



Campionatori per spazio di testa Agilent 8697

Funzionamento



Avvisi

© Agilent Technologies, Inc. 2023

Nessuna sezione del presente manuale può essere riprodotta in qualsiasi forma o con qualsiasi mezzo (inclusa la memorizzazione in un sistema elettronico di reperimento delle informazioni o la traduzione in un'altra lingua) senza previo consenso scritto di Agilent Technologies, Inc. secondo quanto stabilito dalle leggi sul diritto d'autore in vigore negli Stati Uniti d'America e in altri Paesi.

Codice del manuale

G4511-94004

Edizione

Seconda edizione, aprile 2023
Prima edizione, febbraio 2021

Stampato negli USA o in Cina

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

Garanzia

Le informazioni contenute in questo documento sono fornite "come sono" e sono soggette a modifica senza preavviso nelle future edizioni. Inoltre, nei limiti massimi previsti dalla legge, Agilent non fornisce alcuna garanzia, esplicita o implicita, relativamente al presente manuale e alle informazioni in esso contenute, comprese, senza limitazione alcuna, le garanzie implicite di commerciabilità e di idoneità a un uso specifico. Agilent non sarà responsabile di eventuali errori presenti in questo manuale o di danni incidentali o conseguenti connessi alla fornitura, alle prestazioni o all'uso o di questo documento o di qualsiasi informazione in esso contenuta. In presenza di un accordo scritto stipulato a parte tra Agilent e l'utente, in cui siano previste condizioni di garanzia riguardanti le informazioni contenute in questo manuale in contrasto con le condizioni qui specificate, sono da ritenersi valide le condizioni di garanzia specificate nell'accordo.

Informazioni sulla sicurezza

ATTENZIONE

L'indicazione ATTENZIONE segnala un rischio. L'avviso richiama l'attenzione su una procedura operativa o una prassi che, se non eseguite in modo corretto o osservate attentamente, possono comportare danni al prodotto o la perdita di dati importanti. In presenza della dicitura ATTENZIONE interrompere l'attività finché le condizioni indicate non siano state perfettamente comprese e soddisfatte.

AVVERTENZA

L'indicazione AVVERTENZA segnala un rischio. L'avviso richiama l'attenzione su una procedura operativa o una prassi che, se non eseguita correttamente o attenendosi scrupolosamente alle istruzioni, potrebbe causare gravi lesioni personali o la perdita della vita. In presenza della dicitura AVVERTENZA interrompere l'attività finché le condizioni indicate non siano state perfettamente comprese e soddisfatte.

Sommario

1 Introduzione

Introduzione	8
Tecniche relative allo spazio di testa	9
Campionamento dello spazio di testa statico con valvola e loop	10
Il Campionatore per spazio di testa Agilent 8697	13
Informazioni sul manuale	14
Introduzione al campionatore per spazio di testa	15
LED indicatore di stato	16
Pulsante di blocco e indicatore	16

2 Workflow per il funzionamento

Workflow per il funzionamento standard	18
Workflow per lo sviluppo dei metodi	19

3 Materiali di consumo

Materiali di consumo per l'analisi dello spazio di testa	22
----------------------------------------------------------	-----------

4 Fiale di campione

Tipi di fiale di campione	26
Setti e tappi per le fiale di campione	27
Etichette per fiale	28
Codici a barre supportati	29
Riempimento delle fiale di campione	30
Tappare una fiala di campione	31
Tappare una fiala di campione con una tappatrice elettronica	31
Tappare una fiala di campione con una tappatrice manuale	32
Controlli visivi della tappatura delle fiale	33
Verificare la corretta tappatura tramite User Vial Leak Test	34
Bloccare o sbloccare il vassoio	35
Installare un rack per fiale	36
Caricare una fiala di campione sul vassoio	37

5 Parametri del metodo dell'HS

Parametri del metodo dell'HS	40
Interfaccia utente locale	41
Interfaccia del browser	42
Riepilogo dei parametri del metodo	43
Determinare il tempo del ciclo del GC	46
Determinare il tempo del ciclo del GC	46
Convalida del tempo del ciclo del GC	47
Funzionamento e specifiche della piastra di raffreddamento	48
Temperatura	48
Fonte di raffreddamento	48
Condensa e condizioni ambientali	48

6 Sequenze HS

Che cos'è una sequenza dell'HS?	52
Sequenze, modalità di estrazione e foratura di fiale	53
Sequenze e velocità	54
Campioni prioritari	55
Azioni della sequenza del metodo	56
Tipi di problemi della sequenza gestiti	56
Azioni disponibili	57
Quando si utilizza un MS	57
Azioni sequenza dell'interfaccia del browser e del sistema dati	58
Arresto, interruzione o pausa di una sequenza in corso	59
Stato delle fiale	60

7 Impostazioni

Impostazioni dello spazio di testa	62
Settings > Configuration > Headspace	62
Settings > Calibration > Headspace	63
Settings > Service Mode > Headspace	66
Settings > Scheduler: Conservazione della risorsa	66

8 Funzionamento del campionatore per spazio di testa 8697

Come l'HS elabora una fiala di campione	68
Come l'HS equilibra una fiala	69
Come l'HS pressurizza una fiala	70
Flusso a pressione	70
Pressione	70
Volume costante	70
Controllo dinamico delle perdite	71
Come l'HS riempie il loop del campione (estrae un campione)	72
Modalità riempimento loop predefinita	72
Modalità riempimento loop personalizzata	72
Tipo di estrazioni e iniezioni dell'HS	73
Estrazione standard	75
Estrazioni multiple dello spazio di testa	75
Estrazioni concentrate dello spazio di testa	75
Scarico della pressione residua della fiala	76
Come HS riduce il carry over	77

9 Sviluppo del metodo

Panoramica	80
Considerare il campione e la matrice	81
Teoria dell'analisi dello spazio di testa	81
Impatto di K e del rapporto di fase	82
Considerare l'iniettore del GC	84
Caricare un metodo simile	85
Modificare il nuovo metodo	86
Temperature	86
Times	86
Fiala e loop	87
Modalità di riempimento	88
Scarico e spurgo	89
Altri parametri	90
Sviluppo e miglioramento del metodo	91
Uso dell'incremento dei parametri	91
Dimensione fiala	93
Scuotimento della fiala	93
Dimensione del loop del campione	93

Pressurizzazione della fiala	93
Riempimento del loop del campione	95
Modalità di estrazione	97
Ottimizzazione della velocità	98
Preparazione di un nuovo metodo	99
Esecuzione di analisi di controllo	100
10 Funzionalità EMF (Early Maintenance Feedback)	
Funzionalità EMF (Early Maintenance Feedback) dell'HS	102

Introduzione

Introduzione 8

Tecniche relative allo spazio di testa 9

Campionamento dello spazio di testa statico con valvola e loop 10

Informazioni sul manuale 14

Introduzione al campionatore per spazio di testa 15

Questo capitolo introduce lo strumento Campionatore per spazio di testa Agilent 8697, identificando i componenti principali e le tecniche generali di campionamento dello spazio di testa.

Introduzione

L'analisi dello spazio di testa è una tecnica utilizzata per analizzare i componenti volatili di una matrice di campione. L'analisi dello spazio di testa campiona un volume ambientale su una matrice di campione mentre i composti volatili esistono in forma gassosa a livelli prevedibili.

L'analisi dello spazio di testa è utile nelle seguenti situazioni:

- L'analita in questione è volatile a temperature inferiori a 300 °C.
- La matrice di campione è solida, è un impasto oppure è un liquido non facilmente iniettabile nell'iniettore del GC.
- È difficile preparare un campione da iniettare comodamente.
- I componenti non volatili del campione sono pericolosi. (Nell'analisi dello spazio di testa, il campione tocca fisicamente solo una fiala di campione monouso).

Rispetto alle tradizionali iniezioni, l'analisi dello spazio di testa evidenzia alcuni vantaggi:

- Preparazione del campione più semplice. Non è necessario trasformare il campione in un liquido iniettabile.
- Analisi diretta di un'ampia gamma di matrici di campione (solidi, impasti, liquidi e gas).
- Colonne più durature e minore manutenzione. Il volume dello spazio di testa sulla matrice del campione è più pulito della matrice. Iniettando un quantitativo di contaminanti minore, la colonna analitica dura più a lungo e richiede minore manutenzione (regolazione, degassamento, sostituzione della colonna di guardia, ecc.)
- Alta precisione.
- La temperatura del forno dello spazio di testa può essere regolata per escludere selettivamente i componenti più pesanti dall'analisi. In questo modo, è possibile accelerare i programmi del forno, i raffreddamenti del forno, nonché aumentare la durata della colonna.

1 Introduzione

Tecniche relative allo spazio di testa

Tecniche relative allo spazio di testa

Attualmente esistono tre tecniche principali per l'esecuzione dell'analisi dello spazio di testa.

Campionamento dello spazio di testa dinamico: questa tecnica, tipicamente parte di un sistema di spurgo e trappola, utilizza un flusso continuo di gas di trasporto per spurgare tutti i componenti volatili dalla matrice del campione. Questi analiti vengono normalmente intrappolati in un adsorbente. Dopo un periodo di tempo specificato, la trappola viene riscaldata, rilasciando i composti adsorbenti, che vengono diretti nell'iniettore del GC.

Campionamento dello spazio di testa statico: questa tecnica usa un contenitore per campioni chiuso e un sistema di campionamento. Dopo aver posizionato la matrice del campione in una fiala per il campionamento sigillata, la matrice del campione viene riscaldata per un tempo specificato, durante il quale la fiala può essere anche agitata (scossa) per consentire il passaggio dei composti volatili dalla matrice al volume dello spazio di testa. Dopo un tempo specificato, la fiala viene forata, pressurizzata e una quantità di vapori dello spazio di testa viene estratta e iniettata nell'iniettore del GC.

Microestrazione in fase solida: con questa tecnica, una sonda e un adsorbente sono posizionati in una fiala che contiene la matrice del campione. Gli analiti di interesse sono assorbiti nella sonda del campione. L'uso di diversi adsorbenti offre flessibilità per l'analisi di diversi composti di interesse (ignorandone al contempo altri). Dopo un periodo di tempo specificato, la sonda viene riscaldata per eliminare gli analiti che vengono diretti sulla colonna del GC.

1 Introduzione

Campionamento dello spazio di testa statico con valvola e loop

Campionamento dello spazio di testa statico con valvola e loop

Esistono due tecniche principali relative allo spazio di testa per il campionamento statico, *trasferimento di pressione* e *valvola e loop* (una terza tecnica, l'esecuzione manuale dell'iniezione con una siringa a tenuta di gas, non fornisce risultati facilmente riproducibili).

Il sistema con valvola e loop, usato nello strumento 8697, può anche riscaldare e agitare la fiala per un tempo specificato. Tuttavia, il sistema Agilent usa un loop di volume noto per raccogliere il campione. I passaggi del campionamento per il sistema con valvola e loop sono i seguenti:

1 Introduzione

Campionamento dello spazio di testa statico con valvola e loop

- 1 Una sonda con ago foro la fiala.
- 2 Il campionatore pressurizza la fiala con il gas. Vedere **Figura 1**.

