

Échantillonneurs d'espace de tête Agilent 8697

Fonctionnement



Notices

© Agilent Technologies, Inc. 2023

Conformément aux lois internationales relatives à la propriété intellectuelle, toute reproduction, (y compris le stockage électronique, la récupération ou la traduction dans une langue étrangère) de ce manuel, sous quelque forme et par quelque moyen que ce soit, est interdite sauf consentement écrit préalable de la société Agilent Technologies, Inc.

Référence du manuel

G4511-93004

Édition

Deuxième édition, avril 2023

Première édition, février 2021

Imprimé aux États-Unis ou en Chine

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

Garantie

Les informations contenues dans ce document sont fournies « en l'état » et pourront faire l'objet de modifications sans préavis dans les éditions ultérieures. De plus, dans toute la mesure autorisée par les lois applicables, Agilent décline toute garantie expresse ou implicite en ce qui concerne ce manuel et toute information qu'il contient y compris – mais sans que cela soit limitatif – tout type de garantie implicite de valeur marchande et d'adéquation à une application particulière. Agilent ne saurait en aucun cas être tenue pour responsable des erreurs ou des dommages incidents ou consécutifs, liés à la fourniture, à l'utilisation ou à l'exactitude de ce document ou aux performances de tout produit Agilent auquel il se rapporte. Si Agilent et l'utilisateur sont liés par un contrat écrit séparé dont les termes de garantie concernant ce document sont en conflit avec les termes ci-dessus, les termes de la garantie du contrat séparé auront priorité.

Mentions de sécurité

ATTENTION

La mention ATTENTION indique un risque. Il attire l'attention sur une procédure, une manipulation ou autre opération qui, si elle n'est pas suivie ou effectuée de manière conforme, risque d'endommager le produit ou de conduire à des pertes de données importantes. En présence de la mention ATTENTION, il convient de s'interrompre tant que les conditions indiquées n'ont pas été parfaitement comprises et satisfaites.

AVERTISSEMENT

Une mention AVERTISSEMENT signale un danger. Si la procédure, le procédé ou les consignes ne sont pas exécutés correctement, les personnes encourgent des risques de blessures ou de décès. En présence de la mention AVERTISSEMENT, il convient de ne pas continuer tant que les conditions indiquées n'ont pas été parfaitement comprises et respectées.

Table des matières

1 Introduction

Introduction	8
Techniques d'espace de tête	9
Échantillonnage statique de l'espace de tête à l'aide d'une vanne et d'une boucle	10
L'Échantillonneur d'espace de tête Agilent 8697	13
A propos de ce manuel	14
Découverte de l'échantillonneur d'espace de tête	15
Voyant d'état	16
Bouton et témoin de position de rangement	16

2 Procédure de fonctionnement

Procédure de fonctionnement courant	18
Procédure de développement de méthodes	19

3 Consommables

Consommables d'analyse de l'espace de tête	22
--	-----------

4 Flacons d'échantillon

Types de flacons d'échantillon	26
Septa et capsules de flacons d'échantillon	27
Etiquettes de flacons	28
Codes-barres pris en charge	29
Remplissage des flacons d'échantillon	30
Fermer un flacon d'échantillon	31
Fermer un flacon d'échantillon à l'aide d'un sertisseur électronique	31
Fermer un flacon d'échantillon à l'aide d'un sertisseur manuel	32
Vérifications visuelles du sertissage des flacons	33
Vérifier le sertissage correct à l'aide du test d'étanchéité du flacon utilisateur	34
Placer le porte-échantillons en position de rangement ou le retirer	35
Installer un rack de flacons	36
Charger un échantillon dans le porte-échantillons	37

5 Paramètres de méthode de l'échantillonneur

Paramètres de méthode de l'échantillonneur	40
Interface utilisateur locale	41
Interface du navigateur	42
Résumé des paramètres de méthode	43
Déterminer du temps de cycle du CPG	46
Déterminer du temps de cycle du CPG	46
Valider du temps de cycle du CPG	47
Spécifications et fonctionnement de la plaque de refroidissement	48
Température	48
Source de refroidissement	48
Conditions environnementales et condensat	49

6 Séquences d'espace de tête

Qu'est-ce qu'une séquence d'espace de tête ?	52
Séquences, mode d'extraction et percements de flacon	53
Séquences et débit	54
Échantillons prioritaires	55
Paramètres de la séquence de la méthode	56
Types de problèmes de séquence traités	56
Actions disponibles	56
Lors de l'utilisation d'un SM	57
Actions de séquence de l'interface du navigateur et du système de données	58
Arrêter, abandonner ou interrompre temporairement une séquence en cours d'exécution	59
État du flacon	60

7 Paramètres

Paramètres d'espace de tête	62
Paramètres> Configuration > Espace de tête	62
Paramètres> Étalonnage > Espace de tête	63
Paramètres > Mode Service > Espace de tête	67
Paramètres > Programmateur : Economie d'énergie	67

8 Fonctionnement de l'échantillonneur d'espace de tête 8697

Comment l'échantillonneur traite un flacon d'échantillon	70
Comment l'échantillonneur équilibre un flacon	71
Comment l'échantillonneur pressurise un flacon	72
Débit de pressurisation	72
Pression	72
Volume constant	73
Contrôle dynamique des fuites	73
Comment l'échantillonneur remplit la boucle d'échantillonnage (extrait un échantillon)	74
Mode de remplissage de la boucle par défaut	74
Mode de remplissage de la boucle personnalisé	74
Types d'extractions et d'injections de l'échantillonneur	75
Extraction standard	77
Extractions multiples de l'échantillonneur	77
Extractions concentrées de l'échantillonneur	78
Évacuation de la pression résiduelle du flacon	78
Comment l'échantillonneur réduit la contamination	79

9 Method development (Développement de méthodes)

Généralités	82
Étudier l'échantillon et la matrice	83
Théorie de l'analyse de l'espace de tête	83
Impact de K et rapport de phase	84
Étudier l'injecteur du CPG	86
Charger une méthode similaire	87
Modification de la nouvelle méthode	88
Températures	88
Durées	88
Flacon et boucle	89
Modes de remplissage	90
Ventilation et purge	91
Autres paramètres	92
Développement et amélioration de la méthode	93
Utilisation de l'incrément de paramètre	93
Taille de flacon	95
Agitation du flacon	95
Taille de la boucle d'échantillonnage	95

Pressurisation du flacon	96
Remplissage de la boucle d'échantillonnage	97
Mode d'extraction	99
Optimisation du débit	100
Configuration d'une nouvelle méthode	101
Effectuez des analyses à blanc	102
10 Retour d'informations sur la maintenance précoce	
Retour d'informations sur la maintenance précoce de l'échantillonneur	104

Introduction

Introduction	8
Techniques d'espace de tête	9
Échantillonnage statique de l'espace de tête à l'aide d'une vanne et d'une boucle	10
A propos de ce manuel	14
Découverte de l'échantilleur d'espace de tête	15

Ce chapitre présente l'instrument Échantilleur d'espace de tête Agilent 8697, en identifiant les principaux composants et les techniques générales d'échantillonnage de l'espace de tête.

1 Introduction

Introduction

Introduction

L'analyse de l'espace de tête est une technique permettant d'analyser les composés volatils d'une matrice d'échantillonnage. Cette analyse consiste à échantillonner le volume ambiant au-dessus d'une matrice d'échantillonnage, où les composés volatils existent sous forme gazeuse à des niveaux prévisibles.

L'analyse de l'espace de tête est utile dans les situations où :

- La substance à analyser devient volatile à des températures inférieures à 300°C.
- la matrice d'échantillonnage est un solide, une pâte ou un liquide difficile à injecter dans un injecteur de CPG ;
- il est difficile de préparer les échantillons pour faciliter l'injection de liquide.
- Les composants non volatils de l'échantillon sont dangereux. (Dans l'analyse de l'espace de tête, l'échantillon ne touche physiquement qu'un flacon d'échantillon jetable.)

L'analyse de l'espace de tête offre plusieurs avantages par rapport aux méthodes d'injection traditionnelles :

- Simplification de la préparation des échantillons. L'échantillon n'a pas à être traité dans un liquide injectable.
- Analyse directe d'un large éventail de matrices d'échantillonnage (solides, pâtes, liquides et gaz).
- Les colonnes offrent une plus longue durée de vie, avec un minimum de maintenance. Le volume de l'espace de tête au-dessus de la matrice d'échantillonnage est plus propre que la matrice. En injectant moins de contaminants, la colonne d'analyse dure plus longtemps et nécessite moins de maintenance (découpe, dégazage, remplacement du protège-colonne, etc.).
- Haute précision.
- La température du four de l'espace de tête peut être réglée pour exclure sélectivement les composants plus lourds de l'analyse. Cela permet de raccourcir les programmes de four et les refroidissements de four et de prolonger la durée de vie de la colonne.

1 Introduction

Techniques d'espace de tête

Techniques d'espace de tête

Pour le moment, il existe trois techniques principales pour effectuer l'analyse de l'espace de tête.

Échantillonnage dynamique de l'espace de tête : Cette technique, qui fait généralement partie d'un système de purge et de piégeage, utilise un flux continu de gaz vecteur pour purger les composants volatils de la matrice d'échantillon. Ces substances sont généralement piégées dans un adsorbant. Après un certain temps, le piège est chauffé, libérant les composés absorbés, qui sont balayés dans l'injecteur du CPG.

Échantillonnage statique de l'espace de tête : Cette technique utilise un conteneur d'échantillons fermé et un système d'échantillonnage. Après avoir placé la matrice d'échantillon dans le flacon d'échantillonnage scellé, la matrice d'échantillon est chauffée pendant une durée spécifiée, au cours de laquelle le flacon peut également être agité pour aider à entraîner les composés volatils de la matrice dans le volume d'espace de tête. À l'issue d'une durée spécifiée, le flacon est percé, pressurisé et une quantité de vapeurs d'espace de tête est retirée et injectée dans l'injecteur du CPG.

Micro-extraction en phase solide : Dans cette technique, une sonde avec un adsorbant est placée dans un flacon contenant la matrice de l'échantillon. Les substances à analyser adsorbent dans la sonde d'échantillonnage. L'utilisation de différents adsorbants permet d'analyser les différents composés (tout en ignorant les autres). À l'issue d'une durée spécifiée, la sonde est chauffée pour libérer les substances, qui sont balayées dans la colonne du CPG.

1 Introduction

Échantillonnage statique de l'espace de tête à l'aide d'une vanne et d'une boucle

Échantillonnage statique de l'espace de tête à l'aide d'une vanne et d'une boucle

Il existe deux techniques principales d'échantillonnage statique d'espace de tête, *le transfert de pression* et *la vanne et la boucle*. (Une troisième technique, l'injection manuelle à l'aide d'une seringue étanche aux gaz, ne fournit pas de résultats facilement reproductibles.)

Le système de vanne et de boucle, utilisé dans le 8697, chauffe et agite également le flacon pendant une durée spécifiée. Cependant, le système Agilent utilise une boucle d'échantillonnage de volume connu pour recueillir l'échantillon. Les étapes de prélèvement pour le système de vanne et de boucle sont les suivantes :

1 Introduction

Échantillonnage statique de l'espace de tête à l'aide d'une vanne et d'une boucle

- 1 Une sonde aiguille perfore le flacon.
- 2 L'échantillonneur pressurise le flacon avec du gaz. Voir la **Figure 1**.

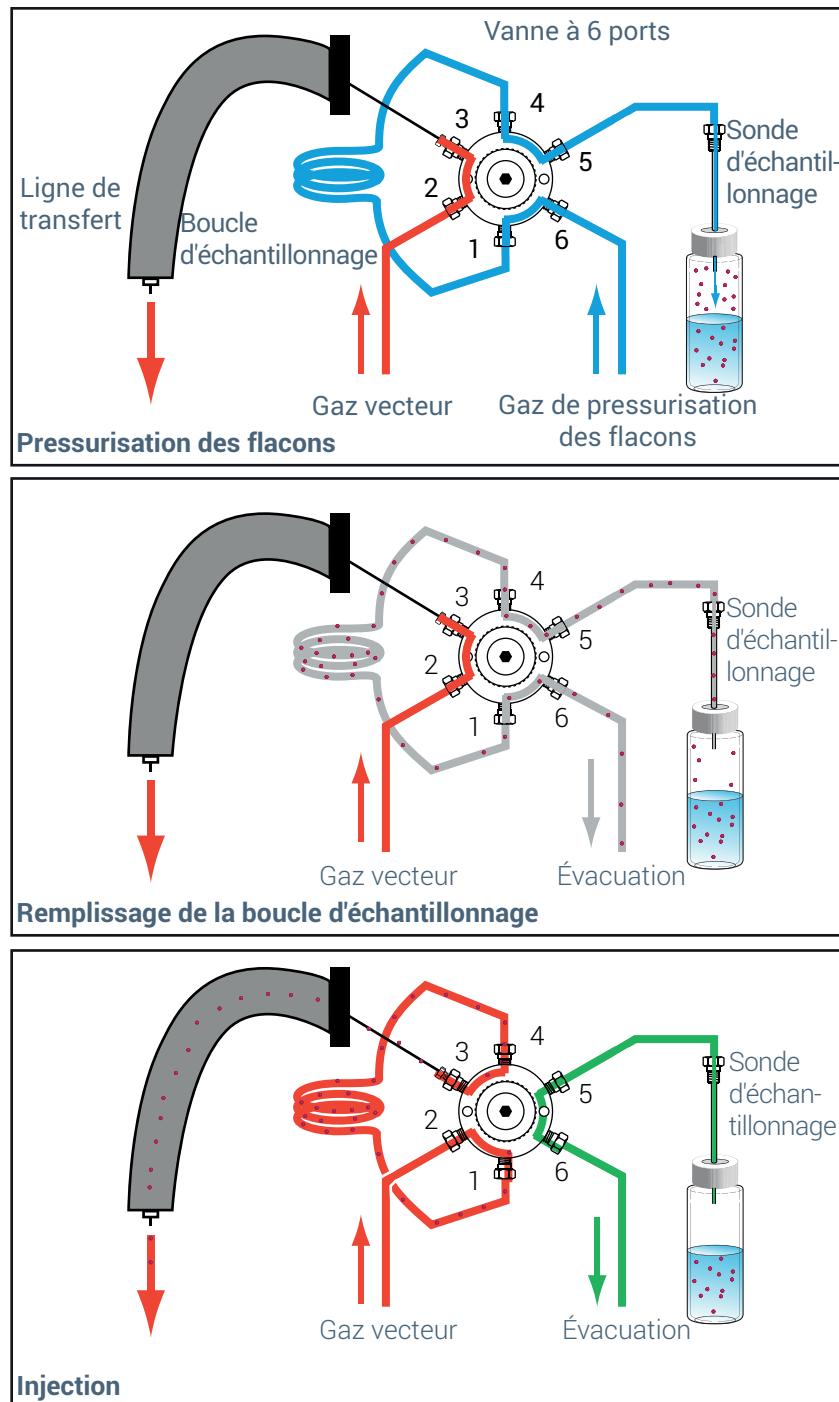


Figure 1. Phases d'échantillonnage et d'injection du système de vanne et de boucle

1 Introduction

Échantillonnage statique de l'espace de tête à l'aide d'une vanne et d'une boucle

- 3 Après l'équilibrage de la pression, les gaz du flacon sous pression s'échappent par la boucle d'échantillonnage, remplissant la boucle d'échantillon. Notez que le flacon s'évacue à la pression atmosphérique dans ce cas, et non à la pression élevée de la tête de colonne. De plus, le 8697 peut contrôler le débit de gaz dans la boucle d'échantillonnage de sorte que l'échantillonnage se termine avant que le flacon ne dépressurise complètement.
- 4 Une fois la boucle d'échantillonnage équilibrée, la vanne bascule et la boucle d'échantillonnage fait partie du chemin d'écoulement dans l'injecteur du CPG. Le gaz vecteur balaie la quantité d'échantillon connue dans l'injecteur du CPG pour analyse.

1 Introduction

L'Échantillonneur d'espace de tête Agilent 8697

L'Échantillonneur d'espace de tête Agilent 8697

Le Échantillonneur d'espace de tête Agilent 8697 est un système d'échantillonnage d'espace de tête à vanne et boucle offrant une capacité de 48 ou 120 flacons (porte-échantillons XL). L'échantillonneur utilise un four à 12 flacons pour équilibrer les échantillons à température. Dans la mesure où le temps de maintien le plus long correspond généralement au temps de stabilisation, l'utilisation d'un four à plusieurs flacons permet à l'échantillonneur de plus forte capacité d'augmenter le rendement en stabilisant plusieurs flacons en même temps.

L'échantillonneur 8697 est contrôlé par l'écran tactile du CPG, l'interface du navigateur ou la connexion au système de données. Il étend les paramètres existants du CPG pour inclure les paramètres de la méthode d'échantillonneur, les paramètres de configuration, le suivi des commentaires de maintenance précoce, les entrées de journal, les affichages d'état actuel, etc. L'échantillonneur 8697 est un composant CPG intégré.

Pour faire la distinction entre les entrées d'état du CPG et celles de l'échantillonneur, l'écran tactile et les écrans d'état de l'interface du navigateur préparent **l'espace de tête** pour distinguer les entrées d'échantillonneur des entrées CPG. Ainsi, l'écran tactile peut afficher la température du four d'échantillonneur 8697 comme **Température du four de l'espace de tête** et la température du four CPG n'aura pas de préfixe ni d'annotation. Par exemple, voir la figure ci-dessous.

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

Figure 2. Exemples d'éléments d'état de l'espace de tête

1 Introduction

A propos de ce manuel

A propos de ce manuel

Ce manuel décrit les concepts et les tâches nécessaires au fonctionnement de routine de l'échantillonneur d'espace de tête, ainsi que les informations nécessaires pour effectuer des tâches plus avancées et développer des méthodes.

1 Introduction

Découverte de l'échantillonneur d'espace de tête

Découverte de l'échantillonneur d'espace de tête



Figure 3. Vue avant

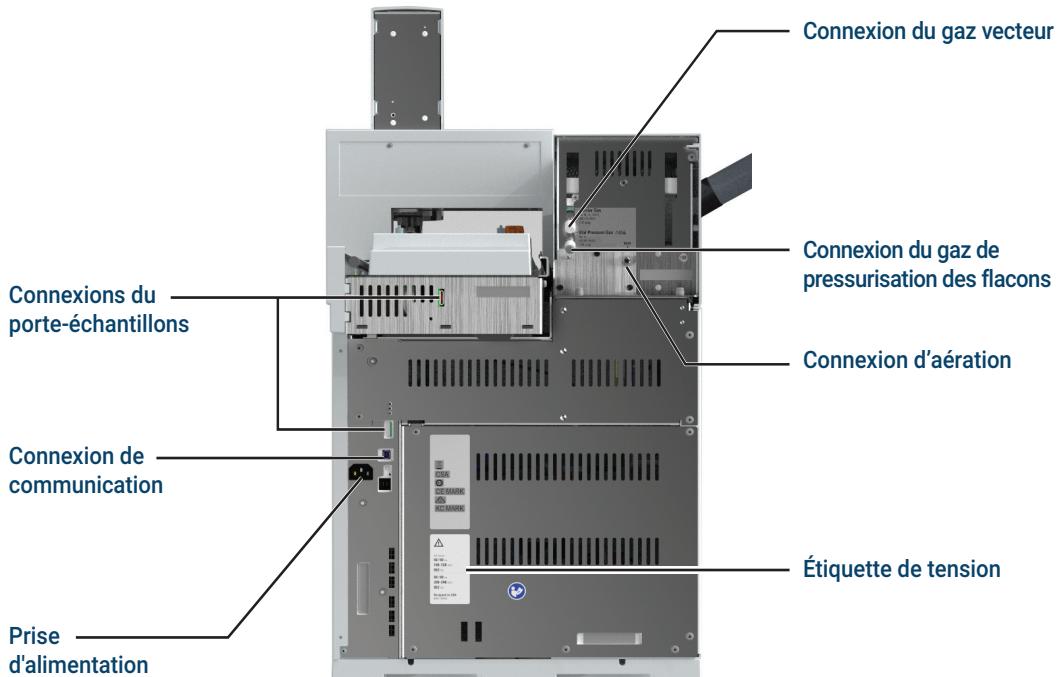


Figure 4. Vue arrière

1 Introduction

Voyant d'état

Voyant d'état

Le panneau avant de l'échantillonneur d'espace de tête comprend un voyant d'état qui vous permet de déterminer rapidement son état général et sa disponibilité. Le voyant change de couleur en fonction de l'état actuel de l'échantillonneur d'espace de tête.

- Vert : indique que l'échantillonneur d'espace de tête est prêt à fonctionner.
- Jaune : indique que l'échantillonneur d'espace de tête n'est pas prêt à fonctionner. L'appareil est sous tension, mais tous les paramètres n'ont pas atteint les réglages définis en vue de son utilisation. Un message d'avertissement (ou autre) peut être émis. Vérifiez l'écran tactile du CPG pour plus d'informations.
- Rouge : indique une erreur ou un autre problème grave. Un message d'erreur (ou autre) peut être émis. Vérifiez l'écran tactile du CPG pour plus d'informations. L'échantillonneur d'espace de tête ne pourra pas être utilisé tant que le problème n'aura pas été résolu.

En plus du voyant d'état, des renseignements détaillés sur l'état s'affichent sur l'écran tactile du CPG connecté et via l'interface du navigateur du CPG.

Bouton et témoin de position de rangement

Le bouton de rangement de l'échantillonneur comprend également un voyant témoin. Lorsqu'il est allumé, le porte-échantillons est en position de repos et l'échantillonneur n'est pas prêt.

Pour placer le porte-échantillons en position de rangement ou le retirer, appuyez sur le bouton **Park**. Voir la **"Placer le porte-échantillons en position de rangement ou le retirer"** à la page 35.

Procédure de fonctionnement

Procédure de fonctionnement courant 18

Procédure de développement de méthodes 19

Cette section décrit la procédure de base d'utilisation de l'échantillonneur d'espace de tête.

2 Procédure de fonctionnement

Procédure de fonctionnement courant

Procédure de fonctionnement courant

La **Figure 5** présente de façon synthétique la procédure de fonctionnement normale pour l'analyse d'espace de tête. Cette procédure suppose que l'échantillonneur d'espace de tête est configuré et que les méthodes et échantillons sont connus.

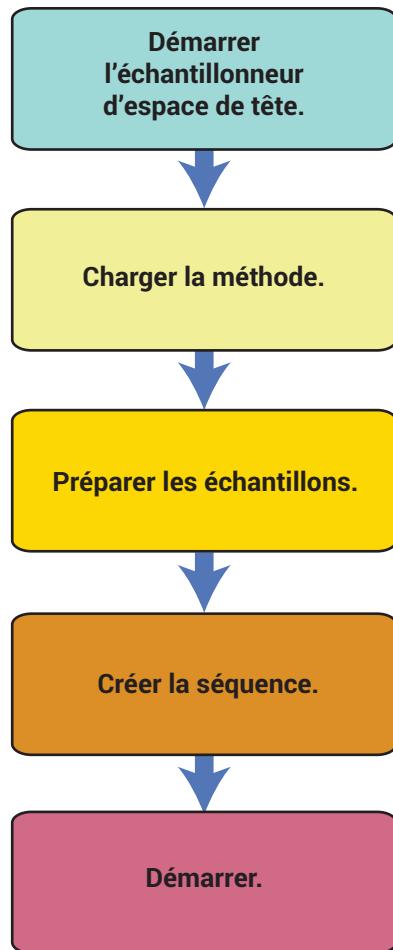


Figure 5. Procédure courante d'analyse d'espace de tête

2 Procédure de fonctionnement

Procédure de développement de méthodes

Procédure de développement de méthodes

La **Figure 6** présente de façon synthétique la procédure de développement de méthodes. Pour plus de détails sur le développement de méthodes, voir **“Method development (Développement de méthodes)”** à la page 81.

