Headspace-Analysen.

Dynamische Headspace-Proben: Diese Technik ist üblicherweise Teil eines Spül- und Filtersystems und verwendet einen kontinuierlichen Fluss von Trägergas, um flüchtige Komponenten aus der Probenmatrix zu spülen. Diese Analyte werden üblicherweise in einem Adsorptionsmittel gefiltert. Nach einer festgelegten Zeit wird der Filter erhitzt und gibt die adsorbierten Verbindungen zurück, die in den GC-Einlass gekehrt werden.

Statische Headspace-Probe: Diese Technik verwendet einen geschlossenen Probenbehälter und ein Probensystem: Nachdem die Probematrix im versiegelten Probenfläschchen platziert wurde, wird die Probematrix für eine bestimmte Zeit erhitzt, in der das Fläschchen auch bewegt (geschüttelt) werden kann, um flüchtige Verbindungen von der Matrix in das Headspace-Volumen zu befördern. Nach einer bestimmten Zeit wird das Fläschchen punktiert, druckbeaufschlagt, und eine Menge der Headspace-Dämpfe werden entzogen und in den GC-Einlass injiziert.

Festphasen-Mikroextraktion: Bei dieser Technik wird eine Sonde mit einem Adoptionsmittel in einem Fläschchen platziert, das die Probematrix enthält. Die betreffenden Analyte werden von der Probensonde adsorbiert. Die Verwendung von unterschiedlichen Adsorptionsmitteln bietet Flexibilität bei der Analyse verschiedener betroffener Verbindungen (während andere ignoriert werden können). Nach einer bestimmten Zeit wird die Sonde erhitzt, um die Analyte zu bewegen, die auf die GC-Säule gekehrt werden.

1 Einführung

Statische Headspace-Probe mit Ventil und Schleife

Statische Headspace-Probe mit Ventil und Schleife

Es gibt zwei hauptsächliche statische Headspace-Probentechniken, die *Druckübertragung* und *Ventil und Schleife*. (Eine dritte Technik, bei der die Injektion manuell mit einer gasdichten Spritze durchgeführt wird, liefert nicht so leicht reproduzierbare Ergebnisse).

Das Ventil- und Schleifensystem, das beim 8697 verwendet wird, heizt die Fläschchen auch für eine bestimmte Zeit auf und bewegt sie. Das Agilent System verwendet jedoch eine Probenschleife mit bekanntem Volumen, um die Probe zu erfassen. Die Schritte der Probe beim Ventil- und Schleifensystem sind:

1 Einführung

Statische Headspace-Probe mit Ventil und Schleife

- 1 Eine Nadelsonde punktiert das Fläschchen.
- 2 Der Probengeber drückt auf das Fläschchen mit Gas. Siehe Abbildung 1.

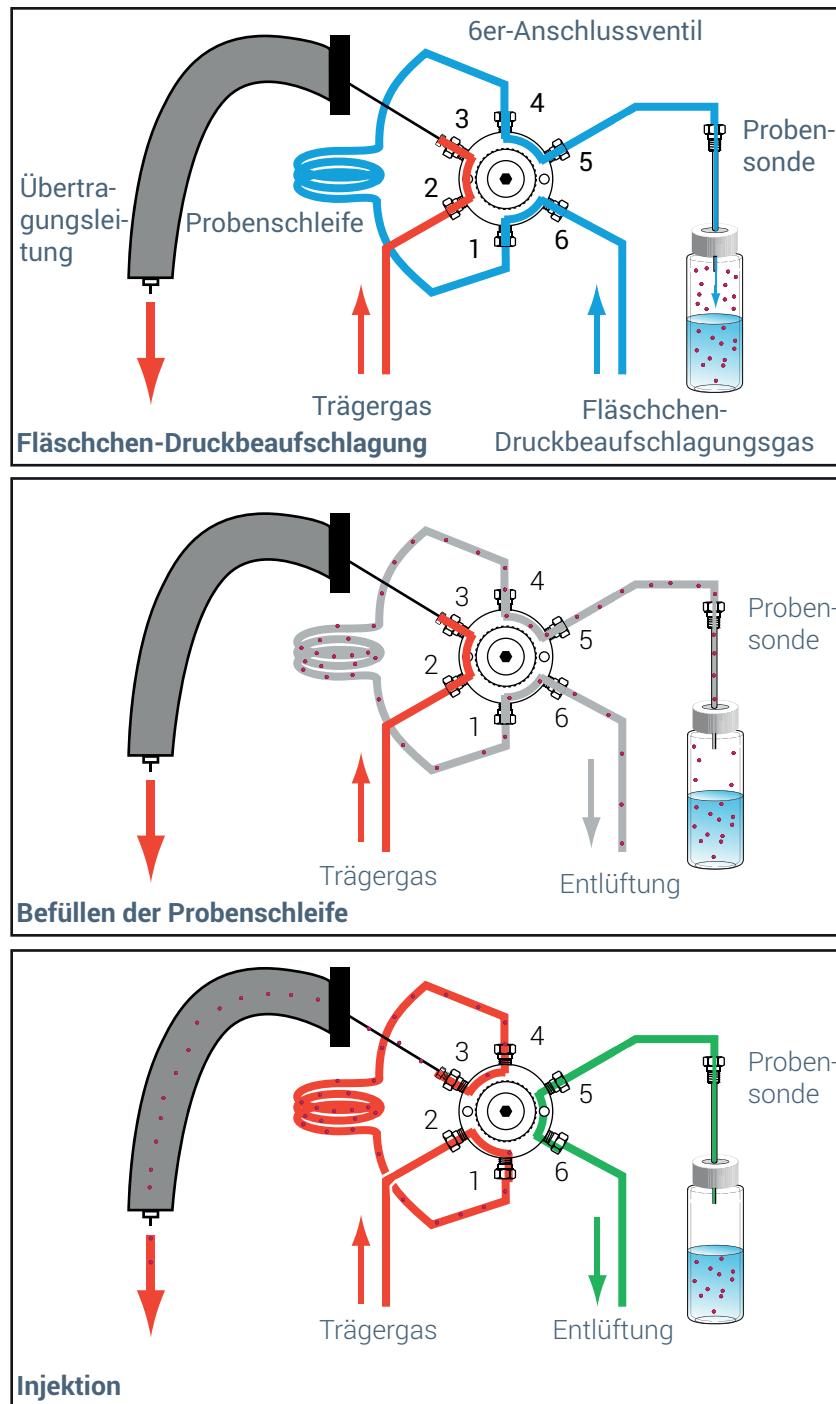


Abb.1. Proben mit dem Ventil- und Schleifensystem und Injektionsphasen

1 Einführung

Statische Headspace-Probe mit Ventil und Schleife

- 3 Nach der Gleichgewichtseinstellung bei Druck werden die druckbeaufschlagten Fläschchengase durch die Probenschleife entlüftet und füllen die Schleife mit der Probe. Beachten Sie, dass die Fläschchenentlüftung in diesem Fall bei atmosphärischem Druck, nicht mit einem hohen Säulenkopfdruck entlüftet werden. Der 8697 kann zudem den Gasstrom in die Probenschleife so steuern, dass die Probe endet, ehe das Fläschchen komplett vom Druck befreit ist.
- 4 Nach der Gleichgewichtseinstellung der Probenschleife werden Ventilschalter und die Probenschleife Teil des Flusspfades in den GC-Einlass. Das Trägergas kehrt die bekannte Probenmenge zur Analyse in den GC-Einlass.

1 Einführung

Der Agilent 8697 Headspace-Probe

Der Agilent 8697 Headspace-Probe

Der Agilent 8697 Headspace-Probe (HS) ist ein Ventil- und Schleifen-Headspace-Probensystem mit einer Kapazität für 48 Fläschchen oder einer Kapazität für 120 Fläschchen (mit XL-Teller). Der HS verwendet einen Ofen für 12 Fläschchen zur Gleichgewichtseinstellung der Proben bei Temperatur. Da die längste Haltezeit bei der Headspace-Analyse normalerweise der Gleichgewichtseinstellungszeit entspricht, kann mit dem HS durch Verwendung des Ofens für mehrere Fläschchen der Durchsatz erhöht werden, indem das Gleichgewicht mehrerer Fläschchen gleichzeitig eingestellt werden kann.

Der 8697 HS wird über den GC-Touchscreen, die Browseroberfläche oder die Datensystemverbindung gesteuert. Er erweitert die bestehenden GC-Einstellungen so, dass auch die HS-Methodenparameter, die Konfigurationseinstellungen, die frühzeitige Warnung für anstehende Wartungsaufgaben, Protokolleinträge, aktuelle Statusanzeigen und so weiter einbezogen werden. Der 8697 HS ist eine integrierte GC-Komponente.

Um zwischen den GC- und HS-Statuseinträgen zu unterscheiden, stellen die Statusanzeigen von Touchscreen und Browseroberfläche **Headspace** voran, um die HS-Einträge von den GC-Einträgen abzuheben. Der Touchscreen des 8697 HS könnte also die Ofentemperatur als **Headspace Oven Temperature (Headspace Ofentemperatur)** anzeigen, die GC-Ofentemperatur hätte kein Präfix oder eine Anmerkung. Beispiele finden Sie in der Abbildung unten.

Parameter	Setpoint	Actual	+ Add
Headspace Oven Temperature	80.00 °C	80.00 °C	X
Headspace Vial Flow	20.000 mL/min	20.001 mL/min	X
Headspace Vial Pressure	0.384 psi	0.001 psi	X
Headspace Aux Pressure	OFF	19.330 psi	X

Abb.2. Beispiel für die Elemente des Headspace Status

1 Einführung

Informationen zu diesem Handbuch

Informationen zu diesem Handbuch

In diesem Handbuch werden die Konzepte und Aufgaben beim routinemäßigen Betrieb des Headspace-Probengebers beschrieben, sowie die Informationen, die zur Durchführung erweiterter Aufgaben und der Methodenentwicklung erforderlich sind.

1 Einführung

Einführung in den Headspace-Probengeber

Einführung in den Headspace-Probengeber



Abb.3. Vorderansicht

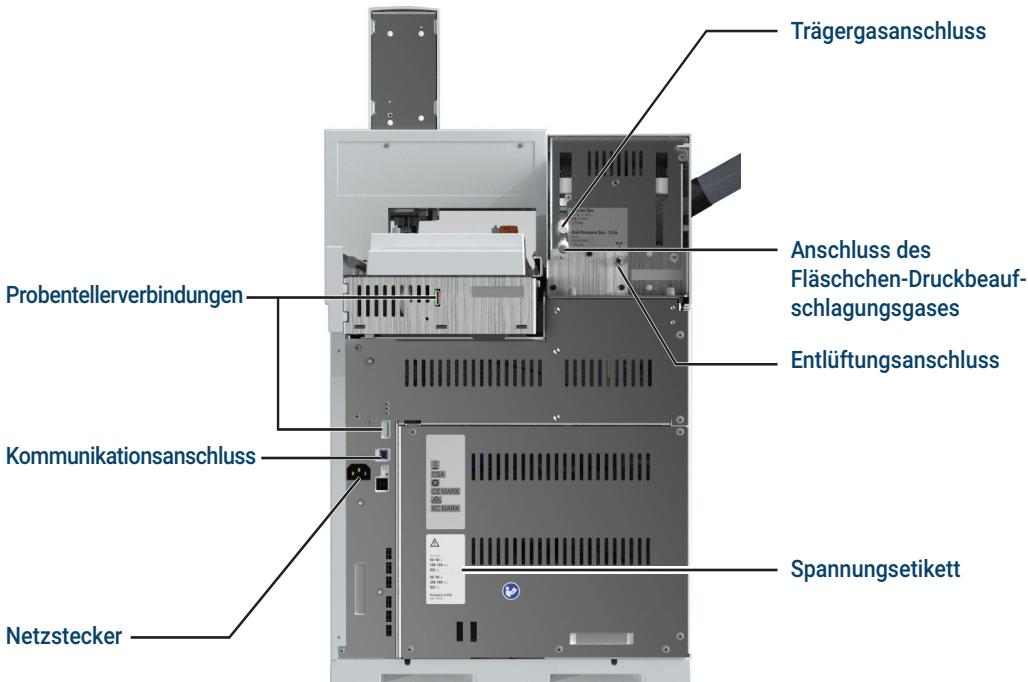


Abb.4. Rückansicht

1 Einführung

Statusanzeigen-LED

Statusanzeigen-LED

Der HS verfügt über eine Statusanzeige am vorderen Bedienfeld, mit der Sie den allgemeinen Status und die Bereitschaft schnell ermitteln können. Die Statusanzeige wechselt abhängig vom aktuellen Status des HS die Farbe.

- Grün: Zeigt an, dass der HS betriebsbereit ist.
- Gelb: Zeigt an, dass der HS nicht betriebsbereit ist. Die Stromversorgung ist eingeschaltet und verfügbar, doch haben nicht alle Parameter ihre Betriebssollwerte erreicht. Möglicherweise wird eine Warnung oder sonstige Meldung ausgegeben. Weitere Informationen finden Sie auf dem GC-Touchscreen.
- Rot: Weist auf einen Fehler oder einen sonstigen kritischen Zustand hin. Möglicherweise wird eine Fehlermeldung oder sonstige Meldung ausgegeben. Weitere Informationen finden Sie auf dem GC-Touchscreen. Der HS kann erst dann benutzt werden, wenn der Fehlerzustand behoben ist.

Zusätzlich zur Anzeigen-LED erscheinen detaillierte Statusinformationen auf dem Touchscreen des angeschlossenen GC und über die Browseroberfläche des GC.

Schaltfläche und Anzeige „Ruheposition“

Die Schaltfläche „Ruheposition“ des HS umfasst auch eine Anzeigeleuchte. Wenn Sie leuchtet, befindet sich der Probenteller in der Ruheposition und der HS ist nicht bereit. Um den Teller in die oder aus der Ruheposition zu bewegen, drücken Sie auf die Schaltfläche **Park (Ruheposition)**. Siehe „[Bewegen des Probentellers in bzw. aus der Ruheposition](#)“ auf Seite 35.

Arbeitsablauf

Arbeitsablauf bei routinemäßigem Betrieb 18

Arbeitsablauf zur Methodenentwicklung 19

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

2 Arbeitsablauf

Arbeitsablauf bei routinemäßigem Betrieb

Arbeitsablauf bei routinemäßigem Betrieb

Abbildung 5 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.

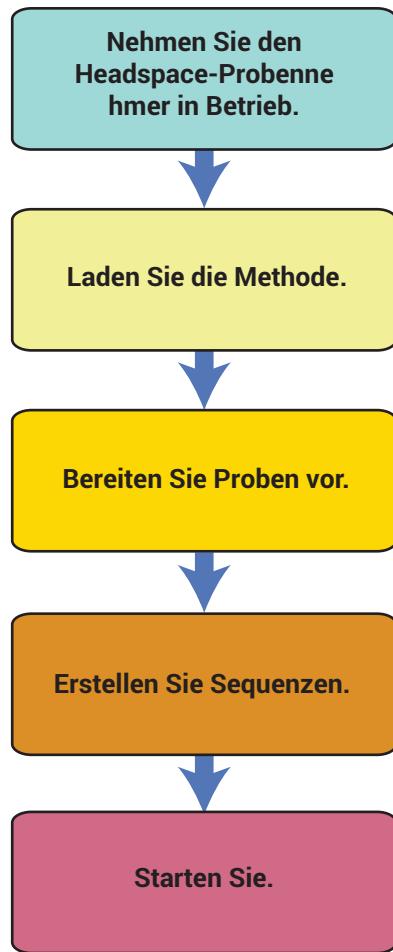


Abb.5. Routine-Arbeitsablauf bei der Headspace-Analyse

2 Arbeitsablauf

Arbeitsablauf zur Methodenentwicklung

Arbeitsablauf zur Methodenentwicklung

Abbildung 6 fasst den Arbeitsablauf zur Entwicklung von Methoden zusammen. Details zur Entwicklung von Methoden finden Sie unter „**Methodenentwicklung**“ auf Seite 81.

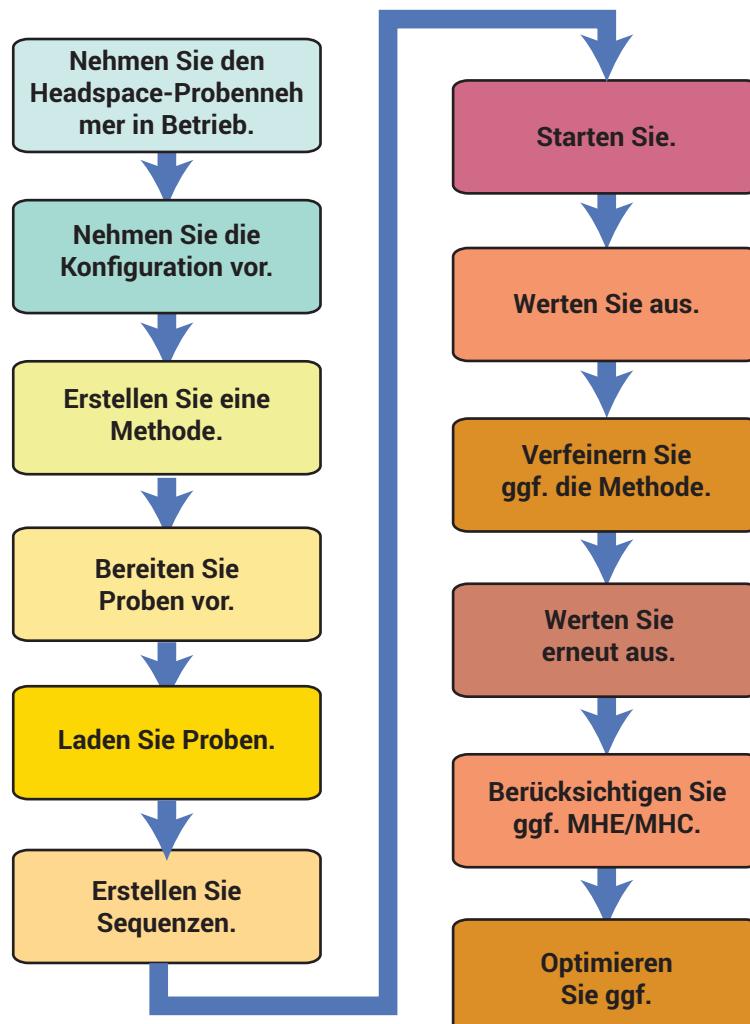


Abb.6. Arbeitsablauf bei der Methodenentwicklung

2 Arbeitsablauf

Arbeitsablauf zur Methodenentwicklung

Verbrauchsmaterialien

Verbrauchsmaterialien für die Headspace-Analyse 22

In diesem Abschnitt werden häufig verwendete Teile wie Fläschchen und Probenschleifen aufgeführt, die für einen routinemäßigen Betrieb des Agilent 8697 Headspace-Probeerforderlich sind. Verfahren zum Austausch dieser Teile finden Sie in diesem Handbuch oder im [Wartungshandbuch](#).

3 Verbrauchsmaterialien

Verbrauchsmaterialien für die Headspace-Analyse

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.

Tabelle 1 Teile des Headspace-Probengebers und Standards

Beschreibung	Bestellnummer
Lecktestkit. Inhalt: Ferrule, ohne Bohrung Gering blutende 11-mm-Septa, 5 Stück pro Packung Fläschchen-Lecktest 1/8-Zoll-Armaturstecker 1/16-Zoll-Edelstahl-ZDV-Stecker (6er-Anschlussventilabdeckung)	G4556-67010 5181-7458 5182-3413 G4511-20180 0100-1526 G6600-80039
Fläschchenständer, 8697	G4511-60402
Fläschchenständer-Etiketten Etiketten Ständer 1 Etiketten Ständer 2 Etiketten Ständer 3 Etiketten Ständer 4 Etiketten Ständer 5	G4511-90401 G4511-90402 G4511-90403 G4511-90404 G4511-90405
Ersatz-Gasreinigungsfilter, Trägergas (wird für als Fläschchen-Druckbeaufschlagungsgas verwendet)	CP17973
Säulenschneider-Wafer, Keramik	5181-8836
Probensonde, deaktiviert	G4556-63825
6er-Anschlussventil, Ersatzrotor, WT Serie, 300 psi, 350 °C	1535-4952
Halterungsklammer für Probenschleife, je 1: 1 zur Verwendung mit 0,025-, 0,05- und 0,10-mL-Probenschleifen 2 zur Verwendung mit 0,5- und 1,0-mL-Probenschleifen 1 zur Verwendung mit 3,0-mL-Probenschleifen	G4556-20177
Halterungsklammer für Probenschleife, je 1: 1 zur Verwendung mit 0,025-, 0,05- und 0,10-mL-Probenschleifen	G4556-20178
Einlasseinsatz zur Verwendung mit HS Übertragungsleitungszubehör	
Ultra Inert Liner, gerade, 2,0 mm	5190-6168
Standards	
Headspace-OQ/PV-Probe	5182-9733

3 Verbrauchsmaterialien

Verbrauchsmaterialien für die Headspace-Analyse

Tabelle 2 Teile der Headspace-Probengeber-Übertragungsleitung

Beschreibung	Bestellnummer
Komponenten der Übertragungsleitung	
Septen für Übertragungsleitung (9 mm)	5183-4801
Ferrule, Polyamid, Graphit, 5 Stück pro Packung	
0,53 mm, 1/32 Zoll für Leitung AD 0,50 x 0,80 mm	0100-2595
ID 0,4 mm, für Säulen mit bis zu 250 µm AD	5190-1437
Septummutter, Übertragungsleitung, für Split/Splitless- und Multimodus-Einlässe	G3452-60845
Blindmutter, 1/16 Zoll, rostfreier Stahl	01080-83202
Mutter und Reduzierungsanschlussstück für Verbindung von 6er-Anschlussventil und Übertragungsleitung, 1/16 Zoll bis 1/32 Zoll	0100-2594
Übertragungsleitungen	
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
Manschette für ProSteel-Leitung, 5 m lang	4177-0607
Teile zum Anschluss des Einlasssystems für flüchtige Analyte	
Ferrule, 0,4 mm VG Leitf. 0,25 col Ing 10/Pk	5062-3508
Ferrule, 0,5 mm VG Leitf. 0,32 col Ing 10/Pk	5062-3506
Ferrule, 0,8 mm VG Leitf. 0,53 col Ing 10/Pk	5062-3538

Tabelle 3 Headspace-Probengeber-Probenschleifen

Beschreibung	Bestellnummer
Probenschleifen, inert	
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
2,0 mL	G4556-80107
3,0 mL	G4556-80108
3,0 mL, zertifiziert	G4556-80128
5,0 mL	G4556-80109

3 Verbrauchsmaterialien

Verbrauchsmaterialien für die Headspace-Analyse

Tabelle 4 Headspace-Fläschchen und Abdeckungen

Beschreibung	Bestellnummer
Zertifizierte Fläschchen mit flachem Boden	
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
20-mm-Headspace-Abdeckungen mit Septa	
Zertifizierte Headspace-Alu-Bördelkappe, PTFE/Si-Septum, 20 mm, 100 Stück pro Packung	5183-4477
Headspace-Fläschchenkits	
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
Verschluss- und Öffnungszangen	
Elektrische Hochleistungs-Crimpzange, A-Linie, mit Netzteil, 20-mm-Backen	5191-5624
Elektrische Crimpzange, A-Linie, für 20-mm-Kappen	5191-5615
Elektronische Öffnungszange für 20-mm-Kappen, A-Linie	5191-5613
Ergonomische manuelle Crimpzange für 20-mm-Kappen	5040-4669
Ergonomische manuelle Öffnungszange für 20-mm-Kappen	5040-4671

Tabelle 5 Ersatzteile der Kühlplatte

Beschreibung	Bestellnummer
Fläschchenständerbaugruppe aus Metall (5)	G4512-60402
Kühltropfschlauch	G4522-20540
Sekundäre Tropfschale	G4556-40680
Muttern- und Ferrulensatz, 1/4 Zoll, Messing	5080-8752
Mutter, 1/4 Zoll, Messing	0100-0056
Durchführung, 1/4 Zoll	G4522-20500
Klammer, Schlauch, 0,468–0,531 Zoll Außendurchmesser, 0,22 Zoll Breite	1400-3298

Probenfläschchen

Arten von Probenfläschchen	26
Septa und Kappen für Probenfläschchen	27
Fläschchenetiketten	28
Befüllen von Probenfläschchen	30
Verschließen eines Probenfläschchens	31
Bewegen des Probentellers in bzw. aus der Ruheposition	35
Installieren eines Fläschchenständers	36
Laden einer Probe in den Probenteller	37

Dieser Abschnitt befasst sich mit der Auswahl der Probenfläschchen, der Probenvorbereitung und der Fläschchenbehandlung mit dem Agilent 8697 Headspace-Probengeber.