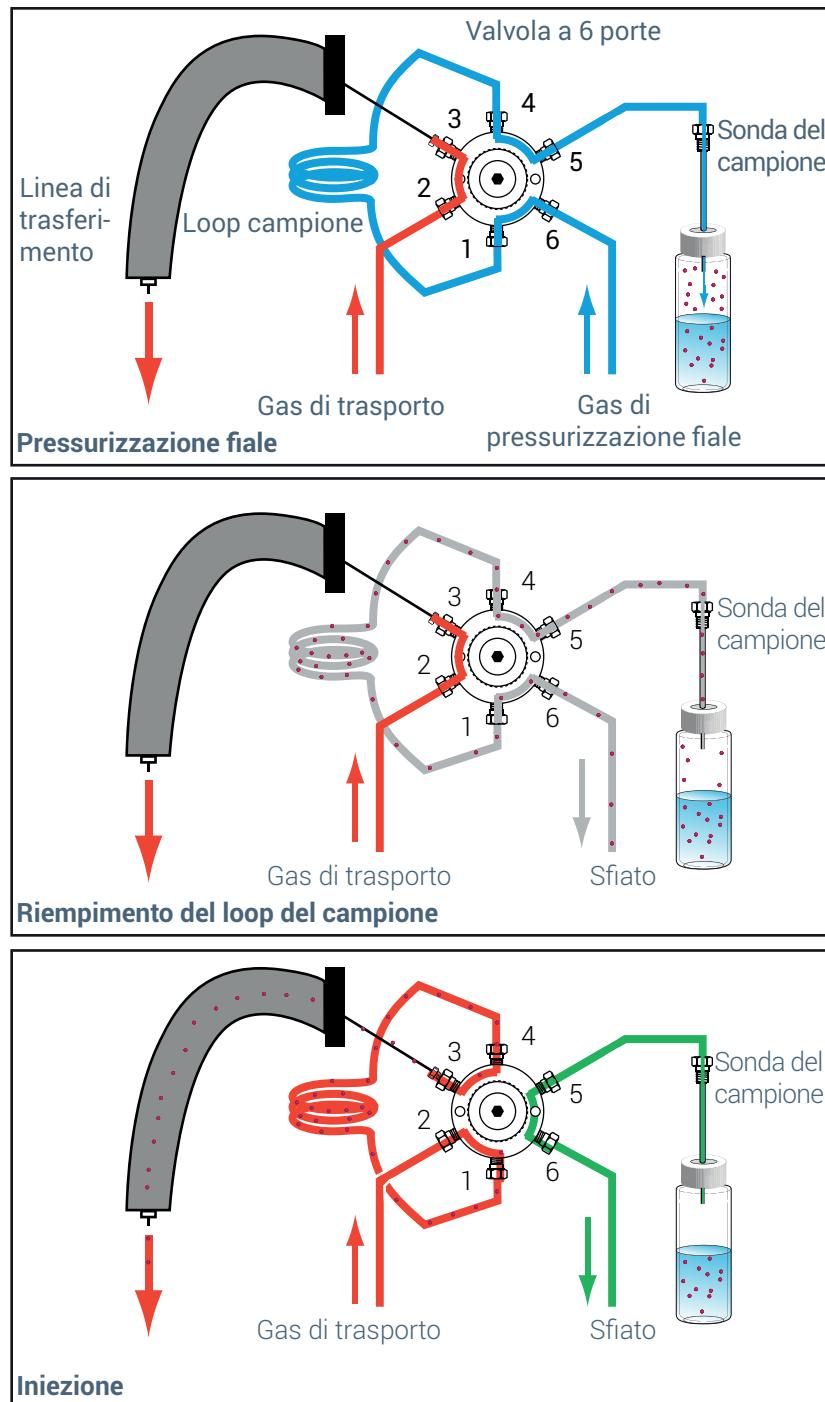


Figura 1. Fasi di campionamento e iniezione del sistema con valvola e loop

1 Introduzione

Campionamento dello spazio di testa statico con valvola e loop

- 3 In seguito all'equilibrazione alla pressione, i gas pressurizzati della fiala vengono scaricati tramite il loop, riempendolo con il campione. Si noti che la fiala scarica a pressione atmosferica, in questo caso, non alla pressione elevata di mandata della colonna. Inoltre, lo strumento 8697 può controllare il flusso del gas nel loop del campione affinché il campionamento termini prima che la fiala sia completamente depressurizzata.
- 4 In seguito all'equilibrazione del loop del campione, la valvola si muove e il loop diventa parte del percorso del flusso nell'iniettore del GC. Il gas di trasporto fa scorrere la quantità nota di campione nell'iniettore del GC per l'analisi.

1 Introduzione

Il Campionatore per spazio di testa Agilent 8697

Il Campionatore per spazio di testa Agilent 8697

Il Agilent 8697 Campionatore per spazio di testa (HS) è un sistema di campionamento dello spazio di testa con valvola e loop dotato di una capacità di 48 fiale o 120 fiale (con il vassoio XL). L'HS usa un forno a 12 fiale per l'equilibrazione dei campioni alla temperatura. Il tempo di attesa più lungo nell'analisi dello spazio di testa è solitamente quello per l'equilibrazione. Usando però un forno multifiala è tuttavia possibile aumentare la velocità dell'HS equilibrando più fiale per volta.

L'HS 8697 viene controllato tramite il touchscreen del GC, l'interfaccia del browser o il collegamento del sistema dati. Amplia le impostazioni del GC, includendo i parametri del metodo del GC, le impostazioni di configurazione, il monitoraggio dell'EMF, le voci dei log, i messaggi dello stato corrente e così via. L'HS 8697 è un componente integrato del GC.

Per distinguere tra voci dello stato del GC e dell'HS, i messaggi di stato del touchscreen e dell'interfaccia del browser anteporranno **Headspace** per distinguere le voci dell'HS da quelle del GC. Il touchscreen, ad esempio, può visualizzare la temperatura del forno dell'HS 8697 come **Headspace Oven Temperature**, mentre la temperatura del forno del GC non avrà alcun prefisso o annotazione. Per un esempio, vedere la figura riportata di seguito.

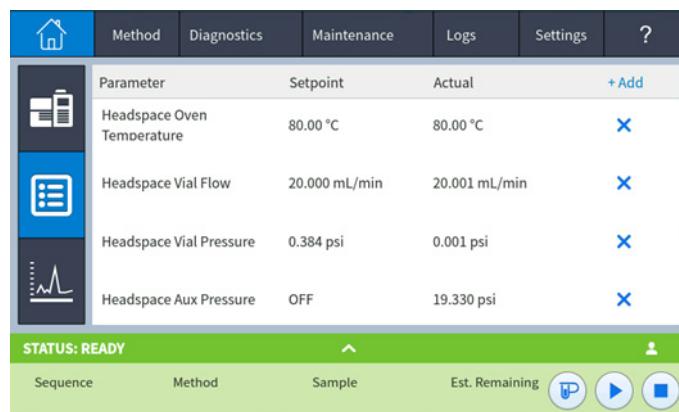


Figura 2. Esempio di elementi di stato dello spazio di testa

1 Introduzione

Informazioni sul manuale

Informazioni sul manuale

Questo manuale descrive i concetti e le attività necessarie al funzionamento ordinario del campionatore per spazio di testa, oltre alle informazioni necessarie per eseguire attività più avanzate e per lo sviluppo del metodo.

1 Introduzione

Introduzione al campionatore per spazio di testa

Introduzione al campionatore per spazio di testa



Figura 3. Vista anteriore

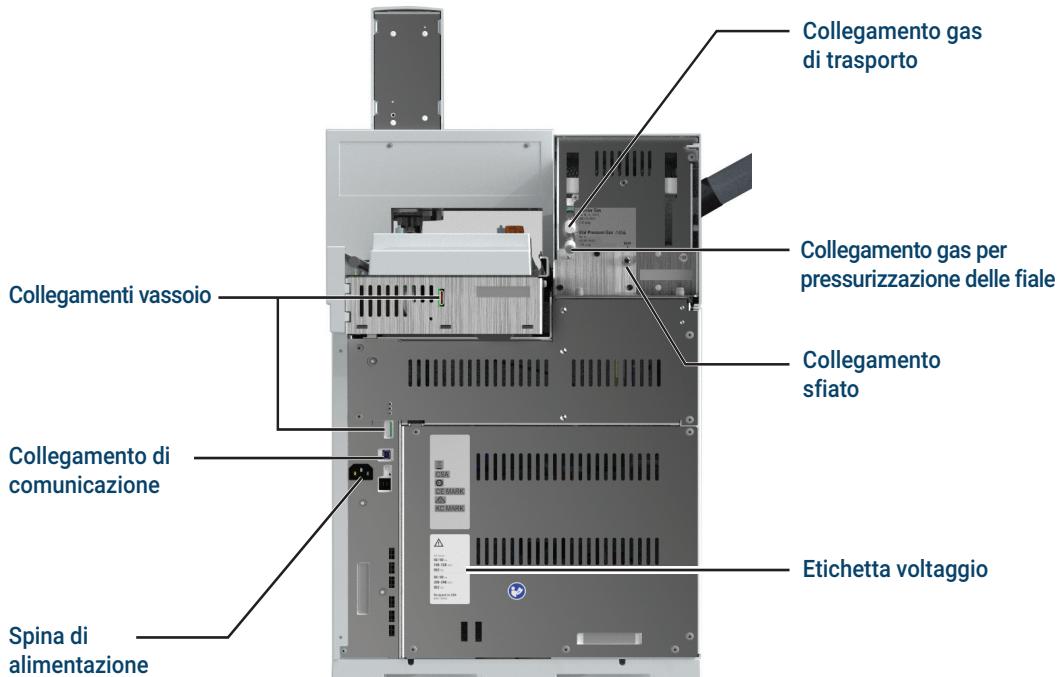


Figura 4. Vista posteriore

1 Introduzione

LED indicatore di stato

LED indicatore di stato

L'HS include un indicatore di stato sul pannello anteriore per consentire di rilevarne rapidamente lo stato e la capacità di risposta. L'indicatore di stato cambia in base allo stato attuale del HS.

- Verde: indica che il HS non è pronto.
- Giallo: indica che il HS non è pronto per l'operazione. Lo strumento è alimentato da corrente ma non tutti i parametri hanno raggiunto i valori operativi. Potrebbe essere un messaggio di avvertenza o di altro genere. Per ulteriori informazioni, consultare il touchscreen del GC.
- Rosso: Indica la presenza di un errore o di altre condizioni gravi. Potrebbe essere un messaggio di guasto o di altro genere. Per ulteriori informazioni, consultare il touchscreen del GC. Il HS non può essere utilizzato fino alla risoluzione della condizione di errore.

Oltre al LED indicatore, informazioni dettagliate sullo stato appaiono anche sul touchscreen del GC collegato e tramite l'interfaccia del browser del GC.

Pulsante di blocco e indicatore

Il pulsante di blocco dell'HS include anche una spia. Se è accesa, il vassoio si trova nella posizione di blocco e l'HS non è pronto. Per bloccare o sbloccare il vassoio, premere il pulsante **Park**. Vedere **"Bloccare o sbloccare il vassoio"** a pagina 35.