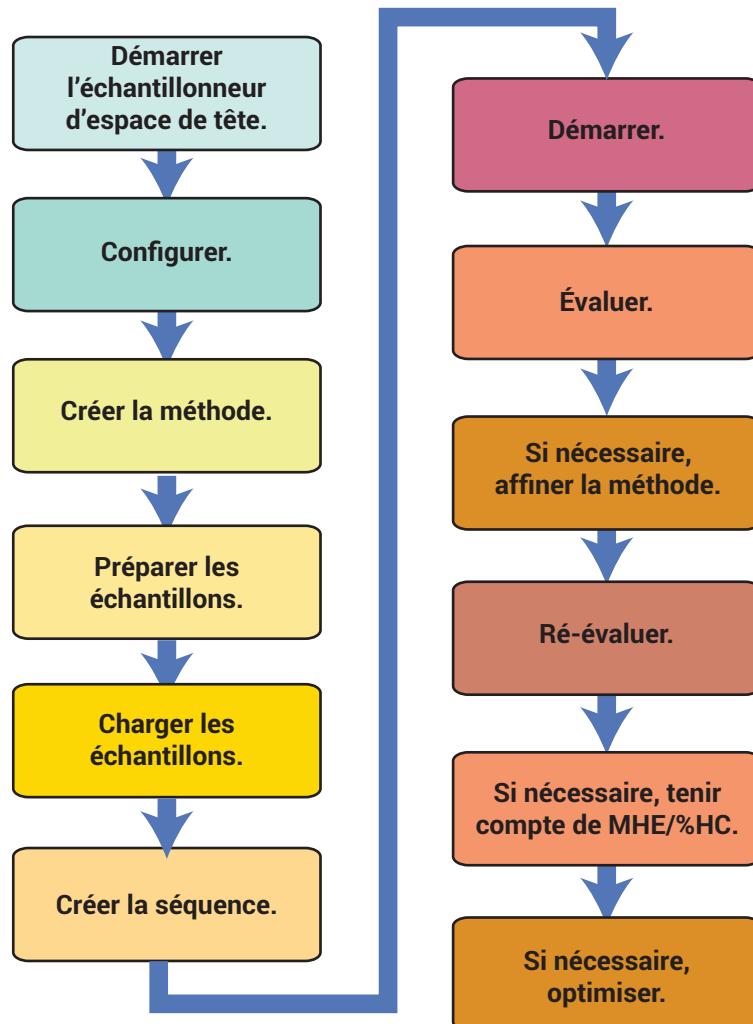


Figure 6. Procédure de développement de méthodes

2 Procédure de fonctionnement

Procédure de développement de méthodes

Consommables

Consommables d'analyse de l'espace de tête 22

La présente section dresse la liste des pièces les plus fréquemment utilisées (notamment flacons et boucles d'échantillonnage) pour le fonctionnement courant de l'Échantillonneur d'espace de tête Agilent 8697. Reportez-vous au présent manuel ou au manuel de **maintenance** pour connaître les procédures de remplacement de ces pièces.

3 Consommables

Consommables d'analyse de l'espace de tête

Consommables d'analyse de l'espace de tête

Les tableaux suivants dressent la liste des consommables les plus fréquents pour l'échantillonneur d'espace de tête et l'analyse de l'espace de tête. Pour connaître les dernières pièces disponibles, rendez-vous sur le site d'Agilent à l'adresse www.agilent.com.

Tableau 1 Fournitures et étalons pour l'échantillonneur d'espace de tête

Description	Référence
Kit de test d'étanchéité Comprend :	
Ferrule pleine	5181-7458
Septum 11 mm à faible prélèvement, 5/paquet	5182-3413
Flacon de test d'étanchéité	G4511-20180
Raccord d'adaptation 1/8-de pouce	0100-1526
Raccord ZDV acier inoxydable 1/16-de pouce (obturateur de vanne à 6 ports)	G6600-80039
Rack à plateaux de flacons, 8697	G4511-60402
Etiquettes de racks à plateaux de flacons	
Étiquettes de rack 1	G4511-90401
Étiquettes de rack 2	G4511-90402
Étiquettes de rack 3	G4511-90403
Étiquettes de rack 4	G4511-90404
Étiquettes de rack 5	G4511-90405
Filtre Gas Clean de recharge, gaz vecteur (utilisé pour le gaz de pressurisation du flacon)	CP17973
Coupe-colonne, lame en céramique	5181-8836
sonde d'échantillonnage, désactivée	G4556-63825
Vanne 6 ports, rotor de remplacement, série WT, 300 psi, 350 °C	1535-4952
Rondelle de fixation pour la boucle d'échantillonnage, 1 de chaque :	G4556-20177
1 de chaque utilisé avec les boucles d'échantillonnage de 0,025, 0,05 et 0,10 ml	
2 de chaque utilisés avec les boucles d'échantillonnage de 0,5 et 1,0 ml	
1 de chaque utilisés avec les boucles d'échantillonnage de 3,0 ml	
Rondelle de fixation pour la boucle d'échantillonnage, 1 de chaque :	G4556-20178
1 de chaque utilisé avec les boucles d'échantillonnage de 0,025, 0,05 et 0,10 ml	
Manchon d'injecteur à utiliser avec l'accessoire de ligne de transfert HS	
Manchon droit 2,0 mm ultra inerte	5190-6168
Étalons	
Echantillon OQ/PV pour espace de tête	5182-9733

3 Consommables

Consommables d'analyse de l'espace de tête

Tableau 2 Pièces de ligne de transfert de l'échantillonneur d'espace de tête

Description	Référence
Composants de la ligne de transfert	
Septum de ligne de transfert (9 mm)	5183-4801
Férule, polyamide, graphite, 5/paquet	
0,53 mm, 1/32 de pouce pour tubulure DE 0,50 x 0,80 mm	0100-2595
0,4 mm de diamètre interne, pour les colonnes jusqu'à 250 µm de diamètre interne	5190-1437
Ecrou de septum, ligne de transfert, pour injecteurs avec/sans division et multimode	G3452-60845
Ecrou d'obturation, 1/16 pouce, acier inoxydable	01080-83202
Écrou et raccord union réducteur pour raccordement de vanne à 6 ports et ligne de transfert, 1/16 de pouces à 1/32 de pouces	0100-2594
Lignes de transfert	
Silice fondu désactivée, 250 µm x 5 m	160-2255-5
Silice fondu désactivée, 320 µm x 5 m	160-2325-5
Silice fondu désactivée, 450 µm x 5 m	160-2455-5
Silice fondu désactivée, 530 µm x 5 m	160-2535-5
Acier inoxydable ProSteel désactivé, longueur 5 m	160-4535-5
Manchon pour tubes ProSteel, 5 m de long	4177-0607
Pièces pour la connexion à l'interface pour produits volatils	
Férule, 0,4 mm VG cond ,25 col Ing 10/paquet	5062-3508
Férule, 0,5 mm VG cond ,32 col Ing 10/paquet	5062-3506
Férule, 0,8 mm VG cond ,53 col Ing 10/paquet	5062-3538

Tableau 3 Boucles d'échantillonnages pour échantillonneur d'espace de tête

Description	Référence
Boucle d'échantillonnage, inerte	
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, certifiée	G4556-80126
2,0 mL	G4556-80107
3,0 mL	G4556-80108
3,0 mL, certifiée	G4556-80128
5,0 mL	G4556-80109

3 Consommables

Consommables d'analyse de l'espace de tête

Tableau 4 Flacons et capsules pour espace de tête

Description	Référence
Flacons à fond plat certifiés	
Flacons à fond plat certifiés pour espace de tête, 20 mL, 100/paquet	5182-0837
Flacons à fond plat certifiés pour espace de tête, 10 mL, 100/paquet	5182-0838
Capsules d'espace de tête 20 mm, avec septum	
Capsule sertie en aluminium certifié pour espace de tête, septum PTFE/Si, 20 mm, 100/paquet	5183-4477
Kits de flacons pour espace de tête	
Kit de flacons	5182-0840
Flacons à fond plat 20 ml, sommet d'espace de tête serti, capsules serties en une pièce argent aluminium avec dispositif de sécurité, septum silicone PTFE/blanc, 100/paquet	
Capsuleurs et décapsuleurs	
Sertisseur électronique haute puissance A-Line, avec alimentation, mâchoires de 20 mm	5191-5624
Sertisseur électronique A-Line pour capsules de 20 mm	5191-5615
Décapsuleur électronique A-Line pour capsules de 20 mm	5191-5613
Sertisseur manuel ergonomique pour capsules de 20 mm	5040-4669
Décapsuleur manuel ergonomique pour capsules de 20 mm	5040-4671

Tableau 5 Pièces de rechange de la plaque de refroidissement

Description	Référence
Ensemble pour rack de flacons métallique (5)	G4512-60402
Tube d'égouttement du refroidisseur	G4522-20540
Bac d'égouttement secondaire	G4556-40680
Ensemble écrou et ferrule, 1/4 de pouce, laiton	5080-8752
Écrou, 1/4 de pouce, laiton	0100-0056
Raccord traversant, 1/4 de pouce	G4522-20500
Pince, flexible, 0,468-0,531 po ou 0,22 po de large	1400-3298

Flacons d'échantillon

Types de flacons d'échantillon	26
Septa et capsules de flacons d'échantillon	27
Etiquettes de flacons	28
Remplissage des flacons d'échantillon	30
Fermer un flacon d'échantillon	31
Placer le porte-échantillons en position de rangement ou le retirer	35
Installer un rack de flacons	36
Charger un échantillon dans le porte-échantillons	37

Cette section décrit la procédure de sélection des flacons d'échantillon, la préparation des échantillons et la manipulation des flacons à l'aide de l'échantillonneur d'espace de tête Agilent 8697.

4 Flacons d'échantillon

Types de flacons d'échantillon

Types de flacons d'échantillon

L'échantillonneur d'espace de tête accepte les flacons d'échantillon de 10, 20 et 22 ml. Définissez la taille des flacons dans la méthode. La taille des flacons peut varier entre chaque nouvelle méthode utilisée dans une séquence, mais pas dans une même méthode. L'utilisation d'une taille de flacon différente de celle attendue par la méthode provoque une exception d'exécution.

L'échantillonneur utilise des flacons en verre clair ou brun munis de capsules à sertir, ou encore des flacons munis de capsules à vis. Choisissez des flacons en verre brun pour les échantillons photosensibles. Les deux types se déclinent avec des fonds plats ou arrondis. Consultez votre catalogue Agilent pour connaître les consommables et fournitures correspondant aux types de flacons acceptables, ou rendez-vous sur le site Web d'Agilent à l'adresse www.agilent.com. Les flacons d'échantillon incompatibles peuvent entraîner des erreurs de pince-flacons.

Les flacons doivent être conformes aux caractéristiques présentées à la **Figure 7**.

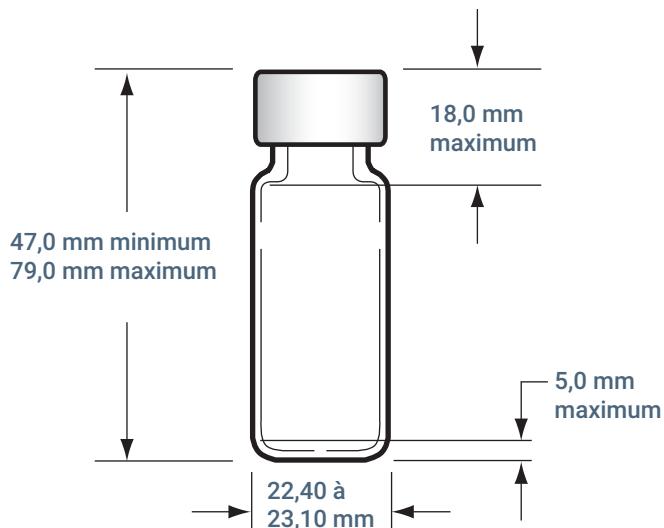


Figure 7. Tailles de flacon prises en charge

Evitez de réutiliser les flacons. Ils risquent de se briser plus facilement s'ils sont utilisés plus d'une fois.

4 Flacons d'échantillon

Septa et capsules de flacons d'échantillon

Septa et capsules de flacons d'échantillon

Il existe différents types de septa utilisés avec les capsules à sertir et les capsules à vis, chaque septum possédant différentes caractéristiques de fermeture et de résistance aux solvants.

Matière de septum	Compatible avec	Incompatible avec	Rescellable	Température maximale*
PTFE/butylcaoutchouc	Résistance PTFE jusqu'à perforation ; le septum ou le joint présentera donc la compatibilité du caoutchouc (ACN, acétone, DMF, alcools, diéthylamine, DMSO, phénols)	Solvants chlorés, hydrocarbures aromatiques, hydrocarbures, sulfure de carbone	Correct	< 125 °C
PTFE/caoutchouc de silicone	Résistance PTFE jusqu'à perforation ; le septum aura la compatibilité du silicone (alcool, acétone, éther, DMF, DMSO)	ACN, THF, benzène-chloroforme, pyridine, toluène, hexane, heptane	Moyen	< 180 °C
PTFE haute température/silicone	Résistance PTFE jusqu'à perforation ; le septum aura la compatibilité du silicone (alcool, acétone, éther, DMF, DMSO)	ACN, THF, benzène-chloroforme, pyridine, toluène, hexane, heptane	Moyen	< 300 °C

* Environ Voir les recommandations du fabricant

Les capsules de flacons sont fournies avec ou sans sécurité interne, laquelle permet d'évacuer la pression interne du flacon si elle dépasse environ 310 kPa (45 psi).

En règle générale, n'utilisez pas plusieurs fois les mêmes capsules à sertir ou septa pour effectuer l'analyse de l'espace de tête.

Reportez-vous également au site Web Agilent à l'adresse www.agilent.com pour connaître les types de flacons acceptables.

4 Flacons d'échantillon

Etiquettes de flacons

ATTENTION

Assurez-vous que l'étiquette et l'encre utilisées sont capables de supporter la chaleur du four sans se dégrader.

Si vous utilisez des étiquettes, l'étiquette doit être conforme aux dimensions ci-dessous. Si vous utilisez également le lecteur de code à barres en option (G4527A), les étiquettes de code doivent respecter les dimensions générales applicables aux étiquettes, en plus des exigences de placement spécifiées.

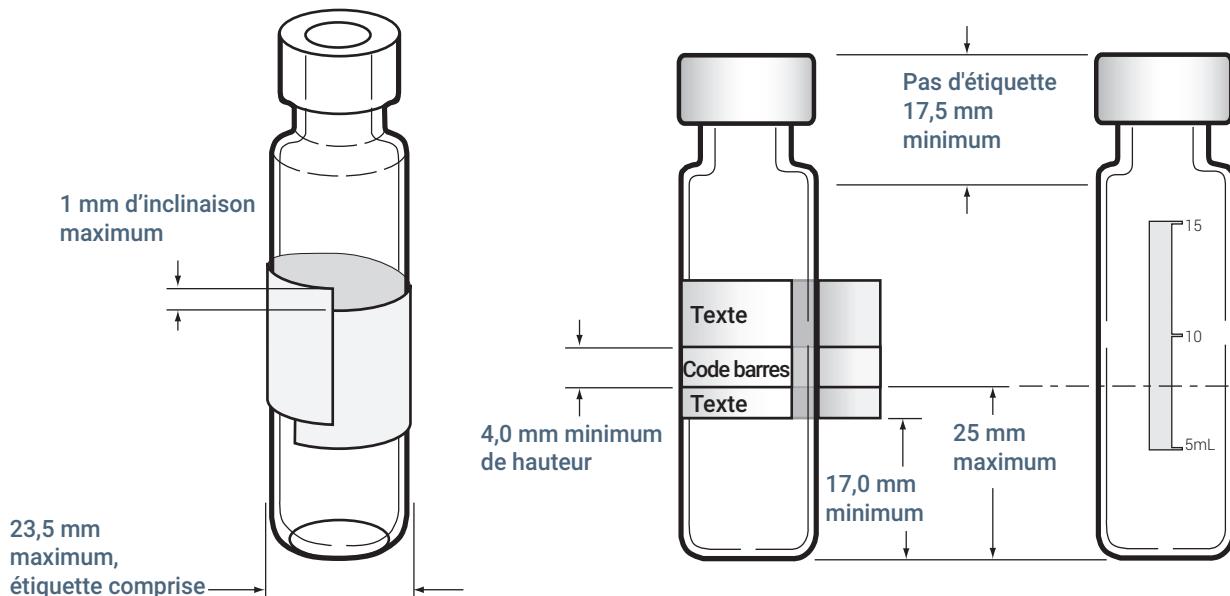


Figure 8. Spécifications des étiquettes et codes à barres des flacons (illustration d'un flacon de 20 ml)

ATTENTION

Pour garantir le bon fonctionnement du pince-flacons, il est primordial de respecter les dimensions de flacons d'échantillon recommandées. L'utilisation de flacons et d'étiquettes ne respectant pas ces spécifications peut nuire au fonctionnement du pince-flacons. La garantie ou le contrat de maintenance ne couvre pas les demandes d'assistance ou réparations résultant de l'utilisation de flacons et étiquettes non conformes.

Pour confirmer l'emplacement de l'étiquette, insérez un flacon étiqueté dans le lecteur de code à barres. Accédez à **Diagnostics > Espace de tête > Actions manuelles > Lire le code-barres**. Le lecteur de code à barres tentera de lire le code à barres du flacon.

En outre, les étiquettes de code doivent :

- Être résistantes à la chaleur (pour éviter toute dégradation ou combustion lorsqu'elles sont chauffées)
- Utilisez une finition mate ou non brillante. Les étiquettes de code brillantes peuvent refléter la lumière ambiante de la pièce et interférer avec le lecteur.

4 Flacons d'échantillon

Codes-barres pris en charge

Codes-barres pris en charge

Le lecteur de codes-barres peut lire l'une des symbologies suivantes :

- Code 3 de 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 Flacons d'échantillon

Remplissage des flacons d'échantillon

Remplissage des flacons d'échantillon

De manière générale, remplissez les flacons d'échantillon à moitié ou moins. Bien que les quantités d'échantillon puissent varier en fonction de l'analyse, ne remplissez pas les flacons au-delà de la limite maximale indiquée à la **Figure 9**. Un remplissage correct des flacons permet d'éviter tout contact entre la sonde d'échantillonnage et la matrice au cours de l'échantillonnage. Si vous avez besoin d'autres échantillons, utilisez un flacon plus grand ou optimisez la méthode de façon à en améliorer les résultats. Pour de plus amples informations, reportez-vous à la section "**Method development (Développement de méthodes)**" à la page 81.

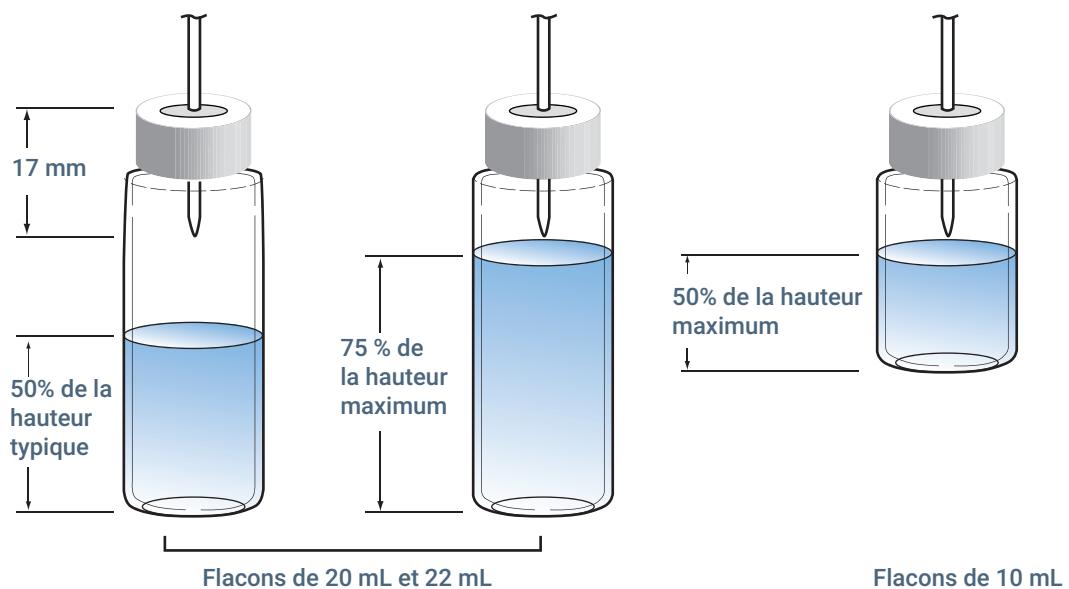


Figure 9. Limites de remplissage des flacons

4 Flacons d'échantillon

Fermer un flacon d'échantillon

Fermer un flacon d'échantillon

Le flacon doit être correctement scellé afin d'éviter que les gaz de l'espace de tête ne s'échappent prématûrement. Pour sceller les flacons à bouchon serti, utilisez une pince à sertir conçue pour les flacons d'espace de tête munis de capsules de 20 mm. Des capsules vissées et des flacons à bouchon vissé sont également disponibles. Voir la **“Consommables d'analyse de l'espace de tête”** à la page 22.

Lors de la fermeture des flacons à l'aide d'un sertisseur :

- 1 Commencez par effectuer des essais sur des flacons vides jusqu'à ce que les sertissages soient acceptables. Voir **“Fermer un flacon d'échantillon à l'aide d'un sertisseur électronique”** ou **“Fermer un flacon d'échantillon à l'aide d'un sertisseur manuel”**.
- 2 Préparez cinq (5) flacons de test qui contiennent l'échantillon à analyser.
- 3 Utilisez le **Test d'étanchéité du flacon utilisateur** intégré à l'EET pour vérifier si les flacons sont bien scellés, puis pour recevoir un seuil de taux de fuite suggéré pour la méthode. (Si vous faites le test avec des flacons vides, il ne peut pas suggérer de seuil de taux de fuite utile mais évalue si les capuchons sont bien scellés.) Voir **“Vérifier le sertissage correct à l'aide du test d'étanchéité du flacon utilisateur”**.

Fermer un flacon d'échantillon à l'aide d'un sertisseur électronique

Les sertisseurs électroniques présentent plusieurs avantages par rapport aux sertisseurs manuels :

- Ils sont faciles à placer et conservent un paramètre de sertissage (le paramètre est généralement numérique).
- Ils effectuent des sertissages réguliers, indépendamment de l'opérateur ou de sa force.
- Ils sertissent facilement les capuchons de flacon en acier.

Pour utiliser un sertisseur électronique, consultez ses instructions.

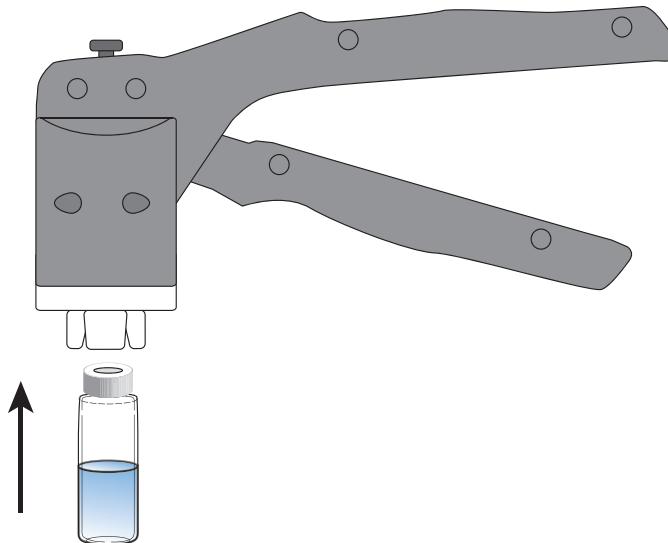
- 1 Avant de commencer, nettoyez les surfaces internes des mâchoires de la pince à sertir.
- 2 Si vous utilisez des septa et des capsules séparés, placez un septum dans une capsule du flacon en positionnant le côté en PTFE face au flacon. Prenez soin de ne pas contaminer le septum.
- 3 Placez la capsule à l'envers sur une table.
- 4 Placez l'échantillon dans le flacon. (La plupart des flacons ne devraient pas être remplis à plus de la moitié, bien que certains puissent être remplis aux trois-quarts. Voir la section **“Remplissage des flacons d'échantillon”**.)
- 5 Placez l'ensemble septum et capsule sur l'embouchure du flacon.
- 6 Fermez le flacon comme décrit dans les instructions du sertisseur électronique.
- 7 Vérifiez que chaque flacon est correctement serti. Voir **“Vérifications visuelles du sertissage des flacons”**.