4 Probenfläschchen

Arten von Probenfläschchen

Arten von Probenfläschchen

Der Headspace-Probengeber akzeptiert 10-ml-, 20-ml- oder 22-ml-Probenfläschchen. Legen Sie die Fläschchengröße in der Methode fest. 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. Nicht kompatible Probenfläschchen können zu Greiferfehlern führen.

Fläschchen müssen den Spezifikationen in Tabelle **Abbildung 7** entsprechen.

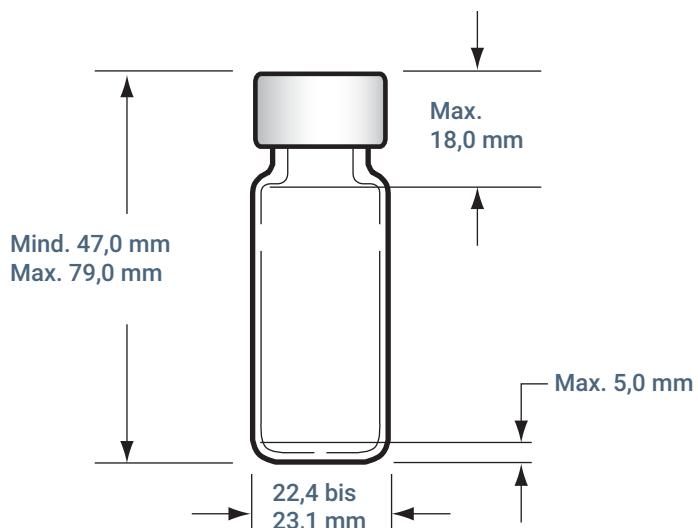


Abb.7. Unterstützte Fläschchenabmessungen

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

4 Probenfläschchen

Septa und Kappen für Probenfläschchen

Septa und Kappen für Probenfläschchen

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

Septummaterial	Verträglich mit	Nicht verträglich mit	Wiederverschließbarkeit	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
PTFE/Silikon für hohe Temperatur	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	< 300 °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 auch auf der Agilent Website unter www.agilent.com.

Fläschchenetiketten

VORSICHT

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

Wenn Sie Etiketten verwenden, müssen die Etiketten die unten stehenden Abmessungen aufweisen. Wenn Sie außerdem den optionalen Strichcode-Leser (G4527A) einsetzen, müssen die Strichcode-Etiketten den allgemeinen Abmessungen für Etiketten und außerdem den gezeigten Platzierungsanforderungen entsprechen.

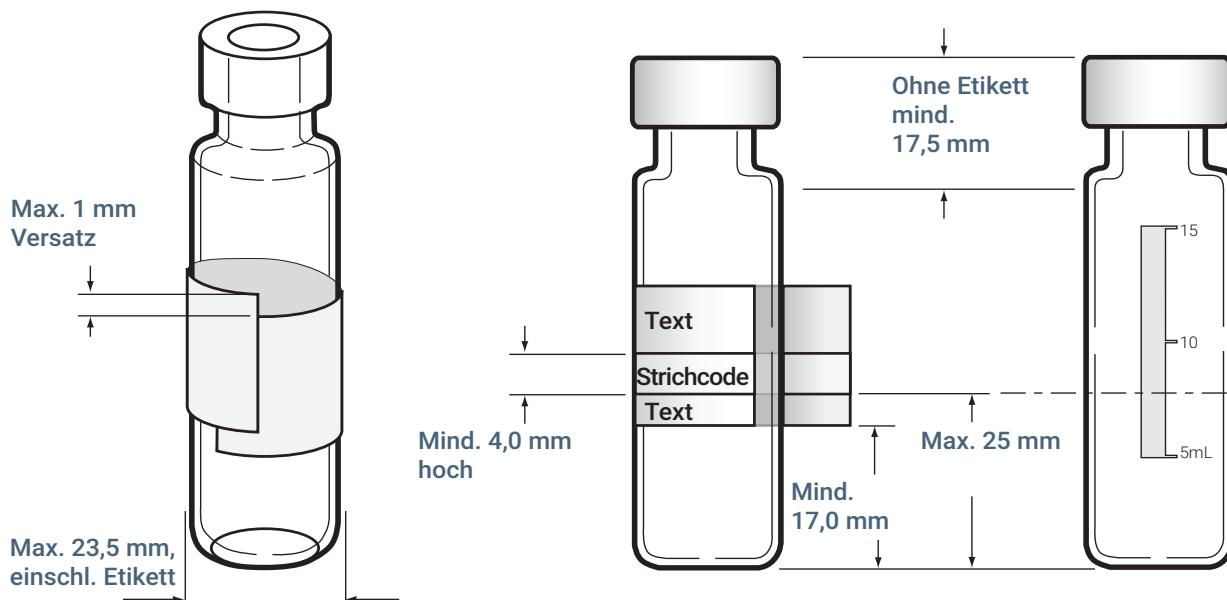


Abb.8. Spezifikationen zu Fläschchenetiketten und Strichcode (20-mL-Fläschchen abgebildet)

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. Navigieren Sie zu **Diagnostics (Diagnose) > Headspace > Manual Actions (Manuelle Aktionen) > Read Barcode (Strichcode lesen)**. Der Strichcode-Leser versucht einen Strichcode vom Fläschchen abzulesen.

Zusätzlich müssen Strichcode-Etiketten:

- hitzebeständig sein (um eine Abnutzung oder das Verkohlen beim Erhitzen zu vermeiden)
- eine matte oder nicht glänzende Oberfläche haben. Glänzende Strichcode-Etiketten können Umgebungslicht reflektieren und den Leser behindern.

4 Probenfläschchen

Unterstützte Strichcodes

Unterstützte Strichcodes

Der Strichcode-Leser kann die folgenden Symbole auslesen:

- Code 3 von 9
- Code 128
- Matrix 2 of 5
- Standard 2 of 5
- Interleaved 2 of 5
- UPC-A
- EAN/JAN 13
- EAN/JAN 8
- UPC-E

4 Probenfläschchen

Befüllen von Probenfläschchen

Befüllen von Probenfläschchen

Probenfläschchen werden in der Regel maximal zur Hälfte befüllt. Auch wenn die Probenmengen je nach Analyse variieren können, überschreiten Sie beim Befüllen der Fläschchen niemals die in **Abbildung 9** angegebenen Höchstwerte. 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. Weitere Informationen finden Sie in „**Methodenentwicklung**“ auf Seite 81.

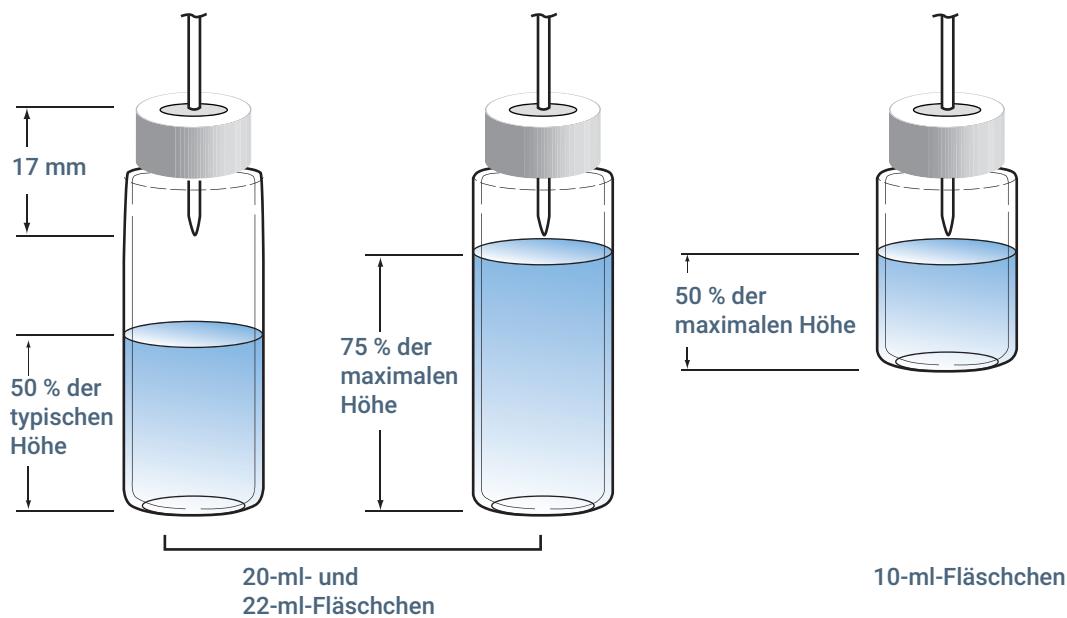


Abb.9. Füllgrenzen für Fläschchen

4 Probenfläschchen

Verschließen eines Probenfläschchens

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](#)“ auf Seite 22.

Beim Verschließen von Fläschchen mit einer Crimpzange:

- 1 Stellen Sie zunächst einige leere Übungsfläschchen her, bis die Bördelungen akzeptabel erscheinen. Siehe „[Verschließen eines Probenfläschchens mithilfe einer elektronischen Crimpzange](#)“ oder „[Verschließen eines Probenfläschchen mit einer manuellen Crimpzange](#)“.
- 2 Bereiten Sie fünf (5) Testfläschchen vor, die die zu analysierende Probe enthalten.
- 3 Prüfen Sie mithilfe des integrierten **User Vial Leak Test (Benutzerseitiger Fläschchenlecktest)** des HS, ob die Fläschchen gut verschlossen sind, und erhalten Sie einen empfohlenen Leckratenschwellenwert für die Methode (wenn Sie den Test mit leeren Fläschchen durchführen, kann der Test keinen sinnvollen Leckratenschwellenwert empfehlen, bewertet aber, ob die Kappen verschlossen sind). Siehe „[Gewährleisten einer ordnungsgemäßen Bördelung mithilfe des benutzerseitigen Fläschchenlecktests](#)“.

Verschließen eines Probenfläschchens mithilfe einer elektronischen Crimpzange

Elektronische Crimpzangen haben gegenüber manuellen Crimpzangen mehrere Vorteile:

- Einfaches Festlegen und Beibehalten einer Crimpeinstellung (die Crimpeinstellung ist in der Regel digital).
- Konsistente Bördelungen unabhängig von Bediener oder Handstärke.
- Einfaches Crimpen von Fläschchenkappen aus Stahl.

Informationen zur Verwendung einer elektronischen Crimpzange können Sie ihrer Anleitung entnehmen.

- 1 Reinigen Sie zu Beginn die Innenflächen der Backen der Crimpzange.
- 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 Verschließen Sie das Fläschchen gemäß der Anleitung der elektronischen Crimpzange.

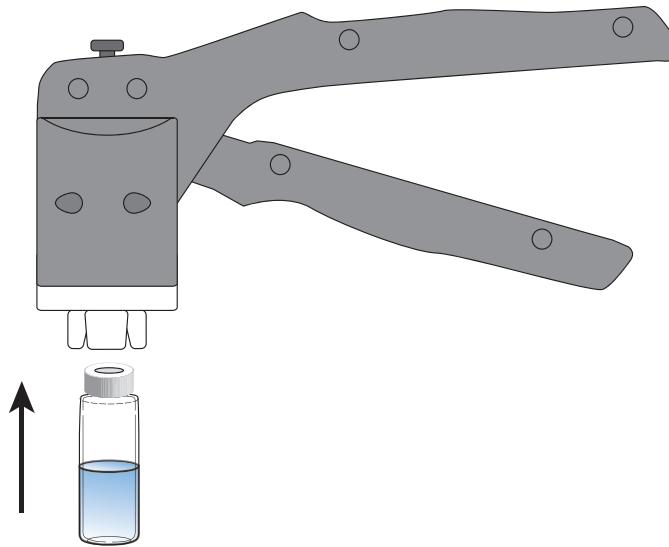
4 Probenfläschchen

Verschließen eines Probenfläschchen mit einer manuellen Crimpzange

- 7 Prüfen Sie jedes Fläschchen auf einwandfreie Bördelung. Siehe „[Sichtprüfung der Bördelung von Fläschchen](#)“.

Verschließen eines Probenfläschchen mit einer manuellen Crimpzange

- 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.)



- 8 Prüfen Sie jedes Fläschchen auf einwandfreie Bördelung. Siehe „[Sichtprüfung der Bördelung von Fläschchen](#)“.

4 Probenfläschchen

Sichtprüfung der Bördelung von Fläschchen

Sichtprüfung der Bördelung von Fläschchen

Prüfen Sie jedes Fläschchen auf einwandfreie Bördelung.

Abbildung 10 zeigt korrekte und fehlerhafte Fläschchenkappen.

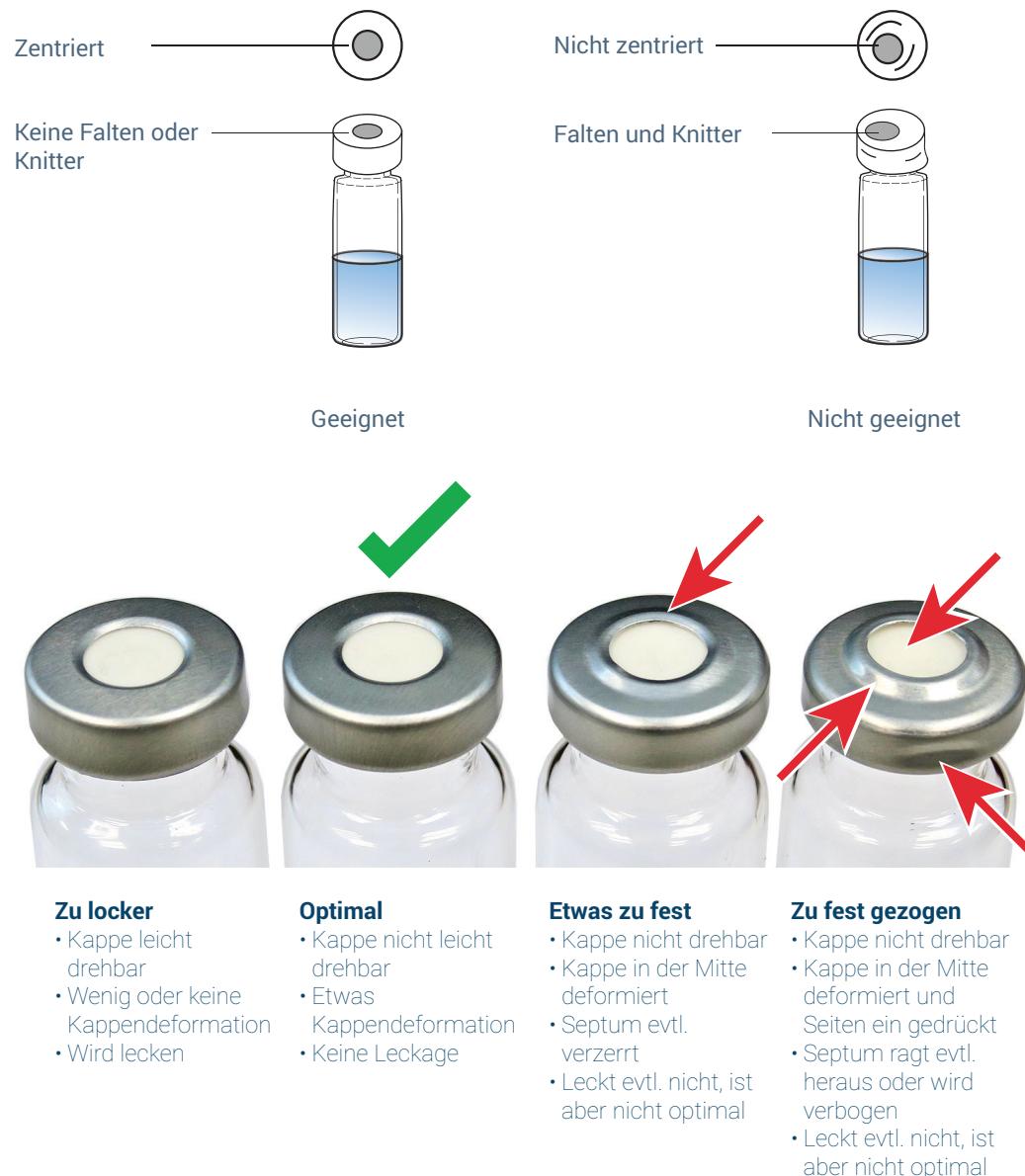


Abb.10. Geeignete und ungeeignete Fläschchenkappen

- 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 lockigeren Bördel ein, indem Sie die Einstellschraube im Uhrzeigersinn drehen.

4 Probenfläschchen

Gewährleisten einer ordnungsgemäßen Bördelung mithilfe des benutzerseitigen Fläschchenlecktests

- Die Kappe sollte handfest angezogen sein. 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.

Beachten Sie, dass durch übermäßiges Drücken zusätzliche Belastung an Kappe und dem Fläschchen erzeugt wird.

Gewährleisten einer ordnungsgemäßen Bördelung mithilfe des benutzerseitigen Fläschchenlecktests

Die beste Methode, um zu überprüfen, ob die Crimpzange korrekt eingestellt ist und die Fläschchen korrekt verschlossen sind, ist der in dem Instrument integrierte Test.

- 1 Stellen Sie zunächst ein leeres, verschlossenes Übungsfläschchen laut Beschreibung in „**Verschließen eines Probenfläschchens mithilfe einer elektronischen Crimpzange**“ oder „**Verschließen eines Probenfläschchen mit einer manuellen Crimpzange**“ her. Überprüfen Sie, ob es akzeptabel aussieht. Es sollte wie das optimale Fläschchen in **Abbildung 10** aussehen. Wenn nicht, justieren Sie die Crimpzange und stellen Sie weitere leere Übungsfläschchen her, bis Sie ein optimal aussehendes Fläschchen haben.
- 2 Navigieren Sie auf dem GC-Touchscreen oder der Browseroberfläche zu **Diagnostics (Diagnose) > Diagnostic Tests (Diagnosetests) > Headspace > User Vial Leak Tests (Benutzerseitiger Fläschchenlecktest)**.
- 3 Starten Sie den Test.
- 4 Befolgen Sie die Anweisungen zur Vorbereitung von Probenfläschchen und Durchführung des Tests (Sie werden 5 Fläschchen mit der Probe herstellen, die Sie analysieren möchten). Wenn die Fläschchen den Test bestehen, erfassen Sie die für den Verschluss der Fläschchen verwendete Einstellung und verwenden diese Einstellung für die Herstellung künftiger Probenfläschchen. Wenn die Fläschchen den Lecktest nicht bestehen, justieren Sie die Crimpzange und wiederholen Sie den Test mit neuen Fläschchen.

Beachten Sie: Bei Verwendung von Testfläschchen mit Probe schlägt der **benutzerseitige Fläschchenlecktest** auch einen Leckratenschwellenwert für die Methode vor. Falls gewünscht, bearbeiten Sie die Methode so, dass dieser vorgeschlagene Leckratenschwellenwert verwendet wird.

Wenn Sie die Crimpzange wechseln oder wenn es mit einer neuen Charge von Fläschchen, Septa oder Kappen zu Lecks kommt, führen Sie diesen Test erneut durch.

4 Probenfläschchen

Bewegen des Probentellers in bzw. aus der Ruheposition

Bewegen des Probentellers in bzw. aus der Ruheposition

Durch das Platzieren des Probentellers in der Ruheposition wird der Probenteller 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 die Schaltfläche Park (Ruheposition), um den Probenteller in die Ruheposition zu bewegen. Die Schaltfläche Park leuchtet um anzudeuten, dass sich der Teller in der Ruheposition befindet.

Drücken Sie die Schaltfläche Park (Ruheposition) erneut, um den Probenteller aus der Ruheposition zu bewegen und dessen Verwendung zu ermöglichen.

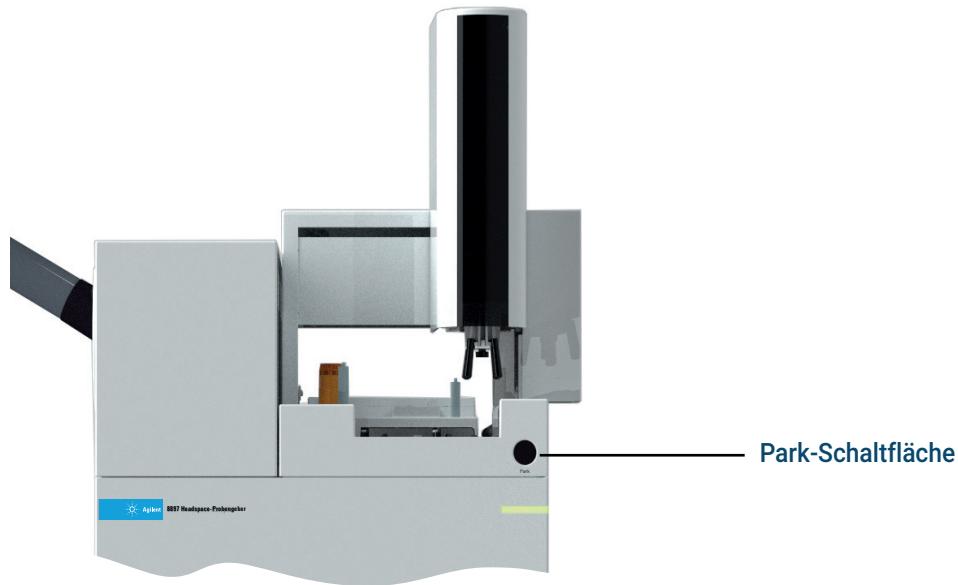


Abb.11. Position der Schaltfläche „Park“

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

Durch das Platzieren des Probentellers in der Ruheposition während einer Sequenz wird die Sequenz unterbrochen. Im Prozess befindliche Fläschchen laufen normal weiter, aber die Fläschchen können den Ofen nicht erreichen oder verlassen, bis der Teller aus der Ruheposition gefahren wird.

4 Probenfläschchen

Installieren eines Fläschchenständers

Installieren eines Fläschchenständers

- 1 Drücken Sie auf die Schaltfläche Park (Ruheposition), um den Probenteller in die Ruheposition zu bewegen, damit der Fläschchenständerbereich leicht zugänglich ist. Siehe **Abbildung 10**.

VORSICHT

Vermeiden Sie bei der Handhabung von Ständern mit Fläschchen übermäßige Bewegungen.
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 vorn am Probentellerständer eine weiße LED-Anzeige auf.
- 3 Drücken Sie auf die Schaltfläche Park (Ruheposition), um den Teller für die Nutzung vorzubereiten.