Workflow per il funzionamento

Workflow per il funzionamento standard 18

Workflow per lo sviluppo dei metodi 19

Questa sezione descrive il workflow di base per utilizzare il campionatore dello spazio di testa.

2 Workflow per il funzionamento

Workflow per il funzionamento standard

Workflow per il funzionamento standard

Figura 5 riassume il workflow per il funzionamento standard per l'analisi dello spazio di testa. Il workflow presuppone che il campionatore per spazio di testa sia installato e che sia noti i metodi e campioni.



Figura 5. Workflow standard per l'analisi dello spazio di testa

Workflow per lo sviluppo dei metodi

La **Figura 6** riassume il workflow per lo sviluppo dei metodi. Per informazioni sullo sviluppo dei metodi, vedere “**Sviluppo del metodo**” a pagina 79.

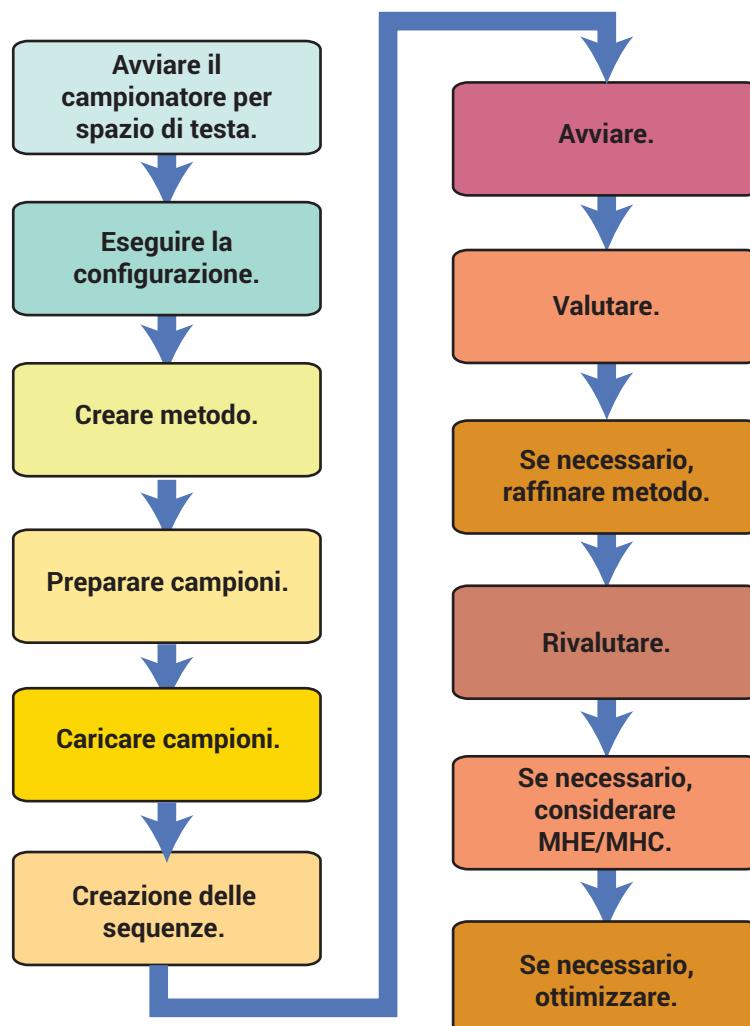


Figura 6. Workflow per lo sviluppo dei metodi

2 Workflow per il funzionamento

Workflow per lo sviluppo dei metodi

Materiali di consumo

Materiali di consumo per l'analisi dello spazio di testa 22

Questa sezione elenca le parti di uso comune (fiale, loop) necessarie al funzionamento standard del Campionatore per spazio di testa Agilent 8697. Le procedure per sostituire i componenti sono spiegate in questo manuale o nel manuale **Manutenzione**.

3 Materiali di consumo

Materiali di consumo per l'analisi dello spazio di testa

Materiali di consumo per l'analisi dello spazio di testa

Nelle seguenti tabelle sono elencati i materiali comuni necessari al campionatore e all'analisi dello spazio di testa. Per i componenti disponibili più recenti, visitare il sito Web Agilent all'indirizzo www.agilent.com.

Tabella 1 Standard e parti del campionatore per spazio di testa

Descrizione	Codice
Kit verifica fuoriuscite. Include: Boccola priva di foro Setti per basso spurgo da 11 mm, conf. da 5 Fiala per verifica fuoriuscite Tassello del raccordo da 1/8" Tassello ZDV in acciaio inossidabile da 1/16" (cappuccio della valvola a 6 porte)	G4556-67010 5181-7458 5182-3413 G4511-20180 0100-1526 G6600-80039
Rack delle fiale per vassoio, 8697	G4511-60402
Etichette rack delle fiale per vassoio Etichette rack 1 Etichette rack 2 Etichette rack 3 Etichette rack 4 Etichette rack 5	G4511-90401 G4511-90402 G4511-90403 G4511-90404 G4511-90405
Filtro per gas non contaminati sostitutivo, gas di trasporto (utilizzato come gas di pressurizzazione fiale)	CP17973
Wafer tagliacolonne, in ceramica	5181-8836
Sonda del campione, disattivato	G4556-63825
Valvola a 6 porte, rotore di ricambio, serie WT, 300 psi, 350 °C	1535-4952
Fermo del loop del campione, 1 ciascuno: 1 ciascuno con loop di campione da 0,025, 0,05 e 0,10 mL 2 ciascuno con loop di campione da 0,5 e 1,0 mL 1 ciascuno con loop di campione da 3,0 mL	G4556-20177
Fermo del loop del campione, 1 ciascuno: 1 ciascuno con loop di campione da 0,025, 0,05 e 0,10 mL	G4556-20178
Liner iniettore da utilizzare con l'accessorio linea di trasferimento dell'HS	
Liner dritto da 2,0 mm ultra inerte	5190-6168
Standard	
Campione OQ/PV per spazio di testa	5182-9733

3 Materiali di consumo

Materiali di consumo per l'analisi dello spazio di testa

Tabella 2 Componenti della linea di trasferimento del campionatore per spazio di testa

Descrizione	Codice
Componenti linea di trasferimento	
Setti per linea di trasferimento (9 mm)	5183-4801
Ferrula, poliimmide, grafite, 5 pz.	
0,53 mm, 1/32" per tubo con od 0,50 x 0,80 mm	0100-2595
0,4 mm id, per colonne max 250 µm od	5190-1437
Dado setto, linea di trasferimento per iniettori split/splitless e multimodali	G3452-60845
Dado di fermo, in acciaio inox da 1/16"	01080-83202
Dado e riduttore per collegamento di valvola a 6 porte e linea di trasferimento da 1/16" a 1/32"	0100-2594
Linea di trasferimento	
Silice fusa disattivata, 250 µm x 5 m	160-2255-5
Silice fusa disattivata, 320 µm x 5 m	160-2325-5
Silice fusa disattivata, 450 µm x 5 m	160-2455-5
Silice fusa disattivata, 530 µm x 5 m	160-2535-5
Acciaio inox disattivato ProSteel, 5 m di lunghezza	160-4535-5
Copertura per tubo ProSteel, lunghezza di 5 m	4177-0607
Componenti per il collegamento all'interfaccia volatili	
Ferrula, 0,4 mm VG cond .25 col Ing 10/pk	5062-3508
Ferrula, 0,5 mm VG cond .32 col Ing 10/pk	5062-3506
Ferrula, 0,8 mm VG cond .53 col Ing 10/pk	5062-3538

Tabella 3 Loop del campione per campionatore per spazio di testa

Descrizione	Codice
Loop del campione, 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 mL, certificato	G4556-80126
2,0 mL	G4556-80107
3,0 mL	G4556-80108
3 mL, certificato	G4556-80128
5,0 mL	G4556-80109

3 Materiali di consumo

Materiali di consumo per l'analisi dello spazio di testa

Tabella 4 Fiale e tappi per spazio di testa

Descrizione	Codice
Fiale a base piatta certificate	
Fiale a base piatta certificate per spazio di testa, 20 mL, conf. da 100	5182-0837
Fiale a base piatta certificate per spazio di testa, 10 mL, conf. da 100	5182-0838
Tappi per spazio di testa da 20 mm, con setti	
Tappi ermetici Al certificati per spazio di testa, setto PTFE/Si, 20 mm, conf. da 100	5183-4477
Kit fiale per spazio di testa	
Kit fiale	5182-0840
Coperchio ermetico per HS da 20 mL, fiale a base piatta, tappi ermetici in alluminio argentato, un pezzo, con sistema di sicurezza, setti in silicone PTFE/bianco, conf. da 100	
Capper e decapper	
Tappatrice elettronica ad alta potenza A-Line, con alimentazione, ganasce da 20 mm	5191-5624
Tappatrice elettronica A-Line per tappi da 20 mm	5191-5615
Decapper elettronico A-Line per tappi da 20 mm	5191-5613
Tappatrice manuale ergonomica per tappi da 20 mm	5040-4669
Decapper manuale ergonomico per tappi da 20 mm	5040-4671

Tabella 5 Parti sostitutive piastra di raffreddamento

Descrizione	Codice
Gruppo rack fiale in metallo (5)	G4512-60402
Tubo di gocciolamento del refrigeratore	G4522-20540
Vassoio di gocciolamento secondario	G4556-40680
Set di dado e boccole, 1/4", ottone	5080-8752
Dado, 1/4", ottone	0100-0056
Unione paratia, 1/4"	G4522-20500
Morsetto, tubo, 0,468-0,531" OD, 0,22" WD	1400-3298

Fiale di campione

Tipi di fiale di campione	26
Setti e tappi per le fiale di campione	27
Etichette per fiale	28
Riempimento delle fiale di campione	30
Tappare una fiala di campione	31
Bloccare o sbloccare il vassoio	35
Installare un rack per fiale	36
Caricare una fiala di campione sul vassoio	37

Questa sezione spiega come scegliere la fiala di campione, preparare il campione e gestire la fiala con il campionatore per spazio di testa Agilent 8697.

4 Fiale di campione

Tipi di fiale di campione

Tipi di fiale di campione

Il campionatore per spazio di testa consente l'utilizzo di fiale da 10 mL, 20 mL o 22 mL. Nel metodo è necessario impostare la dimensione della fiala. La dimensione può variare per ciascun nuovo metodo utilizzato in una sequenza, ma non all'interno di un metodo. Se si utilizza una dimensione di fiala diversa da quella prevista dal metodo, si assiste ad un'eccezione dell'analisi.

Il campionatore per spazio di testa utilizza fiale di campione di vetro trasparente o giallo ambrato con tappi ermetici o a vite. Utilizzare fiale di vetro giallo ambrato per i campioni sensibili alla luce. Entrambi i tipi sono disponibili con fondi piatti o arrotondati. Per scegliere il tipo di fiala adatta, consultare il catalogo Agilent dei materiali di consumo e delle forniture, oppure visitare il sito Web Agilent all'indirizzo www.agilent.com. Fiale di campione non compatibili possono ostacolare il sistema di presa.