4 Flacons d'échantillon

Fermer un flacon d'échantillon à l'aide d'un sertisseur manuel

Fermer un flacon d'échantillon à l'aide d'un sertisseur manuel

- 1 Avant de commencer, nettoyez les surfaces internes des mâchoires de la pince à sertir.
- 2 Si vous utilisez des septa et des capsules séparés, placez un septum dans une capsule du flacon en positionnant le côté en PTFE face au flacon. Prenez soin de ne pas contaminer le septum.
- 3 Placez la capsule à l'envers sur une table.
- 4 Placez l'échantillon dans le flacon. (La plupart des flacons ne devraient pas être remplis à plus de la moitié, bien que certains puissent être remplis aux trois-quarts. Voir la section **"Remplissage des flacons d'échantillon"**.)
- 5 Placez l'ensemble septum et capsule sur l'embouchure du flacon.
- 6 Placez le flacon dans la pince à sertir.
- 7 En appliquant une pression lente et régulière, appuyez sur le levier de la pince à sertir pour sceller le flacon (appuyez sur le levier jusqu'à ce qu'il touche la vis d'ajustage).



- 8 Vérifiez que chaque flacon est correctement serti. Voir **"Vérifications visuelles du sertissage des flacons"**.

4 Flacons d'échantillon

Vérifications visuelles du sertissage des flacons

Vérifications visuelles du sertissage des flacons

Vérifiez que chaque flacon est correctement serti.

La **Figure 10** présente les montages correct et incorrect des capsules de flacon.

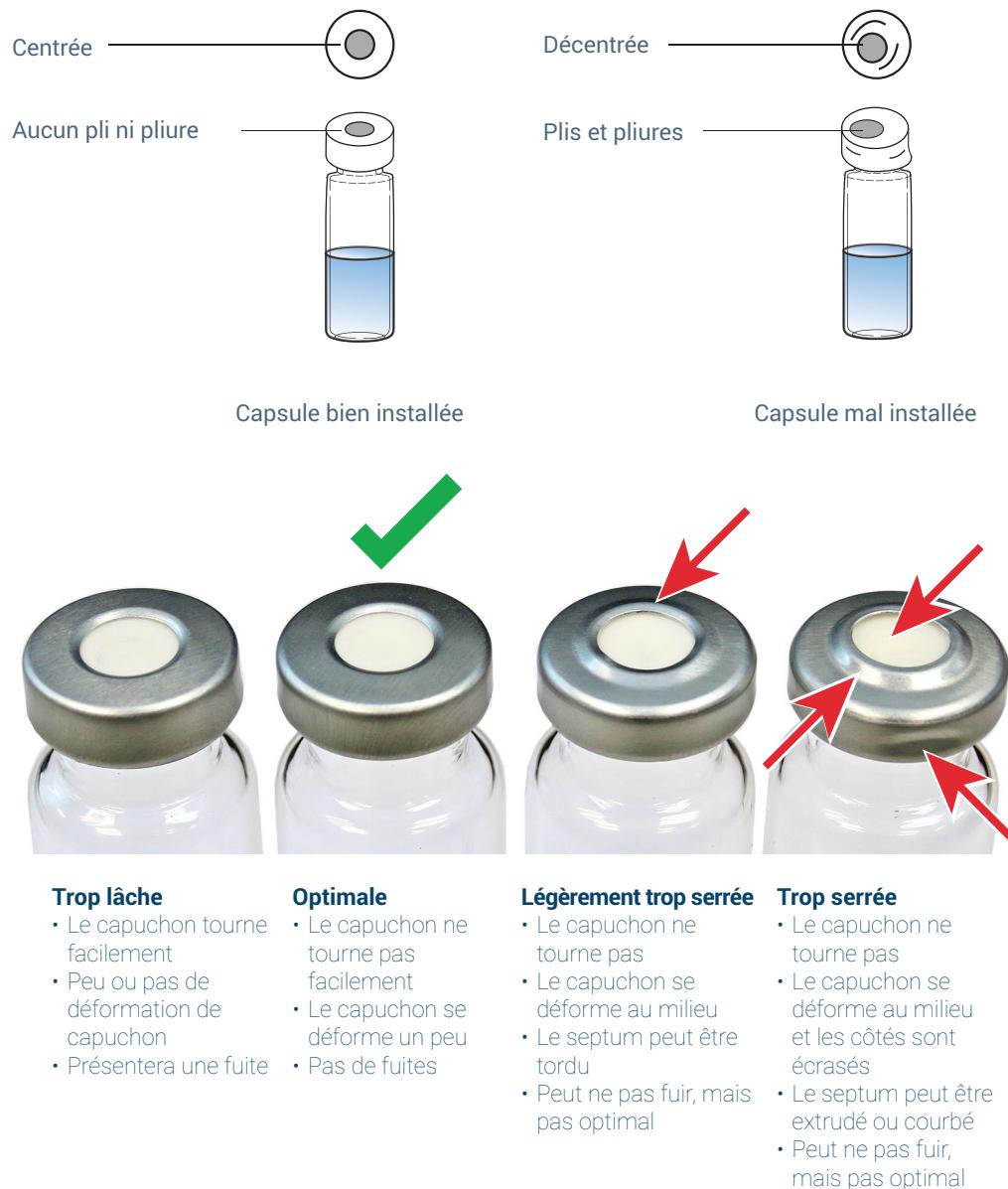


Figure 10. Exemples de capsules de flacon bien et mal installées

- Vérifiez qu'il n'y a pas de plis ni de pliures sur la partie de la capsule qui recouvre le dessous du collet du flacon. Pour éliminer les plis et les pliures, tournez le flacon sur 10° environ et sertissez à nouveau la capsule. Tournez la vis d'ajustage de la pince à sertir vers la droite pour relâcher le sertissage.

4 Flacons d'échantillon

Vérifier le sertissage correct à l'aide du test d'étanchéité du flacon utilisateur

- La capsule doit être serrée à la main. Si la capsule est lâche, tournez la vis d'ajustage de la pince à sertir vers la gauche pour renforcer le sertissage. Sertissez à nouveau la capsule. Si la capsule est trop serrée, le septum sera déformé et le flacon pourrait fuit.
- Vérifiez sur chaque capsule que le septum est bien plat et centré sur le dessus du flacon.
 - Si le septum n'est pas plat, retirez la capsule, tournez la vis d'ajustage de la pince à sertir vers la droite et recommencez.
 - Si la capsule n'est pas centrée, retirez la capsule et vérifiez que la nouvelle capsule est bien à plat sur le dessus du flacon avant de la sertir.

Notez qu'un sertissage excessif exerce une pression supplémentaire sur la capsule et le flacon.

Vérifier le sertissage correct à l'aide du test d'étanchéité du flacon utilisateur

La meilleure façon de déterminer si la pince à sertir est correctement réglée et si les flacons sont correctement fermés est d'utiliser le test intégré de l'instrument.

- 1 Tout d'abord, créez une manipulation flacon vide fermé comme décrit dans **“Fermer un flacon d'échantillon à l'aide d'un sertisseur électronique”** ou **“Fermer un flacon d'échantillon à l'aide d'un sertisseur manuel”**. Inspectez-le pour vous assurer qu'il semble acceptable. Le flacon doit ressembler au flacon optimal décrit dans la **Figure 10**. Si ce n'est pas le cas, réglez le sertisseur et créez d'autres flacons de test vides jusqu'à obtenir un flacon qui semble optimal.
- 2 Sur l'écran tactile du CPG ou dans l'interface du navigateur, accédez à **Diagnostics > Tests de diagnostic > Espace de tête > Test d'étanchéité du flacon utilisateur**.
- 3 Lancez le test.
- 4 Suivez les invites pour préparer des flacons d'échantillons et exécuter le test. (Vous pouvez remplir 5 flacons en utilisant l'échantillon que vous souhaitez analyser.) Si les flacons réussissent le test, enregistrez le réglage utilisé pour fermer les flacons et utilisez-le pour les prochains. Si les flacons échouent au test d'étanchéité, réglez le sertisseur et répétez le test avec de nouveaux flacons.

Lors de l'utilisation de flacons de test contenant un échantillon, notez que le **test d'étanchéité du flacon utilisateur** pourra également suggérer le seuil de taux de fuite pour la méthode. Si vous le souhaitez, éditez la méthode pour utiliser le seuil de taux de fuite suggéré.

Si vous remplacez les outils de sertissage ou si vous constatez des fuites avec un nouveau lot de flacons, de septa ou de capsules, exécutez à nouveau ce test.

4 Flacons d'échantillon

Placer le porte-échantillons en position de rangement ou le retirer

Placer le porte-échantillons en position de rangement ou le retirer

Lorsque le porte-échantillons est en position de rangement, le portique du porte-échantillons est en position de sécurité. Dans cette position, vous pouvez charger les flacons dans les racks ou installer et retirer des racks de l'échantillonneur d'espace de tête.

Appuyez sur le bouton Park pour mettre le porte-échantillons en position de rangement. Le bouton Park s'allume pour indiquer que le porte-échantillons est en position de rangement.

Appuyez à nouveau sur le bouton Park pour retirer le porte-échantillons de sa position de rangement et le préparer à l'emploi.

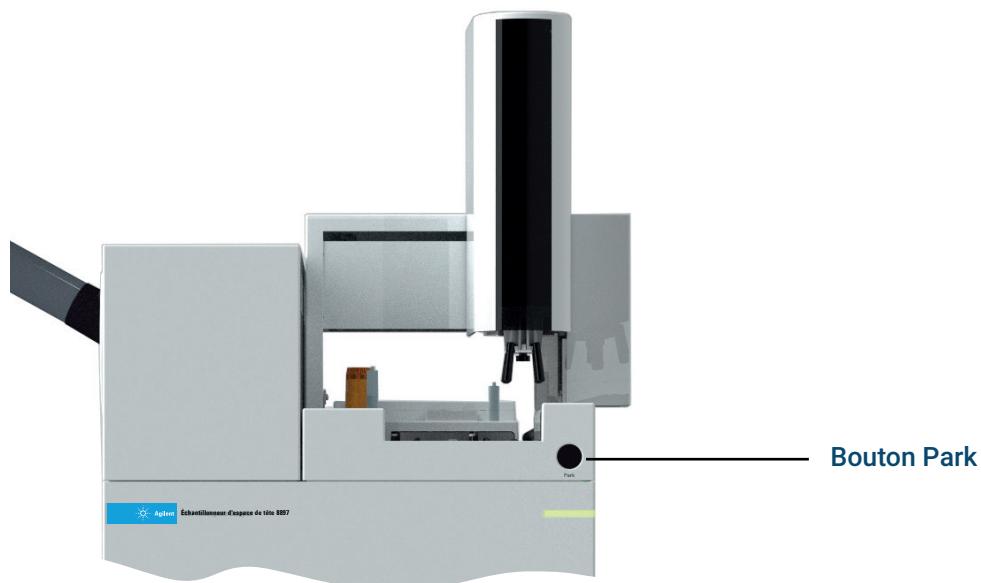


Figure 11. Emplacement du bouton Park

Vous ne pouvez pas démarrer une séquence si le porte-échantillons est en position de rangement.

Lorsque le porte-échantillons est en position de rangement pendant une séquence, celle-ci s'interrompt. Les flacons en cours de traitement continuent à se déplacer normalement mais ils ne peuvent pas entrer ou sortir du four jusqu'à ce que le porte-échantillons soit sorti de la position de rangement.

4 Flacons d'échantillon

Installer un rack de flacons

Installer un rack de flacons

- 1 Appuyez sur le bouton Park pour ranger le porte-échantillons (déplacez le portique en position statique pour faciliter l'accès aux racks de flacons). Voir la **Figure 11**, page 35.

ATTENTION

Évitez tout mouvement excessif lors du déplacement des racks de flacons. Si l'échantillon recouvre le septum ou le flacon outre mesure, cela peut altérer les résultats.

- 2 Tout en maintenant l'avant du rack, ramenez le rack en arrière et faites-le glisser sous la patte de montage sur la partie supérieure de l'échantillonneur. Abaissez ensuite l'avance du rack pour le mettre en position.
Une fois l'installation correctement effectuée, un voyant blanc s'allume sur l'avant du rack du porte-échantillons.
- 3 Appuyez sur le bouton Park du porte-échantillons pour le préparer.

4 Flacons d'échantillon

Charger un échantillon dans le porte-échantillons

Charger un échantillon dans le porte-échantillons

- 1 Appuyez sur le bouton Park pour ranger le porte-échantillons (déplacez le portique en position statique pour faciliter l'accès aux racks de flacons).
- 2 Placez les flacons d'échantillon fermés dans le porte-échantillons. Voir la **Figure 12**.

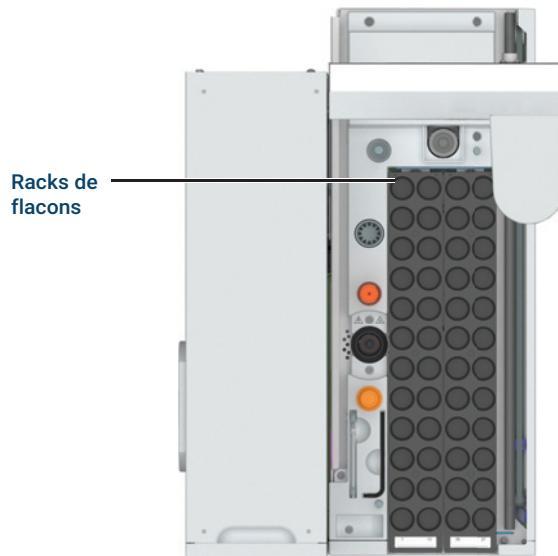


Figure 12. Positions des flacons du porte-échantillons (porte-échantillons à 48 flacons illustré, celui à 120 flacons est similaire)

- 3 Appuyez sur le bouton Park pour préparer le porte-échantillons.

4 Flacons d'échantillon

Charger un échantillon dans le porte-échantillons

Paramètres de méthode de l'échantillonneur

Paramètres de méthode de l'échantillonneur 40

Résumé des paramètres de méthode 43

Déterminer du temps de cycle du CPG 46

Spécifications et fonctionnement de la plaque de refroidissement 48

Ce chapitre décrit les paramètres de méthode disponibles pour l'échantillonneur d'espace de tête. Réglez tous les paramètres de méthode à l'aide de l'écran tactile du CPG, de l'interface du navigateur ou du système de données. Pour savoir comment développer une méthode d'échantillonneur d'espace de tête, voir "**Method development (Développement de méthodes)**" à la page 81.

5 Paramètres de méthode de l'échantillonneur

Paramètres de méthode de l'échantillonneur

Paramètres de méthode de l'échantillonneur

L'échantillonneur 8697 ajoute ses paramètres de méthode à la méthode pour le CPG. Accédez à ces paramètres de la même manière que tout autre paramètre de méthode CPG, à l'aide de l'écran tactile du CPG, de l'interface du navigateur ou du système de données.

L'échantillonneur ajoute les paramètres suivants :

- **Températures** pour le four d'espace de tête, la bouche d'échantillonnage et la ligne de transfert, plus la température attendue du porte-échantillons (lorsque la plaque de refroidissement de porte-échantillons est présente)
- **Durées** de stabilisation et d'injection, ainsi que temps de cycle du CPG (utilisé pour le chevauchement d'échantillon et pour les calculs de vitesse de traitement).
- Paramètres des **flacons** (taille des flacons, remplissage, agitation et mise à l'air libre après injection)

La plupart des paramètres de la méthode de l'échantillonneur sont accessibles via l'onglet **Méthodes** de l'écran tactile du CPG ou dans l'interface du navigateur. Cependant, quelques paramètres sont situés à différents endroits entre l'écran tactile et l'interface du navigateur. Les paramètres pour les types de gaz, les dimensions de la ligne de transfert, le débit du flacon en veille, la disponibilité et les symbologies de code-barres se trouvent sous la section **Paramètres (⚙) > Configuration > Espace de tête** de l'écran tactile, mais se trouvent dans **Méthode > Configuration > Espace de tête** de l'interface du navigateur.

Voir également la section "**Paramètres > Configuration > Espace de tête**" à la page 62. Notez que bien vous définissez le type de code-barres dans la méthode ou en tant que paramètre de configuration, les décisions relatives à l'utilisation ou non des codes-barres et à la gestion des problèmes de code-barres ne sont prises que par le biais d'un système de données. L'interface du navigateur ne prend pas en charge les codes-barres dans les séquences.

5 Paramètres de méthode de l'échantillonneur

Interface utilisateur locale

Interface utilisateur locale

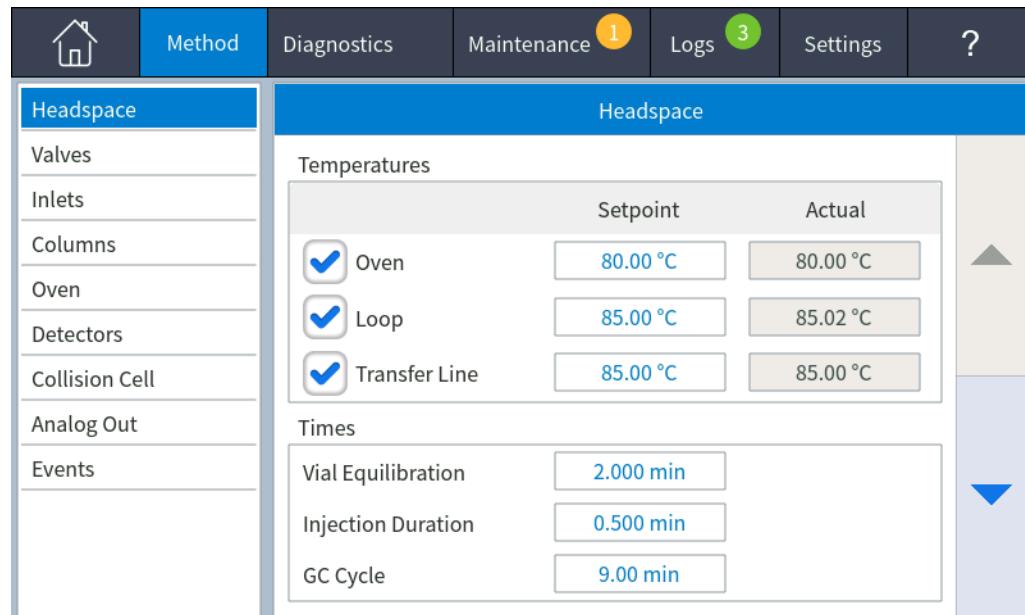


Figure 13. Paramètres de la méthode d'échantillonneur affichés dans l'interface utilisateur locale du CPG

Les paramètres du type de ligne de transfert, du volume de la boucle d'échantillonnage, du type de gaz et des paramètres similaires qui sont peu modifiés sont disponibles sur l'écran tactile sous **Paramètres > Configuration > Espace de tête**.

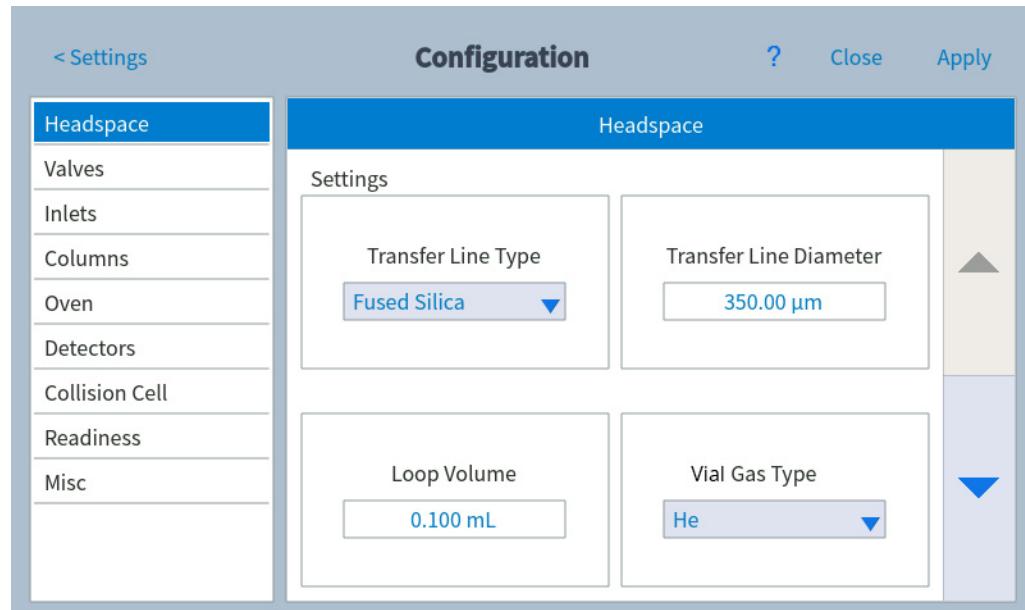


Figure 14. Paramètres de la méthode d'échantillonneur affichés dans l'interface utilisateur locale du CPG (CPG 8890)

5 Paramètres de méthode de l'échantillonneur

Interface du navigateur

Interface du navigateur

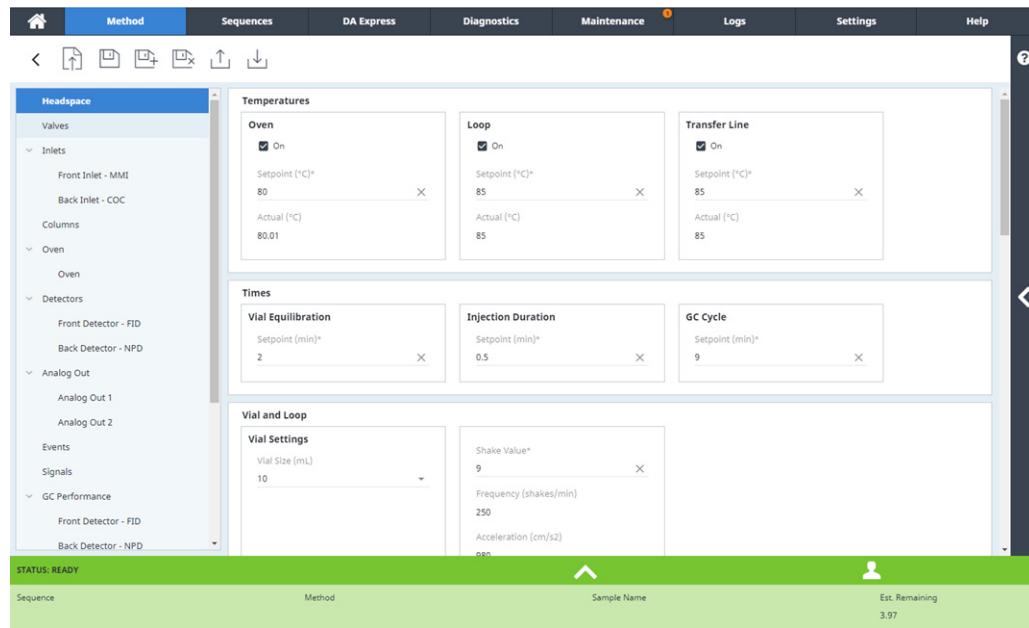


Figure 15. Paramètres de la méthode d'échantillonneur affichés dans l'interface du navigateur (GPC 8890)

Lorsque vous utilisez l'interface du navigateur, notez que la méthode inclut également les paramètres de configuration de l'espace de tête, tels que le type de gaz de pressurisation du flacon.