4 Probenfläschchen

Laden einer Probe in den Probenteller

Laden einer Probe in den Probenteller

- 1 Drücken Sie auf die Schaltfläche Park (Ruheposition), um den Probenteller in die Ruheposition zu bewegen, damit die Fläschchenständer leicht zugänglich sind.
- 2 Platzieren Sie die verschlossenen Probenfläschchen nach Bedarf auf dem Probenteller. Siehe **Abbildung 12**.

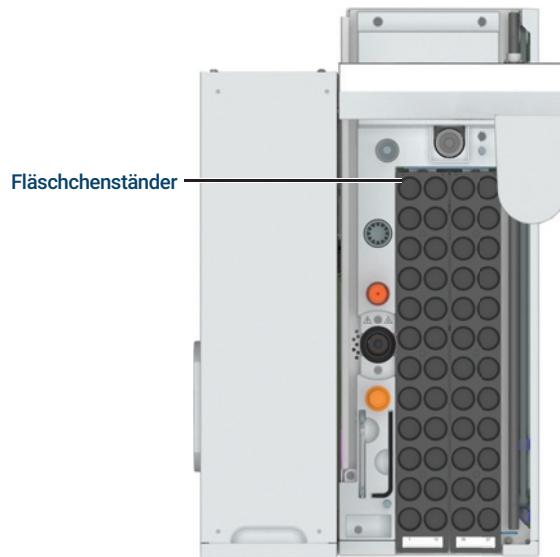


Abb.12. Fläschchenpositionen auf dem Probenteller (Teller für 48 Fläschchen abgebildet, Teller für 120 Fläschchen ähnlich)

- 3 Drücken Sie erneut Park (Ruheposition), um den Probenteller zur Verwendung aus der Ruheposition zu bewegen.

4 Probenfläschchen

Laden einer Probe in den Probenteller

HS-Methodenparameter

HS-Methodenparameter	40
Überblick über Methodenparameter	43
Ermitteln der GC-Zykluszeit	46
Betrieb und Spezifikationen der Kühlplatte	48

Dieses Kapitel beschreibt die für den HS verfügbaren Methodeneinstellungen. Nehmen Sie alle Methodeneinstellungen über den Touchscreen des GC, über die Browseroberfläche oder das Datensystem vor. Weitere Informationen zur HS-Methodenentwicklung finden Sie in „**Methodenentwicklung**“ auf Seite 81.

5 HS-Methodenparameter

HS-Methodenparameter

HS-Methodenparameter

Der 8697 JS fügt seine Methodeneinstellungen und Parameter der Methode für den GC hinzu. Greifen Sie wie bei den übrigen GC-Methodeneinstellungen über den GC-Touchscreen, die Browseroberfläche oder das Datensystem auf diese zu.

Der HS fügt Folgendes hinzu:

- **Temperaturen** für Headspace-Ofen, Probenschleife und Übertragungsleitung sowie erwartete Tellertemperatur (bei Vorhandensein einer Tellerkühlplatte)
- **Zeiten** für Gleichgewichtseinstellung und Injektion sowie GC-Zykluszeit (für Berechnungen von Probenüberlappung und -durchsatz)
- **Fläschchen**-Einstellungen für Fläschchengröße, -befüllung, -schütteln und -entlüftung nach der Injektion

Die meisten Parameter von HS-Methoden werden über die Registerkarte **Methods (Methoden)** auf dem GC-Touchscreen oder der Browseroberfläche abgerufen. Einige wenige Einstellungen befinden sich jedoch an anderen Orten, zwischen dem Touchscreen und der Browseroberfläche. Einstellungen für Gastypen, Abmessungen der Übertragungsleitung, Standby-Fläschchenfluss und Strichcode-Symbole finden Sie unter **Settings (Einstellungen) (⚙) > Configuration (Konfiguration) > Headspace** auf dem Touchscreen bzw. unter **Method (Methode) > Configuration (Konfiguration) > Headspace** auf der Browseroberfläche.

Siehe auch „**Settings (Einstellungen) > Configuration (Konfiguration) > Headspace**“ auf Seite 62. Beachten Sie, dass Sie zwar den Strichcodetyp in der Methode oder als Konfigurationseinstellung einstellen können, die Entscheidung, ob Strichcodes verwendet werden und wie mit Strichcode-Probleme umgegangen wird, jedoch nur über das Datensystem vorgenommen werden kann. Die Browseroberfläche unterstützt keine Strichcodes in Sequenzen.

5 HS-Methodenparameter

Lokale Benutzeroberfläche

Lokale Benutzeroberfläche

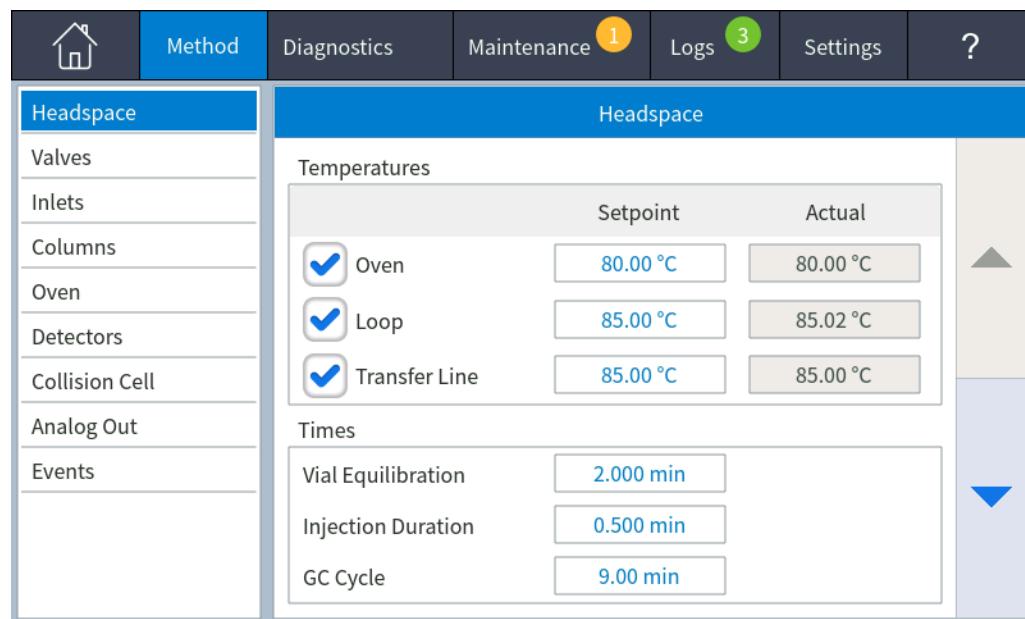


Abb.13. Die Headspace-Methodenparameter, die auf der lokalen GC-Benutzeroberfläche zu sehen sind

Einstellungen für Übertragungsleitungstyp, Probenschleifenvolumen, Gastyp und ähnliche selten verwendete Einstellungen finden Sie auf dem Touchscreen unter **Settings (Einstellungen) (⚙)** > **Configuration (Konfiguration) > Headspace**.

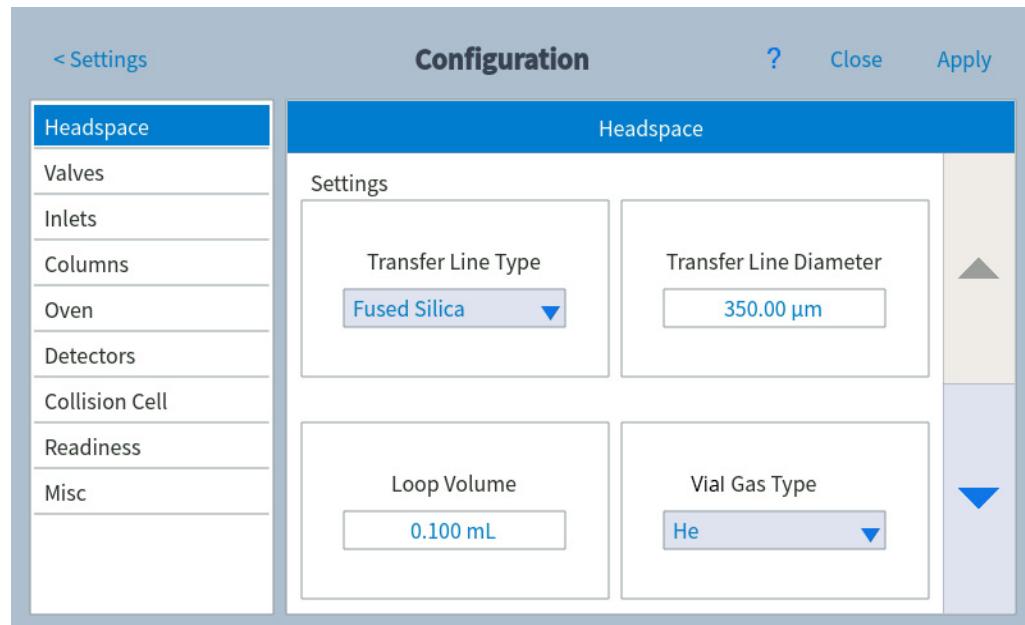


Abb.14. Headspace-Parameter auf der lokalen Benutzeroberfläche des GC (8890 GC)

5 HS-Methodenparameter

Browseroberfläche

Browseroberfläche

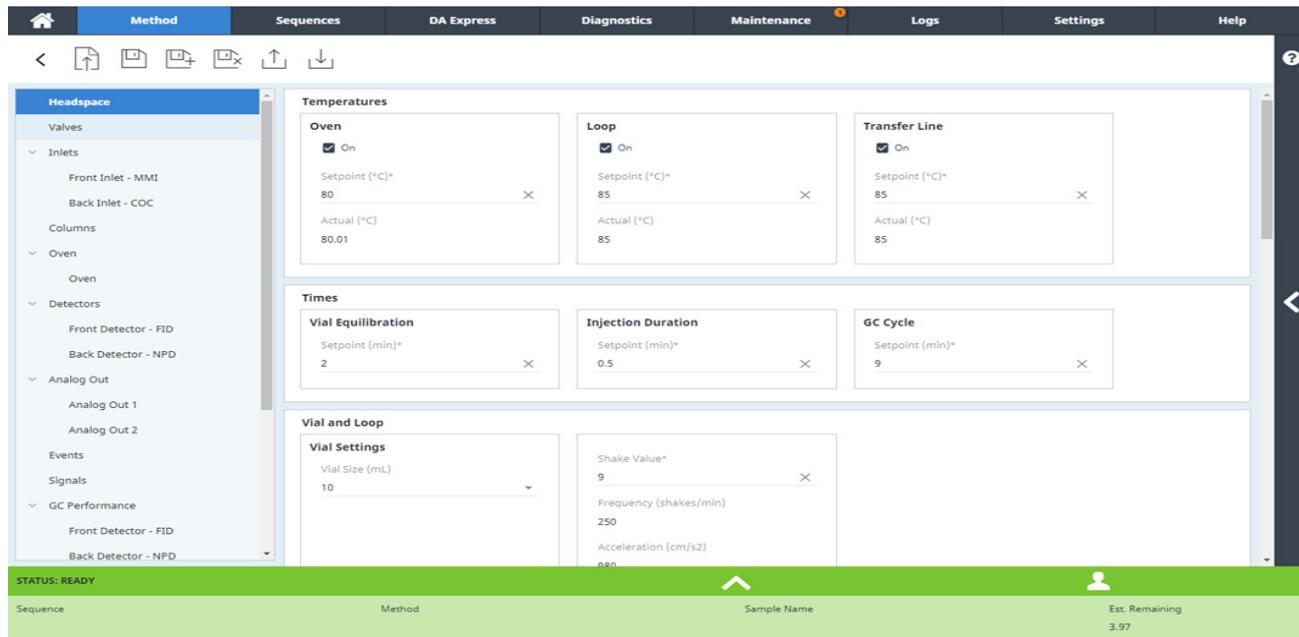


Abb.15. Die Headspace-Methodenparameter, die in der Browseroberfläche (8890 GC) zu sehen sind

Bei Verwendung der Browseroberfläche sollten Sie beachten, dass die Methode auch die Einstellungen für die Headspace-Konfiguration beinhaltet, beispielsweise den Gastyp für die Fläschchen-Druckbeaufschlagung.

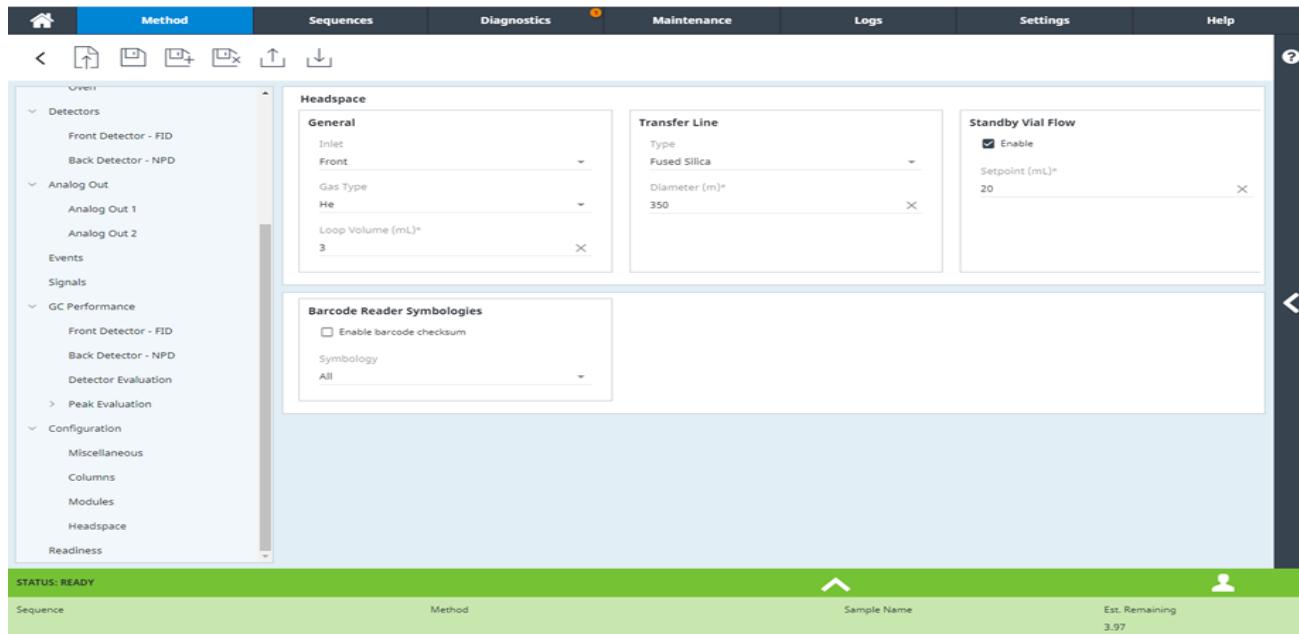


Abb.16. Die Headspace-Methodenkonfigurationsparameter, die in der Browseroberfläche (8890 GC) zu sehen sind

Überblick über Methodenparameter

In diesem Abschnitt werden Methodenparameter zusammen mit einer kurzen Beschreibung aufgeführt. Detaillierte Beschreibungen der Füllmodi finden Sie in „**Methodenentwicklung**“ auf Seite 81.

Tabelle 6 Allgemeine Methodenparameter

Pfad	Parameter	Beschreibung
Methode		
Temperaturen	Ofen	Ofentemperatur für Fläschchen-Gleichgewichtseinstellung.
	Schleife	Temperatur von Probenschleife und Ventil.
	Übertragungsleitung	Temperatur der Übertragungsleitung.
	Kühlplatte	Die erwartete Temperatur des Tellers +/- 5 °C. Der GC ist betriebsbereit, solange die Tellertemperatur den erwarteten Wert +/- 5 °C aufweist (der HS überwacht die Tellertemperatur, steuert sie allerdings nicht).
Times	Gleichgewichtseinstellung Fläschchen	Gleichgewichtseinstellungszeit für das Fläschchen im Ofen vor dem Einstich.
	Injectiionsdauer	Zeit zum Einlassen der Probenschleifendämpfe in den GC-Einlass.
	GC-Zyklus	Zeit für den vollständigen Durchlauf des GC, einschließlich der Zeit zum Abkühlen und zum Bereitmachen für den nächsten Durchlauf. Siehe „ Ermitteln der GC-Zykluszeit “ auf Seite 46.
Fläschchen und Schleife	Fläschchengröße (mL)	Auswahl der Probenfläschchengröße für alle Fläschchen, die diese Methode verwenden.
	Schüttelwert	Festlegen der Schüttelintensität für die Probe während der Gleichgewichtseinstellung im Ofen. Höhere Werte sorgen für ein kräftigeres Schütteln. Die Browseroberfläche listet auch die Frequenz und die Beschleunigung auf, die mit der ausgewählten Schüttelintensität verbunden sind.
Füllmodi für Fläschchen	Füllmodi für Fläschchen	Auswählen der Druckbeaufschlagung des Fläschchens. Siehe auch „ Fläschchen-Druckbeaufschlagung “ auf Seite 96.
Druck	Druck Gleichgewichtseinstellungszeit	Zeit für die Druckstabilisierung im Fläschchen nach erster Fläschchendruckbeaufschlagung.
	Fülldruck	Finaler Zieldruck des Probenfläschchens.
Fluss zu Druck	Druck Gleichgewichtseinstellungszeit	Zeit für die Druckstabilisierung im Fläschchen nach erster Fläschchendruckbeaufschlagung.
	Fülldruck	Finaler Zieldruck des Probenfläschchens.
	Füllfluss	Flussrate zur Druckbeaufschlagung des Fläschchens. Standard: 50 mL/Min.
Konstantes Volumen	Druck Gleichgewichtseinstellungszeit	Zeit für die Druckstabilisierung im Fläschchen nach erster Fläschchendruckbeaufschlagung.
	Fill volume, mL	Bestimmtes Gasvolumen zur Druckbeaufschlagung des Fläschchens.
Schleifenfüllmodus		

5 HS-Methodenparameter

Überblick über Methodenparameter

Tabelle 6 Allgemeine Methodenparameter (Fortsetzung)

Pfad	Parameter	Beschreibung
Extraktionsmodus	Schleifengradientenrate	Geschwindigkeit der Probenschleifenbefüllung.
	Finaler Schleifendruck	Finaler Zieldruck für die gefüllte Probenschleife.
	Schleifen-Gleichgewichtseinstellung	Zeit für die Stabilisierung der Probenschleife nach der Druckbeaufschlagung.
Extraktionsmodus	Extraktionsmodus	Festlegen der Extraktionsart für die Methode: Standard, mehrfach oder konzentriert. Siehe auch „ Extraktionsmodus “ auf Seite 99.
	Anzahl der Extraktionen	Nur im Modus für konzentrierte Extraktionen : Geben Sie die Anzahl der zu konzentrierenden Extraktionen vor dem Start eines GC-Laufs ein.
Entlüftung und Spülen		
	Entlüftungsdruck für Fläschchen nach der letzten Extraktion	Nach der letzten Extraktion und während der Probenübertragung an den GC Entlüftung des restlichen Fläschchendrucks in die Atmosphäre.
	Entlüftungsdruck für Fläschchen zwischen Extraktionen	Entlüften Sie das Fläschchen zwischen konzentrierenden Extraktionen (Nur Mehrfach- oder konzentrierte Extraktionen).
	Spülflussmodus	
	Spülfluss	Spülen der Probensonde und -schleife mit Fläschchendruckbeaufschlagungsgas nach dem Entfernen des Fläschchens von der Sonde.
	Spülzeit	Die Länge der Zeit, in der Probensonde und Schleife gespült werden.
Sonstiges		
Dynamische Leckprüfung.	Lecktestmodus	Aktivieren Sie diesen, um die Probenfläschchen nach der Fläschchen-Druckbeaufschlagung auf Lecks zu überprüfen. Die Zeit für die dynamische Leckprüfung entspricht der Gleichgewichtseinstellungszeit + 02 Minuten.
	Akzeptable Leckrate	Die Leckrate, die als akzeptabel für die Anwendung berücksichtigt wird. Standard sind 0,5 mL/Min. Nutzen Sie den User Vial Leak Test (Benutzerseitiger Fläschchenlecktest) zur Erzeugung eines Leckratenschwellenwerts für Ihre konkrete Methode und Probe. Siehe „ Gewährleisten einer ordnungsgemäßen Bördelung mithilfe des benutzerseitigen Fläschchenlecktests “ auf Seite 34.
Sequenzaktionen		Festlegen der Verarbeitung unerwarteter Sequenzprobleme durch den HS, beispielsweise ein fehlendes Fläschchen oder eine falsche Fläschchengröße.
	Fläschchen fehlt	Der HS konnte das Probenfläschchen an der erwarteten Position nicht finden.
	Falsche Fläschchengröße	Der HS bestimmt, dass das im Probenteller zu handhabende Fläschchen nicht die in der Methode angegebenen Größe hat. Dies könnten darauf hinweisen, dass eine falsche Probe verarbeitet wird, oder dass in der Sequenz die falsche Methode angegeben wurde.
	Leck erkannt	Das Probenfläschchen hat die dynamische Leckprüfung nicht bestanden.
	System nicht bereit	Der HS hat die Probe verarbeitet, die Extraktion vorgenommen und ist bereit, die Proben an den GC-Einlass zu senden, der GC ist jedoch nicht bereit, einen Lauf zu starten.

5 HS-Methodenparameter

Überblick über Methodenparameter

Tabelle 6 Allgemeine Methodenparameter (Fortsetzung)

Pfad	Parameter	Beschreibung
Method development		Informationen zum Zugriff auf die während der Methodenentwicklung verwendeten Parameter finden Sie in „ Verwendung der Parameter-Inkrementierung “ auf Seite 93.
Bereitschaft		<p>Die Temperatur der HS-Kühlplatte kann separat von der allgemeinen HS-Bereitschaft betrachtet werden, wenn der GC vor Beginn eines Durchlaufs die Bereitschaft prüft.</p> <p>Für die normale Verwendung mit einem Headspace-Probengeber (HS) muss der HS bereit sein. Ignorieren Sie die HS-Bereitschaft nur dann, wenn Sie ALS- oder manuelle Injektionen durchführen. Da der GC die HS-Bereitschaft nur zum Injektionszeitpunkt prüft, hat die Prüfung der HS-Bereitschaft keinen Bezug zur Platzierung der Proben im Ofen des HS. Der Headspace-Probengeber platziert nur dann Proben in seinem Ofen, wenn die Ofentemperatur korrekt ist, unabhängig von den Bereitschaftseinstellungen des GC. Wenn Sie allerdings die HS-Bereitschaft ignorieren, sind die Temperaturen der Probenschleife und Übertragungsleitung des HS möglicherweise nicht bereit, wenn der GC mit dem Durchlauf beginnt.</p>

Method (Methode) > Configuration (Konfiguration) > Headspace (Browseroberfläche). Siehe „[Settings \(Einstellungen\) > Configuration \(Konfiguration\) > Headspace](#)“ auf Seite 62.

Ermitteln der GC-Zykluszeit

Die **GC cycle time (GC-Zykluszeit)** ist die Zeit, die der GC benötigt, um den Durchlauf durchzuführen und anschließend in den Bereitschaftsmodus für die nächste Injektion zurückzukehren. Dies beinhaltet die Methodenlaufzeit, die Zeit nach dem Durchlauf, die Abkühlzeit sowie die Zeit im Zusammenhang mit externen Komponenten. Dieser Wert kann zwar geschätzt, jedoch nicht genau berechnet werden, daher muss er für jede Methode und Laborumgebung gemessen werden.