Le fiale devono essere conformi alle specifiche illustrate nella **Figura 7**.

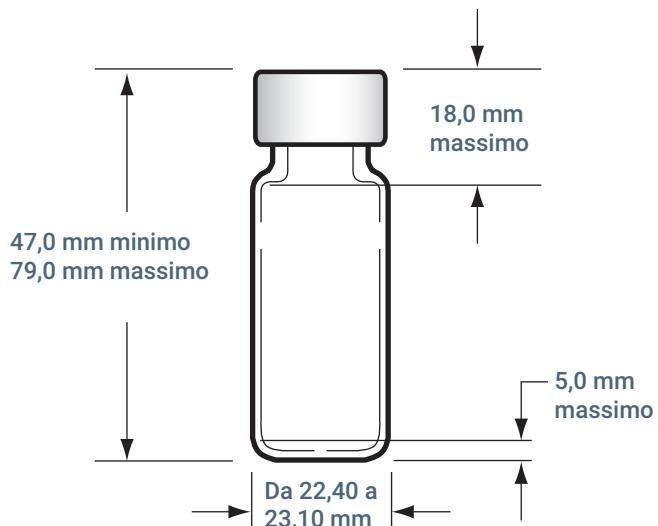


Figura 7. Dimensioni delle fiale supportate

Si consiglia di non riutilizzare le fiale perché Utilizzare più volte le fiale aumenta il rischio di rotture.

4 Fiale di campione

Setti e tappi per le fiale di campione

Setti e tappi per le fiale di campione

Esistono diversi tipi di setti utilizzati con tappi ermetici o avvitabili, ciascuno con differenti caratteristiche di tenuta e diversa resistenza ai solventi.

Materiale setto	Compatibilità	Incompatibilità	Tenuta	Temperatura max*
PTFE/gomma butile	Resistenza PTFE fino alla foratura. Setti o liner con compatibilità gomma (ACN, acetone, DMF, alcool, dietilamina, DMSO, fenoli)	Solventi clorurati, composti aromatici, idrocarburi, solfuro di carbonio	Buona	< 125 °C
PTFE/gomma siliconica	Resistenza PTFE fino alla foratura. Setti con compatibilità silicone (alcool, acetone, DMF, DMSO)	ACN, THF, benzene cloroformio, piridina, toluene, esano, eptano	Media	< 180 °C
PTFE/silicone ad alte temperature	Resistenza PTFE fino alla foratura. Setti con compatibilità silicone (alcool, acetone, DMF, DMSO)	ACN, THF, benzene cloroformio, piridina, toluene, esano, eptano	Media	< 300 °C

* Approssimativa. Fare riferimento ai valori consigliati dal produttore.

I tappi delle fiale possono essere dotati o meno di un sistema di sicurezza interno che consente alla fiala di scaricare qualora la pressione interna superi 310 kPa (45 psi) circa.

In genere, per l'analisi dello spazio di testa, i tappi ermetici o i setti non vengono utilizzati più di una volta.

Per i tipi di fiale idonei, fare riferimento anche al sito Web Agilent all'indirizzo www.agilent.com.

4 Fiale di campione

Etichette per fiale

Etichette per fiale

ATTENZIONE

Assicurarsi che le etichette e l'inchiostro resistano al calore del forno e non scoloriscano.

Le etichette utilizzate devono essere conformi alle dimensioni seguenti. Se in più si utilizza un lettore di codice a barre opzionale (G4527A), è necessario che le etichette con i codici a barre siano conformi alle dimensioni generiche previste per le etichette e siano posizionate correttamente come indicato.

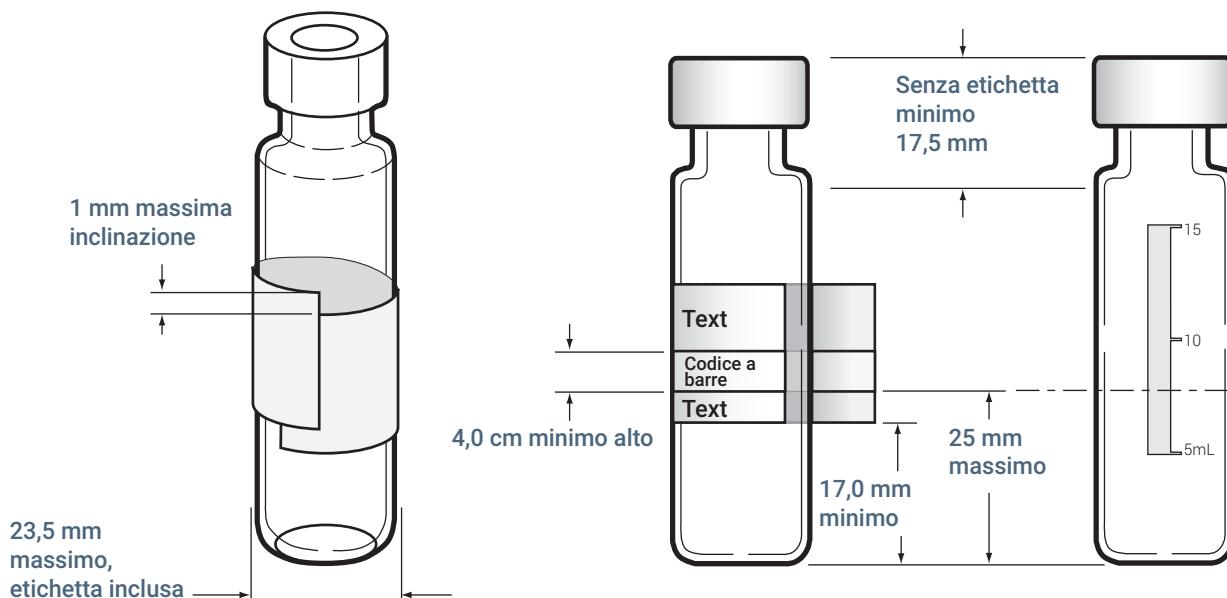


Figura 8. Specifiche per etichetta e codice a barre per fiala (nella figura è mostrata la fiala da 20 mL)

ATTENZIONE

Le dimensioni corrette della fiala di campione sono importanti per garantire operazioni di presa adeguate. Le fiale e le etichette che non soddisfano queste specifiche possono compromettere il funzionamento del campionatore. Gli interventi di manutenzione e riparazione da eseguire su fiale ed etichette che non soddisfano queste specifiche non sono coperti né da garanzia né dal contratto di servizio.

Per confermare la posizione dell'etichetta, posizionare una fiala con etichetta nel lettore di codici a barre. Andare su **Diagnostics > Headspace > Manual Actions > Read Barcode**. Il lettore di codici a barre prova a leggere il codice a barre della fiala.

Inoltre, le etichette con i codici a barre devono:

- Essere resistenti al calore (per evitare di danneggiarsi o carbonizzarsi quando riscaldate)
- Avere una finitura opaca o comunque non lucida. Le etichette con codici a barre lucide possono riflettere la luce ambientale e interferire con il lettore.

4 Fiale di campione

Codici a barre supportati

Codici a barre supportati

Il lettore di codici a barre è in grado di leggere i seguenti simboli:

- Code 3 del 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 Fiale di campione

Riempimento delle fiale di campione

Riempimento delle fiale di campione

In generale, riempire le fiale di campione a metà o meno. Il quantitativo di campione può variare a seconda dell'analisi. Si consiglia tuttavia di non superare i limiti massimi mostrati nella **Figura 9**. Se la fiala viene riempita correttamente, la sonda non verrà in contatto con la matrice durante il campionamento. Se si necessita di un quantitativo di campione maggiore, utilizzare un fiale più grande oppure ottimizzare il metodo per affinare i risultati. Vedere “**Sviluppo del metodo**” a pagina 79 per ulteriori informazioni.

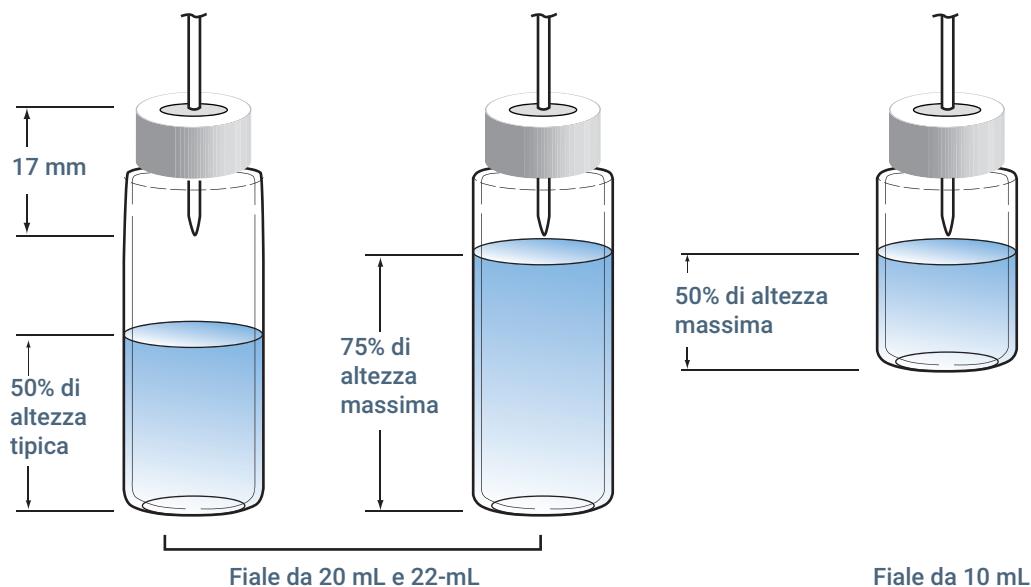


Figura 9. Soglie di riempimento delle fiale

4 Fiale di campione

Tappare una fiala di campione

Tappare una fiala di campione

Per impedire che i gas dello spazio di testa fuoriescano troppo presto, la fiala deve essere accuratamente sigillata. Per le fiale con coperchio ermetico, utilizzare una tappatrice per fiale di spazio di testa con tappi da 20-mm. Sono disponibili anche tappi e coperchi a vite. Vedere “[Materiali di consumo per l'analisi dello spazio di testa](#)” a pagina 22.

Quando vengono apposti i tappi alle fiale con una tappatrice:

- 1 Iniziare a creare alcune fiale di prova vuote finché le tappature non sembrano accettabili. Vedere “[Tappare una fiala di campione con una tappatrice elettronica](#)” o “[Tappare una fiala di campione con una tappatrice manuale](#)”.
- 2 Preparare cinque (5) fiale di prova con il campione da analizzare.
- 3 Utilizzare la funzionalità **User Vial Leak Test** integrata dell'HS per verificare se le fiale sono ben sigillate e per ricevere una soglia di velocità di perdita suggerita per il metodo. (Se la prova viene eseguita con le fiale vuote, il test non può suggerire una soglia utile per la velocità di perdita, ma valuta se i tappi sono sigillati). Vedere “[Verificare la corretta tappatura tramite User Vial Leak Test](#)”.