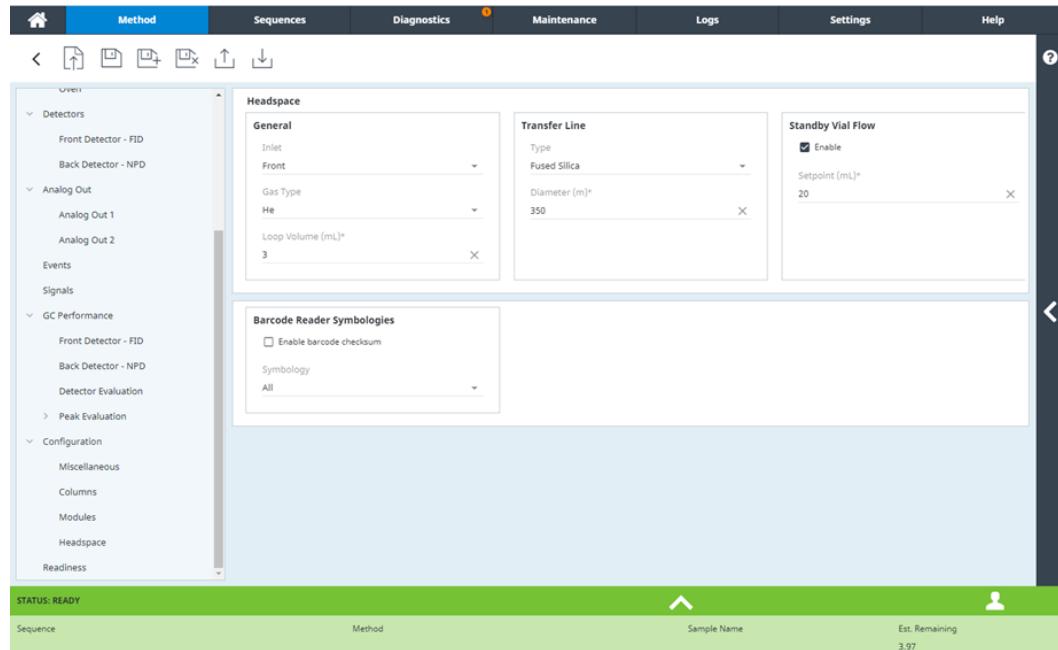


Figure 16. Paramètres de configuration de la méthode d'échantillonneur affichés dans l'interface du navigateur (CPG 8890)

5 Paramètres de méthode de l'échantillonneur

Résumé des paramètres de méthode

Résumé des paramètres de méthode

Cette section répertorie et décrit brièvement l'ensemble des paramètres de méthode disponibles. Pour une description détaillée des modes de remplissage, voir "**Method development (Développement de méthodes)**" à la page 81.

Tableau 6 Paramètres de méthode courants

Chemin	Paramètre	Description
Méthode		
Températures	Four	Température du four pour la stabilisation des flacons
	Boucle	Température de la boucle d'échantillon et de la vanne.
	Ligne de transfert	Température de la ligne de transfert.
	Plaque de refroidissement	Température attendue du porte-échantillons +/- 5 °C. Le CPG deviendra Prêt tant que la température du porte-échantillons sera la valeur attendue +/- 5 °C. (L'EET surveille mais ne contrôle pas la température du porte-échantillons.)
Durées	Équilibrage du flacon	Temps nécessaire à la stabilisation des flacons dans le four avant rupture.
	Durée d'injection	Temps nécessaire pour évacuer les vapeurs de la boucle d'échantillonnage dans l'injecteur du CPG.
	Cycle du CPG	Temps nécessaire au CPG pour terminer son cycle, y compris le temps de refroidissement et de préparation au cycle suivant. Voir " Déterminer du temps de cycle du CPG " à la page 46.
Flacon et boucle	Taille de flacon (mL)	Utilisez cette méthode pour sélectionner la taille du flacon d'échantillon pour tous les flacons.
	Valeur d'agitation	Définissez le niveau de secouage de l'échantillon pendant sa stabilisation dans le four. Plus les valeurs sont élevées, plus l'agitation est vigoureuse. L'interface du navigateur répertorie également la fréquence et l'accélération associées au niveau d'agitation sélectionné.
Mode de remplissage du flacon	Mode de remplissage du flacon	Sélectionner le mode de pressurisation du flacon. Voir également la section " Pressurisation du flacon " à la page 96.
Pression	Temps d'équilibrage de la pression	Temps nécessaire à la stabilisation de la pression dans le flacon après la pressurisation initiale des flacons.
	Pression de remplissage	Pression finale cible du flacon d'échantillon.
Débit de pressurisation	Temps d'équilibrage de la pression	Temps nécessaire à la stabilisation de la pression dans le flacon après la pressurisation initiale des flacons.
	Pression de remplissage	Pression finale cible du flacon d'échantillon.
	Débit de remplissage	Débit utilisé pour la pressurisation du flacon. Par défaut : 50 mL/min
Volume constant	Temps d'équilibrage de la pression	Temps nécessaire à la stabilisation de la pression dans le flacon après la pressurisation initiale des flacons.
	Fill volume, mL (Volume de remplissage, en mL)	Volume spécifique de gaz utilisé pour pressuriser le flacon.

5 Paramètres de méthode de l'échantillonneur

Résumé des paramètres de méthode

Tableau 6 Paramètres de méthode courants (suite)

Chemin	Paramètre	Description
Mode de remplissage de la boucle	Vitesse de la rampe de boucle	Vitesse de remplissage de la boucle d'échantillonnage.
	Pression finale de la boucle	Pression finale cible pour la boucle d'échantillonnage remplie.
	Équilibre de la boucle	Temps de stabilisation de la boucle d'échantillonnage après pressurisation.
Mode d'extraction	Mode d'extraction	Définissez le type d'extraction pour la méthode : simple, multiple ou concentré. Voir également la section " Mode d'extraction " à la page 99.
	Nombre d'extractions	Mode Extractions concentrées uniquement : Définit le nombre d'extractions à concentrer avant de commander une analyse CPG.
Ventilation et purge	Évacuer la pression du flacon après la dernière extraction	Après la dernière extraction et pendant le transfert de l'échantillon vers le CPG, évacuer la pression résiduelle des flacons dans l'atmosphère
	Évacuer la pression du flacon à l'air libre entre les extractions	Met le flacon à l'air libre entre la concentration des extractions. (Extractions multiples ou concentrées uniquement.)
	Écarts du débit de purge	
	Purge flow (Débit de purge)	Purgez la sonde et la boucle d'échantillonnage à l'aide du gaz de pressurisation des flacons après avoir retiré le flacon de la sonde.
	Purge time (Temps de purge)	Durée de purge de la boucle et de la sonde d'échantillonnage
Divers		
Contrôle dynamique des fuites	Mode de test d'étanchéité	Activez pour vérifier que le flacon ne comporte pas de fuites après la pressurisation. Le temps passé sur le test d'étanchéité dynamique est égal au temps d'équilibrage de la pression + 0,02 minute.
	Taux de fuite acceptable	Le taux de fuite considéré comme acceptable pour l'application. La valeur par défaut est 0,5 mL/min. Utilisez le test d'étanchéité du flacon utilisateur pour générer un seuil de taux de fuite pour votre méthode et votre échantillon spécifiques. Voir " Vérifier le sertissage correct à l'aide du test d'étanchéité du flacon utilisateur " à la page 34.
Sequence actions (Actions de séquence)		Indiquez de quelle manière l'échantillonneur d'espace de tête devrait traiter les problèmes de séquence inattendus (p. ex. flacon manquant ou taille de flacon non conforme).
	Flacon manquant	L'échantillonneur n'a pas pu trouver le flacon d'échantillon à l'emplacement prévu.
	Taille de flacon incorrecte	L'échantillonneur a déterminé que le flacon manipulé par le porte-échantillons n'est pas de la taille spécifiée dans la méthode. Cela peut indiquer que le mauvais échantillon est en cours de traitement ou que la mauvaise méthode a été spécifiée dans la séquence.
	Fuite détectée	Le flacon d'échantillon n'a pas réussi le test d'étanchéité dynamique.
	Système non prêt	L'échantillonneur a traité l'échantillon, a effectué l'extraction et est prêt à transférer l'échantillon à l'injecteur du CPG, mais le CPG n'est pas prêt à démarrer une analyse.

5 Paramètres de méthode de l'échantillonneur

Résumé des paramètres de méthode

Tableau 6 Paramètres de méthode courants (suite)

Chemin	Paramètre	Description
Method development (Développement de méthodes)		Accédez aux paramètres à utiliser lors du développement de méthodes, voir " Utilisation de l'incrément de paramètre " à la page 93
Disponibilité		<p>La température de la plaque de refroidissement de l'EET peut être considérée séparément de la disponibilité générale de l'EET lorsque le CPG vérifie la disponibilité avant le début d'un cycle.</p> <p>Pour une utilisation normale avec un échantillonneur d'espace de tête (EET), l'EET doit être prêt. Ignorez uniquement la disponibilité de l'EET lors de la réalisation d'une ALS ou d'injections manuelles.</p> <p>(Étant donné que le CPG vérifie la disponibilité de l'EET uniquement au moment de l'injection, la disponibilité de l'EET n'est pas liée au moment où l'EET place les échantillons dans son four.</p> <p>L'échantillonneur d'espace de tête placera les échantillons dans son four seulement si la température de son four est correcte, quels que soient les paramètres de disponibilité du CPG. Cependant, si vous ignorez la disponibilité de l'EET, les températures de la boucle d'échantillonnage de l'EET et de la ligne de transfert pourraient ne pas être prêtes lorsque le CPG démarre le cycle.)</p>

Méthode > Configuration > Espace de tête (interface du navigateur). Voir la "["Paramètres> Configuration > Espace de tête"](#) à la page 62.

5 Paramètres de méthode de l'échantillonneur

Déterminer du temps de cycle du CPG

Déterminer du temps de cycle du CPG

Le **temps de cycle du CPG** est le temps nécessaire pour que le CPG puisse effectuer l'analyse, puis revenir à un état prêt pour l'injection suivante. Cela inclut le temps d'analyse de la méthode, le temps après analyse, le temps de refroidissement et le temps associé à des composants externes. Cette valeur peut être estimée mais pas calculée précisément, elle doit par conséquent être mesurée pour une méthode et un environnement de laboratoire donnés.

L'échantillonneur s'appuie sur une valeur de **temps de cycle du CPG** valide pour calculer la vitesse et le temps de traitement. Un **temps de cycle du CPG** précis est essentiel pour un fonctionnement stable et un débit optimal.

Une valeur **temps de cycle du CPG** trop longue peut avoir les conséquences suivantes :

- Baisse de la vitesse de traitement. Les flacons attendent plus longtemps que nécessaire avant d'être traités.

Une valeur **temps de cycle du CPG** trop courte peut avoir les conséquences suivantes :

- Défaux de séquence. Les flacons peuvent être traités trop tôt et attendre trop longtemps que le CPG devienne disponible (Ready).

Il est préférable de saisir un temps plus long que nécessaire plutôt qu'un temps trop court qui réduira peut-être la qualité de l'échantillon.

Déterminer du temps de cycle du CPG

Pour déterminer le **temps de cycle du CPG** :

- 1 Effectuez une séquence de cinq analyses utilisant la méthode de l'échantillonneur et des flacons vides (bouchés et scellés mais ne contenant rien). Dans un premier temps, estimatez le temps de cycle du CPG comme étant le temps de programme du four CPG, plus tout autre temps de post-fonctionnement connu, plus 10 minutes. Cette valeur sera probablement trop longue.
- 2 Définissez l'action de séquence pour Système non prêt sur **Ignorer** ou sur **Abandonner**.
- 3 Exécutez la séquence.
- 4 Une fois la séquence terminée, examinez les journaux du système de données. Recherchez le temps de cycle calculé dans le journal des activités (pour OpenLab CDS) ou dans le journal des séquences (pour OpenLab CDS ChemStation ÉDITION) ou dans le journal (pour MassHunter). 4 temps de cycle seront signalés, calculés par l'instrument. Si vous utilisez l'interface du navigateur, examinez le journal de séquence.
- 5 Une valeur de paramètre **temps de cycle du CPG** correcte correspond à la moyenne des temps de cycles, plus 0,2 à 0,5 minute.

Vous pouvez également *estimer* la valeur du paramètre **temps de cycle du CPG** sans effectuer d'analyse. En additionnant la durée du programme du four CPG et la durée de tout programme post-analyse, vous pouvez vous rapprocher du temps de cycle réel. Mais la programmation de la température et l'opération cryogénique peuvent rendre cette estimation plus difficile. Ajoutez du temps supplémentaire pour tenir compte du refroidissement de la zone (par exemple, le refroidissement du four ou de l'injecteur).

Lors de l'utilisation d'un SM, incluez également tout temps supplémentaire requis pour tout autre facteur pouvant avoir un impact sur la préparation.

5 Paramètres de méthode de l'échantillonneur

Valider du temps de cycle du CPG

Tenez également compte de la durée de traitement des données. Dans la plupart des cas, le traitement des données ne pose aucun problème. Néanmoins, un système de données fortement sollicité peut avoir besoin de temps supplémentaire entre chaque échantillon.

Valider du temps de cycle du CPG

Effectuez à nouveau la séquence de trois ou quatre flacons vides. Il ne doit plus y avoir de temps d'attente supplémentaire entre les flacons consécutifs. L'échantillonneur doit pouvoir démarrer une injection lorsqu'il est prêt, sans attendre que le CPG soit prêt.

5 Paramètres de méthode de l'échantillonneur

Spécifications et fonctionnement de la plaque de refroidissement

Spécifications et fonctionnement de la plaque de refroidissement

Cette section décrit les caractéristiques et les spécifications pour l'accessoire de plaque de refroidissement en option. Cet accessoire permet à un bain d'eau externe de refroidir les flacons d'échantillons de l'espace de tête.

Température

Toutes les positions de flacons dans les racks de flacons peuvent être refroidies à 4 °C ou chauffées à 80 °C.

La température du centre de chaque emplacement de flacon peut varier de +1 à -3 °C par rapport à la lecture du capteur de plaque de refroidissement.

Source de refroidissement

En fonction des conditions de votre laboratoire, vous devrez peut-être régler votre source de refroidissement à une valeur de température inférieure au point de consigne de température souhaité, car des pertes de température de liquide de refroidissement peuvent se produire entre la source de refroidissement et la plaque de refroidissement.

Liquide de refroidissement

N'utilisez que de l'eau distillée, de l'éthylène glycol ou du propylène glycol comme liquide de refroidissement.

Spécifications de pompe et bain d'eau

Le système de pompe et de bain d'eau utilisé pour contrôler les températures des flacons d'échantillons doit être conforme aux spécifications suivantes :

- Les composants doivent être conformes aux exigences de sécurité des normes nationales, être adaptés à un fonctionnement non supervisé, à un fonctionnement continu et être contrôlables pour se protéger contre les hautes températures.
- La plage de température de liquide de refroidissement recommandée est de 4 à 80 °C.
- Si vous utilisez une pompe intégrée, elle doit être adaptée à la circulation externe de liquide et pour une connexion à une tubulure de 1/4 de pouce ou (6,35 mm) ou plus.
- Si vous utilisez une pompe à pression, elle doit maintenir une pression entre 1,5 et 2,5 psi.
- Si vous utilisez une pompe à aspiration, le vide de la pompe ne doit pas dépasser -4 psi.
- La capacité en puissance de refroidissement d'un recirculateur typique varie de 1000 à 2000 watts.

5 Paramètres de méthode de l'échantillonneur

Conditions environnementales et condensat

Conditions environnementales et condensat

Pour éviter un excès de condensat, maintenez le niveau d'humidité ambiante en dessous de 65 % et la température ambiante en dessous de 23 °C. Si l'une de ces valeurs augmente au-delà de sa limite, un excès de condensat se formera et entraîner un débordement de l'évacuation.

Veillez à ce que la température de fonctionnement de votre plaque de refroidissement reste supérieure à 4 °C. Les températures de 4 °C et inférieures peuvent entraîner le gel du condensat et des problèmes d'évacuation peuvent se produire.

Si vous travaillez dans un environnement non climatisé, éteignez la source de plaque de refroidissement ou elevez sa température à une valeur supérieure à la température de point de rosée attendue lorsqu'elle n'est pas utilisée.

Un excès occasionnel de condensat n'entraînera pas de dommages permanents à votre instrument. Si le système de gestion du condensat déborde, débranchez la source d'alimentation vers l'espace de tête dès que possible et séchez les zones touchées avant utilisation.

5 Paramètres de méthode de l'échantillonneur

Conditions environnementales et condensat

Séquences d'espace de tête

Qu'est-ce qu'une séquence d'espace de tête ?	52
Séquences, mode d'extraction et percements de flacon	53
Séquences et débit	54
Échantillons prioritaires	55
Paramètres de la séquence de la méthode	56
Actions de séquence de l'interface du navigateur et du système de données	58
Arrêter, abandonner ou interrompre temporairement une séquence en cours d'exécution	59
État du flacon	60

Des séquences d'échantillons sont créées et exécutées en utilisant l'interface du navigateur du CPG ou un système de données Agilent. Ce chapitre décrit les considérations spéciales relatives aux séquences d'espace de tête lors de l'utilisation de ces systèmes pour analyser des échantillons et décrit également les fonctions liées aux séquences fournies par l'espace de tête 8697 qui permettent d'optimiser le débit.

Pour plus d'informations sur l'utilisation de l'interface du navigateur ou du système de données pour créer des séquences et analyser des échantillons, reportez-vous à l'aide en ligne de ces systèmes.

6 Séquences d'espace de tête

Qu'est-ce qu'une séquence d'espace de tête ?

Qu'est-ce qu'une séquence d'espace de tête ?

Une séquence de l'échantillonneur d'espace de tête 8697 est une série ordonnée de flacons d'échantillon à préparer et injecter, comprenant la méthode nécessaire à la préparation de chaque flacon.

- Une séquence peut ignorer des emplacements de flacons.
- Une séquence peut analyser plusieurs fois un même flacon.
- Une séquence ne nécessite aucun ordre de flacon particulier. Il est possible d'analyser les flacons 1, 23, 5, 2, 3 et 40.

6 Séquences d'espace de tête

Séquences, mode d'extraction et percements de flacon

Séquences, mode d'extraction et percements de flacon

Dans la séquence, vous pouvez spécifier le même flacon dans autant de lignes que vous le souhaitez. La manière avec laquelle l'échantillonneur d'espace de tête traite le flacon dépend du mode d'extraction de la méthode et de la séquence :

- L'**Extraction mode** (Mode d'extraction) est **Single** (Simple).

Utilisez le mode d'extraction unique pour forcer l'EET à réaliser une ponction de flacon, une extraction et un cycle par flacon. Si le même flacon apparaît dans plus d'une ligne consécutive de la séquence ou si le nombre d'injections par flacon est > 1 , ce mode amènera l'échantillonneur à retraiter totalement le flacon pour chaque séquence d'entrée ou d'injection.

- L'**Extraction mode** (Mode d'extraction) est **Multiple**.

Utilisez des extractions multiples pour effectuer un cycle d'équilibrage, une ponction de flacon et une ou plusieurs extractions par flacon d'échantillon, chaque extraction débutant un nouveau cycle. Le flacon n'est ponctionné qu'une fois, quel que soit le nombre d'extractions et de cycles. Pour chaque ligne consécutive dans la séquence qui utilise le même flacon et pour le nombre d'injections par flacon spécifié dans la séquence, l'EET effectue une extraction et commence un cycle. Après la dernière ligne de séquence consécutive pour ce flacon, le flacon est renvoyé au porte-échantillons. Si le même flacon apparaît plus tard dans la séquence, il sera équilibré puis de nouveau ponctionné.

- L'**Extraction mode** (Mode d'extraction) est **Concentrated** (Concentré).

Utilisez le mode Extractions concentrées pour réaliser un cycle d'équilibrage, une ponction de flacon et de multiples extractions (et éventuellement injections) par flacon. En général, ce mode nécessite un piège de concentration d'échantillon. (Il peut s'agir d'un dispositif externe en option ou d'un injecteur tel que l'injecteur multimode Agilent.) L'EET ponctionne le flacon et effectue le nombre d'extractions spécifié. Chaque extraction est transférée à l'entrée du CPG (ou piège), où l'échantillon s'accumule. Après la dernière extraction, l'échantillon accumulé est injecté et l'EET commence le cycle de CPG.

Si la séquence spécifie plus d'une injection par flacon, le flacon reste sur la même sonde d'échantillonnage. Lorsque le cycle de CPG se termine, l'EET effectue les extractions requises, puis lance le cycle suivant. Après le début du dernier cycle, le flacon est renvoyé au porte-échantillons.

Si le même flacon apparaît plus tard dans la séquence (mais pas comme le flacon suivant), il sera équilibré puis ponctionné de nouveau.

Voir également la section "**Séquences et débit**".

6 Séquences d'espace de tête

Séquences et débit

Séquences et débit

L'échantillonneur d'espace de tête optimise la vitesse de traitement en vérifiant les méthodes des flacons spécifiés dans la séquence en cours. Lorsque plusieurs flacons consécutifs partagent les mêmes méthodes, l'échantillonneur d'espace de tête examine les paramètres de temps des échantillons, avant de calculer le moment idéal pour placer chaque flacon dans le four. Cette approche permet de maximiser le nombre de flacons en cours de stabilisation.

Les flacons utilisant différentes méthodes ne seront pas traités tant que les échantillons précédents n'auront pas quitté le four.

Pour plus d'informations, voir "**Optimisation du débit**" à la page 100.

6 Séquences d'espace de tête

Échantillons prioritaires

Échantillons prioritaires

Un échantillon *prioritaire* est un flacon devant être analysé le plus tôt possible, avant certains autres flacons de la séquence en cours d'analyse.

L'interface du navigateur et le système de données Agilent permettent chacun d'interrompre puis de modifier une séquence afin d'y insérer un nouvel échantillon. Placez le nouvel échantillon dans un emplacement inutilisé du porte-échantillons. Ensuite, interrompez et modifiez la séquence pour inclure le nouveau flacon. Reportez-vous à l'aide de l'interface du navigateur et celle du système de données pour obtenir des instructions sur la modification d'une séquence en cours d'exécution.

Veuillez noter que les échantillons dont le traitement a commencé ne peuvent pas être modifiés. L'échantillonneur d'espace de tête continuera à traiter tous les flacons déjà commencés avant d'en commencer un nouveau. Si le nouvel échantillon utilise la même méthode, il peut être placé dans le four en même temps que les autres échantillons en cours de traitement. S'il utilise des conditions de méthode différentes, il se peut qu'il ne démarre pas tant que tous les échantillons précédents n'ont pas été retirés du four.

6 Séquences d'espace de tête

Paramètres de la séquence de la méthode

Paramètres de la séquence de la méthode

Lorsque l'échantillonneur d'espace de tête rencontre certains problèmes au cours d'une séquence, il a la possibilité d'ignorer un flacon, de continuer son exécution, de suspendre temporairement la séquence, de tout annuler ou d'attendre que le système soit prêt. On appelle *actions de séquence* les paramètres servant à contrôler le comportement de l'échantillonneur pendant l'exécution d'une séquence. Ces actions de séquence font partie de la méthode, et par conséquent peuvent varier d'un échantillon à l'autre pendant l'exécution de la séquence. Utilisez les paramètres d'action de séquence pour indiquer à l'échantillonneur la marche à suivre lorsqu'il rencontre certains problèmes (p. ex. taille de flacon non conforme, flacon manquant, etc.). Les actions de séquence offrent la flexibilité nécessaire pour traiter les problèmes relativement mineurs avec le niveau d'attention approprié à votre flux de travail. Vous pouvez choisir d'arrêter complètement le traitement d'une séquence pour certains problèmes, ou de la laisser continuer pour d'autres. Le CPG consigne toujours le problème et les mesures prises.