Der HS benötigt eine gültige **GC-Zykluszeit** zur Berechnung von Durchsatz und Zeit. Eine genaue **GC-Zykluszeit** ist entscheidend für einen zuverlässigen Betrieb und optimalen Durchsatz.

Ist die **GC-Zykluszeit** zu lang, kann dies zu Folgendem führen:

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

Ist die **GC-Zykluszeit** zu kurz, kann dies zu Folgendem 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.

Ermitteln der GC-Zykluszeit

Ermitteln der **GC-Zyklusdauer**:

- 1 Führen Sie eine Sequenz aus fünf Läufen durch, die die HS-Methode und leere Probenfläschchen verwendet (die verschlossen und versiegelt sind, jedoch keinen Inhalt haben). Zunächst schätzen Sie die GC-Zykluszeit als GC-Ofenprogramm, plus weitere bekannte Nachlaufzeit, plus 10 Minuten. Dieser Wert sollte zu lang sein.
- 2 Legen Sie als Sequenzaktion für „System Not Ready“ (System nicht bereit) die Option **Skip (Überspringen)** oder **Abort (Abbrechen)** fest.
- 3 Führen Sie die Sequenz aus.
- 4 Sobald die Sequenz abgeschlossen ist, überprüfen Sie die Datensystemprotokolle. Finden Sie die berechnete Zykluszeit im Aktivitätenprotokoll (bei OpenLab CDS), im Sequenzprotokoll (bei OpenLab CDS ChemStation Edition) oder im Logbuch (bei MassHunter). Es werden 4 vom Instrument berechnete Zykluszeiten gemeldet. Wenn Sie die Browseroberfläche verwenden, können Sie das Sequenzprotokoll überprüfen.
- 5 Eine gute **GC-Zykluszeit** ist der Durchschnitt der Zykluszeiten plus 0,2 bis 0,5 Minuten.

Sie können die **GC-Zykluszeit** auch ohne einen Durchlauf schätzen. 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 für das Abkühlen der Zone hinzu (beispielsweise für das Abkühlen des Ofens oder des Einlasses).

Wenn Sie einen MS verwenden, sollten Sie auch zusätzliche Zeit für alle weiteren Faktoren einfügen, die die Bereitschaft beeinflussen können.

5 HS-Methodenparameter

Validieren der GC-Zykluszeit

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-Zykluszeit

Führen Sie die Sequenz mit drei oder vier leeren Fläschchen erneut durch. Es sollte jetzt keine zusätzliche Wartezeit zwischen den aufeinander folgenden Fläschchen mehr geben. Der HS sollte eine Injektion starten können, wenn er bereit ist, ohne auf die Bereitschaft des GC zu warten.

5 HS-Methodenparameter

Betrieb und Spezifikationen der Kühlplatte

Betrieb und Spezifikationen der Kühlplatte

In diesem Abschnitt werden die Merkmale und Spezifikationen der optionalen Kühlplatte beschrieben. Mithilfe dieses Zubehörteils kann ein externes Wasserbad die Headspace-Probenfläschchen kühlen.

Temperatur

Alle Fläschchenpositionen in den Fläschchenständern können auf 4 °C gekühlt oder auf 80 °C erwärmt werden.

Die Temperatur in der Mitte jeder Fläschchenposition kann in einem Bereich von +1 bis -3 °C vom Messwert des Kühlplattensensors abweichen.

Kühlquelle

Je nach Ihren Laborbedingungen müssen Sie Ihre Kühlquelle gegebenenfalls auf einen niedrigeren Temperaturwert als den Temperatur-Sollwert einstellen, da es zwischen Kühlquelle und Kühlplatte zu Kühltemperaturverlusten kommen kann.

Kühlmittel

Verwenden Sie als Kühlmittel ausschließlich destilliertes Wasser, Ethylenglykol oder Propylenglykol.

Wasserbad- und Pumpenspezifikationen

Das Wasserbad- und Pumpensystem zur Kontrolle der Temperaturen der Probenfläschchen müssen folgende Spezifikationen einhalten:

- Die Komponenten müssen den nationalen Normen für Sicherheitsanforderungen entsprechen, für den unbeaufsichtigten Betrieb geeignet sein, für den Dauerbetrieb geeignet sein und für den Hochtemperaturschutz regelbar sein.
- Der empfohlene Temperaturbereich für Kühlmittel liegt zwischen 4 und 80 °C.
- Bei Verwendung einer integrierten Pumpe muss diese für die externe Zirkulation von Flüssigkeiten und für den Anschluss von 1/4-Zoll-Schläuchen (6,35 mm) geeignet sein.
- Bei Verwendung einer Druckpumpe muss diese einen Druck von 1,5 bis 2,5 psi aufrechterhalten.
- Bei Verwendung einer Saugpumpe darf der Unterdruck der Pumpe nicht über -4 psi liegen.
- Die typische Kühlleistung von Umlaufkühlern liegt zwischen 1000 und 2000 Watt.

Kondensat- und Umgebungsbedingungen

Um eine zu starke Kondensatbildung zu vermeiden, halten Sie die Umgebungsfeuchtigkeit unter 65 % und die Umgebungstemperatur unter 23 °C. Wenn einer der beiden Werte über den Grenzwert steigt, bildet sich überschüssiges Kondensat und führt zu einem Überlaufen des Abflusses.

5 HS-Methodenparameter

Kondensat- und Umgebungsbedingungen

Stellen Sie sicher, dass die Betriebstemperatur Ihrer Kühlplatte über 4 °C bleibt. Temperaturen von 4 °C und niedriger können zu einem Einfrieren des Kondensats führen, wodurch es zu Abflussproblemen kommen kann.

Wenn das Gerät in einer nicht klimatisierten Umgebung betrieben wird, schalten Sie die Kühlplattenquelle aus oder erhöhen Sie ihre Temperatur auf einen Wert, der über der erwarteten Taupunkttemperatur liegt, wenn es nicht in Verwendung ist.

Gelegentliches Auftreten von überschüssigem Kondensat verursacht keine dauerhaften Schäden an Ihrem Instrument. Wenn das Kondensatmanagement-System überläuft, ziehen Sie so schnell wie möglich den Stecker des Headspace aus der Steckdose und trocknen Sie die betroffenen Bereiche vor der erneuten Verwendung.

5 HS-Methodenparameter

Kondensat- und Umgebungsbedingungen

HS-Sequenzen

Was ist eine HS Sequenz?	52
Sequenzen, Extraktionsmodi und Fläschcheneinstiche	53
Sequenzen und Durchsatz	54
Prioritätsproben	55
Sequenzaktionen der Methode	56
Sequenzaktionen für Browseroberfläche und Datensystem	58
Stoppen, Abbrechen oder Pausieren einer laufenden Sequenz	59
Fläschchenstatus	60

Sequenzen für Proben können über die Browseroberfläche des GC hergestellt und durchgeführt werden, oder indem Sie das Agilent Datensystem verwenden. Dieses Kapitel beschreibt die speziellen Vorsichtsmaßnahmen für Headspace Sequenzen, wenn diese Systeme zum Ausführen von Proben verwendet werden, sowie die Sequenz-bezogenen Funktionen des 8697 HS, die bei der Optimierung des Durchsatzes helfen.

Informationen zur Verwendung der Browseroberfläche oder des Datensystems zum Erstellen von Sequenzen und Ausführen von Proben finden Sie in den Online-Hilfesystemen.

6 HS-Sequenzen

Was ist eine HS Sequenz?

Was ist eine HS Sequenz?

Eine Sequenz für den 8697 Headspace-Probengeber ist eine geordnete Reihe von Probenfläschchen, die vorbereitet und injiziert werden, einschließlich der Methode, die zur Vorbereitung der einzelnen Fläschchen erforderlich ist.

- Bei einer Sequenz können Fläschchenpositionen übersprungen werden.
- Eine Sequenz kann ein Fläschchen mehrmals verarbeiten.
- Eine Sequenz erfordert keine bestimmte Fläschchenreihenfolge. Es ist beispielsweise möglich, die Fläschchen 1, 23, 5, 2, 3 und 40 zu verarbeiten.

6 HS-Sequenzen

Sequenzen, Extraktionsmodi und Fläschcheneinstiche

Sequenzen, Extraktionsmodi und Fläschcheneinstiche

In der Sequenz können Sie dasselbe Fläschchen in beliebig vielen Eingabezeilen angeben. Wie der HS das Fläschchen verarbeitet, hängt vom Extraktionsmodus und der Sequenz ab:

- **Extraction Mode (Extraktionsmodus) ist Single (Einzel).**

Nutzen Sie den Einzelextraktionsmodus, um zu erzwingen, dass der HS einen Fläschcheneinstich, eine Extraktion und einen Durchlauf pro Fläschchen durchführt. Wenn dasselbe Probenfläschchen in mehr als einer aufeinanderfolgenden Zeile in der Sequenz vorkommt oder wenn die Anzahl der Injektionen pro Fläschchen >1 ist, bewirkt dieser Modus, dass der HS das Fläschchen für jeden Sequenzeintrag bzw. jede Injektion vollständig neu verarbeitet.

- **Extraction Mode (Extraktionsmodus) ist Multiple (Mehrfach).**

Nutzen Sie den Mehrfachextraktionsmodus, um eine Gleichgewichtseinstellung, einen Fläschcheneinstich und eine oder mehrere Extraktionen je Probenfläschchen durchzuführen, wobei jede Extraktion einen neuen Durchlauf startet. Das Fläschchen wird nur einmal eingestochen, unabhängig von der Anzahl an Extraktionen und Durchläufen. Der HS führt für jede aufeinanderfolgende Zeile in der Sequenz, die dasselbe Fläschchen verwendet, und für die in der Sequenz angegebene Anzahl von Injektionen pro Fläschchen eine Extraktion durch und startet einen neuen Durchlauf. Nach der letzten aufeinanderfolgenden Sequenzeile für das Fläschchen kehrt das Fläschchen in den Teller zurück. Kommt dasselbe Fläschchen später in der Sequenz vor, wird sein Gleichgewicht erneut eingestellt und es wird erneut eingestochen.

- **Extraction Mode (Extraktionsmodus) ist Concentrated (Konzentriert).**

Führen Sie im konzentrierten Extraktionsmodus eine Gleichgewichtseinstellung, einen Fläschcheneinstich und mehrere Extraktionen (und möglicherweise Injektionen) pro Fläschchen durch. Dieser Modus erfordert in der Regel eine Art von Probenkonzentrationsfalle (dabei kann es sich um ein optionales externes Gerät oder einen Einlass wie bspw. den Agilent Multimode-Einlass handeln). Der HS sticht das Fläschchen ein und führt die angegebene Anzahl an Extraktionen durch. Jede Extraktion wird zum GC-Einlass (oder zur Falle) übertragen, wo sich die Probe ansammelt. Nach der letzten Extraktion wird die Probenansammlung injiziert, und der HS startet den GC-Durchlauf.

Wenn die Sequenz mehr als eine Injektion pro Fläschchen vorgibt, verbleibt das Fläschchen in der Probensonde. Wenn der GC-Durchlauf endet, führt der HS die erforderlichen Extraktionen durch und beginnt dann mit dem nächsten Durchlauf. Nach Beginn des letzten Durchlaufs kehrt das Fläschchen in den Teller zurück.

Kommt dasselbe Fläschchen später in der Sequenz vor (allerdings nicht als nächstes Fläschchen), wird sein Gleichgewicht erneut eingestellt und es wird erneut eingestochen.

Siehe auch „[Sequenzen und Durchsatz](#)“.

6 HS-Sequenzen

Sequenzen und Durchsatz

Sequenzen und Durchsatz

Der HS optimiert den Durchsatz durch Überprüfen der Methoden für die in der aktuellen Sequenz angegebenen Fläschchen. Wenn für aufeinander folgende Fläschchen dieselben Methoden 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 Methoden gelten, werden nicht verarbeitet, bis die vorherigen Proben den Ofen verlassen haben.

Weitere Informationen finden Sie unter „[Optimierung des Durchsatzes](#)“ auf Seite 100.

Prioritätsproben

Eine *Prioritätsprobe* ist ein Fläschchen, das Sie so bald wie möglich, vor anderen Fläschchen in der derzeit ausgeführten Sequenz, verarbeiten möchten.

Die Browseroberfläche und das Agilent Datensystem bieten jeweils die Möglichkeit, zu pausieren und eine laufende Sequenz zu bearbeiten, um eine neue Probe einzusetzen. Platzieren Sie die neue Probe an einer nicht verwendeten Position im Probenteller. Pausieren Sie dann und bearbeiten Sie die Sequenz, um die neue Probe einzusetzen. In der Hilfe zur Browseroberfläche und zum Datensystem finden Sie Anweisungen zur Bearbeitung einer laufenden Sequenz.

Beachten Sie, dass Proben, deren Verarbeitung begonnen hat, nicht bearbeitet werden können. Der HS setzt die Verarbeitung aller Proben fort, die bereits gestartet wurden, ehe er eine neue Probe verarbeitet. Wenn die neue Probe dieselbe Methode verwendet, kann sie in den Ofen eingesetzt werden, während gleichzeitig andere Proben verarbeitet werden. Wenn sie eine andere Methode verwendet, kann ihre Verarbeitung erst begonnen werden, wenn alle vorherigen Proben aus dem Ofen entfernt wurden.

6 HS-Sequenzen

Sequenzaktionen der Methode

Sequenzaktionen der Methode

Wenn der HS während einer Sequenz bestimmte Probleme feststellt, kann er Fläschchen überspringen und den Vorgang dennoch fortsetzen, die Sequenz anhalten, alles abbrechen oder warten, bis das System betriebsbereit ist. Die Einstellungen zum Steuern des HS-Verhaltens während der Sequenzausführung werden als *Sequenzaktionen* bezeichnet. Diese Sequenzaktionen sind Teil der Methode und können während der Ausführung einer Sequenz von Probe zu Probe variieren. Mithilfe von Sequenzaktionen geben Sie an, wie der HS bei Problemen vorgehen soll, wie beispielsweise Fläschchen falscher Größe, fehlende Fläschchen und ähnliche Fehler. Sequenzaktionen bieten die Flexibilität, relativ kleine Fehler mit der für Ihren Ablauf angemessenen Aufmerksamkeit zu beheben. Sie können bei einigen Problemen die Sequenzausführung vollständig anhalten, während die Sequenz bei anderen Problemen fortgesetzt werden kann. Der GC protokolliert stets das Problem und die ergriffene Maßnahme.

Abhilfemaßnahmen bei Sequenzfehlern

Sequenzaktionen sind logische Sequenzsteuerungen für die unten aufgelisteten Probleme. Die möglichen Abhilfemaßnahmen sind unter „**Verfügbare Aktionen**“ beschrieben.

Vial Missing (Fläschchen fehlt): Kontrollieren Sie das Verhalten des HS, wenn dieser ein Probenfläschchen nicht an der erwarteten Position im Teller findet.

Wrong Vial Size (Falsche Fläschchengröße): Kontrollieren Sie das HS-Verhalten, wenn der HS ein Probenfläschchen findet, die Größe des Fläschchens jedoch nicht wie in der Methode definiert ist. Eine falsche Fläschchengröße kann beispielsweise die Analyseergebnisse verändern oder auf ein falsch platziertes Fläschchen hinweisen. Um die Fläschchengröße zu bestimmen misst der HS die Höhe der Fläschchen, wenn sie sich im Greifer befinden. (Dies bedeutet, dass der HS nicht zwischen 20-ml- und 22-ml-Fläschchen unterscheiden kann.)

Leak Detected (Leck erkannt): Kontrollieren Sie das HS-Verhalten, wenn das Probenfläschchen den dynamischen Lecktest nicht besteht. (Nur sinnvoll, wenn die dynamische Leckprüfung aktiviert ist).

System Not Ready (System nicht bereit): Kontrollieren Sie das HS-Verhalten, wenn der HS bereit zum Befüllen der Probenschleife ist, der GC jedoch nicht bereit ist, einen Lauf durchzuführen. Wenn der HS bereit ist, überprüfen Sie, ob auch der GC bereit ist. Wenn der GC bereit ist, beginnt der HS mit dem Befüllen der Probenschleife für den Injektionszyklus. Wenn der GC nicht bereit ist, folgt der HS einer angegebenen Aktion. Ein nicht betriebsbereiter GC kann auf einen zu niedrigen GC-Zykluszeitparameter in der Methode hinweisen, auf normale Abweichungen in der GC-Zeiteinstellung oder auf ein Problem mit dem GC. Beachten Sie, dass einige Datensysteme keine Daten erfassen, wenn der GC nicht bereit ist, ehe der Lauf startet.

Verfügbare Aktionen

Die für das jeweilige Problem verfügbaren Aktionen sind abhängig vom Sequenzproblem. (Sie können beispielsweise die Verarbeitung bei einem fehlenden Fläschchen nicht fortsetzen, Sie können jedoch das Fläschchen überspringen oder die Sequenz abbrechen).

- **Fortsetzen:** Setzt die Verarbeitung des aktuellen Probenfläschchens und der Sequenz fort.

6 HS-Sequenzen

Bei Verwendung eines MS

- **Überspringen:** Überspringt das aktuelle Probenfläschchen und setzt die Verarbeitung mit dem nächsten Probenfläschchen in der Sequenz fort. Das aktuelle Probenfläschchen wird sofort in den Probenteller zurückgesetzt, sofern angemessen. Das System überspringt alle Injektionen für dieses Probenfläschchen.
- **Pause (Anhalten):** Hält die Sequenz an. Alle Probenfläschchen im Ofen werden weiter verarbeitet, einschließlich des aktuellen Probenfläschchens, sofern angemessen. Es werden keine weiteren Probenfläschchen in den Ofen bewegt.
Wiederaufnahme nach einer Pause: Befolgen Sie die Anweisungen auf dem GC-Touchscreen (oder der Browseroberfläche).
- **Abort (Abbrechen):** Bricht die Sequenz ab. Der HS stoppt die Verarbeitung des aktuellen Probenfläschchen und aller weiteren Probenfläschchen. Der HS setzt alle Probenfläschchen zurück in den Probenteller, beginnend mit dem Probenfläschchen, dass das Problem hatte. Überprüfen Sie zur Wiederherstellung die Protokolle, um festzulegen, welches Probenfläschchen ein Problem hatte. Beheben Sie das Problem, erstellen Sie eine neue Sequenz und starten Sie den Vorgang neu.
- **Wait for Ready (Warten auf Bereit):** Der HS wartet, bis der GC betriebsbereit ist. Diese Einstellung kann die Dauer der Gleichgewichtseinstellung für die Fläschchen im Ofen erhöhen. Der HS meldet die tatsächliche Gleichgewichtseinstellungszeit in seinen Protokollen. Beachten Sie, dass, sobald der HS beginnt, die Probenschleife zu befüllen, er eine Injektion startet, ungeachtet dessen, ob der GC bereit ist oder nicht. Wenn etwas den GC vom betriebsbereiten Status abhält, wartet der HS.

HINWEIS

Abort (Abbrechen) stoppt nur den HS. Der GC und das Datensystem können zuvor injizierte Proben vollständig verarbeiten.

Beachten Sie, dass Sequenzaktionen keine anderen potenziellen Probleme überschreiben, wie einen Hardwarefehler, der eine Sequenz unterbrechen kann.

Bei Verwendung eines MS

Sie müssen die benötigte zusätzliche Zeit für die MS-Verzögerung für Lösungsmittel und andere Faktoren im Parameter **GC Cycle time (GC-Zykluszeit)** berücksichtigen.

6 HS-Sequenzen

Sequenzaktionen für Browseroberfläche und Datensystem

Sequenzaktionen für Browseroberfläche und Datensystem

Die Browseroberfläche und die Agilent Datensysteme können zusätzliche Funktionen bieten, die zum Umgang mit unerwarteten Ereignissen verwendet werden können. Diese Funktionen erscheinen als Teil der Sequenzeinstellungen und variieren je nach Datensystem. Die Browseroberfläche und viele Datensysteme bieten beispielsweise eine Einstellung zum Umgang mit fehlenden Probenfläschchen in der Sequenz. Bei einem Konflikt zwischen der Sequenzeinstellung und einer Einstellung in der HS-Methode verwendet der HS den Wert, der unter *HS-Methode* für das spezifische, unter „**Abhilfemaßnahmen bei Sequenzfehlern**“ auf Seite 56 aufgelistete Problem eingestellt ist.

Die Datensysteme können auch Methoden zum Umgang mit Strichcode-Leser-Fehlern bieten. In der Hilfe des Datensystems finden Sie weitere Informationen.

6 HS-Sequenzen

Stoppen, Abbrechen oder Pausieren einer laufenden Sequenz

Stoppen, Abbrechen oder Pausieren einer laufenden Sequenz

Sie können mit einer laufenden Sequenz entweder über die Stopp-Taste des GC-Touchscreen interagieren, oder über den Computer, der die Sequenz über die Browseroberfläche oder ein Datensystem ausführt.

Auf dem GC-Touchscreen drücken Sie Stop (Stopp) (). Der GC zeigt Aufforderungen an, den Lauf zu stoppen, die Sequenz zu stoppen oder abzubrechen (nichts zu tun).

- **Stop the run (Lauf stoppen):** Beendet sofort den aktuellen Lauf und geht weiter zum nächsten Lauf in der Sequenz. Die übrige Sequenz wird normal beendet.
- **Stop the sequence (Sequenz stoppen):** Beendet sofort den aktuellen Lauf und bricht die Sequenz ab. Alle Probenfläschchen im Ofen werden durch die Kühlstation zurück in den Probenteller gesetzt und das System kehrt in den Leerlauf zurück.

Die Browseroberfläche und ein Datensystem bieten drei Optionen zur Interaktion mit einer laufenden Sequenz:

- **Sequenz pausieren:** Der HS beendet alle Proben, deren Verarbeitung bereits begonnen wurde, wartet dann aber auf weitere Anweisungen. Es gelangen keine neuen Probenfläschchen in den Ofen. Bei Fortsetzung wird die Sequenz normal beendet.

Durch Pausieren kann die Sequenz bearbeitet werden. Während der Bearbeitung kann die Liste der Proben, deren Verarbeitung noch nicht begonnen wurde, nach Bedarf geändert werden, um eine neue Probe einzufügen oder andere Änderungen vorzunehmen. Beim Fortsetzen beginnt der HS mit der Verarbeitung bei der nun nächsten Probe in der Sequenz.

- **Stop the run (Lauf stoppen):** Beendet sofort den aktuellen Lauf und geht weiter zum nächsten Lauf in der Sequenz. Die übrige Sequenz wird normal beendet.
- **Stop the sequence (Sequenz stoppen):** Beendet sofort den aktuellen Lauf und bricht die Sequenz ab. Alle Probenfläschchen im Ofen werden durch die Kühlstation zurück in den Probenteller gesetzt und das System kehrt in den Leerlauf zurück.

Weitere Details zu den Sequenzfunktionen finden Sie in der Hilfe für die GC-Browseroberfläche und das Datensystem.

Fläschchenstatus

Verwenden Sie die Statusleiste des GC-Touchscreens oder der Browseroberfläche, um den aktuellen Status einer laufenden Sequenz anzuzeigen. Der GC zeigt Folgendes an:

- Ofentemperatur
- Schleifentemperatur
- Temperatur der Übertragungsleitung
- Fläschchenfluss
- Fläschchendruck
- Externer Trägerdruck
- Fläschchenstatus Dazu gehört die Echtzeitüberwachung des Fläschchenstatus: Gleichgewichtseinstellung, Druckbeaufschlagung, Extraktion, Injektion, Rückkehr zum Probenteller.

Die Agilent Datensysteme geben auch den Fläschchenstatus an.