Tappare una fiala di campione con una tappatrice elettronica

Le tappatrici elettroniche offrono diversi vantaggi rispetto a quelle manuali:

- Consentono di impostare e mantenere facilmente un'impostazione di tappatura (l'impostazione di tappatura è generalmente digitale).
- Offrono tappature uniformi, indipendenti dalla forza dell'operatore o della mano.
- Consentono di inserire facilmente i tappi delle fiale in acciaio.

Per utilizzare una tappatrice elettronica, fare riferimento alle relative istruzioni.

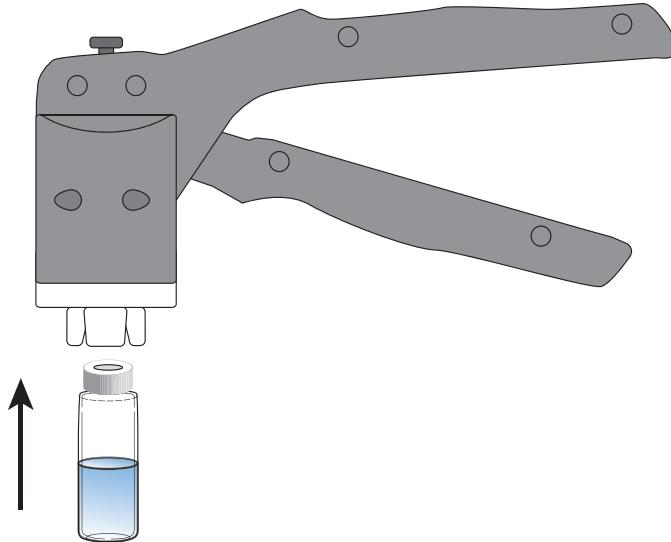
- 1 Prima di iniziare, pulire le superfici interne delle ganasce della tappatrice.
- 2 Se si utilizzano setti e tappi a parte, inserire il setto in un tappo tenendo il lato di PTFE rivolto verso la fiala. Prestare attenzione a non contaminare il setto.
- 3 Capovolgere il tappo sul tavolo.
- 4 Inserire il campione nella fiala. Molte fiale non devono essere riempite oltre la metà. Alcune possono invece essere riempite per il 75%. Vedere “[Riempimento delle fiale di campione](#)”.
- 5 Sistemare il setto e il tappo sopra l'apertura della fiala.
- 6 Tappare la fiala come descritto nelle istruzioni della tappatrice elettronica.
- 7 Verificare che ciascuna fiala sia stata tappata correttamente. Vedere “[Controlli visivi della tappatura delle fiale](#)”.

4 Fiale di campione

Tappare una fiala di campione con una tappatrice manuale

Tappare una fiala di campione con una tappatrice manuale

- 1 Prima di iniziare, pulire le superfici interne delle ganasce della tappatrice.
- 2 Se si utilizzano setti e tappi a parte, inserire il setto in un tappo tenendo il lato di PTFE rivolto verso la fiala. Prestare attenzione a non contaminare il setto.
- 3 Capovolgere il tappo sul tavolo.
- 4 Inserire il campione nella fiala. Molte fiale non devono essere riempite oltre la metà. Alcune possono invece essere riempite per il 75%. Vedere "[Riempimento delle fiale di campione](#)".
- 5 Sistemare il setto e il tappo sopra l'apertura della fiala.
- 6 Sollevare la fiala nella tappatrice.
- 7 Esercitando una pressione delicata ma costante, abbassare la tappatrice per sigillare la fiala. Premere l'impugnatura finché raggiunge la vite di regolazione.



- 8 Verificare che ciascuna fiala sia stata tappata correttamente. Vedere "[Controlli visivi della tappatura delle fiale](#)".

4 Fiale di campione

Controlli visivi della tappatura delle fiale

Controlli visivi della tappatura delle fiale

Verificare che ciascuna fiala sia stata tappata correttamente.

Figura 10 mostra tappi per fiala corretti e inadatti.

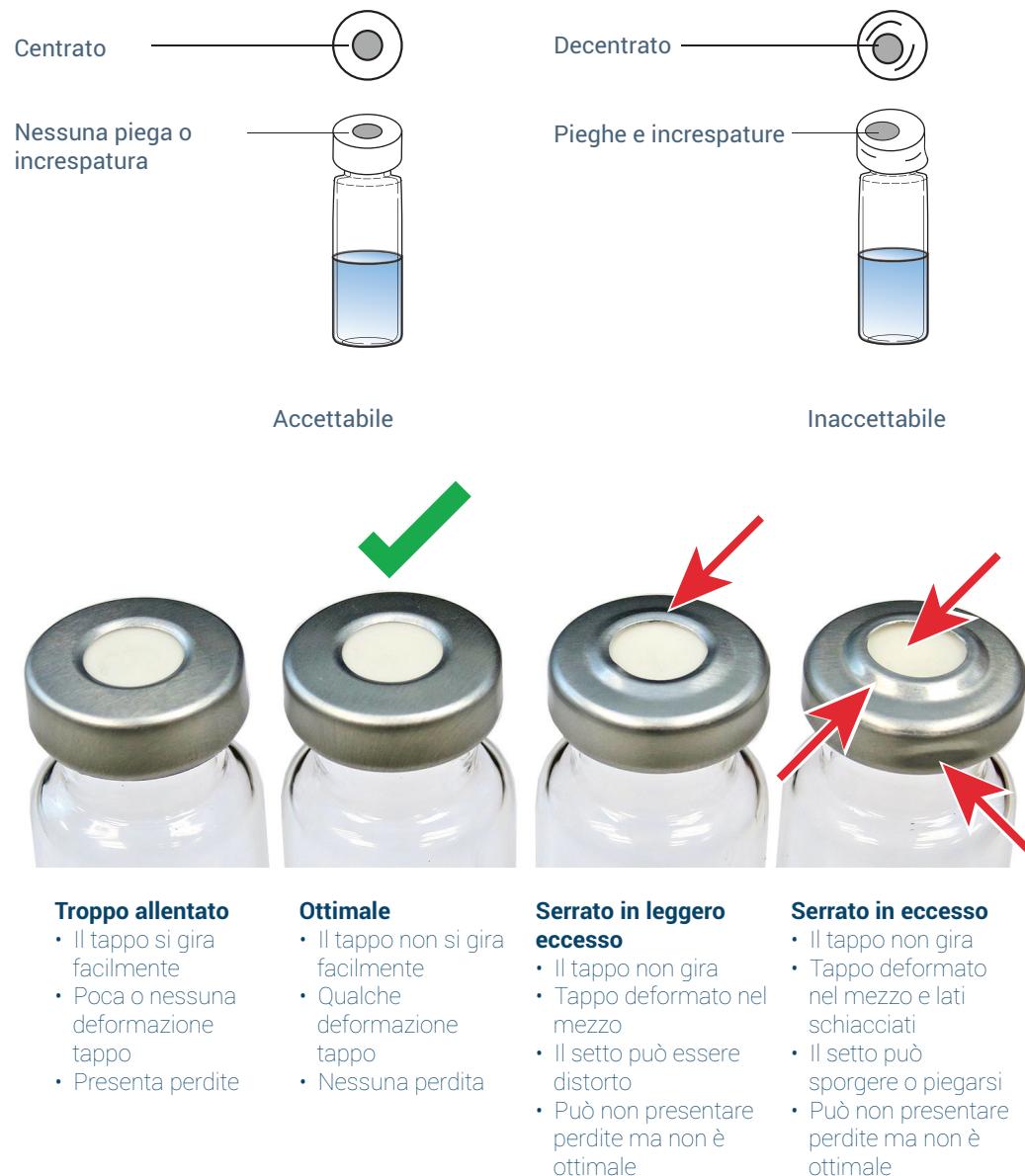


Figura 10. Tappi accettabili e inadatti

- Assicurarsi che non siano presenti pieghe o arricciature nella parte del tappo che si avvolge intorno al collo della fiala. Per rimuovere pieghe o increspature, ruotare la fiala di circa 10° e ritappare di nuovo. Per tappare diminuendo leggermente la pressione del tappo di chiusura, ruotare la vite di regolazione della tappatrice in senso orario.

4 Fiale di campione

Verificare la corretta tappatura tramite User Vial Leak Test

- Stringere manualmente il tappo. Se il tappo è allentato, regolare la macchina per poter tappare più strettamente ruotando la vite di regolazione in senso antiorario. Ritappare. Se il tappo è troppo serrato, il setto sarà danneggiato e la fiala potrebbe perdere.
- Accertarsi che ogni tappo abbia un setto piatto centrato sulla parte superiore della fiala.
 - Se il setto non è piatto, rimuovere il tappo, ruotare la vite di regolazione della macchina e riprovare.
 - Se il tappo non è centrato, toglierlo e assicurarsi che il nuovo tappo sia piatto rispetto alla superficie della tappatrice.

Si noti che serrando eccessivamente si sottoporrà il tappo e la fiala a una sollecitazione aggiuntiva.

Verificare la corretta tappatura tramite User Vial Leak Test

Il modo migliore per stabilire se la tappatrice è regolata correttamente, e se le fiale sono state tappate in modo corretto, è attraverso l'uso del test integrato dello strumento.

- 1 Innanzitutto, creare una fiala di prova tappata vuota come descritto in **"Tappare una fiala di campione con una tappatrice elettronica"** o **"Tappare una fiala di campione con una tappatrice manuale"**. Ispezionarla per accertarsi che appaia idonea. L'aspetto della fiala doverebbe essere analogo alla fiala corretta nella **Figura 10**. In caso contrario, regolare la tappatrice e creare altre fiale di prova vuote finché non si è ottenuta una fiala che appaia corretta.
- 2 Nel touchscreen del GC o nell'interfaccia del browser, passare a **Diagnostics > Diagnostic Tests > Headspace > User Vial Leak Test**.
- 3 Iniziare il test.
- 4 Seguire le indicazioni per preparare le fiale di campione ed eseguire il test. (Verranno create 5 fiale con il campione che si prevede di analizzare). Se le fiale superano il test, registrare le impostazioni usate per tappare le fiale e utilizzarle per creare le future fiale di campione. Se le fiale non superano la verifica delle fuoriuscite, regolare la tappatrice e ripetere il test con nuove fiale.

Si noti che quando si utilizzano fiale di prova che contengono campioni, **User Vial Leak Test** suggerirà anche la soglia di velocità di perdita per il metodo. Se desiderato, modificare il metodo per utilizzare la soglia di velocità di perdita suggerita.

Se si cambia lo strumento di tappatura o in caso di perdite con un nuovo lotto di fiale, setti o tappi, eseguire nuovamente il test.

4 Fiale di campione

Bloccare o sbloccare il vassoio

Bloccare o sbloccare il vassoio

Bloccando il vassoio, il cavalletto si arresta in una posizione di sicurezza. In questa posizione, è possibile caricare le fiale sui rack, o installare e rimuovere i rack dall'HS.

Premere il pulsante di blocco per bloccare il vassoio. Il pulsante si illumina per indicare che il vassoio è bloccato.

Premere nuovamente il pulsante per sbloccare il vassoio e metterlo in funzione.