Types de problèmes de séquence traités

Les actions de séquence fournissent un contrôle logique de la séquence pour les problèmes répertoriés ci-dessous. Les actions possibles sont décrites dans la section "[Actions disponibles](#)".

Flacon manquant : Contrôler le comportement de l'échantillonneur d'espace de tête lorsqu'il ne trouve pas de flacon d'échantillon à l'emplacement attendu dans le porte-échantillons.

Taille de flacon incorrecte : Contrôler le comportement de l'échantillonneur d'espace de tête lorsqu'il trouve un flacon d'échantillon, mais que la taille du flacon ne correspond pas à la taille définie dans la méthode. Une incohérence dans la taille peut modifier les résultats de l'analyse ou indiquer un flacon mal placé, par exemple. Pour déterminer la taille du flacon, l'échantillonneur d'espace de tête mesure la hauteur du flacon lorsqu'il se trouve dans le pince-flacons. (Cela signifie que l'échantillonneur ne peut pas distinguer les flacons de 20 ml des flacons de 22 ml.)

Fuite détectée : Contrôler le comportement de l'échantillonneur d'espace de tête si le flacon d'échantillon échoue au test d'étanchéité dynamique. (Utile uniquement lorsque le contrôle dynamique de l'étanchéité est activé.)

Système non prêt : Contrôler le comportement de l'échantillonneur d'espace de tête lorsqu'il est prêt à commencer à remplir la boucle d'échantillonnage mais que le CPG n'est pas prêt à démarrer une analyse. Lorsque l'échantillonneur d'espace de tête est prêt, il vérifie si le CPG l'est. Si le CPG est prêt, l'échantillonneur d'espace de tête commence à remplir la boucle d'échantillonnage pour le cycle d'injection. Si le CPG n'est pas prêt, l'échantillonneur d'espace de tête suit l'action spécifiée. Un CPG non prêt peut indiquer un paramètre de temporisation de cycle CPG faible dans la méthode, des variations normales de temporisation du CPG ou un problème de CPG. Notez que certains systèmes de données peuvent ne pas collecter de données si le CPG n'est pas prêt avant le début de l'analyse.

Actions disponibles

Les actions disponibles pour chaque problème dépendent de la nature du problème de séquence. (Par exemple, vous ne pouvez pas continuer à traiter un flacon manquant, mais vous pouvez ignorer le flacon ou annuler la séquence.)

6 Séquences d'espace de tête

Lors de l'utilisation d'un SM

- **Continuer** : Poursuivre le traitement du flacon d'échantillon actuel et de la séquence.
- **Ignorer** : Ignorer le flacon d'échantillon actuel, puis poursuivre le traitement avec le flacon d'échantillon suivant dans la séquence. Le flacon d'échantillon actuel est immédiatement renvoyé sur le porte-échantillons, le cas échéant. Le système ignore toutes les injections pour ce flacon.
- **Interrompre** : Interrompre la séquence. Tous les flacons du four continueront d'être traités, y compris le flacon actuel, le cas échéant. Aucun autre flacon ne sera placé dans le four.
- **Pour reprendre après une interruption** : Suivez les instructions sur l'écran tactile du CPG (ou dans l'interface du navigateur).
- **Abandonner** : Abandonner une séquence. L'échantillonneur d'espace de tête arrête le traitement de tous les flacons pour le flacon d'échantillon actuel et tous les autres flacons d'échantillon. L'échantillonneur d'espace de tête renvoie tous les flacons d'échantillon sur le porte-échantillons, en commençant par celui qui a rencontré le problème. Pour reprendre, vérifiez les journaux afin de déterminer quel flacon d'échantillon a rencontré le problème. Résolvez le problème, puis créez une nouvelle séquence et redémarrez.
- **Attendre l'état Prêt** : L'échantillonneur d'espace de tête attend jusqu'à ce que le CPG soit prêt. Ce paramètre peut augmenter les temps d'équilibrage des flacons dans le four. L'échantillonneur d'espace de tête indique les temps d'équilibrage réels dans ses journaux. Notez qu'une fois que l'échantillonneur d'espace de tête commence à remplir la boucle d'échantillonnage, il lance une injection, que le CPG soit prêt ou non. En outre, si un événement empêche le CPG d'être prêt, l'échantillonneur d'espace de tête attend.

REMARQUE

L'action Abandonner arrête uniquement l'échantillonneur d'espace de tête. Le CPG et le système de données peuvent terminer le traitement de tout échantillon précédemment injecté.

Notez que les actions de séquence n'ignorent pas les autres problèmes potentiels, tels qu'une panne matérielle, qui peuvent interrompre une séquence.

Lors de l'utilisation d'un SM

Vous devez inclure tout temps supplémentaire nécessaire pour le délai du solvant SM et d'autres facteurs dans le paramètre **Temps de cycle du CPG**.

6 Séquences d'espace de tête

Actions de séquence de l'interface du navigateur et du système de données

Actions de séquence de l'interface du navigateur et du système de données

L'interface du navigateur et les systèmes de données Agilent peuvent fournir des fonctions supplémentaires qui permettent de gérer des événements inattendus. Ces fonctions apparaissent dans les paramètres de séquence et varient en fonction du système de données. Par exemple, l'interface du navigateur et de nombreux systèmes de données fournissent un paramètre pour la gestion des flacons manquants dans la séquence. En cas de conflit entre le paramètre de séquence et un paramètre de la méthode de l'échantillonneur d'espace de tête, l'échantillonneur d'espace de tête utilisera la valeur définie dans la *méthode de l'échantillonneur d'espace de tête* pour les problèmes spécifiques répertoriés dans **"Types de problèmes de séquence traités"** à la page 56.

Les systèmes de données peuvent également fournir des moyens de traiter les erreurs de lecteur de code. Pour plus d'informations, reportez-vous à l'aide du système de données.

6 Séquences d'espace de tête

Arrêter, abandonner ou interrompre temporairement une séquence en cours d'exécution

Arrêter, abandonner ou interrompre temporairement une séquence en cours d'exécution

Vous pouvez interagir avec une séquence en cours à partir du bouton d'arrêt de l'écran tactile GC ou de l'ordinateur qui exécute la séquence via l'interface du navigateur ou un système de données.

Sur l'écran tactile du CPG, appuyez sur Stop (). L'écran du CPG vous invite à arrêter l'analyse, à arrêter la séquence ou à annuler (ne rien faire).

- **Arrêter l'analyse** : Mettre immédiatement fin à l'analyse en cours et passer à la suivante dans la séquence. Le reste de la séquence se termine normalement.
- **Arrêter la séquence** : Mettre immédiatement fin à l'analyse en cours et annuler la séquence. Tous les flacons du four sont renvoyés sur le porte-échantillons via la station de refroidissement et le système revient à l'état inactif.

L'interface du navigateur et un système de données offrent trois options pour interagir avec une séquence en cours :

- **Interrompre temporairement la séquence** : L'échantillonneur termine tous les échantillons dont le traitement a déjà commencé, mais attend ensuite des instructions supplémentaires. Aucun nouveau flacon n'entre dans le four. Une fois reprise, la séquence se termine normalement.

L'utilisation de l'action d'interrompre temporairement permet de modifier la séquence. Lors de la modification, la liste des échantillons dont le traitement n'a pas encore commencé peut être modifiée selon les besoins pour insérer un nouvel échantillon ou apporter d'autres modifications. À la reprise, l'échantillonneur commence le traitement à l'échantillon suivant dans la séquence.

- **Arrêter l'analyse** : Mettre immédiatement fin à l'analyse en cours et passer à la suivante dans la séquence. Le reste de la séquence se termine normalement.
- **Arrêter la séquence** : Mettre immédiatement fin à l'analyse en cours et annuler la séquence. Tous les flacons du four sont renvoyés sur le porte-échantillons via la station de refroidissement et le système revient à l'état inactif.

Consultez l'aide de l'interface du navigateur du CPG et du système de données pour plus de détails sur les fonctionnalités de leur séquence.

6 Séquences d'espace de tête

État du flacon

État du flacon

Utilisez l'écran tactile du CPG ou l'interface du navigateur de l'état du porte-échantillons pour afficher les informations d'état actuelles d'une séquence en cours d'exécution. Le CPG affiche les données suivantes :

- Température du four
- Température de boucle
- Température de la ligne de transfert
- Débit du flacon
- Pression du flacon
- Pression du vecteur externe
- État du flacon Cela inclut la surveillance en temps réel de l'état du flacon : équilibrage, pressurisation, extraction, injection, retour au porte-échantillons.

Les systèmes de données Agilent fournissent également l'état du flacon.

Paramètres

Paramètres d'espace de tête 62

Paramètres> Configuration > Espace de tête 62

Paramètres> Étalonnage > Espace de tête 63

Paramètres > Mode Service > Espace de tête 67

Paramètres > Programmateur : Economie d'énergie 67

Cette section décrit les paramètres et les fonctions disponibles à partir du CPG sous Réglages.

7 Paramètres

Paramètres d'espace de tête

Paramètres d'espace de tête

Les paramètres de l'échantillonneur disponibles dans l'onglet **Paramètres** (⚙) s'appliquent généralement, quelle que soit la méthode en cours. Si vous effectuez des modifications matérielles, vérifiez toujours ces paramètres et mettez-les à jour si nécessaire, par exemple après avoir modifié le type de gaz de pressurisation du flacon, la ligne de transfert ou la boucle d'échantillonnage.

Paramètres> Configuration > Espace de tête

⚙ > Configuration > Espace de tête

Le tableau ci-dessous répertorie les paramètres de configuration de l'échantillonneur.

Valeur	Description
Injecteur	Sélectionnez l'injecteur connecté à la ligne de transfert. (Réglage disponible pour les CPG dotés de plus d'un injecteur.)
Type de gaz	Type de gaz employé pour la pressurisation des flacons.
Volume de la boucle	Volume interne de la boucle d'échantillonnage installée.
Type de ligne de transfert	Sélectionnez le type de ligne de transfert installée, silice fondue ou DB-ProSteel.
Diamètre de la ligne de transfert	Diamètre interne de la ligne de transfert (um).
Débit du flacon de réserve	Laissez normalement l'option activée. Le Débit du flacon en veille purge la boucle et la sonde d'échantillon entre les extractions et pendant le temps d'inactivité. En utilisant les fonctions de conservation des ressources du CPG, ce débit peut être réduit pour conserver le gaz de pressurisation du flacon. Par défaut : 20 mL/min
Nettoyer le four au démarrage	Lorsque cette option est activée, lors de la première mise sous tension, l'échantillonneur vérifie la présence de flacons dans le four et renvoie tous les flacons trouvés sur le porte-échantillons.
Activer la fonction de total de contrôle du lecteur de code à barres	Disponible si un lecteur de code-barres est présent. Certains codes-barres peuvent inclure une fonction de total de contrôle à utiliser pour valider si la lecture du code-barres. Activez ce paramètre lorsque le code-barres inclut une fonction de total de contrôle.
Symbolologie	Disponible si un lecteur de code-barres est présent. Sélectionnez Toutes pour permettre au lecteur de codes-barres de vérifier toutes les symbologies disponibles ou sélectionnez la symbolologie spécifique utilisée sur les étiquettes des flacons. Consultez la liste complète des symbologies prises en charge ci-dessous.

7 Paramètres

Paramètres> Étalonnage > Espace de tête

Le lecteur de codes-barres peut lire les codes-barres pour les types suivants (symbologies) :

- 3 of 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

Paramètres> Étalonnage > Espace de tête

⚙> Étalonnage > Espace de tête

L'échantillonneur fournit une routine d'étalonnage pour le porte-échantillons afin de garantir une manipulation optimale des flacons et un étalonnage pour les capteurs de débit de gaz et de pression.

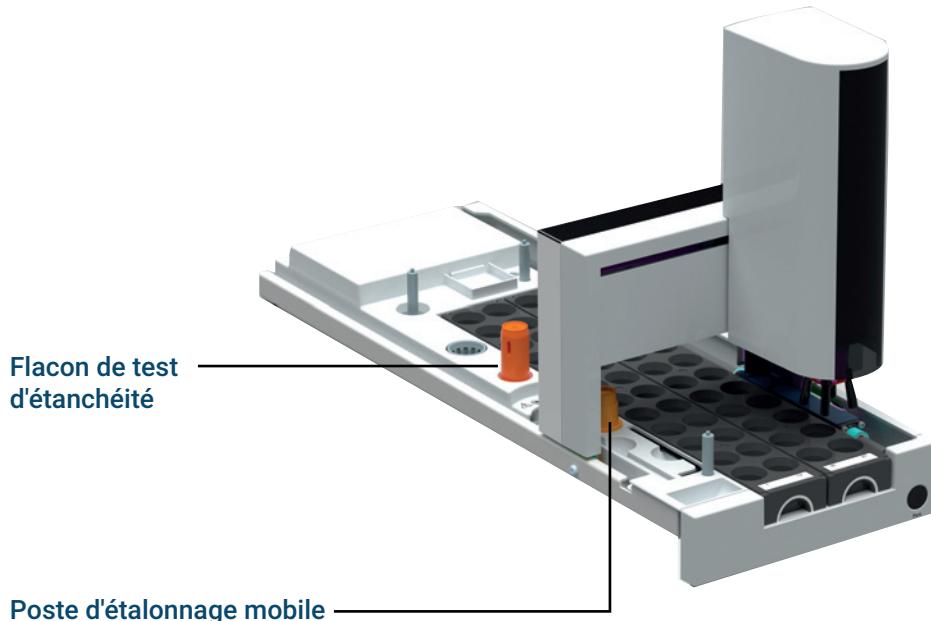
Étalonnage du porte-échantillons et des pinces-flacons

Le porte-échantillons peut nécessiter un étalonnage périodique pour maintenir des performances optimales. Cet étalonnage garantit que les mouvements de la pince et du portique continuent à déplacer les échantillons en douceur, sans chute des flacons. Étalonner le porte-échantillons après l'installation de l'échantillonneur, après le remplacement des patins du pince-flacons ou lorsque cela est recommandé lors du dépannage automatisé ou les compteurs d'EMF.

7 Paramètres

Paramètres > Étalonnage > Espace de tête

- 1 Avant de commencer, retirez tous les flacons du four à flacons et du poste-échantillons.
- 2 Vérifiez que le poste d'étalonnage mobile et le flacon pour test de fuite sont situés aux emplacements dédiés.



- 3 Accédez à (Paramètres) > Étalonnage > Espace de tête et sélectionnez **Démarrez l'étalonnage du poste-échantillons et du système** sur la page des paramètres d'étalonnage du poste-échantillons.
- 4 Sélectionnez **Usine** comme type d'étalonnage. Suivez les instructions. Un étalonnage aux réglages d'usine étalonne le poste-échantillons sur le bâti et étalonne tous les emplacements pour flacons sur le poste-échantillons.

Étalonner les pinces-flacons

Les pinces-flacons sont automatiquement étalonnés périodiquement par l'échantillonneur. L'étalonnage du pince-flacon doit se faire avec le flacon pour test de fuite et le poste d'étalonnage mobile.

Étalonner la pressurisation du flacon de l'EPC

Les modules de contrôle de gaz de l'EPC contiennent des capteurs de flux et/ou de pression étalonnés en usine. Leur sensibilité (pente de la courbe) est plutôt stable, mais le décalage de zéro devra être mis à jour régulièrement.

Modifiez les paramètres d'étalonnage ou étalonnez manuellement les capteurs de gaz de pressurisation du flacon de l'EPC à partir de l'écran tactile du CPG ou de l'interface du navigateur :

- 1 Sélectionnez **Paramètres > Étalonnage > Espace tête** et faites défiler jusqu'aux paramètres d'étalonnage de l'EPC.
- 2 Sélectionnez **On** à côté du capteur souhaité pour le réinitialiser.
- 3 Pour le capteur de débit : Vérifiez que le gaz est raccordé et qu'il circule (ouvert).

7 Paramètres

Paramètres > Étalonnage > Espace de tête

- 4 Pour le capteur de pression : Débranchez l'alimentation en gaz à l'arrière de l'échantillonneur. L'interrompre n'est pas suffisant, car la vanne peut fuir un peu.
- 5 Reconnectez toutes les lignes de gaz déconnectées lors de l'étape précédente et rétablissez les débits de service.

Pour rétablir les paramètres d'usine d'un capteur d'EPC, accédez à **Paramètres > Étalonnage > Espace de tête** et, dans la section **EPC**, sélectionnez **Réinitialiser** pour ce capteur.

Étalonner le capteur de pression auxiliaire

Les modules de contrôle de gaz de l'EPC contiennent des capteurs de flux et/ou de pression étalonnés en usine. Leur sensibilité (pente de la courbe) est plutôt stable, mais le décalage de zéro devra être mis à jour régulièrement.

Modifiez les paramètres d'étalonnage ou étalonnez manuellement le capteur de pression auxiliaire à partir de l'écran tactile du CPG ou de l'interface du navigateur :

- 1 Sélectionnez **Paramètres > Étalonnage > Espace tête** et faites défiler jusqu'aux paramètres d'étalonnage de l'EPC.
- 2 Sélectionnez **On** à côté du capteur souhaité pour le réinitialiser.
- 3 Pour le capteur de pression auxiliaire : Débranchez l'alimentation en gaz à l'arrière de l'échantillonneur. L'interrompre n'est pas suffisant, car la vanne peut fuir un peu.
- 4 Reconnectez toutes les lignes de gaz déconnectées lors de l'étape précédente et rétablissez les débits de service.

Pour rétablir les paramètres d'usine de ce capteur d'EPC, accédez à **Paramètres > Étalonnage > Espace de tête** et, dans la section **EPC**, sélectionnez **Réinitialiser** pour ce capteur.

Procédure d'étalonnage du taux de fuite

Bien qu'extrêmement rare, l'expansion de certains solvants chauffés à des températures supérieures à leur point d'ébullition peut créer un changement de pression dynamique difficile à quantifier avec précision sur l'échelle de temps du test d'étanchéité dynamique de l'échantillonneur typique. Plutôt que de compromettre le débit d'échantillon en allongeant le paramètre du temps d'équilibrage de la pression, la meilleure façon de tenir compte de l'expansion du solvant est d'étalonner le taux de fuite signalé associé à un ensemble donné de conditions.

Utilisez le **Test d'étanchéité du flacon utilisateur** (voir **"Vérifier le sertissage correct à l'aide du test d'étanchéité du flacon utilisateur"** à la page 34) pour déterminer automatiquement un seuil de taux de fuite approprié pour un procédé et un échantillon donnés.

Un seuil de taux de fuite peut également être calculé manuellement. Si au moins trois flacons ont été analysés et indiquent un taux de fuite dynamique constant, vous pouvez effectuer la procédure d'étalonnage du taux de fuite ci-dessous.

7 Paramètres

Paramètres > Étalonnage > Espace de tête

1 Vérifiez que votre système est étanche.

Accédez à **Diagnostics > Tests de diagnostic** de tête et sélectionnez **Test d'obstruction et chute de pression**. Exécutez le test à l'aide du flacon de test d'étanchéité (référence G4511-20180) et d'un septum vert avancé Agilent (référence 5183-4759). Assurez-vous que les températures de l'appareil sont identiques aux valeurs de consigne de la méthode analytique.

La procédure commence par un test d'étanchéité du système pour s'assurer qu'aucune fuite n'est détectée lorsque le système est vide de solvant.

2 Étalonnez le taux de fuite.

- a Si le test d'obstruction et chute de pression réussit, utilisez la méthode analytique souhaitée pour analyser six flacons contenant le solvant utilisé pendant les cycles d'analyse.
- b Notez le taux de fuite pour chacun des six flacons, puis calculer leur écart moyen et leur écart-type. Définissez le taux de fuite réussite/échec entré dans la méthode de l'échantilleur pour l'analyse en question au taux de fuite moyen plus trois fois l'écart-type.

Le **Tableau 7** montre un exemple dans lequel vous devez modifier la limite de taux de fuite de la méthode analytique à 1,840 ml/min

Tableau 7 Exemple de calcul de la limite de taux de fuite de la méthode

Flacon	Taux de fuite (ml/min)
1	1,403
2	1,352
3	1,621
4	1,458
5	1,541
6	1,623
Moyen	1,500
Écart-type	0,114
3 x écart type	0,341
Moyenne + (3 x écart type)	1,840

7 Paramètres

Paramètres > Mode Service > Espace de tête

Paramètres > Mode Service > Espace de tête

⚙ > Mode Service > Espace de tête

Le mode d'entretien de l'échantillonneur répertorie les valeurs actuelles et réelles des divers paramètres et capteurs de configuration, thermiques, pneumatiques, électroniques et autres.

Il est également possible d'effectuer une réinitialisation aux valeurs d'usine. Normalement, n'effectuez pas de réinitialisation aux valeurs d'usine, sauf si cela est absolument nécessaire. Une réinitialisation aux valeurs d'usine efface tous les paramètres personnalisés enregistrés dans l'échantillonneur, des étalonnages de débit au numéro de série de l'instrument.

Une réinitialisation aux valeurs d'usine permet de réaliser les opérations suivantes :

- Effacer les journaux de maintenance et d'événements.
- Effacer l'historique des mises à jour du micrologiciel.
- Effacer la configuration actuelle de l'échantillonneur et les étalonnages.
- Effacer les données et les paramètres de suivi de l'EMF.
- Enregistrer la réinitialisation des paramètres par défaut.
- Redémarrer l'échantillonneur.

Paramètres > Programmateur : Economie d'énergie

⚙ > Programmateur

L'échantillonneur utilise les caractéristiques de conservation des ressources du CPG, et les caractéristiques du CPG pour les méthodes Sleep et Wake sont étendues pour inclure les paramètres de la méthode de l'échantillonneur. Comme l'échantillonneur ajoute de nombreux nouveaux paramètres à la méthode, certains d'entre eux peuvent être utilisés pour économiser les gaz et l'énergie. Toutefois, la plupart des paramètres de l'échantillonneur ne sont pas pertinents pour les méthodes Sleep car ils ne sont utilisés que lors de la préparation des échantillons. Tenez compte des paramètres de l'échantillonneur suivants lors de la définition d'une méthode Sleep :

- **Débit du flacon de réserve** : Réduire si désiré. Agilent déconseille de désactiver ce débit, car il protège la boucle et la sonde d'échantillonnage de toute contamination atmosphérique.
- Les températures du four, de la boucle d'échantillonnage et du four à flacons peuvent être réduites pendant les périodes d'inactivité.

7 Paramètres

Paramètres > Programmateur : Economie d'énergie

Fonctionnement de l'échantillonneur d'espace de tête 8697

Comment l'échantillonneur traite un flacon d'échantillon	70
Comment l'échantillonneur équilibre un flacon	71
Comment l'échantillonneur pressurise un flacon	72
Comment l'échantillonneur remplit la boucle d'échantillonnage (extrait un échantillon)	74
Types d'extractions et d'injections de l'échantillonneur	75
Comment l'échantillonneur réduit la contamination	79

Ce chapitre fournit une théorie plus avancée de l'échantillonneur d'espace de tête 8697. Ces informations sont exclusivement destinées à être utilisées par les développeurs de méthodes.

8 Fonctionnement de l'échantillonneur d'espace de tête 8697

Comment l'échantillonneur traite un flacon d'échantillon

Comment l'échantillonneur traite un flacon d'échantillon

La **Figure 17** illustre le flux de travail d'un flacon traité par l'échantillonneur.