Einstellungen

Headspace-Einstellungen 62

Settings (Einstellungen) > Configuration (Konfiguration) > Headspace 62

Einstellungen> Kalibrierung > Headspace 63

Einstellungen > Servicemodus > Headspace 66

Einstellungen > Scheduler: Ressourcenschutz 67

Dieser Abschnitt beschreibt die Einstellungen und Funktionen, für den GC unter den Einstellungen zur Verfügung stehen.

7 Einstellungen

Headspace-Einstellungen

Headspace-Einstellungen

Die HS-Einstellungen auf der Registerkarte **Settings (Einstellungen)** (⚙) gelten unabhängig von der aktuellen Methode. Wenn Sie Änderungen bei der Hardware vornehmen, sollten Sie diese Einstellungen stets überprüfen und gegebenenfalls aktualisieren, beispielsweise nach den Ändern des Fläschchen-Druckbeaufschlagungsgases, der Übertragungsleitung oder der Probenschleife.

Settings (Einstellungen) > Configuration (Konfiguration) > Headspace

⚙ > Configuration (Konfiguration) > Headspace

Die Tabelle unten listet die HS-Konfigurationseinstellungen auf.

Einstellung	Beschreibung
Einlass	Wählen Sie den Einlass, der mit der Übertragungsleitung verbunden ist. (Einstellung verfügbar für GCs mit mehr als einem Einlass).
Gastyp	Typ des Fläschchen-Druckbeaufschlagungsgases.
Schleifenvolumen	Inneres Volumen der installierten Probenschleife.
Übertragungsleitungstyp	Wählen Sie den Typ der installierten Übertragungsleitung, Quarzglas oder DB-ProSteel.
Durchmesser der Übertragungsleitung	Innendurchmesser der Übertragungsleitung (um).
Standby-Fläschchenfluss	Bleibt normalerweise aktiviert. Der Standby- Fläschchenfluss spült die Probenschleife und die Probensonde zwischen Extraktionen und während Stillstandzeiten. Wenn die GC-Funktionen zum Ressourcenschutz verwendet werden, kann dieser Fluss reduziert werden, um Fläschchen-Druckbeaufschlagungsgas zu sparen. Standard: 20 ml/Min.
Ofen bei Start leeren	Bei Aktivierung überprüft der HS beim ersten Einschalten den Ofen auf Fläschchen und schickt alle gefundenen Fläschchen zum Probenteller zurück.
Barcode-Prüfsumme aktivieren	Verfügbar, wenn ein Strichcode-Leser vorhanden ist. Bestimmte Strichcodes können einen Prüfsummenwert enthalten, der zur Validierung verwendet wird, wenn der Strichcode korrekt ausgelesen wurde. Aktivieren Sie diese Einstellung, wenn der Strichcode eine Prüfsumme enthält.
Symbole	Verfügbar, wenn ein Strichcode-Leser vorhanden ist. Wählen Sie All (Alle) , damit der Strichcodeleser alle verfügbaren Symbole prüft, oder wählen Sie die spezifischen Symbole auf den Fläschchenetiketten. Eine vollständige Liste der unterstützten Symbole finden Sie unten.

Der Strichcode-Leser kann Strichcodes der folgenden Typen (Symbole) auslesen:

- 3 of 9
- Code 128

7 Einstellungen

Einstellungen> Kalibrierung > Headspace

- Matrix 2 of 5
- Standard 2 of 5
- Interleaved 2 of 5
- UPC A
- EAN/JAN 13
- EAN/JAN 8
- UPC E

Einstellungen> Kalibrierung > Headspace

⊗> Calibration (Kalibrierung) > Headspace

Der HS bietet eine Kalibrierungsroutine für den Probenteller, um die optimale Handhabung von Fläschchen sowie die Kalibrierung für den Gasfluss und die Drucksensoren sicherzustellen.

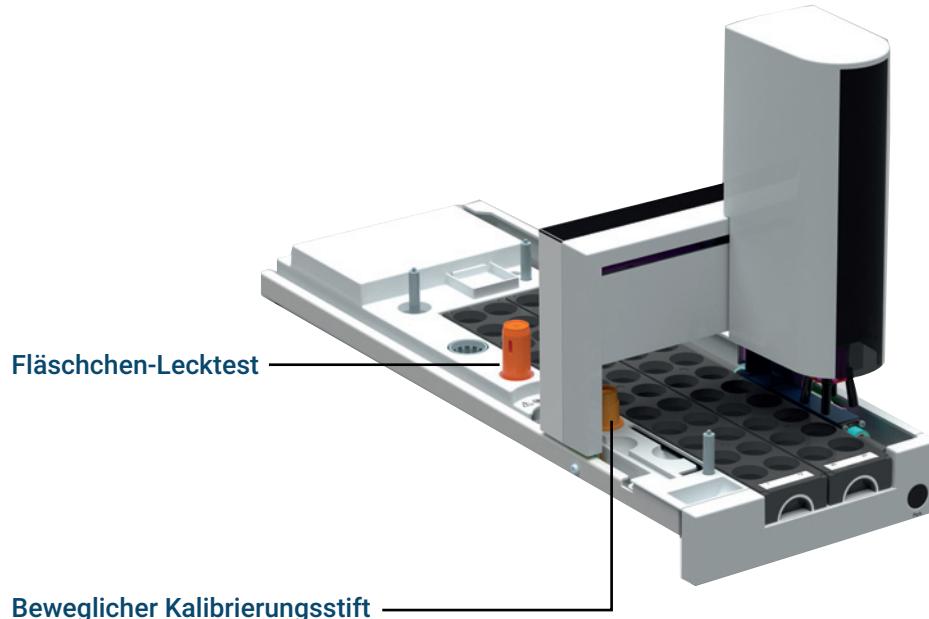
Kalibrieren des Probentellers und der Greifer

Der Probenteller benötigt möglicherweise eine regelmäßige Kalibrierung, um seine optimale Leistung zu behalten. Dieser Kalibrierung stellt sicher, dass Greifer und Probenteller weiterhin die Proben reibungslos und ohne fallen gelassene Fläschchen transportieren. Kalibrieren Sie den Teller nach der HS-Installation, nach dem Austausch der Greiferpads oder wenn es durch die automatische Problembehebung oder durch EMF-Zähler empfohlen wird.

7 Einstellungen

Einstellungen> Kalibrierung > Headspace

- 1 Vor dem Beginn leeren Sie den Fläschchenofen und den Probenteller von Fläschchen.
- 2 Überprüfen Sie, ob sich der bewegliche Kalibrierungsstift und das Lecktestfläschchen an ihren spezifischen Positionen befinden.



- 3 Navigieren Sie zu **(Einstellungen)** > **Calibration (Kalibrierung) > Headspace** und wählen Sie **Start System and Tray Calibration (System- und Tellerkalibrierung starten)** auf der Seite mit den Einstellungen für die Tellerkalibrierung.
- 4 Wählen Sie als Kalibrierungstyp **Factory (Werk)**. Befolgen Sie die Anweisungen. Eine Werkskalibrierung kalibriert den Teller zur Haupteinheit sowie alle Fläschchenpositionen auf dem Teller.

Kalibrieren der Greifer

Die Greifer werden vom HS regelmäßig automatisch kalibriert. Zur Greiferkalibrierung sind das Lecktestfläschchen und der bewegliche Kalibrierungsstift erforderlich.

Kalibrieren der Druckbeaufschlagungs-EPC

Die EPC-Gassteuerungsmodulen enthalten Fluss- und/oder Drucksensoren, die im Werk kalibriert werden. Die Empfindlichkeit (Steigung der Kurve) ist relativ stabil, die Nullpunktverschiebung erfordert jedoch eine regelmäßige Aktualisierung.

Ändern Sie die Kalibrierungseinstellungen oder kalibrieren Sie die EPC-Sensoren des Fläschchen-Druckbeaufschlagungsgases manuell über den GC-Touchscreen oder die Browseroberfläche.

- 1 Wählen Sie **(Einstellungen)** > **Calibration (Kalibrierung) > Headspace** und scrollen Sie zu den EPC-Kalibrierungseinstellungen hinunter.
- 2 Wählen Sie **On (Ein)** neben dem gewünschten Sensor, um ihn auf Null zu setzen.
- 3 Für den Flusssensor: Überprüfen Sie, ob das Gas angeschlossen ist und fließt (eingeschaltet ist).

7 Einstellungen

Einstellungen> Kalibrierung > Headspace

- 4 Für den Drucksensor: Trennen Sie die Gaszuführleitung an der Rückseite des HS. Ausschalten allein reicht nicht – das Ventil könnte leicht lecken.
- 5 Schließen Sie jegliche Gasleitungen wieder an, die Sie im vorherigen Schritt getrennt haben, und stellen Sie die Betriebsflüsse wieder her.

Um einen EPC-Sensor auf seine Werkskalibrierung zurückzusetzen, navigieren Sie zu ☰ (**Einstellungen**) > **Calibration (Kalibrierung) > Headspace** und wählen Sie im Abschnitt **EPC** die Option **Reset (Zurücksetzen)** für diesen Sensor.

Kalibrieren des Aux-Drucksensors

Die EPC-Gassteuerungsmodule enthalten Fluss- und/oder Drucksensoren, die im Werk kalibriert werden. Die Empfindlichkeit (Steigung der Kurve) ist relativ stabil, die Nullpunktverschiebung erfordert jedoch eine regelmäßige Aktualisierung.

Ändern Sie die Kalibrierungseinstellungen oder kalibrieren Sie den Aux-Sensor manuell über den GC-Touchscreen oder die Browzeroberfläche:

- 1 Wählen Sie ☰ (**Einstellungen**) > **Calibration (Kalibrierung) > Headspace** und scrollen Sie zu den EPC-Kalibrierungseinstellungen hinunter.
- 2 Wählen Sie **On (Ein)** neben dem gewünschten Sensor, um ihn auf Null zu setzen.
- 3 Für den Aux-Drucksensor: Trennen Sie die Gaszuführleitung an der Rückseite des HS. Ausschalten allein reicht nicht – das Ventil könnte leicht lecken.
- 4 Schließen Sie jegliche Gasleitungen wieder an, die Sie im vorherigen Schritt getrennt haben, und stellen Sie die Betriebsflüsse wieder her.

Um diesen EPC-Sensor auf seine Werkskalibrierung zurückzusetzen, navigieren Sie zu ☰ (**Einstellungen**) > **Calibration (Kalibrierung) > Headspace** und wählen Sie im Abschnitt **EPC** die Option **Reset (Zurücksetzen)** für diesen Sensor.

Leckraten-Kalibrierungsverfahren

Auch wenn dies extrem selten ist, kann die Ausdehnung einiger Lösungsmittel, die auf Temperaturen über ihrem Siedepunkt erhitzt werden, einen dynamische Druckveränderung erzeugen, die auf der Zeitskala der typischen dynamischen Leckprüfung des HS nur schwer akkurat zu quantifizieren ist. Anstatt den Probendurchsatz durch eine Verlängerung der Methodenparameter für die Druck-Gleichgewichtseinstellungszeit zu beeinträchtigen, ist der bevorzugte Weg, die Ausdehnung des Lösungsmittels zu berücksichtigen und die gemeldete Leckrate in Verbindung mit einer bestimmten Reihe an Bedingungen zu kalibrieren.

Nutzen Sie den **User Vial Leak Test (Benutzerseitiger Fläschchenlecktest)** (siehe „**Gewährleisten einer ordnungsgemäßen Bördelung mithilfe des benutzerseitigen Fläschchenlecktests**“ auf Seite 34) zur automatischen Bestimmung eines geeigneten Leckratenschwellenwerts für eine bestimmte Methode und Probe.

Ein Leckratenschwellenwert kann auch manuell berechnet werden. Wenn mindestens drei Fläschchen analysiert wurden und eine konsistente dynamische Leckrate im Lecktest melden, können Sie das unten aufgeführte Verfahren zur Kalibrierung der Leckrate durchführen.

- 1 Überprüfen Sie, dass Ihr System frei von Lecks ist.

Navigieren Sie zu **Diagnostics (Diagnose) > Diagnostic Tests (Diagnosetests) > Headspace** und wählen Sie den **Restriction and Pressure Decay-test (Verengungs- und Druckabfalltest)**. Führen Sie den Test mit dem Lecktestfläschchen (Teilenummer

7 Einstellungen

Einstellungen > Servicemodus > Headspace

G4511-20180) und einem erweiterten grünen Agilent Septum durch (Teilenummer 5183-4759). Achten Sie darauf, dass Ihre Instrumententemperaturen identisch zu den Sollwerten der Analysemethode sind.

Das Verfahren beginnt mit der Systemleckprüfung, um sicherzustellen, dass keine Lecks gefunden werden, wenn das System frei von Lösungsmitteln ist.

2 Kalibrieren Sie die Leckrate.

- a Wenn der Verengungs- und Druckabfalltest bestanden wird, analysieren Sie mithilfe Ihrer gewünschten Analysemethode sechs Fläschchen mit dem in Analysedurchläufen verwendeten Lösemittel.
- b Notieren Sie die Leckrate für jedes der sechs Fläschchen, dann berechnen Sie ihre durchschnittliche und die Standard-Abweichung. Legen Sie die Leckratenwerte für bestanden/fehlgeschlagen, die für die betreffende Analyse in die HS-Methode eingegeben werden, als die durchschnittliche Leckrate plus das Dreifache der Standard-Abweichung fest.

Tabelle 7 zeigt ein Beispiel, in dem Sie den Leckratengrenzwert der Analysemethode zu 1,840 ml/Min. ändern sollten.

Tabelle 7 Beispiel für die Berechnung der Methode zur Begrenzung der Leckrate

Fläschchen	Leckrate (mL/Min.)
1	1,403
2	1,352
3	1,621
4	1,458
5	1,541
6	1,623
Durchschnittlich	1,500
Std.-Abw.	0,114
3 x Std.-Abw.	0,341
Durchschn. + (3 x Std.-Abw.)	1,840

Einstellungen > Servicemodus > Headspace

⚙ > Service Mode (Servicemodus) > Headspace

Der Headspace-Servicemodus listet die aktuellen, tatsächlichen Werte für verschiedene Konfigurationen, thermische, pneumatische, elektronische und weitere Einstellungen und Sensoren auf.

7 Einstellungen

Einstellungen > Scheduler: Ressourcenschutz

Es ist auch möglich, auf die Werkseinstellungen zurückzusetzen. Normalerweise führen Sie ein Zurücksetzen auf die Werkseinstellungen nur durch, wenn es absolut notwendig ist. Ein Zurücksetzen auf die Werkseinstellungen löscht alle benutzerdefinierten Einstellungen, die im HS gespeichert sind, von den Flusskalbrierungen bis zur Seriennummer des Instruments.

Ein Zurücksetzen auf die Werkseinstellungen wird:

- Wartungs- und Ereignisprotokolle löschen.
- Den Verlauf von Firmware-Updates löschen.
- Die aktuelle HS-Konfiguration und die Kalibrierungen löschen.
- EMF-Überwachungsdaten und -einstellungen löschen.
- Das Zurücksetzen auf die Werkseinstellungen protokollieren.
- Neustart des HS.

Einstellungen > Scheduler: Ressourcenschutz

⚙️ > Scheduler

Der HS verwendet die Ressourcenschutzfunktionen des GC, und die GC-Funktionen für Sleep- und Wake-Methoden werden so erweitert, dass sie die Methodenparameter des HS einbeziehen. Da der HS der Methode viele neue Parameter hinzufügt, können einige von diesen verwendet werden, um Gase und Leistung zu erhalten. Viele HS-Einstellungen sind jedoch nicht relevant für die Sleep-Methoden, da sie nur während der Vorbereitung von Proben verwendet werden. Berücksichtigen Sie die folgenden HS-Parameter, wenn Sie eine Sleep-Methode einstellen:

- **Standby-Fläschchenfluss:** Auf Wunsch reduzieren. Agilent empfiehlt nicht das Deaktivieren dieser Option, da dieser Fluss die Probenschleife und die Probensonde vor atmosphärische Kontamination schützt.
- Die Temperaturen für den Ofen, die Probenschleife und den Fläschchenofen können während einer Inaktivität reduziert werden.

7 Einstellungen

Einstellungen > Scheduler: Ressourcenschutz

Die Funktionsweise des 8697 Headspace-Probengebers

Verarbeitung eines Probenfläschchens durch den HS	70
HS Fläschchen-Gleichgewichtseinstellung	71
HS Druckbeaufschlagung eines Fläschchens	72
Befüllen der Probenschleife durch den HS (Extraktion einer Probe)	74
Typen von HS-Extraktionen und Injektionen	75
Reduzierung von Verschleppungen durch den HS	79

Dieses Kapitel erläutert mehr zur Theorie hinter dem 8697 Headspace-Probengeber. Diese Informationen sind für die Verwendung durch Methodenentwickler vorgesehen.

8 Die Funktionsweise des 8697 Headspace-Probengebers

Verarbeitung eines Probenfläschchens durch den HS

Verarbeitung eines Probenfläschchens durch den HS

Abbildung 17 zeigt den Workflow für ein Fläschchen, das vom HS verarbeitet wird.

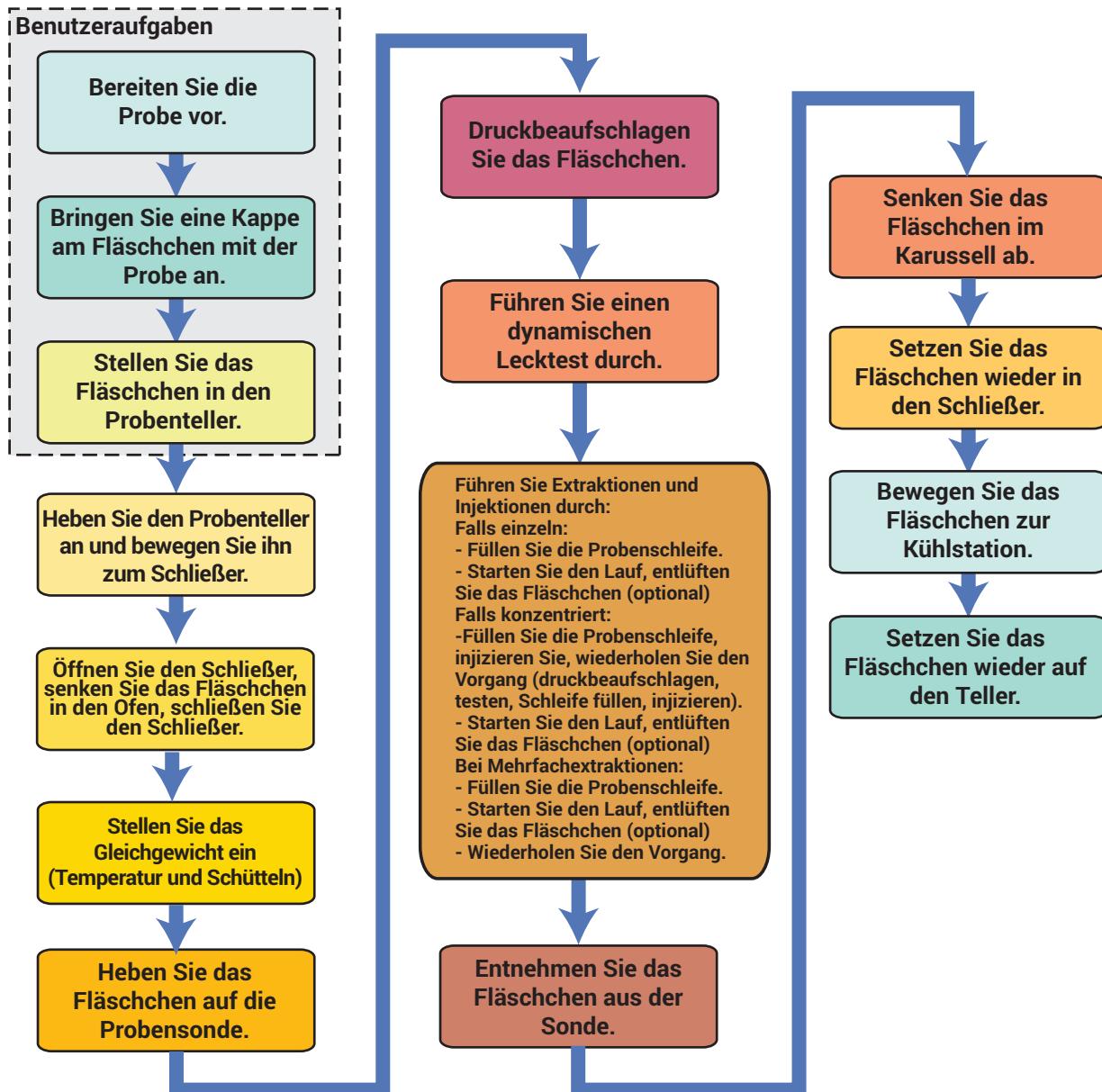


Abb.17. 8697 HS Fläschchen-Prozessablauf

8 Die Funktionsweise des 8697 Headspace-Probengebers

HS Fläschchen-Gleichgewichtseinstellung

HS Fläschchen-Gleichgewichtseinstellung

Der 8697 HS mit Probenteller hat einen Ofen für Probenfläschchen, der eine Gleichgewichtseinstellung für bis zu 12 Fläschchen bei einer Temperatur bis 300 °C durchführen kann. Zudem kann der Ofen die Fläschchen mit 9 unterschiedlichen Intensitätsstufen schütteln. Solange für die Fläschchen einer Sequenz dieselbe Methode verwendet wird, bestimmt der HS, wann aufeinanderfolgende Proben in den Ofen geladen werden können, um den Durchsatz zu erhöhen. Dann werden diese Proben automatisch geladen. Der HS führt eine Optimierung für den Durchsatz durch, ungeachtet von Extraktionsmodus, Schleifenfüllmodus und so weiter.

8 Die Funktionsweise des 8697 Headspace-Probengebers

HS Druckbeaufschlagung eines Fläschchens

HS Druckbeaufschlagung eines Fläschchens

Der HS bietet mehrere Techniken zur Druckbeaufschlagung eines Probenfläschchens. Zusätzlich zum einfachen Aufheizen des Fläschchens, was an sich genügend inneren Druck erzeugen kann, bietet der HS zusätzliches Gas, um bei der Extraktion zu unterstützen. Dieses Gas kommt über die Armatur **Vial Pressure (Fläschchendruck)** auf der Rückseite des HS und kann sich vom Trägergas unterscheiden, das zur Bewegung der Probe zur Säule verwendet wird. Während die Standardmethode für die Fläschchen-Druckbeaufschlagung häufig ausreichend ist, können bei neuen Anwendungen alternative Techniken hilfreich sein. Siehe **Abbildung 18** unten.

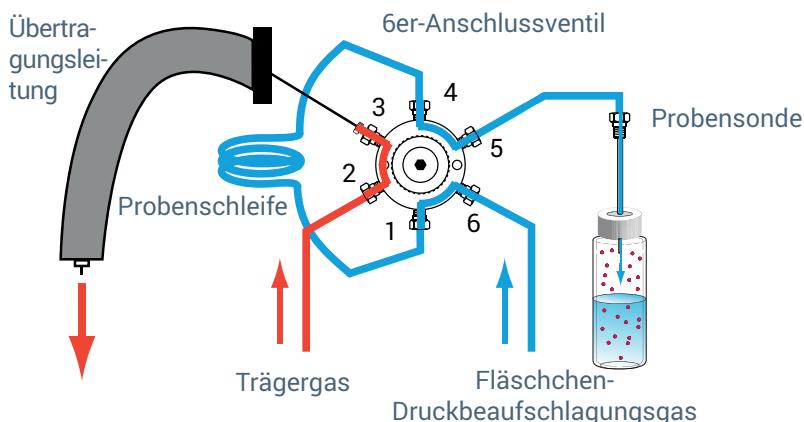


Abb.18. Fläschchen-Druckbeaufschlagung

Fluss zu Druck

Das ist der Standard-Füllmodus für Fläschchen. In diesem Modus behält der HS eine spezifische Flussrate für das Trägergas in das Fläschchen bei, bis der Druck im Inneren des Fläschchens den Fülldruck-Sollwert erreicht. Der HS behält diesen Druck für die Haltezeit bei. Am Ende der Haltezeit beginnt das Füllen der Probenschleife.