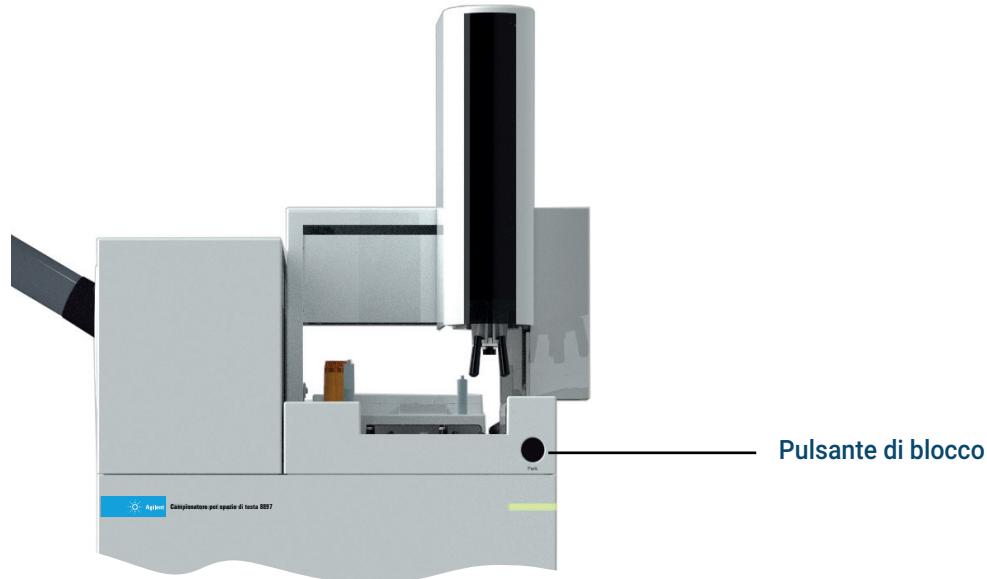


Figura 11. Posizione del pulsante di blocco

Non è possibile avviare una sequenza se il vassoio è bloccato.

Bloccando il vassoio durante la sequenza, questa viene messa in pausa. Le fiale in lavorazione continuano a funzionare normalmente, tuttavia non sono in grado di entrare o uscire dal forno finché il vassoio non viene sbloccato.

4 Fiale di campione

Installare un rack per fiale

Installare un rack per fiale

- Premere pulsante di blocco per bloccare il vassoio (ossia spostare il cavalletto in posizione di riposo per accedere comodamente all'area dei rack). Vedere **Figura 11** a pagina 35.

ATTENZIONE

Evitare movimenti eccessivi durante la manipolazione dei rack di fiale. Se il campione va a ricoprire il setto o la fiala più del dovuto, i risultati potrebbero essere alterati.

- Tenendo rialzata l'estremità anteriore del rack, far scorrere il retro del rack fino alla clip di montaggio sul top dell'HS. Quindi abbassare in posizione il lato anteriore del rack.
Se installato correttamente, un LED bianco si illumina sulla parte anteriore del rack del vassoio.
- Premere il pulsante di blocco per preparare il vassoio all'uso.

4 Fiale di campione

Caricare una fiale di campione sul vassoio

Caricare una fiale di campione sul vassoio

- 1 Premere pulsante di blocco per bloccare il vassoio (ossia spostare il cavalletto in posizione di riposo per accedere comodamente ai rack per fiale).
- 2 Sistemare sul vassoio le fiale di campione chiuse. Vedere la **Figura 12**.

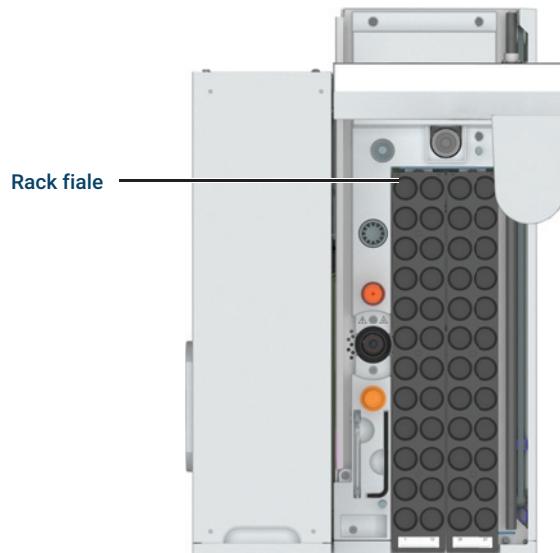


Figura 12. Posizioni delle fiale sul vassoio (nell'illustrazione, vassoio da 48 fiale; il vassoio da 120 fiale è simile)

- 3 Premere il pulsante di blocco per preparare il vassoio all'uso.

4 Fiale di campione

Caricare una fiala di campione sul vassoio

Parametri del metodo dell'HS

Parametri del metodo dell'HS	40
Riepilogo dei parametri del metodo	43
Determinare il tempo del ciclo del GC	46
Funzionamento e specifiche della piastra di raffreddamento	48

Questo capitolo descrive le impostazioni del metodo disponibili per l'HS. Effettuare tutte le impostazioni relative al metodo con il touchscreen del GC, l'interfaccia del browser o nel sistema dati. Per informazioni sullo sviluppo dei metodi dell'HS, vedere **"Sviluppo del metodo"** a pagina 79.

5 Parametri del metodo dell'HS

Parametri del metodo dell'HS

Parametri del metodo dell'HS

L'HS 8697 aggiunge i propri parametri e impostazioni relativi al metodo nel metodo del GC. È possibile accedervi come per qualsiasi altra impostazione del metodo del GC, utilizzando il touchscreen del GC, l'interfaccia del browser o un sistema dati.

L'HS aggiunge

- **Temperature** del forno dello spazio di testa, del ciclo campione e della linea di trasferimento, più la temperatura del vassoio prevista (quando è presente la piastra di raffreddamento del vassoio)
- **Tempi** di equilibrazione e iniezione, così come del ciclo del GC (utilizzato per calcolare la sovrapposizione dei campioni e la velocità)
- Impostazioni delle **fiale**: dimensioni, riempimento, scuotimento e scarico al termine dell'iniezione

È possibile accedere alla gran parte dei parametri del metodo dell'HS tramite la scheda **Methods** sul touchscreen del GC o nell'interfaccia del browser. Tuttavia, alcune impostazioni si trovano in posizioni diverse nel touchscreen rispetto all'interfaccia del browser. Le impostazioni relative a tipi di gas, dimensioni della linea di trasferimento, flusso fiala in standby, preparazione e simbologie dei codici a barre si trovano in **Settings (⚙) > Configuration > Headspace** nel touchscreen, ma in **Method > Configuration > Headspace** nell'interfaccia del browser.

Vedere anche “**Settings > Configuration > Headspace**” a pagina 62. Si noti che nonostante si imposta il tipo di codice a barre nel metodo o come impostazioni di configurazione, le decisioni sull'uso dei codici a barre e sulla gestione dei relativi problemi possono essere configurate esclusivamente tramite un sistema dati. L'interfaccia del browser non supporta i codici a barre nelle sequenze.

5 Parametri del metodo dell'HS

Interfaccia utente locale

Interfaccia utente locale

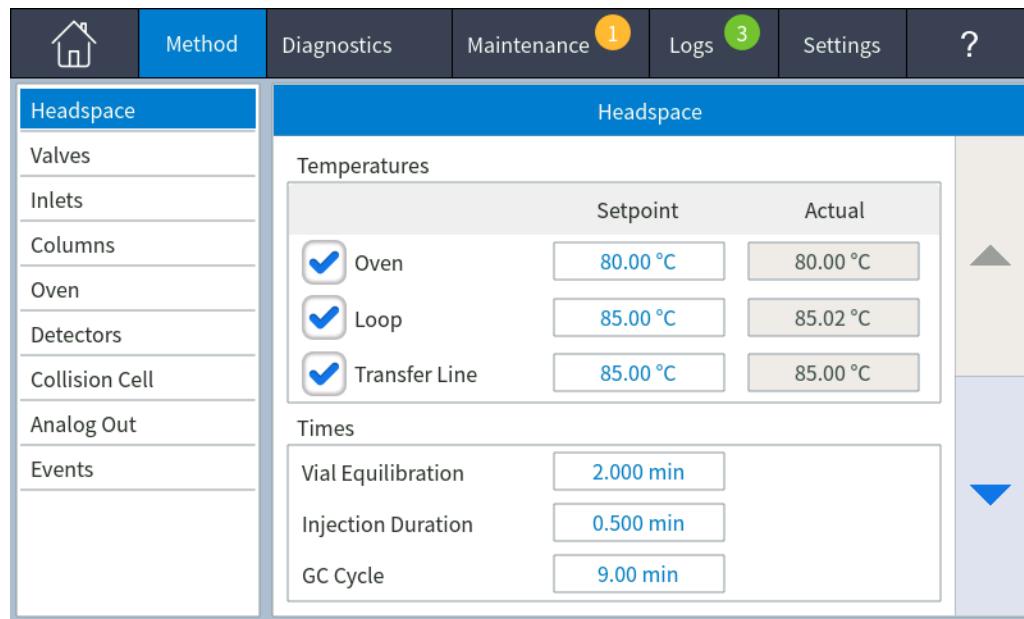


Figura 13. I parametri del metodo dello spazio di testa mostrati nell'interfaccia utente locale del GC

Le impostazioni relative a tipo di linea di trasferimento, volume del loop del campione, tipo di gas e altre impostazioni simili modificate raramente sono reperibili sul touchscreen in **Settings (⚙) > Configuration > Headspace**.

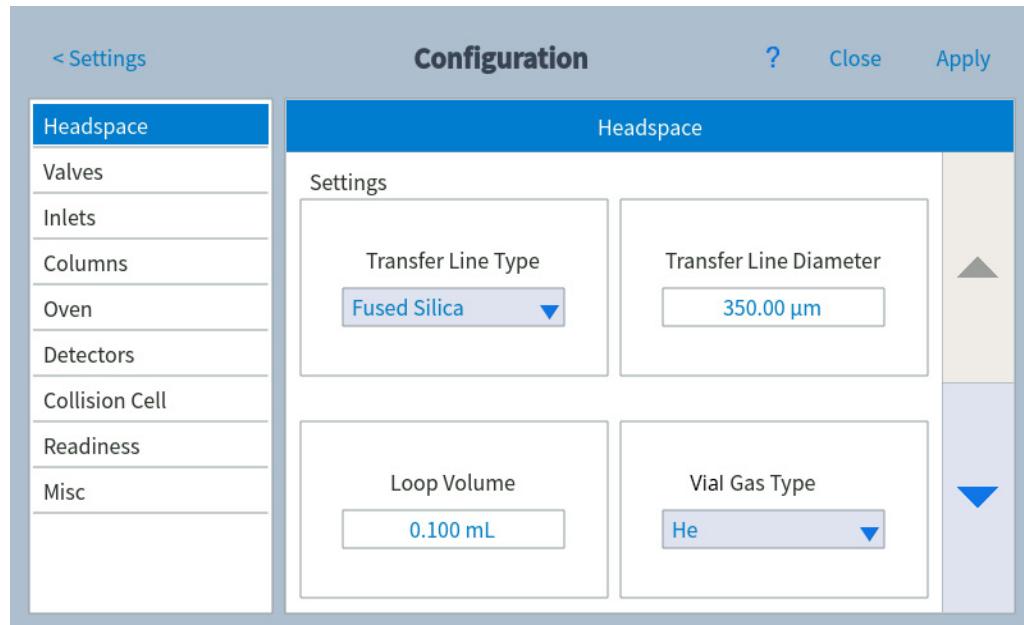


Figura 14. Parametri dello spazio di testa mostrati nell'interfaccia utente locale del GC (GC 8890)