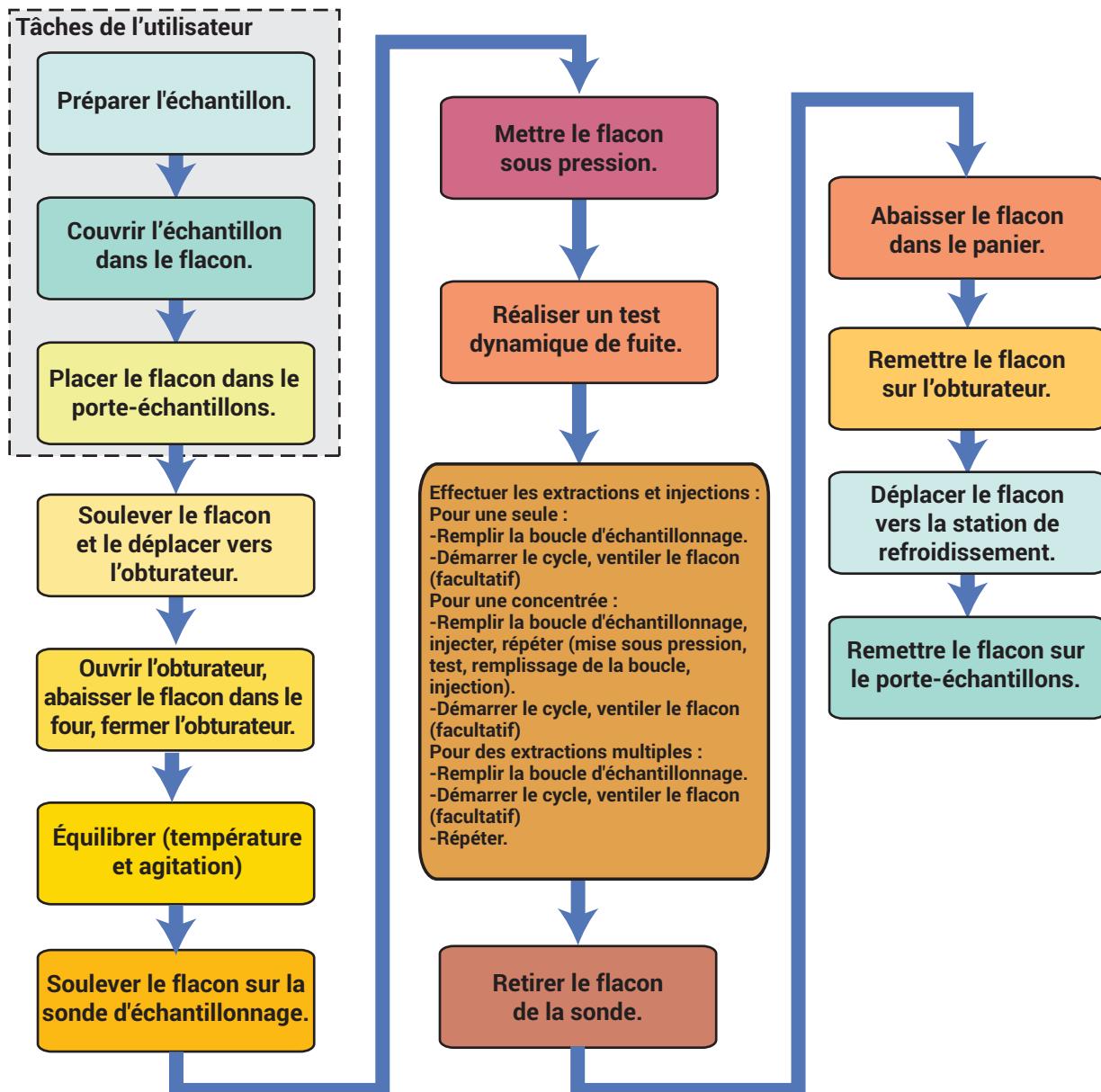


Figure 17. Flux de traitement du flacon de l'échantillonneur 8697

8 Fonctionnement de l'échantillonneur d'espace de tête 8697

Comment l'échantillonneur équilibre un flacon

Comment l'échantillonneur équilibre un flacon

L'échantillonneur 8697 avec porte-échantillons est doté d'un four à flacons qui peut équilibrer jusqu'à 12 flacons à des températures pouvant atteindre 300°C. En outre, le four peut agiter les flacons à 9 niveaux d'accélération différents. Tant que les flacons de séquence partagent la même méthode, l'échantillonneur détermine quand des échantillons consécutifs peuvent être chargés dans le four pour augmenter le rendement, puis les charge automatiquement. L'échantillonneur optimise le rendement quel que soit le mode d'extraction, le mode de remplissage de la boucle, etc.

8 Fonctionnement de l'échantillonneur d'espace de tête 8697

Comment l'échantillonneur pressurise un flacon

Comment l'échantillonneur pressurise un flacon

L'échantillonneur offre plusieurs techniques de pressurisation du flacon d'échantillon: En plus de chauffer simplement le flacon, ce qui peut générer une pression interne suffisante, l'échantillonneur peut fournir un gaz supplémentaire pour faciliter l'extraction. Ce gaz provient du raccord de **Pression du flacon** situé sur le panneau arrière de l'échantillonneur et peut être différent du gaz vecteur utilisé pour déplacer l'échantillon dans la colonne. Bien que la méthode de pressurisation par défaut du flacon soit généralement suffisante, d'autres techniques peuvent être utiles dans certaines applications. Reportez-vous au **Figure 18** ci-dessous.

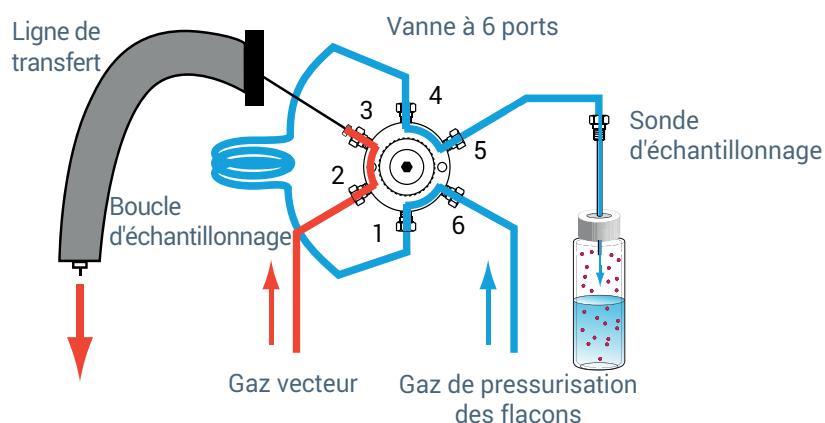


Figure 18. Pressurisation du flacon

Débit de pressurisation

Il s'agit du mode de remplissage par défaut du flacon. Dans ce mode, l'échantillonneur maintient un débit spécifique de gaz vecteur dans le flacon jusqu'à ce que la pression à l'intérieur du flacon atteigne le point de consigne de pression de remplissage. L'échantillonneur maintient cette pression pendant le temps de maintien. À la fin du temps de maintien, le remplissage de la boucle d'échantillonnage commence.

Pression

Dans ce mode, l'échantillonneur remplit le flacon aussi rapidement que possible jusqu'au point de consigne de pression de remplissage cible, puis maintient cette pression pendant le temps de maintien spécifié. À la fin du temps de maintien, le remplissage de la boucle d'échantillonnage commence.

8 Fonctionnement de l'échantillonneur d'espace de tête 8697

Volume constant

Volume constant

Dans ce mode, l'échantillonneur pressurise le flacon d'échantillon avec un volume spécifié de gaz vecteur, puis maintient la pression résultante pour le temps de maintien spécifié. Ce mode est utile si vous devez calculer les quantités molaires exactes d'échantillon et de gaz vecteur dans le flacon ou la boucle d'échantillonnage.

Contrôle dynamique des fuites

Par défaut, l'échantillonneur effectue un contrôle de fuite après la pressurisation du flacon. Sur la sonde, l'échantillonneur peut déterminer si le flacon fuit en vérifiant toute chute de pression dans le flacon. L'échantillonneur consigne les résultats du test d'étanchéité et fournit une action de séquence pour vous permettre de manipuler (par exemple, ignorer ou abandonner) un flacon d'échantillon qui fuit.

Le temps passé sur le test d'étanchéité dynamique est égal au temps d'équilibrage de la pression + 0,02 minute.

8 Fonctionnement de l'échantillonneur d'espace de tête 8697

Comment l'échantillonneur remplit la boucle d'échantillonnage (extrait un échantillon)

Comment l'échantillonneur remplit la boucle d'échantillonnage (extrait un échantillon)

Une fois le flacon sous pression et stabilisé, l'échantillonneur effectue les extractions spécifiées. La vanne à six ports commute, permettant à l'échantillon sous pression de s'évacuer par la boucle d'échantillonnage. Une fois les conditions spécifiées remplies, la boucle est considérée comme remplie. Reportez-vous au **Figure 19** ci-dessous.

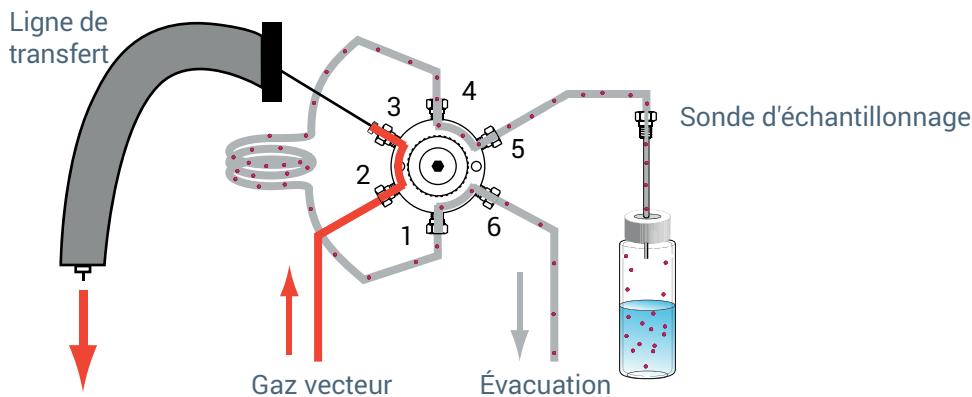


Figure 19. Remplissage de la boucle d'échantillonnage

L'échantillonneur offre deux modes de remplissage de la boucle d'échantillonnage : **Par défaut** et **Personnalisé**.

Mode de remplissage de la boucle par défaut

Dans ce cas, l'échantillonneur dépressurise le flacon d'échantillon dans la boucle d'échantillonnage à une vitesse spécifiée jusqu'à ce que la pression du flacon d'échantillon chute d'une quantité connue. L'échantillonneur calcule la pression finale de la boucle et le temps d'équilibrage en fonction de la configuration actuelle de l'échantillonneur et des données de la méthode.

Mode de remplissage de la boucle personnalisé

Dans ce cas, vous pouvez spécifier le taux de remplissage de la boucle, la pression finale de la boucle et le temps d'équilibrage.

8 Fonctionnement de l'échantillonneur d'espace de tête 8697

Types d'extractions et d'injections de l'échantillonneur

Types d'extractions et d'injections de l'échantillonneur

L'échantillonneur 8697 peut extraire et injecter l'échantillon une ou plusieurs fois par flacon. L'échantillonneur permet de sélectionner le type d'extraction comme une fonction avancée. La **Figure 20** présente les chemins de flux de base au cours d'un cycle d'injection, où la boucle d'échantillonnage est rincée dans le CPG.

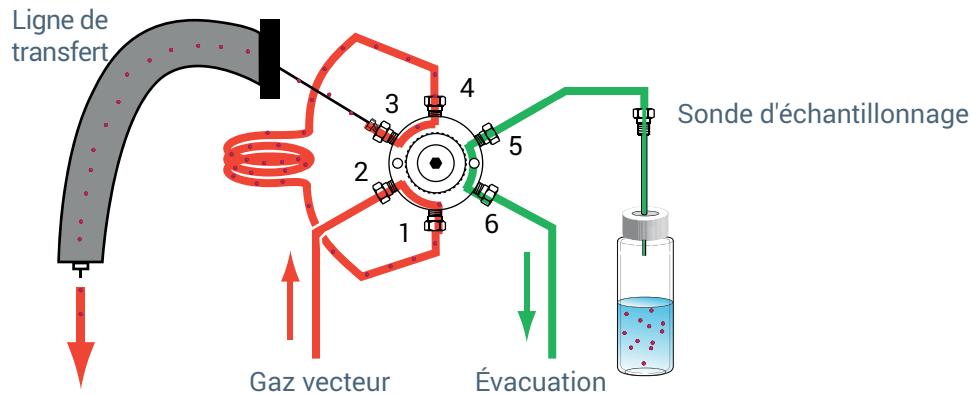


Figure 20. Cycle d'injection de l'échantillonneur

Notez que le débit de gaz de pressurisation du flacon est toujours contrôlé par l'échantillonneur. Le débit du gaz vecteur est toujours contrôlé par le module EPC de l'injecteur du CPG.

8 Fonctionnement de l'échantillonneur d'espace de tête 8697

Types d'extractions et d'injections de l'échantillonneur

Reportez-vous à la **Figure 21** pour un schéma des flux dans l'échantillonneur d'espace de tête.

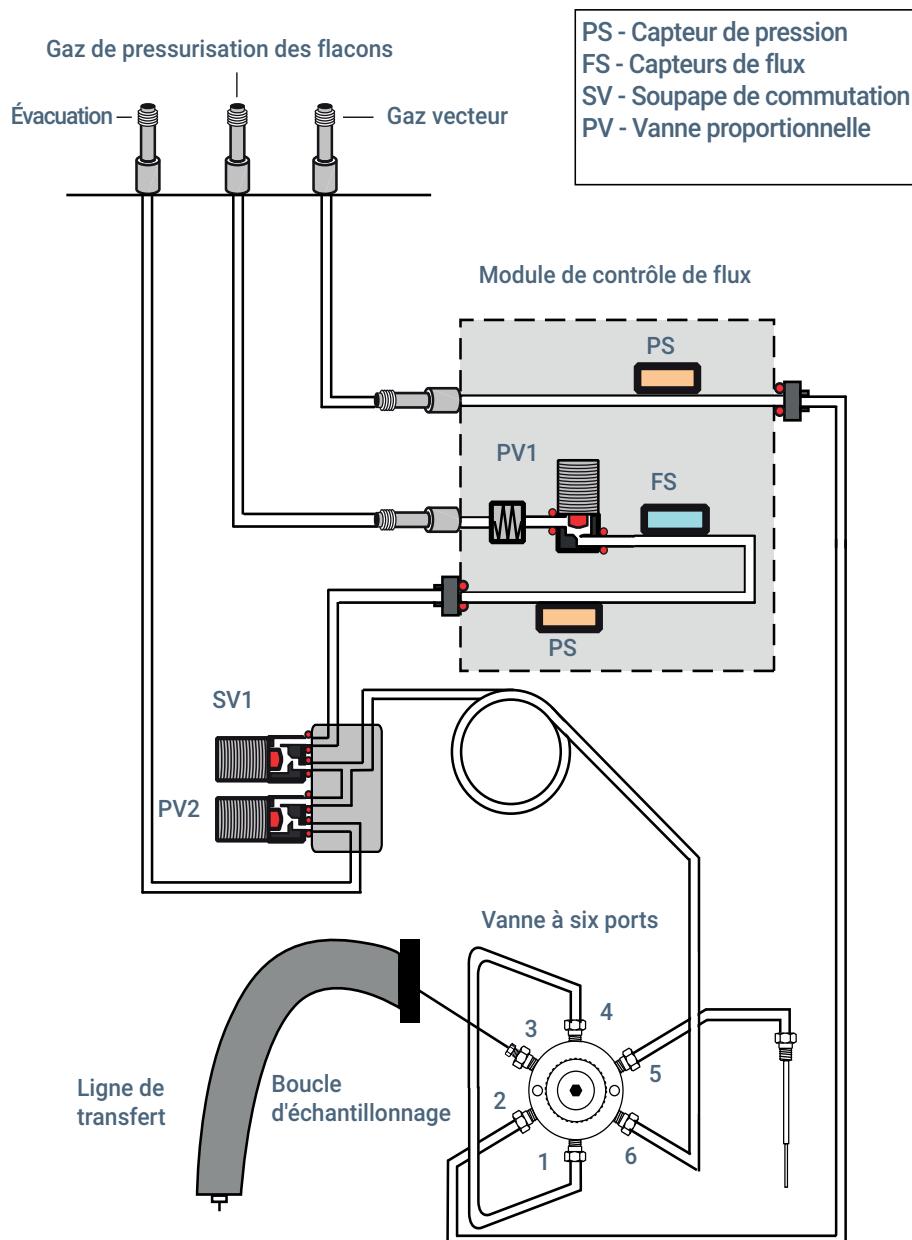


Figure 21. Flux de l'échantillonneur d'espace de tête

8 Fonctionnement de l'échantillonneur d'espace de tête 8697

Extraction standard

Extraction standard

Dans ce mode, l'échantillonneur effectue une extraction et une injection par perforation du flacon. Une fois le flacon équilibré, l'échantillonneur vérifie la disponibilité du système. Si le système est prêt ou si l'action de séquence de préparation est continue, l'échantillonneur perfore le flacon. L'échantillonneur pressurise le flacon et en extrait l'échantillon en fonction des paramètres de la méthode. Voir la **Figure 18** et la **Figure 19**. Après un équilibrage de la boucle d'échantillonnage, la vanne à six ports de l'échantillonneur passe en position d'injection, l'échantillonneur injecte l'échantillon et envoie une commande de démarrage au CPG. En même temps, l'échantillonneur évacue la pression résiduelle du flacon (facultatif). Une fois le temps d'injection écoulé, la vanne à six ports revient à sa position d'origine. Le flacon d'échantillon est retiré de la sonde et renvoyé au carrousel puis au porte-échantillons.

Extractions multiples de l'échantillonneur

Dans ce mode, l'échantillonneur effectue plusieurs extractions et des injections par une seule perforation du flacon. Voir la **Figure 19** et la **Figure 20**. Une fois le flacon équilibré, l'échantillonneur vérifie la disponibilité du système. Si le système est prêt ou si l'action de séquence de préparation est continue, l'échantillonneur perfore le flacon. L'échantillonneur pressurise le flacon et en extrait l'échantillon en fonction des paramètres de la méthode. L'évent de la boucle d'échantillonnage se ferme. Le flacon reste sur la sonde. Après un équilibrage de la boucle d'échantillonnage, la vanne à six ports de l'échantillonneur passe en position d'injection, l'échantillonneur injecte l'échantillon et envoie une commande de démarrage au CPG. En même temps, l'échantillonneur évacue la pression résiduelle du flacon (facultatif). Une fois le temps d'injection écoulé, la vanne à six ports revient à sa position d'origine. Le flacon reste sur la sonde. À l'issue du **temps de cycle du CPG**, l'échantillonneur vérifie à nouveau l'état de préparation du système. Si le système est prêt ou si l'action de séquence de préparation est continue, l'échantillonneur effectue la pressurisation, l'extraction et l'injection suivantes et effectue l'analyse. Le processus se répète jusqu'à ce que toutes les extractions et injections aient été effectuées.

Après l'extraction et l'injection finales, le flacon d'échantillon est retiré de la sonde et renvoyé au carrousel puis au porte-échantillons.

8 Fonctionnement de l'échantillonneur d'espace de tête 8697

Extractions concentrées de l'échantillonneur

Extractions concentrées de l'échantillonneur

Utilisez ce mode pour concentrer l'échantillon dans le CPG. En général, ce mode nécessite un piège de concentration d'échantillon. (Il peut s'agir d'un dispositif externe en option ou d'un injecteur tel que l'injecteur multimode Agilent.) Voir la [Figure 20](#) et la [Figure 21](#).

Une fois le flacon équilibré, l'échantillonneur vérifie la disponibilité du système. Si le système est prêt ou si l'action de séquence de préparation est continue, l'échantillonneur perfore le flacon. L'échantillonneur pressurise le flacon et en extrait l'échantillon en fonction des paramètres de la méthode. Le flacon reste sur la sonde. Après un équilibrage de la boucle d'échantillonnage, la vanne à six ports de l'échantillonneur passe en position d'injection, l'échantillonneur injecte l'échantillon dans le CPG. L'échantillonneur n'envoie pas de commande de démarrage au CPG. Une fois le temps d'injection écoulé, la vanne à six ports revient à sa position d'origine. Le flacon reste sur la sonde. Le flacon peut être ventilé (pendant l'injection) ou rester sous pression. L'échantillonneur répète la pressurisation, l'extraction, l'injection et la ventilation facultative du flacon pour chacune des extractions spécifiées dans la méthode. Lors de l'injection de concentration finale, l'échantillonneur envoie le signal de démarrage au CPG. L'échantillonneur évacue le flacon (facultatif), le retire de la sonde et le renvoie au carrousel puis au porte-échantillons.

Évacuation de la pression résiduelle du flacon

Quel que soit le type d'extraction effectué, l'échantillonneur peut évacuer la pression résiduelle du flacon d'échantillon utilisé par le port **d'évacuation** du panneau arrière de l'échantillonneur. Cette évacuation empêche un flacon sous pression présentant un contenu potentiellement nocif d'être laissé dans le porte-échantillons ou dans votre laboratoire. Elle se produit pendant le temps d'injection pour chaque entrée de séquence en cours. Vous pouvez désactiver cette fonction.

Lorsque vous effectuez des extractions concentrées, vous disposez d'un paramètre supplémentaire : vous pouvez purger le flacon entre les extractions de concentration ainsi que pendant l'injection finale.

8 Fonctionnement de l'échantillonneur d'espace de tête 8697

Comment l'échantillonneur réduit la contamination

L'échantillonneur 8697 offre deux caractéristiques spéciales pour réduire la contamination.

- Après chaque flacon, l'échantillonneur purge la boucle d'échantillonnage et la sonde d'échantillonnage avec un débit élevé de gaz de pressurisation du flacon, tel que défini dans la méthode. Il s'agit du débit **Purge** et vous contrôlez à la fois le débit et le temps de purge.
- Entre chaque séquence, l'échantillonneur purge la boucle d'échantillonnage et la sonde d'échantillonnage avec un débit faible et continu de gaz de pressurisation du flacon. Il s'agit du débit de **Veille**. Vous pouvez contrôler le débit.

8 Fonctionnement de l'échantillonneur d'espace de tête 8697

Comment l'échantillonneur réduit la contamination

Method development (Développement de méthodes)

Généralités	82
Étudier l'échantillon et la matrice	83
Étudier l'injecteur du CPG	86
Charger une méthode similaire	87
Modification de la nouvelle méthode	88
Développement et amélioration de la méthode	93
Optimisation du débit	100
Configuration d'une nouvelle méthode	101
Effectuez des analyses à blanc	102

Ce chapitre fournit des détails et des informations sur les paramètres de la méthode. Ces informations sont destinées à aider un développeur de méthodes à améliorer les performances d'une méthode à l'aide des fonctionnalités de l'échantillonneur d'espace de tête 8697.

9 Method development (Développement de méthodes)

Généralités

Généralités

La **Figure 22** présente le flux de travail type pour le développement d'une méthode d'échantillonneur d'espace de tête.