Druck

In diesem Modus befüllt der HS das Fläschchen so schnell wie möglich bis zum angestrebten Fülldruck-Sollwert, dann behält er diesen Druck für die angegebene Haltezeit bei. Am Ende der Haltezeit beginnt das Füllen der Probenschleife.

Konstantes Volumen

In diesem Modus druckbeaufschlagt der HS das Fläschchen mit einem festgelegten Volumen an Trägergas, dann behält er den resultierenden Druck für die angegebene Haltezeit bei. Dieser Modus ist hilfreich, wenn Sie die exakte Molmenge einer Probe und des Trägergases im Fläschchen oder in der Probenschleife berechnen möchten.

8 Die Funktionsweise des 8697 Headspace-Probengebers

Dynamische Leckprüfung

Dynamische Leckprüfung

Standardmäßig führt der HS eine Leckprüfung nach der Fläschchen-Druckbeaufschlagung durch. Auf der Sone kann der HS bestimmen, ob das Fläschchen undicht ist, indem er das Fläschchen auf Druckabfall prüft. Der HS protokolliert die Ergebnisse der Leckprüfung und bietet eine Sequenzaktion für den Umgang mit einem leckenden Probenfläschchen (zum Beispiel überspringen oder abbrechen).

Die Zeit für die dynamische Leckprüfung entspricht der Druck-Gleichgewichtseinstellungszeit + 02 Minuten.

8 Die Funktionsweise des 8697 Headspace-Probengebers

Befüllen der Probenschleife durch den HS (Extraktion einer Probe)

Befüllen der Probenschleife durch den HS (Extraktion einer Probe)

Nachdem das Fläschchen druckbeaufschlagt und stabilisiert wurde, führt der HS die festgelegten Extraktionen durch. Das 6er-Anschlussventil schaltet um und ermöglicht die Entlüftung der druckbeaufschlagten Probe durch die Probenschleife. Wenn die festgelegten Bedingungen erfüllt sind, gilt die Schleife als befüllt. Siehe **Abbildung 19** unten.

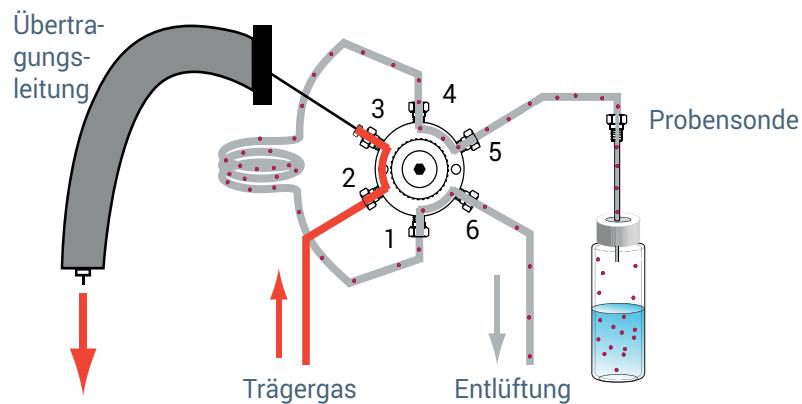


Abb.19. Befüllen der Probenschleife

Der HS bietet zwei Modi zum Befüllen der Probenschleife, **Default (Standard)** und **Custom (Benutzerdefiniert)**.

Standard-Schleifenfüllmodus

In diesem Fall leitet der HS den Druck des Probenfläschchens mit einer festgelegten Rate in die Probenschleife ab, bis der Druckabfall des Probenfläschchendrucks eine bekannte Menge erreicht. Der HS berechnet den finalen Schleifendruck und die Gleichgewichtseinstellungszeit auf der Basis der aktuellen HS-Konfiguration und der Methodendaten.

Benutzerdefinierter Schleifenfüllmodus

In diesem Fall können Sie die Schleifenfüllrate, den finalen Schleifendruck und die Gleichgewichtseinstellungszeit festlegen.

8 Die Funktionsweise des 8697 Headspace-Probengebers

Typen von HS-Extraktionen und Injektionen

Typen von HS-Extraktionen und Injektionen

Der 8697 HS kann eine Probe einmal oder mehrere Male pro Fläschchen extrahieren und injizieren. Der HS bietet als erweiterte Funktion eine Auswahl beim Extraktionszyklus.

Abbildung 20 zeigt die grundlegenden Flusspfade während eines Injektionszyklus, wobei die Probenschleife in den GC gespült wird.

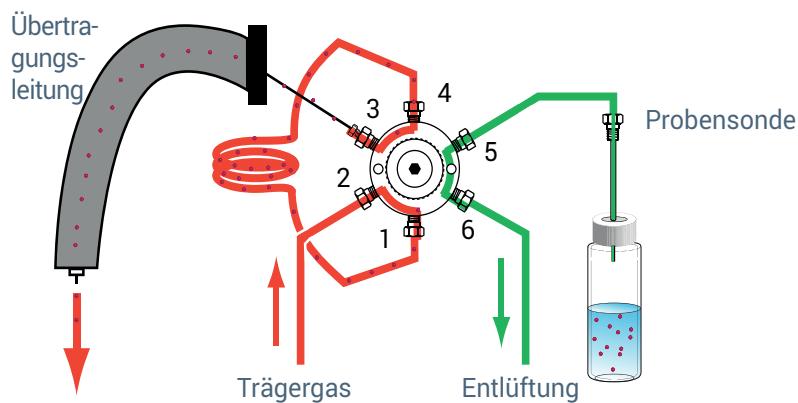


Abb.20. HS-Injektionszyklus

Beachten Sie, dass der Fläschchen-Druckbeaufschlagungsgasfluss immer vom HS kontrolliert wird. Der Trägergasfluss wird immer vom EPC-Modul des GC-Einlasses kontrolliert.

8 Die Funktionsweise des 8697 Headspace-Probengebers

Typen von HS-Extraktionen und Injektionen

In Abbildung 21 finden Sie ein Diagramm der Flusspfade innerhalb des HS-Probengebers.

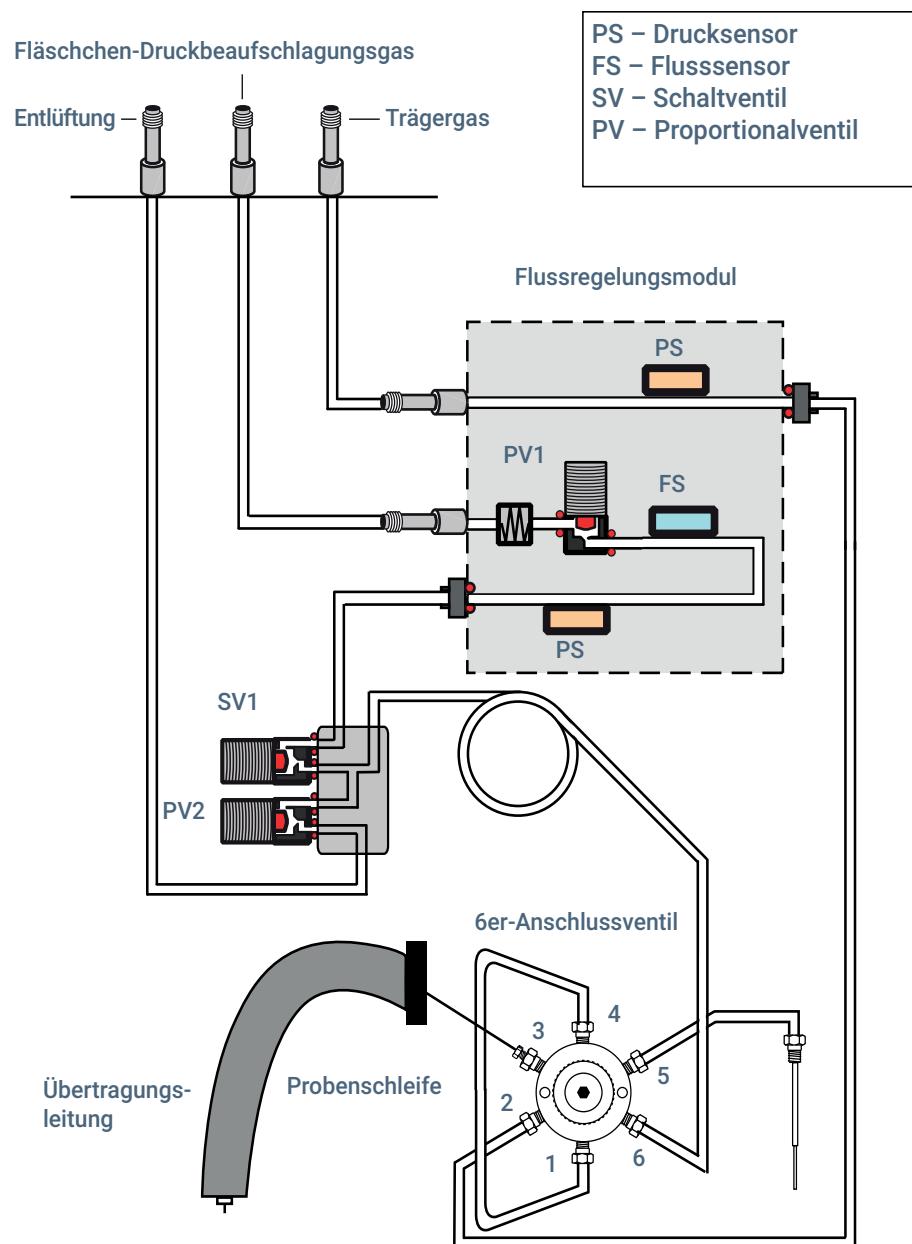


Abb.21. HS-Probengeberabläufe

8 Die Funktionsweise des 8697 Headspace-Probengebers

Standardextraktion

Standardextraktion

In diesem Modus führt der HS eine Extraktion und eine Injektion pro Fläschenpunktur durch. Nach der Gleichgewichtseinstellung der Fläschchen überprüft der HS die Systembereitschaft. Ist das System bereit oder falls die Bereitschafts-Sequenzaktion fortgesetzt wird, punktiert der HS das Fläschchen. Der HS druckbeaufschlagt das Fläschchen und extrahiert die Probe daraus gemäß den Methodenparametern. Siehe **Abbildung 18** und **Abbildung 19**. Nach jeder Gleichgewichtseinstellung der Probenschleife wechselt das HS 6er-Anschlussventil in die Injektionsposition, der HS injiziert die Probe und der HS senden einen Startbefehl an den GC. Gleichzeitig entlüftet der HS den Restdruck aus dem Fläschchen (optional). Nachdem die Injektionszeit abgelaufen ist, kehrt das 6er-Anschlussventil in seine Ursprungsposition zurück. Das Probenfläschchen wird aus der Sonde entnommen und kehrt in das Karussell und anschließend in den Teller zurück.

Mehrere Headspace-Extraktionen

In diesem Modus führt der HS mehrere Extraktionen und Injektionen bei einer Fläschenpunktur durch. Siehe **Abbildung 19** und **Abbildung 20**. Nach der Gleichgewichtseinstellung der Fläschchen überprüft der HS die Systembereitschaft. Ist das System bereit oder falls die Bereitschafts-Sequenzaktion fortgesetzt wird, punktiert der HS das Fläschchen. Der HS druckbeaufschlagt das Fläschchen und extrahiert die Probe daraus gemäß den Methodenparametern. Die Probenschleifenentlüftung wird geschlossen. Das Fläschchen bleibt auf der Sonde. Nach jeder Gleichgewichtseinstellung der Probenschleife wechselt das HS 6er-Anschlussventil in die Injektionsposition, der HS injiziert die Probe und der HS senden einen Startbefehl an den GC. Gleichzeitig entlüftet der HS den Restdruck aus dem Fläschchen (optional). Nachdem die Injektionszeit abgelaufen ist, kehrt das 6er-Anschlussventil in seine Ursprungsposition zurück. Das Fläschchen bleibt auf der Sonde. Wenn die **GC Cycle time (GC-Zykluszeit)** abgelaufen ist, überprüft der HS wieder die Bereitschaft des Systems. Wenn das System bereit ist oder die Bereitschafts-Sequenzaktion fortgesetzt wird, führt der HS die nächste Druckbeaufschlagung, Extraktion und Injektion durch und startet den Lauf. Der Vorgang wiederholt sich, bis alle Extraktionen und Injektionen durchgeführt sind.

Nach der letzten Extraktion und Injektion wird das Probenfläschchen aus der Sonde entnommen und kehrt in das Karussell und anschließend in den Teller zurück.

8 Die Funktionsweise des 8697 Headspace-Probengebers

Konzentrierte Heaspace-Extraktionen

Konzentrierte Heaspace-Extraktionen

Verwenden Sie diesen Modus, um die Probe im GC zu konzentrieren. Üblicherweise erfordert dieser Modus einen beliebigen Filter zur Probenkonzentration. (Der Filter könnte ein optionales externes Gerät oder ein Einlass wie der Agilent Multimodus-Einlass sein). Siehe **Abbildung 20** und **Abbildung 21**.

Nach der Gleichgewichtseinstellung der Fläschchen überprüft der HS die Systembereitschaft. Ist das System bereit oder falls die Bereitschafts-Sequenzaktion fortgesetzt wird, punktiert der HS das Fläschchen. Der HS druckbeaufschlagt das Fläschchen und extrahiert die Probe daraus gemäß den Methodenparametern. Das Fläschchen bleibt auf der Sonde. Nach jeder Gleichgewichtseinstellung der Probenschleife wechselt das HS 6er-Anschlussventil in die Injektionsposition und der HS injiziert die Probe in den GC. Der HS sendet keinen Startbefehl an den GC: Nachdem die Injektionszeit abgelaufen ist, kehrt das 6er-Anschlussventil in seine Ursprungsposition zurück. Das Fläschchen bleibt auf der Sonde. Das Fläschchen kann entlüftet werden (während der Injektion) oder druckbeaufschlagt bleiben. Der HS wiederholt die Druckbeaufschlagung, Extraktion, Injektion und das optionale Entlüften für jede der in der Methode festgelegten Extraktionen. Während der letzten konzentrierten Injektion sendet der HS ein Startsignal an den GC. Der HS entlüftet das Fläschchen (optional), entnimmt es aus der Sonde und transportiert es in das Karussell und anschließend in den Teller zurück.

Entlüften des Fläschchen-Restdrucks

Ungeachtet des durchgeführten Extraktionsstyps kann der HS den Restdruck aus den verwendeten Probenfläschchen aus dem **Vent (Entlüftungsanschluss)** auf der Rückseite des HS ablassen. Diese Entlüftung verhindert, dass ein druckbeaufschlagtes Fläschchen mit möglicherweise gesundheitsschädlichem Inhalt im Probenteller oder in Ihrem Labor bleibt. Diese Entlüftung geschieht während der Injektionszeit für jeden aktuellen Sequenzeintrag. Sie können diese Funktion deaktivieren.

Bei der Durchführung von konzentrierten Extraktionen stehen Ihnen zusätzliche Parameter zur Verfügung: Sie können die Fläschchen zwischen den konzentrierten Extraktionen sowie während der letzten Injektion entlüften.

8 Die Funktionsweise des 8697 Headspace-Probengebers

Reduzierung von Verschleppungen durch den HS

Der 8697 HS bietet zwei spezielle Funktionen, um Verschleppungen zu reduzieren.

- Nach jedem Fläschchen spült der HS die Probenschleife und die Probensonde mit einem hohen Fluss an Fläschchen-Druckbeaufschlagungsgas, wie in der Methode definiert. Dies wird auch als **Purge flow (Spülfluss)** bezeichnet, und Sie können sowohl die Flussrate als auch die Spülzeit kontrollieren.
- Zwischen den einzelnen Sequenzen spült der HS die Probenschleife und die Probensonde mit einem kontinuierlichen Fluss an Fläschchen-Druckbeaufschlagungsgas. Dies wird als **Standby flow (Standby-Fluss)** bezeichnet. Sie können die Flussrate kontrollieren.

8 Die Funktionsweise des 8697 Headspace-Probengebers

Reduzierung von Verschleppungen durch den HS

Methodenentwicklung

- Überblick 82
- Berücksichtigung von Probe und Matrix 83
- Berücksichtigen Sie den GC-Einlass 86
- Laden einer ähnlichen Methode 87
- Bearbeiten der neuen Methode 88
- Entwicklung und Verbesserung der Methode 93
- Optimierung des Durchsatzes 100
- Einrichten für eine neue Methode 101
- Durchführen von Blindanalysen 102

Dieses Kapitel bietet Details und Informationen zu den Methodenparametern. Diese Informationen sollen einem Methodenentwickler helfen, die Leistung einer Methode mithilfe der Funktionen des 8697 Headspace-Probengebers zu verbessern.

Überblick

Abbildung 22 zeigt den typischen Ablauf zur Entwicklung einer Headspace-Probengeber-Methode.

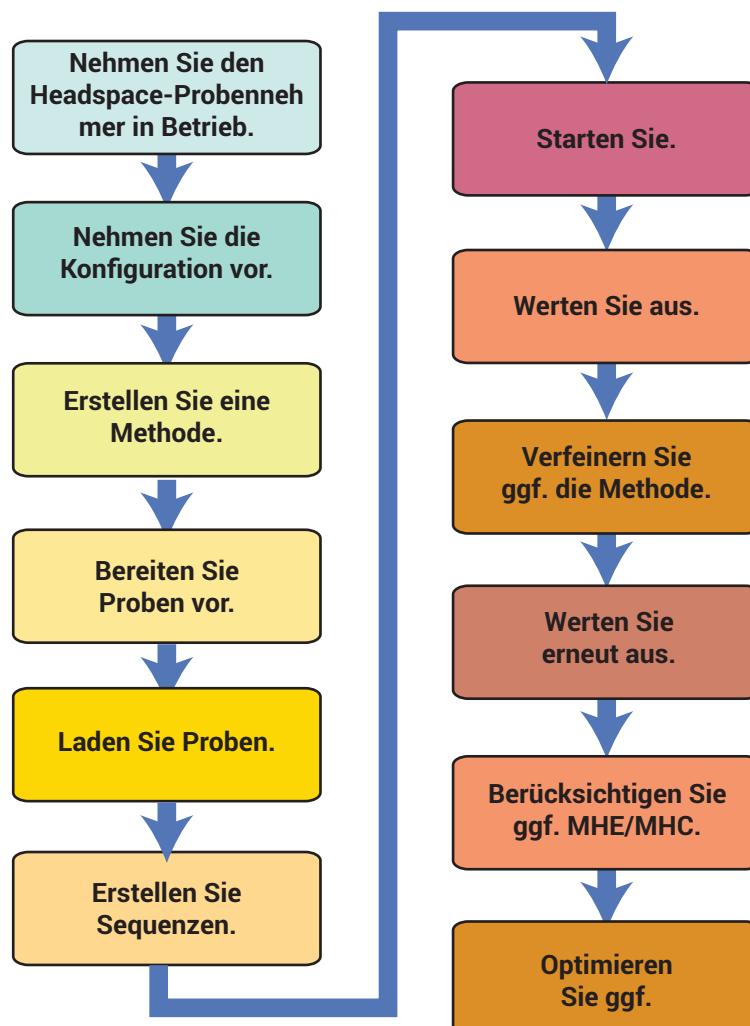


Abb.22. Arbeitsablauf bei der Methodenentwicklung

Dieses Kapitel beschreibt die Techniken, um eine Methode zu erstellen und zu verfeinern, indem die verfügbaren Methodenparameter und Methodenfunktionen des 8697 HS verwendet werden. Es beschreibt alle verfügbaren Methodenparameter und diskutiert, wie die verschiedenen Parameter eine Analyse beeinflussen.

9 Methodenentwicklung

Berücksichtigung von Probe und Matrix

Berücksichtigung von Probe und Matrix

Der erste Schritt bei der Entwicklung der Methode besteht darin, Probe und Matrix zu verstehen.

Die Theorie der Headspace-Analyse

Die Gleichungen, die die Headspace-Theorie beschreiben, leiten sich von drei physikalischen Gesetzen ab, die mit Dampfdruck, Partialdrücken und der Beziehung zwischen dem Dampfdruck eines Analyts über einer Lösung und der Konzentration dieses Analyts in der Lösung verbunden sind.

Das Dalton'sche Gesetz der Partialdrücke besagt, dass der Gesamtdruck einer Mischung aus Gasen den Summen der Teildrücke der einzelnen Gase in der Mischung entspricht.

Henry's Gesetz zu verdünnten Lösungen besagt, dass bei einer konstanten Temperatur die Menge eines bestimmten Gases, das in einem bestimmten Typ und Volumen einer Flüssigkeit aufgelöst ist, direkt proportional zur Teildruck dieses Gases im Gleichgewicht zu dieser Flüssigkeit ist.

Das Raoult'sche Gesetz besagt, dass der Teildruck einer Lösung im Headspace-Volumen proportional zum Molenbruch der gelösten Substanz in der Lösung ist.

Die Konzentration eines Probenanalyts im Headspace-Volumen wird von der Massenbilanz vorgegeben:

$$C_0 V_L = C_G V_G + C_L V_L$$

wobei:

C_G ist die Konzentration des Analyts im Headspace

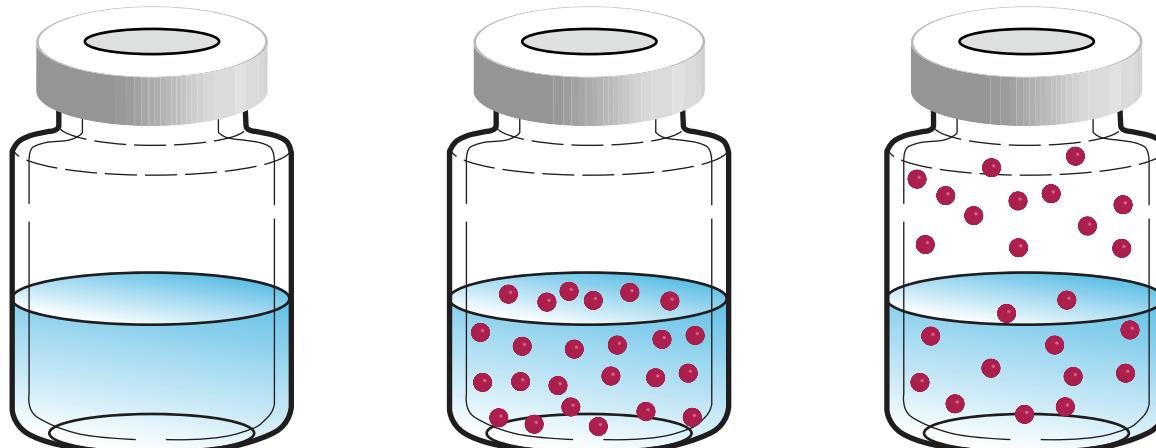
C_0 ist die Konzentration des Analyts in der ursprünglichen Probe

V_G ist das Volumen des Gases im Probenfläschchen

V_L ist das Volumen der Probe

K ist der Verteilungskoeffizient

C_L/C_G im Gleichgewicht mit V_G/V_L



9 Methodenentwicklung

Der Einfluss von K und das Phasenverhältnis

Eine Neuanordnung ergibt:

$$C_G = \frac{C_0}{\left(K + \frac{V_G}{V_L} \right)}$$

wobei:

K ist der Verteilungskoeffizient,
 C_L/C_G im Gleichgewicht mit

V_G/V_L wird auch bezeichnet als Phasenverhältnis

Die Gleichung zeigt zwei wichtige Punkte:

- Für konsistente Ergebnisse muss das Verhältnis V_G/V_L konstant bleiben. Das bedeutet, dass die Probenmenge und die Fläschchengröße gleich gehalten werden müssen.
- Minimiert man den Verteilungskoeffizienten K, erhält man eine höhere Konzentration des Probendampfes im Headspace-Volumen.
- Ein kleineres Verhältnis von V_G/V_L ergibt eine höhere Konzentration des betreffenden flüchtigen Stoffes im Headspace-Volumen

Der Einfluss von K und das Phasenverhältnis

Die Konzentration des Analyts im Headspace-Volumen ist abhängig von vielen Faktoren, darunter: Probenmenge, ursprüngliche Konzentration des Analyts in der Probe, verfügbares Headspace-Volumen, Temperatur und Gesamtdruck im Fläschchen. Einige Faktoren werden in der Probe und in der Matrix verändert, während andere über den Headspace-Probengeber kontrolliert werden können.