5 Parametri del metodo dell'HS

Interfaccia del browser

Interfaccia del browser

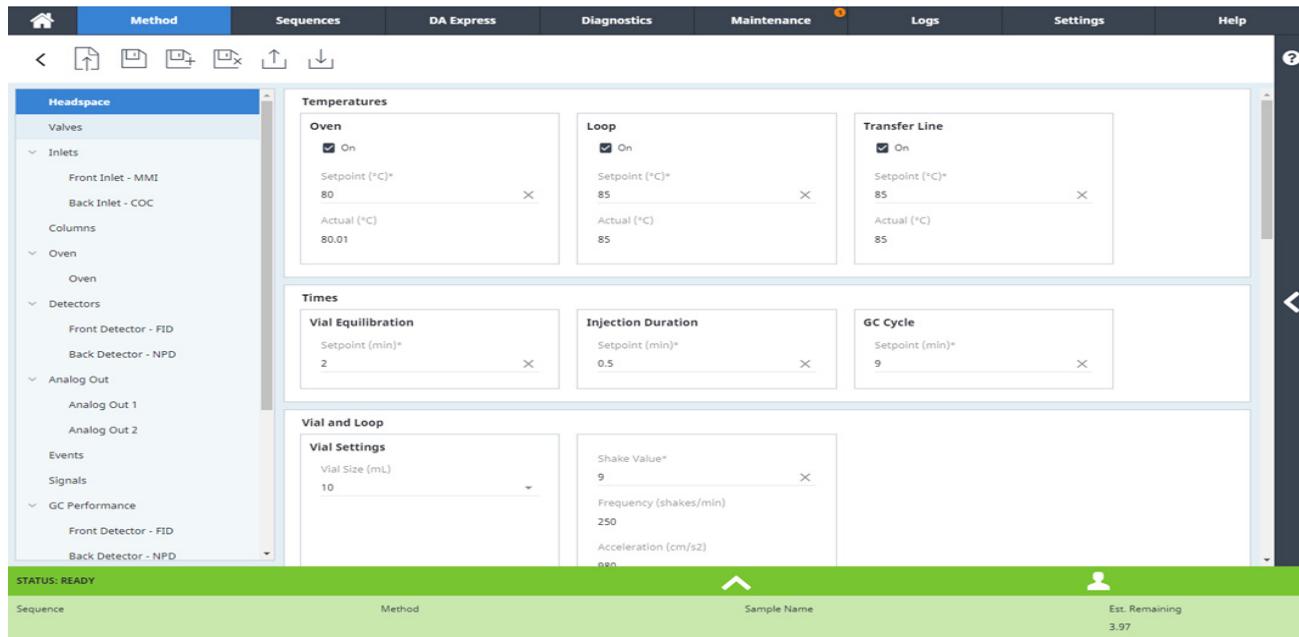


Figura 15. Parametri del metodo dello spazio di testa mostrati nell'interfaccia del browser (GC 8890)

Se si usa l'interfaccia del browser, si noti che il metodo include anche le impostazioni per la configurazione dello spazio di testa, come il tipo di gas per la pressurizzazione delle fiale.

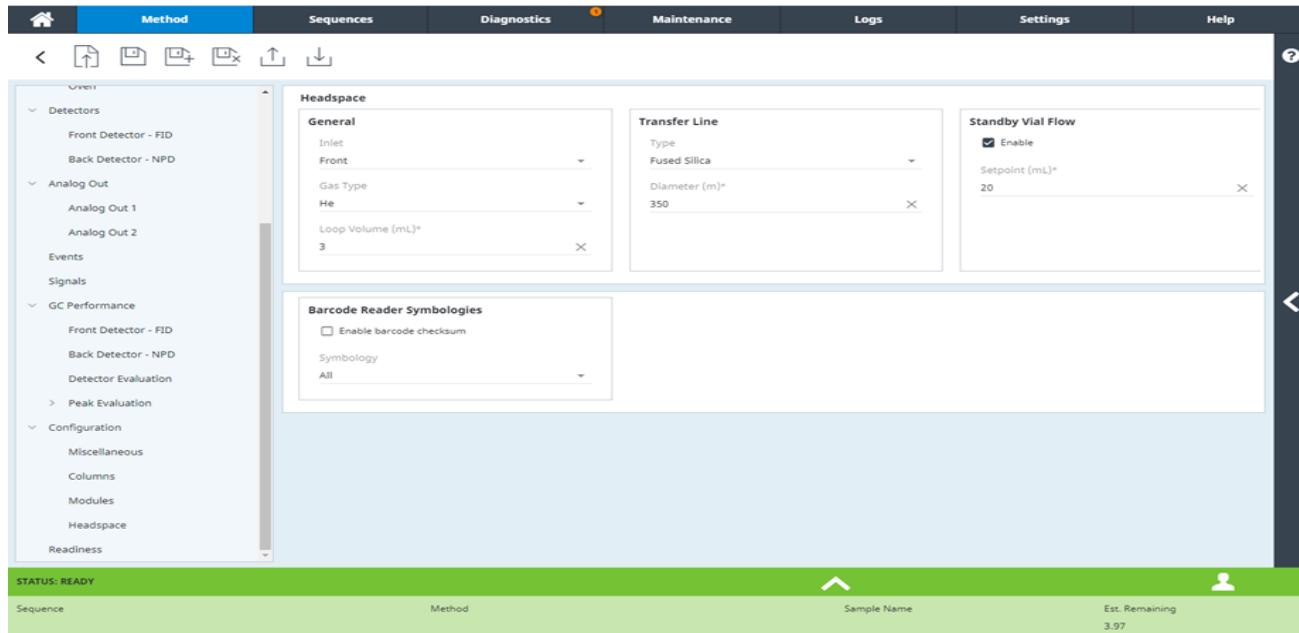


Figura 16. Parametri di configurazione del metodo dello spazio di testa mostrati nell'interfaccia del browser (GC 8890)

5 Parametri del metodo dell'HS

Riepilogo dei parametri del metodo

Riepilogo dei parametri del metodo

In questa sezione sono elencati i parametri del metodo e una loro breve descrizione. Per una descrizione dettagliata delle modalità di riempimento, vedere **"Sviluppo del metodo"** a pagina 79.

Tabella 6 Parametri del metodo comuni

Percorso	Parametro	Descrizione
Metodo		
Temperature	Forno	Temperatura del forno per l'equilibrato della fiala.
	Loop	Temperatura del loop del campione e della valvola.
	Linea di trasferimento	Temperatura della linea di trasferimento.
	Piastra di raffreddamento	La temperatura prevista del vassoio, +/- 5 °C. Il GC viene preparato fintanto che la temperatura del vassoio corrisponde al valore atteso +/- 5 °C. (L'HS monitora ma non controlla la temperatura del vassoio).
Times	Equilibrato della fiala	Tempo di equilibrato della fiala nel forno prima della foratura.
	Durata dell'iniezione	Tempo necessario per propagare i vapori del loop del campione nell'iniettore GC.
	Ciclo del GC	Il tempo di completamento dell'analisi da parte del GC, incluso il tempo di raffreddamento e preparazione dell'analisi successiva. Vedere "Determinare il tempo del ciclo del GC" a pagina 46.
Fiala e loop	Dimensione fiala (mL)	Consente di selezionare la dimensione delle fiala di campione per tutte le fiale che utilizzano questo metodo.
	Valore di scuotimento	Consente di impostare il livello di scuotimento del campione durante l'equilibrato nel forno. Valori più elevati scuotono in modo più vigoroso. L'interfaccia del browser elencherà anche la frequenza e l'accelerazione associati al livello di scuotimento selezionato.
Modalità di riempimento delle fiale	Modalità di riempimento delle fiale	Consente di selezionare la modalità di pressurizzazione della fiala. Vedere anche "Pressurizzazione della fiala" a pagina 93.
Pressione	Tempo di equilibrato della pressione	Tempo necessario alla pressione interna alla fiala di stabilizzarsi dopo la pressurizzazione iniziale della fiala.
	Pressione di riempimento	Consente di definire la pressione finale dell'ultima fiala di campione.
Flusso a pressione	Tempo di equilibrato della pressione	Tempo necessario alla pressione interna alla fiala di stabilizzarsi dopo la pressurizzazione iniziale della fiala.
	Pressione di riempimento	Consente di definire la pressione finale dell'ultima fiala di campione.
	Flusso di riempimento	Velocità del flusso per la pressurizzazione della fiala. Impostazione predefinita: 50 mL/min.
Volume costante	Tempo di equilibrato della pressione	Tempo necessario alla pressione interna alla fiala di stabilizzarsi dopo la pressurizzazione iniziale della fiala.
	Fill volume, mL (Volume riempimento, mL)	Volume specifico di gas con cui pressurizzare la fiala.
Modalità riempimento loop		

5 Parametri del metodo dell'HS

Riepilogo dei parametri del metodo

Tabella 6 Parametri del metodo comuni (continua)

Percorso	Parametro	Descrizione
Modalità di estrazione	Velocità rampa del loop	Consente di stabilire la velocità di riempimento del loop del campione.
	Pressione finale del loop	Consente di stabilire la pressione finale del loop del campione riempito.
	Equilibrazione del loop	Tempo necessario al loop del campione per stabilizzarsi dopo la pressurizzazione.
Modalità di estrazione	Modalità di estrazione	Consente di stabilire il tipo di estrazione per il metodo: standard, multiplo o concentrato. Vedere anche " Modalità di estrazione " a pagina 97.
	Numero di estrazioni	Solo modalità estrazioni concentrate : immettere il numero di estrazioni da concentrare prima di avviare un'analisi del GC.
Scarico e spурgo		
Varie	Scaricare la pressione della fiala dopo l'ultima estrazione	Dopo l'ultima estrazione (e durante il trasferimento del campione al GC), è necessario che la pressione rimasta nella fiala sia liberata nell'atmosfera.
	Scaricare la pressione della fiala tra le estrazioni	Ventilare la fiala tra le estrazioni concentrate. (Solo estrazioni multiple o concentrate).
	Modalità del flusso di spурго	
Varie	Flusso di spурго	Consente di spurgare la sonda e il loop del campione con il gas per la pressurizzazione della fiala dopo aver rimosso la fiala dalla sonda.
	Tempo di spурго	La lunghezza di tempo per lo spурго della sonda del campione e del loop.
Azioni sequenza		
Method development (Sviluppo del metodo)	Modalità verifica perdite	Attivare per controllare eventuali perdite della fiala di campione in seguito alla sua pressurizzazione. Il tempo necessario al controllo delle perdite dinamico equivale al Tempo di equilibrazione della pressione + 0,02 minuti.
	Velocità di perdita accettabile	La velocità di perdita considerata accettabile per l'applicazione. Il valore predefinito è 0,5 mL/min. Utilizzare User Vial Leak Test per generare una soglia di velocità di perdita per il metodo e il campione specifici. Vedere " Verificare la corretta tappatura tramite User Vial Leak Test " a pagina 34.
	Fiala mancante	L'HS non trova la fiala di campione nella posizione prevista.
	Dimensione fiala errata	L'HS ha stabilito che la fiala manipolata dal vassoio non è delle dimensioni specificate nel metodo. Questo può indicare che lo strumento sta elaborando la fiala sbagliata o che è stato specificato il metodo errato nella sequenza.
	Perdita rilevata	La fiala di campione non ha superato il controllo dinamico delle perdite.
Method development (Sviluppo del metodo)	Sistema non pronto	L'HS ha elaborato il campione, effettuato l'estrazione, ed è pronto a trasferire il campione all'iniettore del GC, ma il GC non è pronto ad avviare un'analisi.
		Consente di accedere ai parametri necessari allo sviluppo dei metodi. Vedere " Uso dell'incremento dei parametri " a pagina 91.