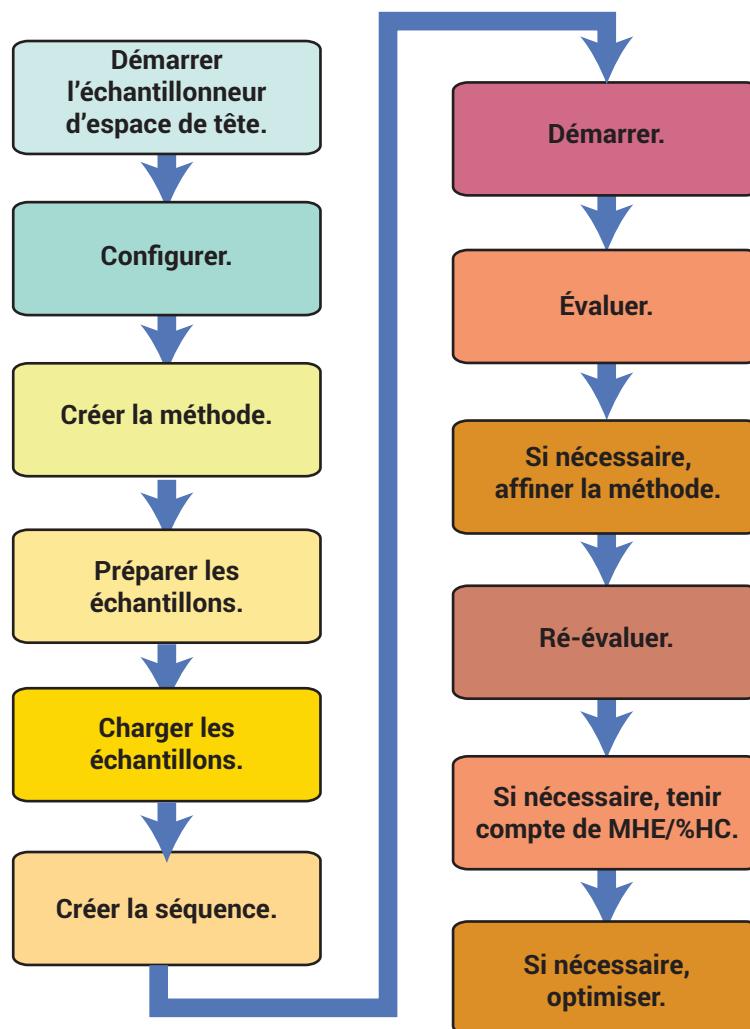


Figure 22. Procédure de développement de méthodes

Ce chapitre décrit les techniques permettant de créer et d'affiner une méthode, en utilisant les paramètres de méthode et les fonctionnalités de méthode disponibles pour l'échantillonneur 8697. Il décrit tous les paramètres de méthode disponibles et explique comment les différents paramètres ont un impact sur une analyse.

9 Method development (Développement de méthodes)

Étudier l'échantillon et la matrice

Étudier l'échantillon et la matrice

La première étape de l'élaboration d'une méthode consiste à comprendre l'échantillon et la matrice.

Théorie de l'analyse de l'espace de tête

Les équations décrivant la théorie de l'espace de tête dérivent de trois lois physiques associées à la pression de vapeur, aux pressions partielles et à la relation entre la pression de vapeur d'un analyte au-dessus d'une solution et la concentration de cet analyte dans la solution.

La **loi de Dalton sur les pressions partielles** stipule que la pression totale d'un mélange de gaz idéaux est égale à la somme des pressions partielles de chaque gaz dans le mélange.

La **loi de Henry sur les solutions diluées** stipule qu'à une température constante, la quantité d'un gaz donné dissous dans un type et un volume de fluide donnés est directement proportionnelle à la pression partielle de ce gaz en équilibre avec ce fluide.

La **loi de Raoult** stipule que la pression partielle d'un soluté dans le volume de l'espace de tête est proportionnelle à la fraction molaire du soluté en solution.

La concentration d'analyte de l'échantillon dans le volume d'espace de tête est donnée par l'équilibre de masse :

$$C_O V_L = C_G V_G + C_L V_L$$

où :

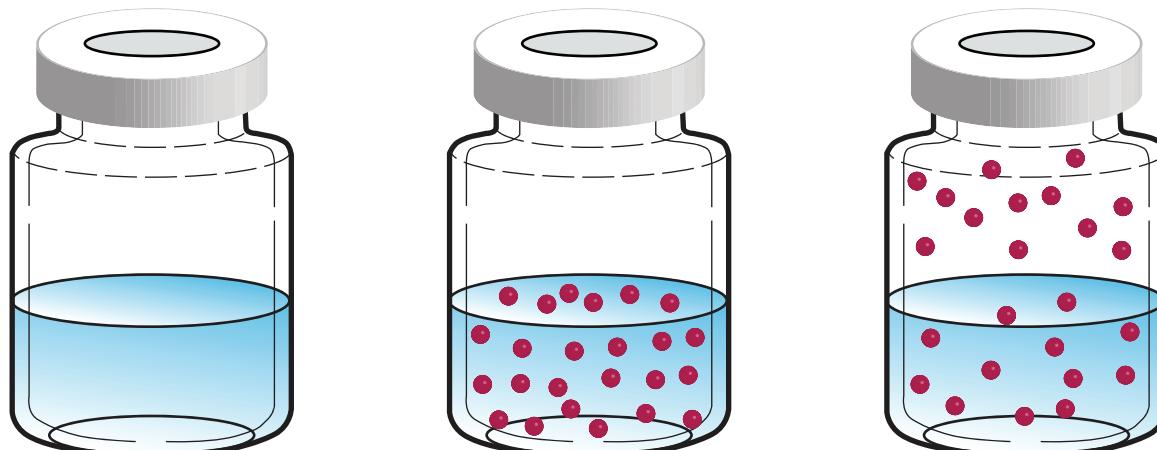
C_G est la concentration d'analyte dans l'espace de tête

C_O est la concentration d'analyte dans l'échantillon initial

V_G est le volume de gaz dans le flacon d'échantillon

V_L est le volume de l'échantillon

K est le coefficient de partage (ou coefficient de distribution), C_L/C_G à l'équilibre V_G/V_L .



9 Method development (Développement de méthodes)

Impact de K et rapport de phase

Une reformulation donne :

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

où :

K est le coefficient de partage (ou coefficient de distribution),
 C_L/C_G à l'équilibre

V_G/V_L est également appelé rapport de phase

L'équation montre deux points importants :

- Pour des résultats cohérents, le rapport V_G/V_L doit rester constant. Cela signifie que la quantité d'échantillon et la taille du flacon doivent rester identiques.
- La réduction du coefficient de partage, K , fournit une concentration plus élevée de vapeur d'échantillon dans le volume d'espace de tête.
- Un rapport V_G/V_L plus petit donne une plus grande concentration du volatile étudié dans le volume d'espace de tête

Impact de K et rapport de phase

La concentration d'analyte dans le volume d'espace de tête dépend de nombreux facteurs, notamment : la quantité d'échantillon, la concentration initiale d'analyte dans l'échantillon, le volume d'espace de tête disponible, la température et la pression totale dans le flacon. Certains facteurs sont manipulés dans l'échantillon et dans la matrice, tandis que d'autres peuvent être contrôlés à l'aide de l'échantillonneur d'espace de tête.

Contrôle de K

Lors de l'optimisation d'une analyse d'espace de tête, commencez par tenir compte du coefficient de partage du solvant. Le tableau ci-dessous répertorie les valeurs K pour plusieurs solvants courants à 25 °C.

Analyte	Solvant	K (25°C)
Toluène	Décane	Env. 3 000
Toluène	Eau	Env. 4
Éthanol	Décane	Env. 60
Éthanol	Eau	Env. 5 000
Éthanol	Eau, saturée de Na_2SO_4	Env. 300

9 Method development (Développement de méthodes)

Impact de K et rapport de phase

À des températures plus élevées, le facteur K diminue. À 40 °C, la valeur de K pour l'éthanol dans l'eau est d'environ 1 350. À 80°C, la valeur K descend à environ 330.

Comme le montre le tableau, K dépend de l'analyte et de la matrice. Notez la différence de K pour le système éthanol-eau par rapport au système similaire saturé de Na₂SO₄.

Par conséquent, pour améliorer la concentration d'analyte dans le volume de l'espace de tête, chauffez l'échantillon. Si nécessaire, envisagez de changer le solvant (si possible) ou d'ajouter un sel inorganique pour réduire la valeur K du solvant.

L'autre facteur à ajuster pour augmenter la sensibilité est le rapport de phase, V_G/V_L. Souvenez-vous de l'équation de concentration en phase vapeur :

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

Lorsque K est petit, la réduction du rapport de phase produira une concentration plus élevée d'analyte dans le volume d'espace de tête. Le 8697 peut utiliser une variété de flacons d'échantillons. Sélectionnez un flacon d'échantillon et une quantité d'échantillon pour créer une concentration plus élevée d'analyte.

Lorsque K est grand, la réduction du rapport de phase entraîne moins de gain.

Contrôle du rapport de phase

Un autre facteur à ajuster pour augmenter la sensibilité est le rapport de phase, V_G/V_L. Souvenez-vous de l'équation de concentration en phase vapeur :

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

Lorsque K est petit, la réduction du rapport de phase produira une concentration plus élevée d'analyte dans le volume d'espace de tête. Le 8697 peut utiliser une variété de flacons d'échantillons. Sélectionnez un flacon d'échantillon et une quantité d'échantillon pour créer une concentration plus élevée d'analyte.

Lorsque K est grand, la réduction du rapport de phase entraîne moins de gain.

9 Method development (Développement de méthodes)

Étudier l'injecteur du CPG

Étudier l'injecteur du CPG

Normalement, le choix de l'injecteur est déterminé par le CPG disponible. Toutefois, notez que pour les types d'injecteurs où la colonne analytique passe directement dans la vanne à six ports de l'échantillonneur d'espace de tête, la colonne analytique n'est pas dans le four du CPG sur toute sa longueur. Les formes des pics peuvent changer.

Quel que soit le type d'injecteur, l'échantillonneur prend uniquement en charge les modes d'injecteur avec division sans modification. Les modes d'injecteur sans division sont pris en charge, mais nécessitent une mise à jour du micrologiciel (constantes PID) pour le module EPC d'injecteur.

9 Method development (Développement de méthodes)

Charger une méthode similaire

Charger une méthode similaire

Lorsque vous commencez une nouvelle méthode, commencez par une méthode pour un type d'échantillon similaire.

Si vous utilisez un système de données Agilent, le logiciel propose un assistant de nouvelle méthode et des assistants de conversion. Le assistant de nouvelle méthode fournit des températures de démarrage sûres et d'autres paramètres pour les matrices liquides et solides, en utilisant une liste de types de solvants (y compris des valeurs personnalisées). L'assistant prend également en compte les points d'ébullition de l'analyte.

9 Method development (Développement de méthodes)

Modification de la nouvelle méthode

Modification de la nouvelle méthode

Après avoir chargé une méthode similaire, modifiez-la si nécessaire pour le nouvel échantillon. Cette section décrit les paramètres principaux et les sections suivantes décrivent les modes d'extraction et les autres paramètres.

Températures

Accédez à **Méthode > espace de tête**, faites défiler jusqu'aux réglages de température et entrez les valeurs souhaitées pour les températures du four à flacons, de la boucle d'échantillonnage et de la ligne de transfert.

Tableau 8 Paramètres de température

Paramètre	Remarques
Four	Commencez par une température du four inférieure de 15°C au point d'ébullition du solvant.
Boucle	Commencez avec cette température égale à la température du four. Pour éviter la condensation de l'échantillon, la boucle d'échantillonnage et la vanne ne doivent jamais être inférieures à la température du four.
Ligne de transfert	Commencez par une température inférieure de 15°C à celle du four. Pour éviter la condensation de l'échantillon, la ligne de transfert ne doit jamais être inférieure à la température de la boucle d'échantillonnage et de la vanne.

Durées

Accédez à **Méthode > espace de tête**, faites défiler jusqu'aux réglages de temps et entrez les valeurs souhaitées pour les paramètres de temporisation utilisés par l'échantillonneur.

Tableau 9 Paramètres de temps

Paramètre	Remarques
Cycle du CPG	Temps total nécessaire pour que le système CPG (ou CPG/SM) revienne à l'état prêt après une analyse. Voir Détermination du temps de cycle du CPG dans le <i>Manuel d'utilisation</i> .
Équilibrage du flacon	Temps nécessaire pour que le flacon revienne à température dans le four, y compris après agitation. En général, commencez par une valeur d'au moins 15 minutes si vous ne disposez pas de durée estimée.
Durée d'injection	Temps alloué pour balayer l'échantillon de la boucle d'échantillonnage, à travers la ligne de transfert et dans le CPG. Le temps d'injection par défaut est de 0,50 minute.

9 Method development (Développement de méthodes)

Flacon et boucle

L'échantillonneur utilise ces paramètres pour déterminer le débit. La valeur la plus importante pour une séquence d'échantillons est le **temps de cycle du CPG**. S'il est trop court, les échantillons seront préparés avant que le CPG ou le CPG/SM ne soit prêt. En fonction des paramètres d'action de séquence, cela peut entraîner l'abandon d'échantillons ou des résultats inattendus. Si le **temps de cycle du CPG** est trop long, le débit peut être réduit, mais l'échantillonneur maintient le traitement des échantillons conformément à la méthode.

En outre, il existe d'autres délais que l'échantillonneur prend en compte lors du chargement des flacons dans le four. Parmi ceux-ci :

- Un temps d'attente de 30 secondes pour que toutes les zones chauffées se stabilisent à température
- Un temps d'attente fixe pour les actions telles que les mouvements du porte-échantillons, du carrousel et du dispositif de levage
- Un temps d'attente fixe pour les interrupteurs de vanne
- D'autres temps de traitement interne

L'échantillonneur tient compte de tous ces délais, ainsi que de la séquence des points de consigne de la méthode, pour programmer le plus efficacement possible le traitement des flacons d'échantillons.

Flacon et boucle

Accédez à **Méthode > Espace de tête**, puis faites défiler jusqu'aux paramètres du flacon et de la boucle.

Tableau 10 Paramètres du flacon et de la boucle

Paramètre	Remarques
Taille de flacon	Sélectionnez la taille du flacon : 10 ml, 20 ml ou 22 ml.
Valeur d'agitation	L'agitation est disponible en 9 niveaux. Voir la Agitation du flacon . Entrez directement la valeur (de 1 à 9) ou entrez 0 pour la désactiver. L'interface du navigateur affiche la fréquence (secousse/minute) et l'accélération du flacon à chaque niveau.

9 Method development (Développement de méthodes)

Modes de remplissage

Modes de remplissage

Accédez à **Méthode > Espace de tête**, puis faites défiler jusqu'aux paramètres du mode de remplissage. Notez que les paramètres disponibles dépendent du mode de remplissage.

Tableau 11 Paramètres du mode de remplissage

Paramètre	Remarques
Mode de remplissage du flacon	<ul style="list-style-type: none">Par défaut : Débit de pressurisationL'échantillonneur détermine comment remplir la boucle d'échantillonnage.) Pour de plus amples informations, reportez-vous à la section "Pressurisation du flacon".
Pression de remplissage du flacon	<p>Ciblez la pression du flacon d'échantillon pour l'échantillonnage.</p> <ul style="list-style-type: none">La pression du flacon doit être suffisamment élevée pour transférer l'échantillon dans la boucle d'échantillonnage.Pour certains échantillons, la pression développée pendant l'équilibrage est suffisante pour l'échantillonnage de l'espace de tête.Ne pas dépasser la limite de pression du flacon.Évitez de régler une valeur inférieure à la pression développée pendant l'équilibrage. <p>Pour de plus amples informations, reportez-vous à la section "Pressurisation du flacon".</p>
Débit de remplissage du flacon	Évitez un débit élevé si le changement de pression du flacon entre la pression interne naturelle après l'équilibrage et la pression cible est faible. Pour de plus amples informations, reportez-vous à la section " Pressurisation du flacon ".
Volume de remplissage	Utilisé uniquement lorsque le Mode de remplissage est défini sur Volume constant . Le volume spécifique de gaz utilisé pour pressuriser le flacon.
Temps d'équilibrage de la pression	Temps alloué pour que le flacon s'équilibre à la pression pendant la pressurisation du flacon. Le temps par défaut est de 0,50 minute.
Mode de remplissage de la boucle	<ul style="list-style-type: none">Si vous utilisez la valeur Par défaut, l'échantillonneur choisit des valeurs raisonnables pour les autres paramètres de boucle.Si vous utilisez la valeur Personnalisé, les autres paramètres de boucle sont activés pour la modification. <p>Pour de plus amples informations, reportez-vous à la section "Remplissage de la boucle d'échantillonnage".</p>
Vitesse de la rampe de boucle	En mode Personnalisé , évitez un taux de remplissage élevé lorsque la différence entre la pression du flacon et la pression de la boucle est faible. Valeur par défaut : 20 psi/min.
Pression finale de la boucle	En mode Personnalisé , réglez la pression de boucle d'échantillonnage finale. En mode Par défaut , la pression finale est affichée. Pour de plus amples informations, reportez-vous à la section " Remplissage de la boucle d'échantillonnage ".
Équilibre de la boucle	En mode Personnalisé , valeur par défaut : 0,05 minute.

9 Method development (Développement de méthodes)

Ventilation et purge

Ventilation et purge

Entre les flacons d'échantillon, l'échantillonneur purge la sonde d'échantillonnage, la boucle d'échantillon et l'évent. Voir la **Figure 23**. Le débit de purge par défaut est de 100 ml/min pendant 0,5 minute.

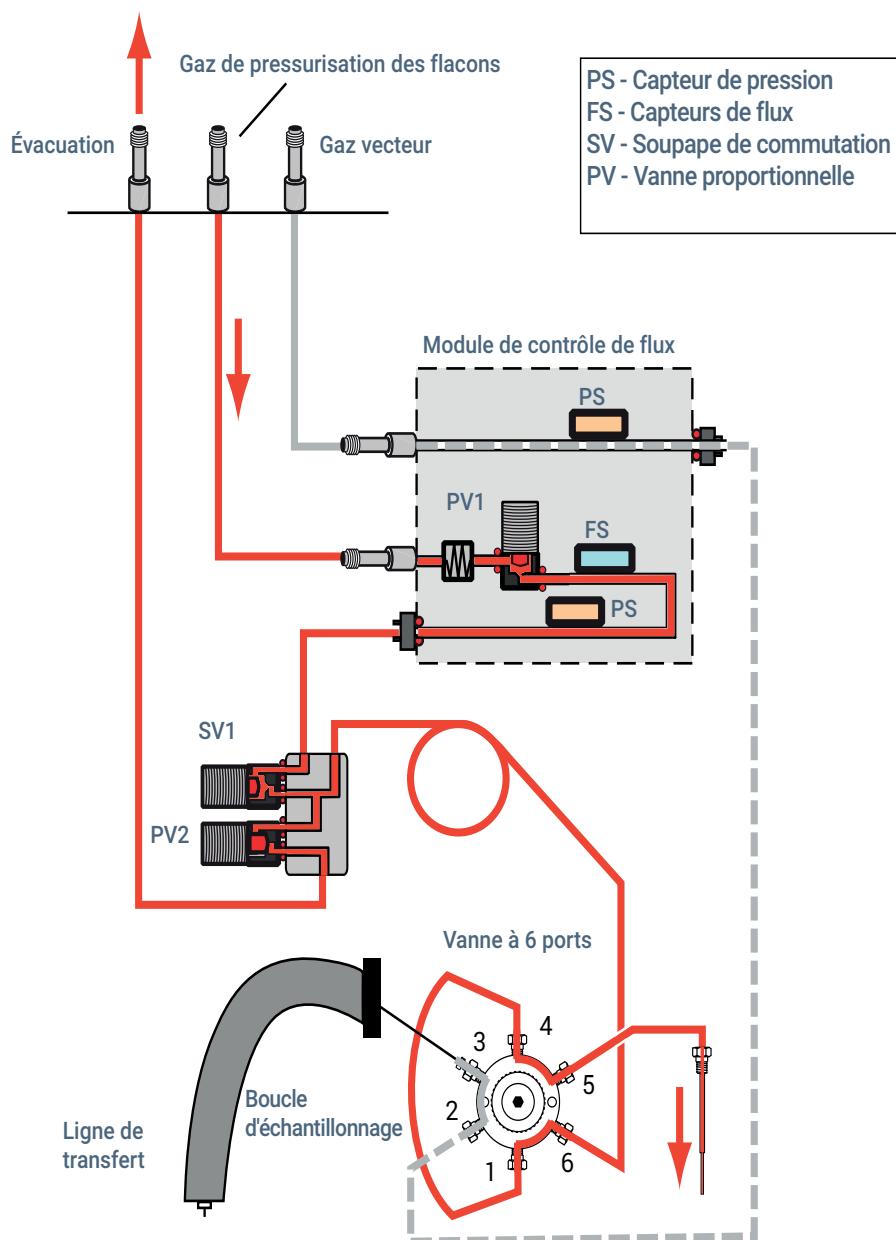


Figure 23. Chemins d'écoulement pendant le temps de purge

Pour définir les paramètres de ventilation et de purge, accédez à **Méthode > Espace de tête**, puis faites défiler jusqu'aux paramètres de ventilation et de purge. Ces paramètres ne s'appliquent qu'en cas d'utilisation d'un mode d'extraction autre que simple. Pour les extractions simples, la pression du flacon est toujours évacuée pendant le cycle d'injection.

9 Method development (Développement de méthodes)

Autres paramètres

Tableau 12 Paramètres de ventilation et de purge

Paramètre	Remarques
Évacuer la pression du flacon après la dernière extraction	Pendant un cycle d'injection qui démarre une analyse du CPG, évacuez la pression résiduelle du flacon. Le flacon est re-pressurisé pour la prochaine extraction.
Évacuer la pression du flacon à l'air libre entre les extractions	Sélectionnez cette option pour évacuer la pression du flacon entre chaque extraction. Le flacon est re-pressurisé pour la prochaine extraction.
Écarts du débit de purge	Par défaut : L'échantillonneur purge la boucle d'échantillonnage, l'évent et la sonde d'échantillonnage avec un débit de 100 ml/min de gaz de pressurisation du flacon pendant 1 minute. Personnalisé : Saisissez le débit et la durée de purge. Éteint : Non recommandé. L'échantillonneur ne se purge pas entre les échantillons.
Purge flow (Débit de purge)	Temps alloué pour que le flacon s'équilibre à la pression pendant la pressurisation du flacon. Le temps d'injection par défaut est de 0,50 minute.
Purge time (Temps de purge)	Temps alloué pour la purge de la sonde d'échantillonnage, de la boucle et de l'évent.

En cas de transmission, essayez d'augmenter le débit de purge ou le temps de purge pour éliminer les vapeurs d'échantillon résiduelles du système.

Notez qu'en général, l'échantillonneur purge la sonde d'échantillonnage (y compris la boucle d'échantillonnage) et l'évent pendant la première moitié du temps de purge, puis ferme la vanne d'évent pour purger uniquement la sonde d'échantillonnage (et la boucle d'échantillonnage). Si le temps de purge est compris entre 0,1 à 0,2 minute, les 0,1 premières minute purgent l'évent et la sonde d'échantillonnage, et le temps restant purge uniquement la sonde. Si le temps de purge est inférieur à 0,1 minute, l'échantillonneur purge la sonde d'échantillonnage et l'évent pendant toute la durée.

Autres paramètres

En plus des paramètres décrits ci-dessus, les autres paramètres de la méthode d'échantillonneur d'espace de tête sont abordés dans les sections suivantes :

Mode d'extraction

Contrôle dynamique des fuites

Résumé des paramètres de méthode

Paramètres de la séquence de la méthode

Utilisation de l'incrément de paramètre

Si vous utilisez le lecteur de codes en option, définissez les types de codes-barres utilisés à partir de l'écran tactile sous **Paramètres**. Voir la "**Paramètres > Configuration > Espace de tête**" à la page 62. Sur l'interface du navigateur, ces paramètres apparaissent sous **Méthode > Configuration > Espace de tête**.

9 Method development (Développement de méthodes)

Développement et amélioration de la méthode

Développement et amélioration de la méthode

Cette section explique comment améliorer une méthode en utilisant diverses fonctionnalités de l'échantillonneur 8697. Il fournit des conseils utiles et des informations générales qui vous aideront à développer des méthodes utilisant l'échantillonneur. Il ne s'agit pas d'une discussion générale sur la chromatographie d'espace de tête, mais plutôt d'une collection d'informations pour vous aider à utiliser au mieux l'échantillonneur 8697.