Kontrolle von K

Bei der Optimierung einer Headspace-Analyse sollten Sie zunächst den Verteilungskoeffizienten im Lösungsmittel berücksichtigen. Die Tabelle unten zeigt die K-Werte für mehrere übliche Lösungsmittel bei 25 °C.

Analyt	Lösungsmittel	K (25 °C)
Toluol	Dekan	~3000
Toluol	Wasser	~4
Ethanol	Dekan	~60
Ethanol	Wasser	~5000
Ethanol	Wasser, gesättigt mit Na ₂ SO ₄	~300

9 Methodenentwicklung

Der Einfluss von K und das Phasenverhältnis

Bei höheren Temperaturen sinkt K. Bei 40 °C beträgt der K-Wert für Ethanol in Wasser ~1350. Bei 80 °C sinkt der K-Wert auf ~330.

Wie in der Tabelle zu sehen ist, ist K ebenfalls abhängig von Analyt und Matrix. Beachten Sie die Änderung von K für das Ethanol-Wasser-System im Vergleich zu dem ähnlichen System, das mit Na₂SO₄ gesättigt wurde.

Zur Verbesserung der Konzentration des Analyts im Headspace-Volumen sollten Sie daher die Probe erhitzen. Bei Bedarf sollten Sie das Verwenden eines anderen Lösungsmittels (sofern möglich) oder das Hinzugeben eines anorganischen Salzes erwägen, um den K-Wert des Lösungsmittels zu senken.

Der zweite Faktor zur Erhöhung der Sensibilität ist das Phasenverhältnis, V_G/V_L. Denken Sie an die Gleichung der Dampfphasenkonzentration:

$$c_G = \frac{c_0}{\left(K + \frac{v_G}{v_L} \right)}$$

Wenn K niedrig ist, erzeugt das Reduzieren des Phasenverhältnisses eine höhere Konzentration des Analyts im Headspace-Volumen. Der 8697 kann verschiedene Probenfläschchen verwenden. Wählen Sie ein Probenfläschchen und eine Probenmenge, um eine höhere Analytkonzentration zu erzielen.

Wenn K hoch ist, führt das Reduzieren des Phasenverhältnisses zu weniger Gewinn.

Kontrolle des Phasenverhältnisses

Ein weiterer Faktor zur Erhöhung der Sensibilität ist das Phasenverhältnis V_G/V_L. Denken Sie an die Gleichung der Dampfphasenkonzentration:

$$c_G = \frac{c_0}{\left(K + \frac{v_G}{v_L} \right)}$$

Wenn K niedrig ist, erzeugt das Reduzieren des Phasenverhältnisses eine höhere Konzentration des Analyts im Headspace-Volumen. Der 8697 kann verschiedene Probenfläschchen verwenden. Wählen Sie ein Probenfläschchen und eine Probenmenge, um eine höhere Analytkonzentration zu erzielen.

Wenn K hoch ist, führt das Reduzieren des Phasenverhältnisses zu weniger Gewinn.

9 Methodenentwicklung

Berücksichtigen Sie den GC-Einlass

Normalerweise wird der passende Einlass vom verfügbaren GC bestimmt. Beachten Sie jedoch, dass bei Einlasstypen, bei denen die Analysesäule direkt in das 6-Port-Ventil des Headspace-Probengebers läuft, sich die Analysesäule nicht mit ihrer gesamten Länge im GC-Ofen befindet. Die Peak-Formen können sich ändern.

Bei jedem Einlasstyp unterstützt der HS nur Split-Einlassmodi ohne Veränderungen. Splitless-Einlassmodi werden unterstützt, erfordern jedoch ein Firmware-Update (PID Konstanten) für das Einlass-EPC-Modul.

9 Methodenentwicklung

Laden einer ähnlichen Methode

Laden einer ähnlichen Methode

Beim Starten einer neuen Methode beginnen Sie mit einer Methode für einen ähnlichen Probentyp.

Bei Verwendung eines Agilent Datensystems liefert die Software einen Assistenten für neue Methoden und einen Konversionsassistenten. Der Assistent für neue Methoden liefert sichere Starttemperaturen und weitere Parameter für Flüssig- und Feststoffmatrizen und verwendet dabei eine Liste der Lösungsmitteltypen (einschließlich benutzerdefinierter Werte). Der Assistent kann auch die Siedepunkte des Analyts berücksichtigen.

Bearbeiten der neuen Methode

Nach dem Laden einer ähnlichen Methode können Sie diese nach Bedarf für die neue Probe bearbeiten. Dieser Abschnitt beschreibt die primären Einstellungen, die folgenden Abschnitte beschreiben die Extraktionsmodi und weitere Einstellungen.

Temperaturen

Gehen Sie zu **Method (Methode) > Headspace**, blättern Sie zu den Temperatureinstellungen und geben Sie den gewünschten Wert für den Fläschchenofen, die Probenschleife und die Temperatur der Übertragungsleitung ein.

Tabelle 8 Temperaturparameter

Parameter	Anmerkungen
Ofen	Starten Sie mit einer Ofentemperatur 15 °C unter dem Siedepunkt des Lösungsmittels.
Schleife	Starten Sie mit einer Temperatur, die identisch mit der Ofentemperatur ist. Um eine Kondensation der Probe zu verhindern, sollten Probenschleife und Ventil niemals kälter als die Ofentemperatur sein.
Übertragungsleitung	Starten Sie mit einer Temperatur, die 15 °C höher als die Ofentemperatur ist. Um eine Kondensation der Probe zu verhindern, sollte die Übertragungsleitung niemals kälter sein als die Temperatur der Probenschleife und des Ventils.

Times

Gehen Sie zu **Method (Methode) > Headspace**, blättern Sie zu den Zeiteinstellungen und geben Sie die gewünschten Werte für die Zeitparameter ein, die vom HS verwendet werden.

Tabelle 9 Zeitparameter

Parameter	Anmerkungen
GC-Zyklus	Die erforderliche Gesamtzeit, bis das GC- (oder GC-/MS)System nach einem Lauf in den Status „betriebsbereit“ zurückkehrt. Siehe Bestimmung der GC-Zykluszeit im Betriebshandbuch.
Gleichgewichtseinstellung Fläschchen	Die Zeit, die das Fläschchen bei einer Gleichgewichtseinstellung bei Temperatur im Ofen verbringt, einschließlich des Schüttelns. Allgemein sollten Sie mit einem Wert von mindestens 15 Minuten starten, wenn die geschätzte Zeit unbekannt ist.
Injektionsdauer	Die Zeit zum Fegen der Probe aus der Probenschleife, durch die Übertragungsleitung und in den GC. Die Standard-Injektionszeit beträgt 0,50 Minuten.

Der HS verwendet diese Parameter bei der Bestimmung des Durchsatzes. Der wichtigste Wert für eine Probensequenz ist die **GC-Zykluszeit**. Ist sie zu kurz, werden die Proben vorbereitet, ehe der GC oder GC/MS betriebsbereit ist. Je nach Sequenzaktionseinstellungen kann dies

9 Methodenentwicklung

Fläschchen und Schleife

zum Abbruch der Proben oder unerwarteten Ergebnissen führen. Ist die **GC-Zykluszeit** zu lang, kann der Durchsatz reduziert sein, aber zumindest verarbeitet der HS weiterhin Proben nach dieser Methode.

Zusätzlich gibt es weitere Zeiteinstellungen, die der HS beim Laden von Fläschchen in den Ofen berücksichtigt. Dazu gehören:

- eine 30-sekündige Wartezeit zur Temperaturstabilisierung aller aufgeheizter Zonen
- feste Wartezeiten für Aktionen wie Probentellerbewegungen, Karussellbewegungen und Heberbewegungen
- feste Wartezeiten für Ventilschaltungen
- sonstige interne Verarbeitungszeiten

Der HS berücksichtigt all diese Zeiteinstellungen sowie die Abfolge der Methodensollwerte, um den effizientesten Zeitplan zur Verarbeitung der Probenfläschchen festzulegen.

Fläschchen und Schleife

Gehen Sie zu **Method (Methode) > Headspace** und blättern Sie zu den Einstellungen für Fläschchen und Schleife.

Tabelle 10 Fläschchen- und Schleifenparameter

Parameter	Anmerkungen
Fläschchengröße	Wählen Sie die Fläschchengröße: 10 ml, 20 ml oder 22 ml.
Schüttelwert	Für das Schütteln stehen 9 Stufen zur Verfügung. Siehe Fläschchen schütteln . Geben Sie den Wert (1 bis 9) oder zum Deaktivieren den Wert 0 ein. Die Browseroberfläche zeigt die Frequenz(Schütteln/Minute) und die Beschleunigung des Fläschchens bei jeder Stufe.

9 Methodenentwicklung

Füllmodi

Füllmodi

Gehen Sie zu **Method (Methode) > Headspace** und blättern Sie zu den Füllmoduseinstellungen. Beachten Sie, dass die verfügbaren Einstellungen vom Füllmodus abhängen.

Tabelle 11 Füllmodus-Parameter

Parameter	Anmerkungen
Füllmodi für Fläschchen	<ul style="list-style-type: none">Standard: Fluss zu DruckDer HS bestimmt, wie die Probenschleife gefüllt wird. Weitere Informationen finden Sie unter „ Fläschchen-Druckbeaufschlagung “.
Fülldruck für Fläschchen	<ul style="list-style-type: none">Angestrebter Probenfläschchendruck für die Probenentnahme.Der Fläschchendruck muss hoch genug sein, um die Probe durch die Probenschleife zu transportieren.Bei einigen Proben reicht der während der Gleichgewichtseinstellung entwickelte Druck für die Headspace-Probe aus.Überschreiten Sie nicht die Grenze für den Fläschchendruck.Vermeiden Sie das Einstellen eines Wertes, der unter dem während der Gleichgewichtseinstellung entwickelten Druck liegt. Weitere Informationen finden Sie unter „ Fläschchen-Druckbeaufschlagung “.
Füllfluss für Fläschchen	Vermeiden Sie eine hohe Flussrate, wenn die Änderung am Fläschchendruck zwischen dem natürlichen inneren Drucke nach der Gleichgewichtseinstellung und dem angestrebten Druck gering ist. Weitere Informationen finden Sie unter „ Fläschchen-Druckbeaufschlagung “.
Füllvolumen	Wird nur verwendet, wenn der Füllmodus auf Konstantes Volumen eingestellt ist. Das spezifische Gasvolumen zur Druckbeaufschlagung des Fläschchens.
Druck Gleichgewichtseinstellungszeit	Die vorgegebenen Zeit für die Gleichgewichtseinstellung des Fläschchens während der Fläschchen-Druckbeaufschlagung. Die Standardzeit beträgt 0,50 Minuten.
Schleifenfüllmodus	<ul style="list-style-type: none">Bei Verwendung von Standard wählt der HS passende Werte für die übrigen Schleifenparameter.Bei Verwendung von Benutzerdefiniert werden die übrigen Schleifenparameter zur Bearbeitung aktiviert. Weitere Informationen finden Sie unter „ Befüllen der Probenschleife “.
Schleifengradientenrate	Im Modus Benutzerdefiniert sollten Sie eine hohe Füllrate vermeiden, wenn die Differenz zwischen dem Fläschchendruck und dem Schleifendruck nur gering ist. Standardwert: 20 psi/Min.
Finaler Schleifendruck	Im Modus Benutzerdefiniert stellen Sie den finalen Probenschleifendruck ein. Im Modus Standard wird der finale Druck angezeigt. Weitere Informationen finden Sie unter „ Befüllen der Probenschleife “.
Schleifen- Gleichgewichtseinstellung	Im Modus Benutzerdefiniert ist der Standardwert: 0,05 Minuten.

9 Methodenentwicklung

Entlüftung und Spülen

Entlüftung und Spülen

Zwischen Probenfläschchen spült der HS Probensonde, Probenschleife und Entlüftung. Siehe Abbildung 23. Der Standardspülfluss beträgt 100 ml/Min. für 0,5 Minuten.

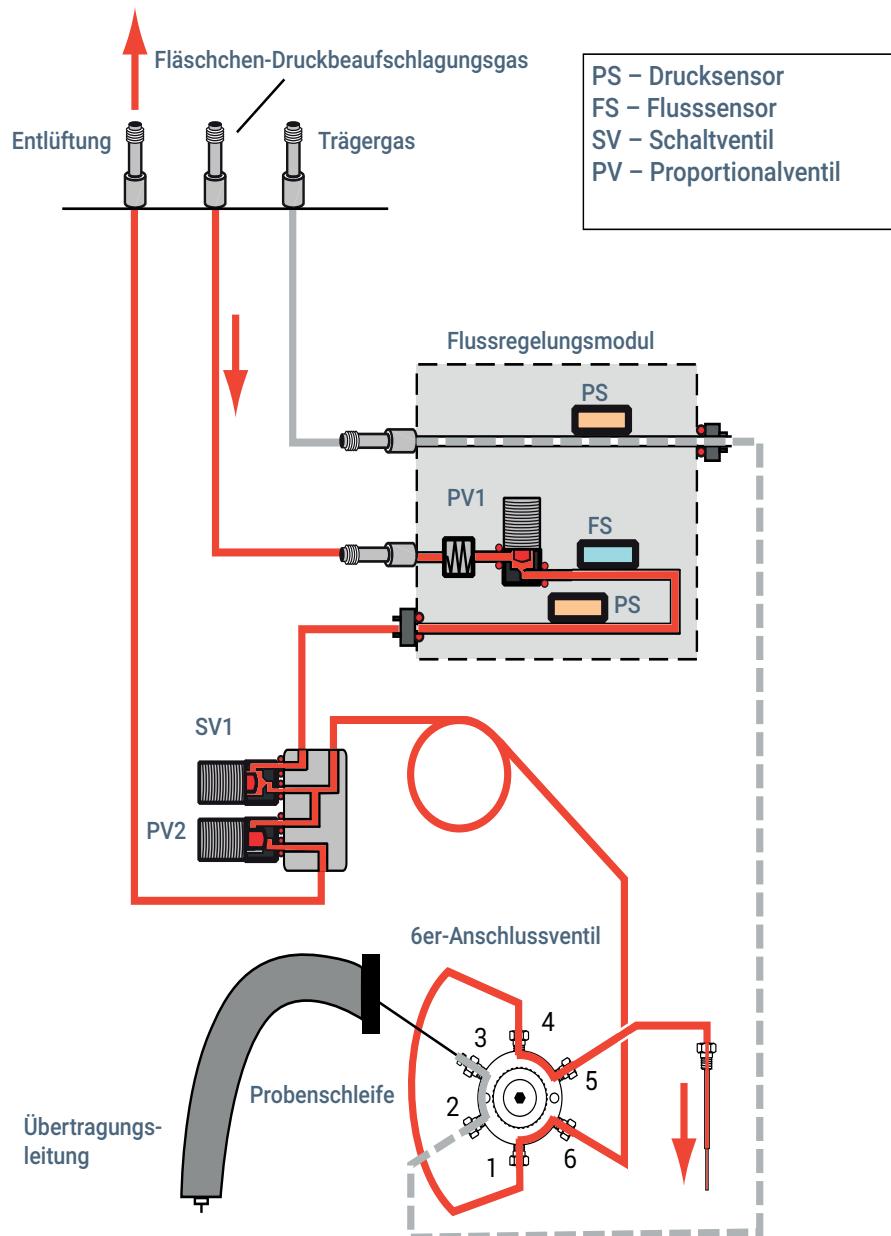


Abb.23. Flusspfade während der Spülzeit

Um die Entlüftungs- und Spülparameter einzustellen, gehen Sie zu **Method (Methode) > Headspace**, dann blättern Sie zu den Einstellungen für das Entlüften und Spülen. Diese Parameter werden nur übernommen, wenn Sie einen anderen Extraktion als einzeln verwenden. Bei Einzelextraktionen wird der Fläschchendruck stets während des Injektionszyklus entlüftet.

9 Methodenentwicklung

Weitere Parameter

Tabelle 12 Entlüftungs- und Spülparameter

Parameter	Anmerkungen
Entlüftungsdruck für Fläschchen nach der letzten Extraktion	Während eines Injektionszyklus, der einen GC-Lauf startet, wird der Restfläschchendruck entlüftet. Das Fläschchen wird für die nächste Extraktion erneut druckbeaufschlagt.
Entlüftungsdruck für Fläschchen zwischen Extraktionen	Wählen Sie aus, dass der Fläschchendruck zwischen den einzelnen Extraktionen entlüftet werden soll. Das Fläschchen wird für die nächste Extraktion erneut druckbeaufschlagt.
Spülflussamodus	Standard: Der HS spült die Probenschleife, die Entlüftung und die Probensonde mit Druckbeaufschlagungsgas mit einem Durchfluss von 100 ml/Minute für 1 Minute. Benutzerdefiniert: Geben Sie Spülflussrate und Zeit ein. Aus: Nicht empfohlen. Der HS spült zwischen den Proben nicht.
Spülfluss	Die vorgegebenen Zeit für die Gleichgewichtseinstellung des Fläschchens während der Fläschchen-Druckbeaufschlagung. Die Standard-Injektionszeit beträgt 0,50 Minuten.
Spülzeit	Die vorgegebene Zeit für das Spülen der Probensonde, der Schleife und der Entlüftung.

Sollten Sie eine Verschleppung feststellen, versuchen Sie, den Spülfluss oder die Spülzeit zu erhöhen, um alle verbleibenden Probendämpfe aus dem System zu entfernen.

Beachten Sie, dass der HS üblicherweise die Probensonde (einschließlich Probenschleife) und die Entlüftung in der ersten Hälfte der Spülzeit reinigt, dann wird das Entlüftungsventil geschlossen, um nur die Probensonde (und die Probenschleife) zu spülen. Wenn die Spülzeit zwischen 0,1 und 0,2 Minuten beträgt, werden in den ersten 0,1 Minuten die Entlüftung und die Probensonde gespült, in der verbleibenden Zeit nur die Sonde. Beträgt die Spülzeit weniger als 0,1 Minuten, spült der HS sowohl Probensonde als auch Entlüftung für die gesamte Zeit.

Weitere Parameter

Zusätzlich zu den oben beschriebenen Parametern werden die übrigen Methodenparameter des Headspace-Probengebers in den folgenden Abschnitten besprochen:

Extraktionsmodus

Dynamische Leckprüfung

Überblick über Methodenparameter

Sequenzaktionen der Methode

Verwendung der Parameter-Inkrementierung

Wenn Sie den optionalen Strichcode-Leser verwenden, stellen Sie die Arten von Strichcodes, die vom Touchscreen verwendet werden, unter **Settings (Einstellungen)** ein. Siehe „**Settings (Einstellungen) > Configuration (Konfiguration) > Headspace**“ auf Seite 62. In der Browseroberfläche erscheinen diese Einstellungen unter **Method (Methode) > Configuration (Konfiguration) > Headspace**.

9 Methodenentwicklung

Entwicklung und Verbesserung der Methode

Entwicklung und Verbesserung der Methode

Dieser Abschnitt erläutert, wie sich eine Methode anhand der verschiedenen Funktionen des 8697 HS verbessern lässt. Er bietet nützliche Tipps und Hintergrundinformationen, die Ihnen bei der Entwicklung von Methoden mit dem HS helfen werden. Es handelt sich nicht um eine allgemeine Erläuterung der Headspace Chromatographie, sondern eher um eine Sammlung von Informationen, um Ihnen bei der optimalen Nutzung des 8697 HS zu helfen.

Verwendung der Parameter-Inkrementierung

Ziel dieser anfänglichen Methode ist es, auf sichere Weise Ergebnisse zu erzielen - *jegliche* Ergebnisse. Sobald Sie festgestellt haben, dass eine Methode auf sichere Weise ausreichend Proben extrahiert, die vom GC (oder GC/MS) analysiert werden können, besteht der nächste Schritt üblicherweise darin, die Temperatur, Zeit und die Schüttelintensität für die Gleichgewichtseinstellung empirisch festzulegen, um sie optimal an Ihre Bedürfnisse anzupassen.

Dazu verwenden Sie die Parameter-Inkrementierungsfunktion des HS. Die Parameter-Inkrementierungsfunktion erhöht die Ofentemperatur, die Fläschchen-Gleichgewichtseinstellungszeit oder die Schüttelintensität für die Fläschchen um eine festgelegte Menge an aufeinanderfolgenden Läufen.

Verwendung der Parameter-Inkrementierung:

- 1 Stellen Sie über die Browseroberfläche eine Verbindung mit dem GC her.
- 2 Gehen Sie zur Registerkarte **Method (Methode)** und laden Sie die gewünschte Methode.
- 3 Blättern Sie zu **Miscellaneous (Sonstiges) (Method Development) (Methodenentwicklung)**.
- 4 Aktivieren Sie **Would you like to increment a method setting over subsequent runs? (Möchten Sie eine Methodeneinstellung über nachfolgende Läufe inkrementieren?)**.
- 5 Wählen Sie **Temperature (Temperatur), Vial shaking (Fläschchen schütteln)** oder **Vial equilibration hold time (Haltezeit für Fläschchen-Gleichgewichtseinstellung)**.
- 6 Geben Sie die entsprechenden Parameter ein. Unter „**Ofentemperatur**“, „**Zeit für Fläschchen-Gleichgewichtseinstellung**“ oder „**Fläschchen-Schlüsselintensität**“ finden Sie weitere Details.
- 7 Speichern Sie die Methode.
- 8 Legen Sie die Anzahl der erforderlichen Probenflächen fest.
 - Der Parameter wird inkrementiert, bis er die festgelegte Obergrenze überschreitet. (Ein Beispiel finden Sie in **Tabelle 13**.)
 - Teilen Sie den Bereich durch die Inkrementierung und runden Sie auf.
- 9 Bereiten Sie die Probenfläschchen vor und laden Sie diese in den Probenteller (oder das Karussell).
- 10 Erstellen Sie eine Sequenz, um jedes Probenfläschchen mit der Parameter-Inkrementierungsmethode laufen zu lassen.

9 Methodenentwicklung

Verwendung der Parameter-Inkrementierung

11 Starten der Sequenz.

- Der HS startet die Sequenz, lässt jeweils ein Fläschchen laufen und inkrementiert die ausgewählten Parameter mit jeder Wiederholung, bis er die festgelegte Obergrenze bei einem Parameter überschreiten würde.
- Die aktuellen Methodenparameter können Sie im Statusdisplay ansehen. Wenn der HS die Methodenparameter für jedes neue Fläschchen inkrementiert, wird der neue Wert als Sollwert für Temperatur, Zeit oder Schüttelintensität angezeigt.

Ofentemperatur

Bei der Inkrementierung der Ofentemperatur sollten Sie Folgendes berücksichtigen:

- Höhere Temperaturen verbessern allgemein die Peak-Bereich.
- Überschreiten Sie nicht den Siedepunkt des Lösungsmittels (oder Analyts).
- Eine Inkrementierung der Temperatur kann den Durchsatz erhöhen.
- Alle Heizzonen werden mit derselben Rate inkrementiert. Wenn eine Heizzone ihre maximale Temperatur erreicht (oder überschreiten würde), wird sie für die verbleibenden Fläschchen bei dieser maximalen Temperatur gehalten. Erwählen Sie beispielsweise eine Start-Ofentemperatur von 175 °C, eine Übertragungsleitungstemperatur von 200 °C und einer Probenschleifentemperatur von 190 °C. Bei einer Inkrementierung von 10 °C im fünften Lauf sollte die Probenschleifentemperatur bei 230 °C liegen, während die Ofentemperatur bei 215° liegen würde. Da die maximale Temperatur der Probenschleife überschritten würde, wird die Temperatur stattdessen bei 225 °C für den fünften und sechsten Lauf gehalten. Ein Beispiel finden Sie in **Tabelle 13** unten.

Tabelle 13 Beispieltemperaturen, in °C, während einer Parameter-Inkrementierung von 10 °C pro Schritt

Ofen	Übertragungsleitung	Probenschleife
175	200	190
185	210	200
195	220	210
205	230	220
215	240	225
225	250	225

- Die Fläschchen in diesem Fall laufen in Serien. Es gibt keine Überlappung, da die Ofentemperatur für jedes Fläschchen variiert.
- Fügen Sie keine Serie ein, die die Anzahl der verfügbaren Fläschchen im Probenteller überschreitet.

9 Methodenentwicklung

Fläschchengröße

Zeit für Fläschchen-Gleichgewichtseinstellung

Bei der Inkrementierung der Fläschchen-Gleichgewichtseinstellung sollten Sie Folgendes berücksichtigen:

- Eine Inkrementierung der Gleichgewichtseinstellungszeit, bei Erhöhung der Temperatur, würde mehr Lösungsmittel als Analyt einführen oder würde die Probe verschlechtern.
- In diesem Fall können sich die Fläschchen überlappen.
- Fügen Sie keine Serie ein, die die Anzahl der verfügbaren Fläschchen im Probenteller überschreitet.

Fläschchen-Schlüsselintensität

Bei der Inkrementierung der Fläschchen-Schüttelzeit sollten Sie Folgendes berücksichtigen:

- Die Fläschchen in diesem Fall müssen in Serien laufen, da die Schüttelintensität für jedes Fläschchen variiert.
- Das Schütteln ist am hilfreichsten bei Analyten mit hohen K-Werten, größeren Mengen von Flüssigproben und zähflüssigeren Flüssigproben.

Fläschchengröße

Der HS bestimmt die Fläschchengröße mithilfe des Greifers oder beim Laden des Fläschchens in die Probensonde.

Fläschchen schütteln

Der HS kann die Fläschchen im Ofen mit neun Stufen schütteln. Geben Sie **0** ein, um das Schütteln zu deaktivieren, oder **1** bis **9**, wobei 9 die höchste Schüttelstufe ist.

Eine höhere Schüttelintensität kann die Bereichszähler bei einer vorgegebenen Ofentemperatur erhöhen.

Probeschleifengröße

Konfigurieren Sie stets die korrekte Probeschleifengröße. Der HS kontrolliert bestimmte operative Parameter, wie die Befüllung der Probenschleife, basierend auf dem konfigurierten Probenschleifenvolumen.

Größere Schleifen können hilfreich sein, wenn sie Spurenanalysen an den Grenzen der Erkennbarkeit durchführen.

Kleinere Schleifen können bei der Peak-Wiedergabetreue helfen, wenn sie direkt mit der GC-Säule verbunden sind.

Fläschchen-Druckbeaufschlagung

Wie unter „**Statische Headspace-Probe mit Ventil und Schleife**“ auf Seite 10 beschrieben druckbeaufschlagt der HS das Fläschchen und entlüftet dann das Fläschchen während der Probenschleife auf Atmosphärendruck. Der HS kann die Rate der Gasübertragung durch die Schleife, den anfänglichen Kopfdruck innerhalb des Fläschchen und den verbleibenden Druck bei Ende der Probenentnahme steuern.

- Für wiederholbare Ergebnisse sollten Sie sicherstellen, dass das Fläschchen ausreichend Druck enthält, um die Probenschleife mehr als einmal auszufegen. Wenn das Fläschchen während der Wärmeausgleichung weniger als 70 kPa (10 psi) Druck entwickelt, sollten Sie das Hinzufügen zusätzlichen Gases erwägen, um diesen Druck zu erhöhen. Wenn der Fläschchendruck zu niedrig ist, kann dies zu Fehlern bei der Wiederholbarkeit oder zu geringen Peak-Bereichen führen (da nicht ausreichend Probe die Probenschleife erreicht).
- Der HS kann das Probenfläschchen mit drei unterschiedlichen Modi druckbeaufschlagen. Verwenden Sie einen Fläschchen-Druckbeaufschlagungsmodus, der für die Probe geeignet ist.
- Stellen Sie einen Ziel-Fläschchendruck ein, der höher als der während der Wärmeausgleichung entwickelte Druck ist. (Andernfalls entlüften Sie die Probe versehentlich!)

Fluss zu Druck

Dies ist der Standard-Fläschchendruckbeauftragungsmodus und geeignet für die meisten Analysen. Der HS verwendet eine feste Flussrate zur Druckbeaufschlagung des Fläschchens auf ein festgelegtes Maß. So wird das Fläschchen weniger „geschlagen“.

- Vermeiden Sie eine hohe Flussrate, wenn die Änderung am Fläschchendruck nur gering ist.
- Es stehen benutzerdefinierte Probenschleife-Fülloptionen zur Verfügung, wenn Sie diesen Modus verwenden.

Druck

In diesem Modus druckbeaufschlagt der HS das Fläschchen schnellstmöglich auf den Zielwert. Dieser Modus dupliziert den Prozess, der bereits von früheren Agilent Headspace-Probengebern (G1888 und 7694) verwendet wurde. Es stehen benutzerdefinierte Probenschleife-Fülloptionen zur Verfügung, wenn Sie diesen Modus verwenden.

Konstantes Volumen

In diesem Modus entwickelt das Fläschchen seinen natürlichen inneren Druck. Der HS-Probengeber führt dem Fläschchen dann ein festes Gasvolumen zu. In diesem Fall ist der tatsächliche finale Fläschchendruck unbekannt, da er vom Anfangsdruck und der Komprimierbarkeit des hinzugefügten Gasvolumens abhängig ist.

Da der interne Fläschchendruck unbekannt ist, schließt dieser Modus die Verwendung erweiterter Probenschleifen-Fülloptionen aus. Der HS bestimmt die beste Einstellung zum Befüllen der Probenschleife.

Dieser Modus ist hilfreich, wenn exakte Molekularmengen entscheidend sind.

Bei Verwendung dieses Modus ist es möglich, dass unzureichender Fläschchendruck entwickelt wird. Wenn der finale Fläschchendruck nach der Probe < 1 psi (ca. 7 kPa) beträgt, stoppt der HS die Probe, wenn die Probenschleife/der Fläschchendruck 1 psi erreicht.

9 Methodenentwicklung

Befüllen der Probenschleife

Befüllen der Probenschleife

Der HS bietet zwei Modi zum Befüllen der Probenschleife: **Default (Standard)** und **Custom (Benutzerdefiniert)**. Im Modus **Custom (Benutzerdefiniert)** können Sie die Menge des Fläschchendrucks, der zur Befüllung der Schleife verwendet wird, steuern, indem Sie finalen Restdruck der Probenschleife (des Fläschchens) sowie die Gradientenrate zum Befüllen der Probenschleife einstellen.

Ungeachtet des Modus sollten Sie vor Befüllen der Probenschleife ausreichen Fläschchendruck entwickeln oder hinzufügen. Das Befüllen der Schleife reagiert auf das Druckdifferenzial zwischen Fläschchen und Schleife (die zur Atmosphäre entlüftet werden). Siehe **Abbildung 24**. Bei einem sehr niedrigen anfänglichen Fläschchendruck, beispielsweise 7 kPa (1 psi), werden Sie bei der Übertragung der Probe zur Schleife mehr auf die Diffusion als auf den Gasfluss vertrauen. Die Ergebnisse werden darunter leiden.

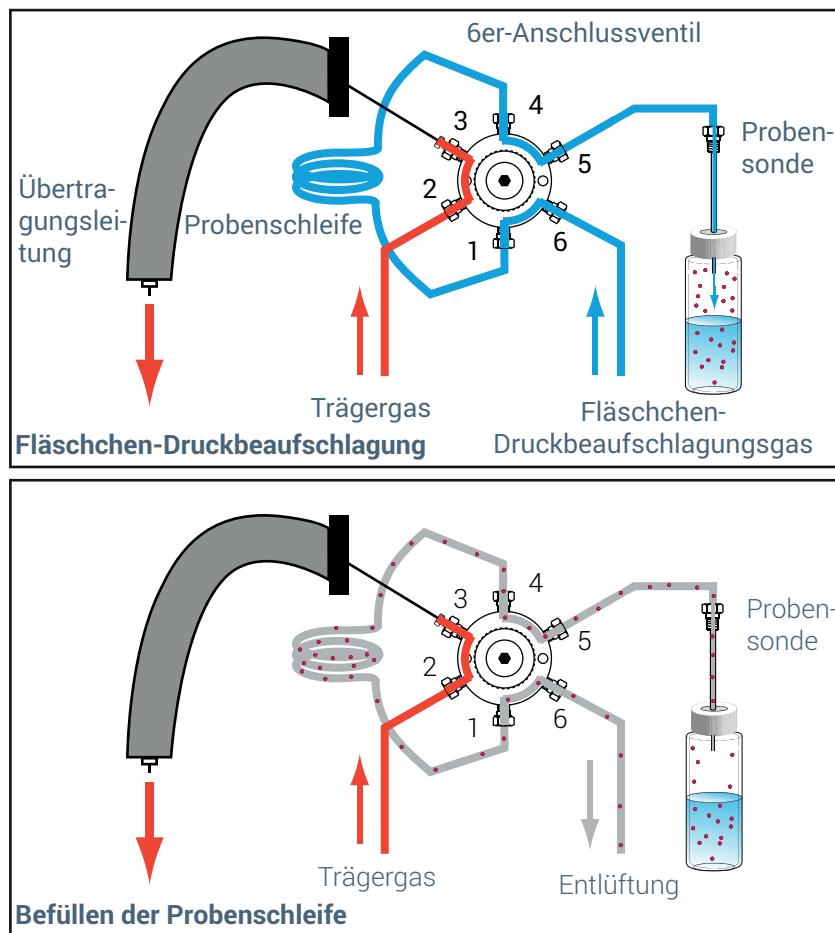


Abb.24. Befüllen der Probenschleife

Für einen guten, wiederholbaren Probentransport zur Schleife sollten Sie ausreichend Fläschchendruck entwickeln oder hinzufügen.

Wenn Sie mit einem niedrigen anfänglichen Fläschchendruck beginnen (< 70 kPa/10 psi), sollten Sie den Fläschchendruck erhöhen. Wenn sich die Ergebnisse oder die Wiederholbarkeit verbessern, war der Druck ausreichend zur Befüllung der Probenschleife.

9 Methodenentwicklung

Befüllen der Probenschleife

Standard

Dieser Modus sollte für viele Analysen ausreichen. Basierend auf dem anfänglichen Fläschchendruck (der bekannt ist, es sei denn, Sie verwenden den Druckbeaufschlagungsmodus **Constant Volume (Konstantes Volumen)**), berechnet der HS eine optimale Flussrate und den finalen Fläschchendruck zur Befüllung der Probenschleife. Der HS befüllt die Probenschleife mit dem Fläschchen, passt die Flussrate an, bis die Probenschleife mindestens einmal mit der Probe ausgekehrt wurde.

Wenn der anfängliche Fläschchendruck zu niedrig ist, nimmt der HS Anpassungen vor.

- Der finale Fläschchendruck darf nicht unter < 1 psi (6,9 kPa) bei NTP liegen.
- Bei Verwendung des Füllmodi kontantes Volumen für die Fläschchen ist es möglich, dass der entwickelte Fläschchendruck nicht ausreichend ist. Wenn der Fläschchendruck bei Start der Probe zu einem finalen Probenschleifen-/Fläschchendruck < 1 psi (~7 kPa) führen würde, stoppt der HS die Probe, wenn der Probenschleifen-/Fläschchendruck 1 psi erreicht.

Berechnung der Standardparameter für die Befüllung der Probenschleife durch den HS:

Der HS berücksichtigt die Fläschchengröße und die atmosphärischen Bedingungen bei der Berechnung des Standardvolumens der Probenschleife.

Fläschchengröße	Absoluter Druck	Gradientenrate
10 mL	Finaler Druck - 2/3 Anfangsdruck	40 psi/Min.
20 mL	Finaler Druck - 5/6 Anfangsdruck	20 psi/Min.

Der auf dem Instrument angezeigte NTP-Druck ist der Absolute Druck - 1 Standardatmosphäre

Anpassung

In diesem Modus können Sie die Rate festlegen, mit der die Schleife befüllt wird, den finalen Probenschleifendruck und eine Zeit, in der die Schleife nach dem Befüllen eine Gleichgewichtseinstellung vornimmt. Unter **Abbildung 24** finden Sie weitere Informationen.

Loop Ramp Rate (Schleifen-Gradientenrate): Die Rate des Druckabfalls vom Fläschchen und durch die Schleife. Wenn Sie vermuten, dass während der Schleifenbefüllung zu viel Probe verloren geht, sollten Sie die Flussrate senken.

Final Loop Pressure (Finaler Schleifendruck): Da die Probenschleife und das Fläschchen miteinander verbunden sind, gilt dies auch für den finalen Fläschchendruck. Der HS kann ein Vakuum bei einem Fläschchen erzeugen.

- Stellen Sie allgemein den Wert > 7 kPa (1 psi) ein.
- Der finale Druck sollte genug Druckabfall im Vergleich zum Anfangswert liefern, um sicherzustellen, dass die Probenschleife befüllt wird.
- Bei einem Wert von 0 steuert der HS die Probenschleifenbefüllung, bis der Druck der Probenschleife (und des Fläschchens) 1 psi erreicht (etwa 6,9 kPa). Dann wird das Entlüftungsventil vollständig geöffnet. Der HS steuert an diesem Punkt das Probensystem nicht. Wenn der Druck 0 in Bezug auf die Atmosphäre erreicht, wird das Entlüftungsventil geschlossen. Die Verwendung dieser Einstellung liefert möglicherweise keine wiederholbaren Ergebnisse.

9 Methodenentwicklung

Extraktionsmodus

- Bei einem Wert zwischen 0 und 1 psi (etwa 6,89 kPa) erscheint eine Warnung. Der HS wird versuchen, die Entlüftung auf diesen Wert zu steuern, aber es kann zu Verlusten bei der Wiederholbarkeit oder der Probe kommen.

Loop Equilibration (Schleifen-Gleichgewichtseinstellung): Stellen Sie eine Zeit für die Stabilisierung der Probenschleife nach der Befüllung ein.

Mögliche Probleme

- Bei Verwendung einer kleinen Probenschleife und bei kleinen Peak-Bereichen könnten die Schleife übermäßig ausgekehrt werden. Wenn die Differenz zwischen dem Anfangs- und dem finalen Fläschchendruck zu groß für die Probenbedingungen und die Schleifengröße ist, könnte zu viel Probe durch die Schleife zur Entlüftung fließen. Reduzieren Sie den Fläschchendruck oder senken Sie die Differenz zwischen dem Anfangs- und dem finalen Druck (was die Zeit reduziert, in der das Headspace-Volumen die Probenschleife auskehrt).
- Bei Verwendung einer großen Probenschleife und bei kleinen Peak-Bereichen kehren Sie möglicherweise nicht genügend Probe in die Schleife. Erhöhen Sie den Fläschchendruck oder stellen Sie einen geringeren finalen Schleifendruck ein (was die Dauer erhöht, für die das Headspace-Volumen die Probenschleife auskehrt).

Extraktionsmodus

Es stehen drei (3) Extraktionsmodi zur Verfügung: **Single (Einzel)**, **Multiple (Mehrfach)** und **Concentrated (Konzentriert)**. Unter „**Sequenzen, Extraktionsmodi und Fläschcheneinstiche**“ auf Seite 53 finden Sie eine detaillierte Beschreibung des HS-Verhaltens für jeden Modus.

Einzelextraktion

In diesem Modus führt der HS eine Gleichgewichtseinstellung für das Fläschchen durch, punktiert es einmal, befüllt die Probenschleife (eine „Extraktion“) und startet dann einen Lauf, während die Probe in den GC injiziert wird.

Wenn ein Fläschchen mehr als einmal in einer Sequenz erscheint, wird es vollständig neu verarbeitet (ob im Einzelmodus oder mithilfe des Agilent Datensystems).

Mehrfachextraktionen

Zwei typische Beispiele für die Verwendung der Mehrfachextraktion sind kinetische Studien und die Kalibration.

Beachten Sie, dass das Fläschchen nur einmal während der Extraktionen punktiert wird.

Konzentrierte Extraktionen

Dieser Modus kann für Spurenanalysen hilfreich sein, wenn sich Probe im GC-Einlass oder anderen Filtern ansammeln kann, ehe sie auf die GC-Säule gekehrt wird. Dieser Modus erfordert die Verwendung eines Multimodus-Einlasses oder eines anderen Filtertyps.

Optimierung des Durchsatzes

Der HS verwaltet seine Zeiteinstellungen automatisch, um den Durchsatz der übermittelten Proben vor ihrer Verarbeitung zu maximieren. Beim Start einer Sequenz vergleicht der die für jedes Fläschchen verwendeten Methoden und legt dann fest, wie und wann das einzelne Fläschchen im Ofen platziert wird, um Leerlaufzeiten zwischen den GC-Läufen zu minimieren. Die Analyse ist abhängig von:

- den HS-Zeitparametern (Wartezeiten, Gleichgewichtseinstellungszeiten und so weiter).
- der Genauigkeit der eingegebenen GC-Zykluszeit
- der Anzahl der anschließenden Proben in der Sequenz, die dieselbe Methode verwendet
- den Unterschieden in den HS-Parametern zwischen den einzelnen Methoden
- Unterschieden zwischen der aktuellen GC-Laufzeit und den eingegebenen Werten für die HS-Parameter, wie Trägergasfluss oder Druckprogramme

Die HS-Durchsatzanalyse berücksichtigt keine weiteren GC-Einstellungen, wie Änderungen der GC-Ofentemperatur oder der Einlasstemperatur. Der HS kann keine MS-Lösungsmittelwartezeit oder andere externe Ereignisse berücksichtigen, die nach dem Abschluss des GC-Laufs eintreten. Sie müssen diese fehlenden Zeiten im Parameter **GC Cycle (GC-Zyklus)** einfügen, wenn sie entscheidend sind. Nehmen wir beispielsweise an, Sie programmieren die Temperatur am Einlass. Der Einlass muss vor dem nächsten Lauf abkühlen. Dies dauert einige Zeit, in der der GC Nicht betriebsbereit ist und der HS Proben im Ofen haben kann. Ist die Kühlzeit zu lang, wären die Proben zu lang im HS-Ofen und würden die Sequenzaktion **System Not Ready (System nicht bereit)** auslösen. In diesem Fall müssten Sie den **GC Cycle (GC-Zyklus)** erhöhen.

Praktiken für eine mögliche Erhöhung des Durchsatzes:

- Gruppenproben, die ähnliche HS-Ofentemperatur und Schüttelintensität verwenden.
- Ordnen Sie die Proben so an, dass ein Aufheizen verhindert wird, und kühlen Sie dann den HS-Ofen. Analysieren Sie Proben, um die HS-Ofentemperatur zu erhöhen.

Praktiken, die Durchsatz möglicherweise reduzieren:

- Das Einfügen von aufeinander folgenden Zeilen in der Sequenz, die die Parameter des HS-Ofens oder der Schüttelintensität verändern.
- Das Einfügen von aufeinander folgenden Sequenzzeilen, die ein Abkühlen des HS-Ofens, dann das Aufheizen und ein erneutes Abkühlen erfordern.

Einrichten für eine neue Methode

Auch wenn der HS Sequenzen ausführen kann, die viele Methoden enthalten, müssen alle Methoden, die während einer einzelnen HS-Sequenz verwendet werden, Folgendes gemeinsam haben:

- Identische Probenschleifengröße
- Identische Gastypen

Alle übrigen Parameter, darunter die Fläschchengröße, können zwischen den Proben in der Sequenz variieren.

Alle Proben, die eine andere Probenschleifengröße oder einen anderen Gastypen erfordern, können nicht zur selben Zeit wie Proben für diese andere Methode ausgeführt werden. Installieren Sie die notwendige Hardware und konfigurieren Sie den HS neu.

Durchführen von Blindanalysen

Führen Sie nach der Entwicklung einer Methode stets mehrere Blindanalysenläufe durch. Verwenden Sie Blindanalysen, um nach Verschleppungen zu suchen. Wird eine Verschleppung gefunden, beseitigen Sie diese. Vergleichen Sie hierzu das Handbuch zur *Problembehebung*.

Frühzeitige Warnung für anstehende Wartungsaufgaben

HS Frühzeitige Warnung für anstehende Wartungsaufgaben 104

Dieses Kapitel erläutert die Funktionen der frühzeitigen Warnung für anstehende Wartungsaufgaben des Headspace-Probengebers.

HS Frühzeitige Warnung für anstehende Wartungsaufgaben

Der HS ergänzt die EMF-Funktionen des GC um mehrere Zähler, die sich auf dem Touchscreen oder der Browseroberfläche unter **Maintenance (Wartung) > Headspace** befinden. **Tabelle 14** Unten zeigt die Verbrauchsmaterialien, die vom HS nachverfolgt werden, sowie die Ereignistypen, die der HS zur Überwachung der Verbrauchsmaterialien verwendet. Der HS überwacht beispielsweise die Nutzung der Übertragungsleitung, indem die Injektionszyklen gezählt werden.

Tabelle 14 Zähler des 8697

Komponente	Zähler
Greiferpads	Greiferbewegungen Probenteller
Einschaltzeit Headspace	Betriebszeit des Instruments
Analysezahl des Headspace	Injektionszyklen
Sonde	Injektionszyklen
Probenschleife	Injektionszyklen
6er-Anschlussrotor	Injektionszyklen
6er-Anschlussventil	Injektionszyklen
Übertragungsleitung	Injektionszyklen
Probentellerkalibrierung	Betriebszeit des Instruments
Entlüftungsrohrleitung	Injektionszyklen
Entlüftungsventil	Injektionszyklen

Bevor Sie mit einer Sequenz beginnen, überprüft der GC die HS EMF Zähler auf die verfügbare Lebensdauer. Wenn eine Sequenz ausgeführt wird, löst einer der EMF-Zähler eine Service-Warnung aus und der GC zeigt eine Warnmeldung an, verhindert aber nicht die Ausführung der Sequenz.

Sie können die HS EMFs wie jede andere EMF am GC einstellen, zurücksetzen oder deaktivieren. In der Hilfe des GC finden Sie weitere Informationen zur Verwendung der EMFs.