Utilisation de l'incrément de paramètre

L'objectif de la méthode initiale est d'obtenir des résultats en toute sécurité, *quels que* soient les résultats. Une fois que vous avez déterminé qu'une méthode extrait en toute sécurité suffisamment d'échantillons pouvant être analysés par le CPG (ou CPG/SM), l'étape suivante consiste généralement à déterminer empiriquement la température d'équilibrage, le temps et le niveau d'agitation qui fournissent la meilleure optimisation pour vos besoins.

Pour ce faire, utilisez la fonction d'incrémentation des paramètres de l'échantillonneur. La fonction d'incrémentation des paramètres permet d'augmenter la température du four, le temps d'équilibrage du flacon ou le niveau d'agitation du flacon d'une quantité définie pour des analyses consécutives.

Utilisation de l'incrément de paramètre :

- 1 Ouvrez une connexion au CPG avec l'interface du navigateur.
- 2 Accédez à l'onglet **Méthode** et chargez la méthode souhaitée.
- 3 Faites défiler jusqu'à **Divers (développement de méthode)**.
- 4 Activez **Voulez-vous incrémenter un paramètre de méthode pour les analyses suivantes ?**
- 5 Sélectionnez **Température, Agitation du flacon** ou **Durée de maintien de l'équilibrage du flacon**.
- 6 Saisissez les paramètres appropriés. Voir "**Température du four**", "**Temps de stabilisation des flacons**" ou "**Niveau d'agitation du flacon**" ci-dessous pour plus de détails.
- 7 Enregistrez la méthode.
- 8 Déterminez le nombre de flacons d'échantillon nécessaires.
 - Le paramètre est incrémenté jusqu'à ce qu'il dépasse la limite supérieure spécifiée. (Pour un exemple, voir **Tableau 13**.)
 - Divisez la plage par l'incrément et arrondissez.
- 9 Préparez les flacons d'échantillon et chargez-les dans le porte-échantillons (ou carrousel).
- 10 Créez une séquence pour exécuter chaque flacon à l'aide de la méthode d'incrémentation des paramètres.
- 11 Démarrez la séquence.
 - L'échantillonneur démarre la séquence en exécutant un flacon à la fois et incrément les paramètres sélectionnés avec chaque itération jusqu'à ce qu'ils dépassent la limite supérieure spécifiée pour un paramètre.

9 Method development (Développement de méthodes)

Utilisation de l'incrément de paramètre

- Consultez les paramètres de la méthode en cours à l'aide de l'affichage de l'état. Lorsque l'échantillonneur augmente le paramètre de la méthode pour chaque nouveau flacon, la nouvelle valeur est affichée comme point de consigne de température, de temps ou de niveau d'agitation.

Température du four

Lors de l'augmentation de la température du four, tenez compte des points suivants :

- Des températures plus élevées améliorent généralement les zones de pic.
- Ne dépassez pas le point d'ébullition du solvant (ou de l'analyte).
- L'augmentation de la température peut augmenter le débit.
- Toutes les zones thermiques augmentent à la même vitesse. Si une zone chauffée atteint (ou dépasse) sa température maximale, elle se maintient à sa température maximale pour les flacons restants. Prenons par exemple une température de départ du four de 175°C, une température de ligne de transfert de 200°C et une température de boucle d'échantillonnage de 190°C. En cas d'incrémentation de 10°C, la température de la boucle d'échantillonnage atteindra 230°C au cinquième passage, alors que le four sera à 215°C. Étant donné que la température maximale de la boucle d'échantillonnage est dépassée, la température reste à 225°C pour les cinquième et sixième cycles. Reportez-vous aux exemples du **Tableau 13** ci-dessous.

Tableau 13 Exemple de températures, en °C, pendant un incrément de paramètre de 10°C par étape

Four	Ligne de transfert	Boucle d'échantillonnage
175	200	190
185	210	200
195	220	210
205	230	220
215	240	225
225	250	225

- Dans ce cas, les flacons sont analysés en série. Il n'y a pas de chevauchement car la température du four diffère pour chaque flacon.
- Ne saisissez pas de série qui dépasse le nombre de flacons disponibles dans le porte-échantillons.

9 Method development (Développement de méthodes)

Taille de flacon

Temps de stabilisation des flacons

Lors de l'augmentation du temps de stabilisation des flacons, tenez compte des points suivants :

- Augmentez le temps de stabilisation si une augmentation de la température risque d'introduire plus de solvant que l'analyte ou dégrader l'échantillon.
- Dans ce cas, les flacons peuvent se chevaucher.
- Ne saisissez pas de série qui dépasse le nombre de flacons disponibles dans le porte-échantillons.

Niveau d'agitation du flacon

Lors de l'augmentation du temps d'agitation des flacons, tenez compte des points suivants :

- Dans ce cas, les flacons doivent être analysés en série, car le niveau d'agitation diffère pour chaque flacon.
- L'agitation est la solution la plus utile pour les analytes dont le facteur K est élevé, les grandes quantités d'échantillons liquides et les échantillons liquides plus visqueux.

Taille de flacon

L'échantillonneur détermine la taille du flacon à l'aide du pince-flacons ou lors du chargement du flacon sur la sonde d'échantillonnage.

Agitation du flacon

L'échantillonneur peut agiter les flacons dans le four à 9 niveaux. Saisissez **0** pour désactiver l'agitation, ou entre **1** et **9**, 9 étant l'agitation la plus élevée.

Des niveaux d'agitation plus élevés peuvent augmenter le nombre de zones pour une température donnée du four.

Taille de la boucle d'échantillonnage

Configurez toujours la bonne taille de boucle d'échantillonnage. L'échantillonneur contrôle certains paramètres opérationnels, tels que le remplissage de la boucle d'échantillonnage, en fonction du volume de la boucle d'échantillonnage configuré.

Des boucles plus grandes peuvent vous aider à effectuer une analyse de trace aux limites de détection.

Des boucles plus petites peuvent aider à obtenir une fidélité de pic lors de la connexion directe à la colonne du CPG.

9 Method development (Développement de méthodes)

Pressurisation du flacon

Pressurisation du flacon

Comme décrit dans la section **“Échantillonnage statique de l'espace de tête à l'aide d'une vanne et d'une boucle”** à la page 10, l'échantillonneur met le flacon sous pression, puis évacue la pression du flacon dans l'atmosphère à travers la boucle d'échantillonnage. L'échantillonneur peut contrôler le taux de transfert de gaz dans la boucle, ainsi que la pression initiale de la tête dans le flacon et la pression résiduelle dans le flacon lorsque l'échantillonnage se termine.

- Pour des résultats plus reproductibles, assurez-vous que le flacon contient une pression suffisante pour balayer la boucle d'échantillons plusieurs fois. Si le flacon développe une pression inférieure à 70 kPa (10 psi) pendant l'équilibrage thermique, pensez à ajouter du gaz supplémentaire pour augmenter cette pression. Si la pression du flacon est faible, cela peut entraîner des problèmes de répétabilité ou des zones de pic faibles (en raison d'une quantité d'échantillon insuffisante atteignant la boucle d'échantillonnage).
- L'échantillonneur peut pressuriser le flacon en utilisant 3 modes différents. Utilisez un mode de pressurisation du flacon approprié à l'échantillon.
- Définissez une pression cible du flacon supérieure à la pression développée lors de l'équilibrage thermique. (Sinon, vous évacuerez accidentellement l'échantillon !)

Débit de pressurisation

Il s'agit du mode de pressurisation par défaut du flacon, adapté à la plupart des analyses. L'échantillonneur utilise un débit fixe pour pressuriser le flacon à un niveau spécifié. Cela permet de réduire le « choc » du flacon.

- Évitez un débit élevé si le changement de pression du flacon est faible.
- Des options de remplissage de boucle d'échantillonnage personnalisées sont disponibles lorsque vous utilisez ce mode.

Pression

Dans ce mode, l'échantillonneur met le flacon sous pression au niveau cible le plus rapidement possible. Ce mode reproduit le processus utilisé sur les échantillonneurs d'espace de tête Agilent précédents (G1888 et 7694). Des options de remplissage de boucle d'échantillonnage personnalisées sont disponibles lorsque vous utilisez ce mode.

Volume constant

Dans ce mode, le flacon développe sa pression interne naturelle. L'échantillonneur d'espace de tête insère ensuite un volume fixe de gaz dans le flacon. Dans ce cas, la pression finale réelle du flacon n'est pas connue, car elle dépend de la pression initiale et de la compressibilité du volume de gaz ajouté.

La pression interne du flacon étant inconnue, ce mode exclut l'utilisation d'options avancées de remplissage en boucle d'échantillonnage. L'échantillonneur détermine les meilleurs réglages pour remplir la boucle d'échantillonnage.

Ce mode est utile lorsque les quantités molaires exactes sont importantes.

Lorsque ce mode est utilisé, il est possible de développer une pression de flacon insuffisante. Si la pression finale du flacon après l'échantillonnage est inférieure à 1 psi (environ 7 kPa), l'échantillonneur arrête l'échantillonnage lorsque la pression de la boucle d'échantillonnage/du flacon atteint 1 psi.

9 Method development (Développement de méthodes)

Remplissage de la boucle d'échantillonnage

Remplissage de la boucle d'échantillonnage

L'échantillonneur offre deux modes de remplissage de la boucle d'échantillonnage : **Par défaut** et **Personnalisé**. En mode **Personnalisé**, vous pouvez contrôler la pression du flacon utilisée pour remplir la boucle en réglant la pression résiduelle finale de la boucle d'échantillonnage (flacon) et la vitesse de la rampe pour remplir la boucle d'échantillonnage.

Quel que soit le mode, vous devez développer ou ajouter une pression de flacon suffisante avant de remplir la boucle d'échantillonnage. Le remplissage de la boucle repose sur la différence de pression entre le flacon et la boucle (qui est évacuée dans l'atmosphère). Voir la **Figure 24**. Avec une pression initiale du flacon très basse, par exemple 7 kPa (1 psi), vous comptez davantage sur la diffusion que sur le débit de gaz pour transférer l'échantillon dans la boucle. Les résultats s'en ressentiront.

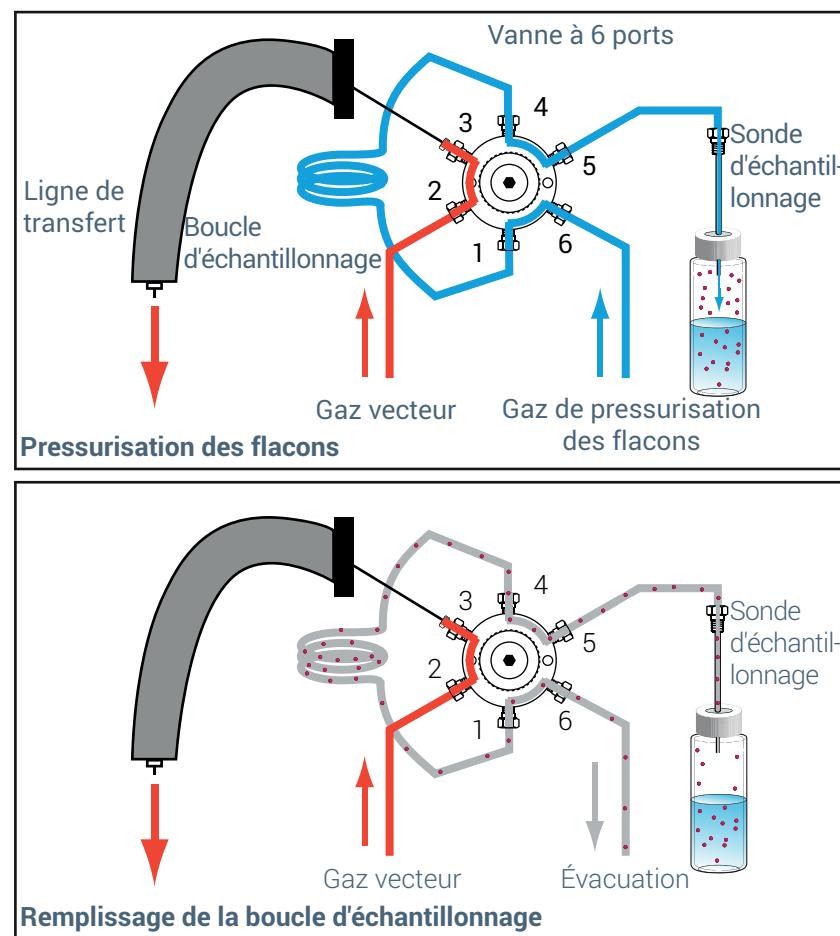


Figure 24. Remplissage de la boucle d'échantillonnage

Pour un transfert d'échantillons correct et reproduit, développez ou ajoutez une pression de flacon suffisante.

Si la pression du flacon initiale est basse (< 70 kPa/10 psi), essayez d'augmenter la pression du flacon. Si les résultats ou la répétabilité s'améliorent, la pression était insuffisante pour remplir la boucle d'échantillonnage.

9 Method development (Développement de méthodes)

Remplissage de la boucle d'échantillonnage

Par défaut

Ce mode doit être suffisant pour de nombreuses analyses. En fonction de la pression initiale du flacon (connue sauf en mode de pressurisation du flacon **À volume constant**), l'échantillonneur calcule un débit optimal et une pression finale du flacon pour remplir la boucle d'échantillonnage. L'échantillonneur remplit la boucle d'échantillonnage du flacon, en ajustant le débit, jusqu'à ce que la boucle d'échantillonnage soit balayée au moins une fois avec l'échantillon.

Si la pression initiale du flacon est basse, l'échantillonneur effectuera des réglages.

- La pression finale du flacon ne peut pas être inférieure à 1 psi (6,9 kPa) à température et pression normales.
- Lorsque le mode de remplissage du flacon à volume constant est utilisé, il est possible de développer une pression de flacon insuffisante. Si la pression du flacon au début de l'échantillonnage entraîne une pression finale de la boucle d'échantillon/du flacon inférieure à 1 psi (environ 7 kPa), l'échantillonneur arrête l'échantillonnage lorsque la pression de la boucle d'échantillon/du flacon atteint 1 psi.

Comment l'échantillonneur calcule le paramètre de remplissage de la boucle

d'échantillonnage par défaut : L'échantillonneur tient compte de la taille du flacon et des conditions atmosphériques lors du calcul du volume de la boucle d'échantillonnage par défaut.

Taille de flacon	Pression absolue	Vitesse de la rampe
10 mL	Pression finale : 2/3 de la pression initiale	40 psi/min
20 mL	Pression finale : 5/6 de la pression initiale	20 psi/min

La pression à température et pression constante affichée sur l'appareil est la pression absolue : 1 atmosphère standard.

Personnalisé

Dans ce mode, vous pouvez définir la vitesse de remplissage de la boucle, la pression de la boucle d'échantillonnage finale et le temps d'équilibrage de la boucle après le remplissage. Reportez-vous à la [Figure 24](#) au besoin.

Vitesse de la rampe de boucle : Le taux de décroissance de la pression à partir du flacon et à travers la boucle. Si vous pensez que l'excès d'échantillon est perdu pendant le remplissage en boucle, réduisez le débit.

Pression finale de la boucle : Étant donné que la boucle d'échantillonnage et le flacon sont connectés, il s'agit également de la pression finale du flacon. L'échantillonneur ne peut pas aspirer un flacon.

- En général, définissez une valeur supérieure à 7 kPa (1 psi).
- La pression finale doit fournir une chute de pression suffisante par rapport à la valeur initiale pour s'assurer que la boucle d'échantillonnage est remplie.

9 Method development (Développement de méthodes)

Mode d'extraction

- Si la valeur est définie sur **0**, l'échantillonneur contrôle le remplissage de la boucle d'échantillonnage jusqu'à ce que la pression de la boucle (et du flacon) atteigne 1 psi (environ 6,9 kPa). La vanne d'aération s'ouvre alors complètement. L'échantillonneur ne contrôle pas le système d'échantillonnage à ce stade. Lorsque la pression atteint 0 par rapport à la pression atmosphérique, la vanne de mise à l'air libre se ferme. Il peut être difficile d'obtenir des résultats reproductibles en utilisant ce paramètre.
- Si la valeur est comprise entre 0 et 1 psi (6,89 kPa), un avertissement s'affiche. L'échantillonneur tente de contrôler la ventilation à cette valeur, mais il peut y avoir une perte de reproductibilité ou d'échantillon.

Équilibre de la boucle : Définissez un temps de stabilisation de la boucle d'échantillonnage après remplissage.

Problèmes possibles

- Si vous utilisez une petite boucle d'échantillonnage et que les zones de pics sont petites, vous risquez de couvrir la boucle. Si la différence entre la pression initiale et la pression finale du flacon est trop importante compte tenu des conditions de l'échantillon et de la taille de la boucle, il se peut que trop d'échantillon s'écoule dans la boucle pour évacuation. Essayez de réduire la pression du flacon ou de réduire la différence entre les pressions initiale et finale (ce qui réduit la durée pendant laquelle le volume d'espace de tête balaie la boucle d'échantillonnage).
- Si vous utilisez une grande boucle d'échantillonnage et que les zones de pics sont petites, vous risquez de ne pas couvrir suffisamment d'échantillon dans la boucle. Essayez d'augmenter la pression du flacon ou de définir une pression finale de boucle plus petite (ce qui augmente la durée pendant laquelle le volume d'espace de tête passe dans la boucle d'échantillonnage).

Mode d'extraction

Trois (3) modes d'extraction sont disponibles : **Unique**, **Multiple** et **Concentré**. Voir "**Séquences, mode d'extraction et percements de flacon**" à la page 53 pour une description détaillée du comportement de l'échantillonneur pour chaque mode.

Extraction unique

Dans ce mode, l'échantillonneur équilibre le flacon, le perfore une fois, remplit la boucle d'échantillonnage (une « extraction »), puis démarre une analyse tout en injectant l'échantillon sur le CPG.

Si un flacon apparaît plusieurs fois dans une séquence, il est entièrement re-traité (en mode autonome ou en cas d'utilisation d'un système de données Agilent).

Extractions multiples

Les études cinétiques et l'étalonnage sont deux utilisations typiques du mode d'extraction multiple. Notez que le flacon n'est perforé qu'une seule fois pendant les extractions.

Extractions concentrées

Ce mode peut être utile pour l'analyse des traces, où l'échantillon peut s'accumuler dans l'injecteur du CPG ou être piégé à un autre endroit avant d'être balayé dans la colonne du CPG. Ce mode nécessite l'utilisation d'un injecteur multimode ou d'un autre type de piège.

9 Method development (Développement de méthodes)

Optimisation du débit

Optimisation du débit

L'échantillonneur gère automatiquement ses délais afin d'optimiser le débit des échantillons qui lui sont soumis pour traitement. Au début d'une séquence, il compare les méthodes utilisées pour chaque flacon, puis détermine comment et quand placer chaque flacon dans le four afin de minimiser les temps d'arrêt entre les analyses du CPG. Son analyse dépend :

- Des paramètres de synchronisation de l'échantillonneur (temps d'attente, temps d'équilibrage, etc.)
- De la précision du temps de cycle du CPG saisie
- Du nombre d'échantillons contigus dans la séquence utilisée par la même méthode
- Des différences entre les paramètres de l'échantillonneur de chaque méthode
- De toute différence entre la durée d'exécution réelle du CPG et les valeurs saisies pour les paramètres de l'échantillonneur, tels que le débit du gaz vecteur ou les programmes de pression

L'analyse du débit de l'échantillonneur ne prend pas en compte les autres réglages du CPG, tels que la température du four ou les changements de température de l'injecteur.

L'échantillonneur ne peut pas tenir compte du temps d'attente du solvant SM ou d'autres événements externes qui se produisent après la fin de l'analyse du CPG. Vous devez inclure ces types de problèmes de synchronisation dans le **Paramètre de cycle du CPG** si cela devient important. Par exemple, supposons que vous programmez la température de l'injecteur. L'injecteur doit refroidir avant la prochaine analyse. Cela prendra un certain temps, pendant lequel le CPG n'est pas prêt et l'échantillonneur peut avoir des échantillons dans le four. Si le refroidissement prend trop de temps, les échantillons restent trop longtemps dans le four de l'échantillonneur et déclenchent l'action de séquence **Système non prêt**. Dans ce cas, vous devrez peut-être envisager d'augmenter le **cycle du CPG**.

Pratiques susceptibles d'augmenter le débit :

- Regrouper les échantillons qui utilisent une température et une agitation similaires dans un four d'échantillonneur.
- Disposer les échantillons de façon à éviter de les chauffer, puis refroidir le four de l'échantillonneur. Analyser les échantillons par ordre croissant de température du four d'échantillonneur.

Pratiques susceptibles de réduire le débit :

- Saisie de lignes de séquence consécutives qui modifient les paramètres du four de l'échantillonneur ou de l'agitation.
- Saisie de lignes de séquence consécutives nécessitant un refroidissement du four de l'échantillonneur, puis un chauffage, puis un refroidissement.

9 Method development (Développement de méthodes)

Configuration d'une nouvelle méthode

Configuration d'une nouvelle méthode

Bien que l'échantillonneur puisse exécuter des séquences comprenant de nombreuses méthodes, toutes les méthodes utilisées au cours d'une seule séquence d'échantillonneur doivent avoir les éléments suivants en commun :

- Même taille de la boucle d'échantillonnage
- Mêmes types de gaz

Tous les autres paramètres, y compris la taille du flacon, peuvent varier d'un échantillon à l'autre dans la séquence.

Tout échantillon nécessitant une taille de boucle d'échantillonnage ou un type de gaz différent ne peut pas être analysé en même temps que les échantillons de cette autre méthode. Installez le matériel nécessaire et reconfigurez l'échantillonneur.

9 Method development (Développement de méthodes)

Effectuez des analyses à blanc

Effectuez des analyses à blanc

Effectuez toujours plusieurs analyses à blanc après avoir développé une méthode. Utilisez-les pour vérifier la présence de contamination. En cas de contamination, résolvez le problème. Reportez-vous au manuel de *Dépannage*.

Retour d'informations sur la maintenance précoce

Retour d'informations sur la maintenance précoce de l'échantillonneur 104

Ce chapitre traite des fonctions de Retour d'informations sur la maintenance précoce de l'échantillonneur d'espace de tête.

Retour d'informations sur la maintenance précoce de l'échantillonneur

L'échantillonneur ajoute plusieurs compteurs aux fonctions EMF du CPG, disponibles sur l'écran tactile ou l'interface du navigateur dans **Maintenance > Headspace**. Le **Tableau 14** ci-dessous répertorie les consommables suivis par l'échantillonneur, ainsi que le type d'événement utilisé par l'échantillonneur pour effectuer le suivi des consommables. Par exemple, l'échantillonneur suit l'utilisation de la ligne de transfert en comptant les cycles d'injection.

Tableau 14 Compteurs 8697

Élément	Compteur
Patins du pince-flacons	Le pince-flacons du porte-échantillons se déplace
Espace de tête à temps	Temps de fonctionnement de l'instrument
Décompte des analyses de l'échantillonneur	Cycle d'injection
Sonde	Cycle d'injection
Boucle d'échantillonnage	Cycle d'injection
Rotor à six ports	Cycle d'injection
Vanne à six ports	Cycle d'injection
Ligne de transfert	Cycle d'injection
Étalonnage du porte-échantillons	Temps de fonctionnement de l'instrument
Conduite de mise à l'air	Cycle d'injection
Vanne d'évacuation	Cycle d'injection

Avant de commencer une séquence, le CPG vérifie la durée de vie disponible des compteurs EMF de l'échantillonneur. Si l'exécution de la séquence entraîne le déclenchement d'un avertissement d'entretien par l'un des compteurs EMF, le CPG affiche un message d'avertissement mais n'empêche pas l'exécution de la séquence.

Définissez, réinitialisez ou désactivez les Retour d'informations sur la maintenance précoce (EMF) de l'échantillonneur comme tout autre EMF sur le CPG. Reportez-vous à l'aide du GPC pour plus d'informations sur l'utilisation des EMF.