5 Parametri del metodo dell'HS

Riepilogo dei parametri del metodo

Tabella 6 Parametri del metodo comuni (continua)

Percorso	Parametro	Descrizione
Preparazione		<p>La temperatura della piastra di raffreddamento dell'HS può essere considerata separatamente dalla preparazione dell'HS generale quando il GC controlla la preparazione prima di avviare un'analisi.</p> <p>Per un uso normale con un campionatore per spazio di testa (HS), richiede che l'HS sia pronto. Ignorare la preparazione dell'HS solo quando si eseguono ALS o iniezioni manuali. (Poiché il GC controlla la preparazione dell'HS solo al momento dell'iniezione, questo controllo di preparazione dell'HS non è correlato a quando l'HS inserisce i campioni nel suo forno. Il campionatore per spazio di testa inserirà i campioni nel suo forno solo se la temperatura del forno è corretta, indipendentemente dalle impostazioni di preparazione del GC. Tuttavia, se si ignora la preparazione dell'HS, il loop del campione dell'HS e le temperature della linea di trasferimento potrebbero non essere pronte quando il GC avvia l'analisi).</p>

Method > Configuration > Headspace (interfaccia del browser). Vedere "["Settings > Configuration > Headspace"](#)" a pagina 62.

5 Parametri del metodo dell'HS

Determinare il tempo del ciclo del GC

Determinare il tempo del ciclo del GC

Il **tempo del ciclo del GC** è il tempo necessario al GC per eseguire l'analisi e tornare allo stato di pronto per l'iniezione successiva. Sono inclusi il tempo di esecuzione del metodo, il tempo di post-esecuzione, il tempo di raffreddamento e il tempo associato ai componenti esterni. Questo valore può essere stimato ma non calcolato con precisione, quindi deve essere misurato per un determinato metodo e ambiente di laboratorio.

L'HS si basa su un valore del **tempo del ciclo del GC** valido per calcolare la velocità e le tempistiche. Un **tempo del ciclo del GC** accurato è fondamentale per un funzionamento affidabile e una velocità ottimale.

Se il **tempo del ciclo del GC** è troppo lungo, è possibile assistere alla seguente condizione:

- Velocità ridotta. Le fiale rimangono in attesa più del necessario prima di essere analizzate.

Se il **tempo del ciclo del GC** è troppo breve, è possibile assistere alla seguente condizione:

- La sequenza risulta sbagliata. Può succedere che le fiale siano analizzate in anticipo e attendano troppo a lungo prima che il GC sia pronto.

È preferibile inserire un tempo maggiore del necessario piuttosto che troppo breve e rischiare di ridurre la qualità del campione.

Determinare il tempo del ciclo del GC

Per determinare il **tempo del ciclo del GC**:

- 1 Eseguire una sequenza di cinque analisi utilizzando il metodo HS e fiale vuote (tappate e sigillate ma non contenenti alcuna sostanza). Inizialmente stimare il tempo del ciclo del GC come il tempo del programma del forno del GC più eventuale altro tempo noto post-analisi, più 10 minuti. Questo valore dovrebbe rivelarsi troppo lungo.
- 2 Impostare l'azione della sequenza per System Not Ready su **Skip** oppure **Abort**.
- 3 Analizzare la sequenza.
- 4 Al completamento della sequenza, esaminare i log del sistema dati. Cercare il tempo di ciclo calcolato in Activity Log (per OpenLab CDS), Sequence Log (per OpenLab CDS ChemStation Edition) o Logbook (per MassHunter). Ci saranno 4 tempi di ciclo calcolati dallo strumento. Se si utilizza l'interfaccia browser, esaminare il log della sequenza.
- 5 Un buon **tempo del ciclo del GC** è la media tra i tempi di ciclo, a cui si sommano da 0,2 a 0,5 minuti.

È possibile *stimare* il **tempo del ciclo del GC** senza eseguire l'analisi. Sommando la durata del programma del forno del GC e la durata di ciascun programma di post-analisi, è possibile avvicinarsi al tempo del ciclo reale. Tuttavia, la programmazione della temperatura e il sistema criogenico possono complicare tale stima. Aggiungere ulteriore tempo per tenere in considerazione il raffreddamento delle aree (ad esempio del forno o dell'iniettore).

Se si utilizza un MS, includere anche ulteriore tempo necessario per eventuali altri fattori che possono avere conseguenze sulla preparazione dello strumento.

È inoltre necessario considerare il tempo di elaborazione dei dati. Sebbene in molti casi l'elaborazione dei dati non costituisca affatto un problema, può succedere che un sistema dati molto complesso richieda un tempo superiore tra un campione e l'altro.

5 Parametri del metodo dell'HS

Convalida del tempo del ciclo del GC

Convalida del tempo del ciclo del GC

Eseguire nuovamente la sequenza con tre o quattro fiale vuote. Non dovrebbe ora esserci tempo di attesa tra fiale consecutive. L'HS dovrebbe essere in grado di avviare un'iniezione quando è pronto, senza attendere che il GC sia pronto.

5 Parametri del metodo dell'HS

Funzionamento e specifiche della piastra di raffreddamento

Funzionamento e specifiche della piastra di raffreddamento

Questa sezione descrive le caratteristiche e le specifiche dell'accessorio piastra di raffreddamento opzionale. Questo accessorio offre un bagno d'acqua esterno per raffreddare le fiale del campione dello spazio di testa.

Temperatura

Tutte le posizioni delle fiale nei rack per fiale possono essere raffreddate a 4 °C o riscaldate a 80 °C.

La temperatura della posizione di ciascuna fiala può variare tra +1 e -3 °C della lettura del sensore della piastra di raffreddamento.

Fonte di raffreddamento

A seconda delle condizioni del laboratorio, potrebbe essere necessario impostare la fonte di raffreddamento su un valore di temperatura inferiore al valore di regolazione della temperatura desiderato, poiché possono verificarsi perdite di temperatura del liquido di raffreddamento tra la fonte di raffreddamento e la piastra di raffreddamento.

Refrigerante

Utilizzare solo acqua distillata, glicole etilenico o glicole propilenico come refrigerante.

Specifiche del bagno d'acqua e della pompa

Il sistema del bagno d'acqua e della pompa utilizzato per controllare le temperature delle fiale del campione devono soddisfare le seguenti specifiche:

- I componenti devono soddisfare gli standard nazionali per i requisiti di sicurezza, essere adatti per un funzionamento non presidiato, essere adatti per un funzionamento continuo ed essere controllabili per la protezione ad alte temperature.
- L'intervallo di temperature del refrigerante consigliato è da 4 a 80 °C.
- Se si utilizza una pompa integrata, deve essere adatta per la circolazione esterna del liquido e per un collegamento di tubi da 1/4" OD (6,35 mm) o più grandi.
- Se si utilizza una pompa di pressione, deve mantenere una pressione compresa tra 1,5 e 2,5 psi.
- Se si utilizza una pompa di aspirazione, il vuoto della pompa non può superare -4 psi.
- La tipica capacità di potenza di raffreddamento del ricircolo varia da 1000 a 2000 watt.

Condensa e condizioni ambientali

Per evitare un'eccessiva condensa, mantenere il livello di umidità ambientale al di sotto del 65% e la temperatura ambiente al di sotto di 23 °C. Se uno dei due valori supera il suo limite, si formerà della condensa in eccesso che causerà un trabocco dello scarico.

5 Parametri del metodo dell'HS

Condensa e condizioni ambientali

Verificare che la temperatura di esercizio della piastra di raffreddamento rimanga superiore a 4 °C. Temperature a 4 °C e inferiori possono causare il congelamento della condensa e problemi di scarico.

Se si opera in un ambiente non climatizzato, spegnere la fonte della piastra di raffreddamento o aumentarne la temperatura a un valore superiore alla temperatura del punto di rugiada previsto quando non è in uso.

La condensa in eccesso occasionale non causerà danni permanenti allo strumento. Se il sistema di gestione della condensa trabocca, scollegare la fonte di alimentazione dallo spazio di testa il prima possibile e asciugare le aree interessate prima dell'uso.

5 Parametri del metodo dell'HS

Condensa e condizioni ambientali

Sequenze HS

Che cos'è una sequenza dell'HS?	52
Sequenze, modalità di estrazione e foratura di fiale	53
Sequenze e velocità	54
Campioni prioritari	55
Azioni della sequenza del metodo	56
Azioni sequenza dell'interfaccia del browser e del sistema dati	58
Arresto, interruzione o pausa di una sequenza in corso	59
Stato delle fiale	60

Le sequenze dei campioni possono essere create ed eseguite usando l'interfaccia del browser del GC o un sistema dati Agilent. Questo capitolo descrive le considerazioni speciali per le sequenze dello spazio di testa quando si utilizzano tali sistemi per analizzare i campioni. Descrive inoltre le funzionalità relative alla sequenza fornite dall'HS 8697 che consentono di ottimizzare la velocità.

Per informazioni sull'uso dell'interfaccia del browser o del sistema dati per creare sequenze e analizzare i campioni, fare riferimento alle relative guide online.

6 Sequenze HS

Che cos'è una sequenza dell'HS?

Che cos'è una sequenza dell'HS?

Nel campionatore per spazio di testa 8697 una sequenza corrisponde a una serie ordinata di fiale di campione da preparare e iniettare, che comprende anche il metodo per preparare ciascuna fiala.

- Una sequenza può saltare delle posizioni di fiale.
- Una sequenza può analizzare una fiale più volte.
- Una sequenza non richiede un particolare ordine di fiale. È possibile analizzare le fiale in un ordine casuale, ad esempio 1, 23, 5, 2, 3 e 40.

6 Sequenze HS

Sequenze, modalità di estrazione e foratura di fiale

Sequenze, modalità di estrazione e foratura di fiale

Nella sequenza è possibile specificare la stessa fiala in tutte le righe necessarie. Il modo in cui l'HS elabora la fiala dipende dal metodo di estrazione e dalla sequenza:

- **Extraction Mode è Single.**

Utilizzare la modalità Estrazione singola per forzare l'HS a eseguire la perforazione di una fiala, un'estrazione e un'analisi per fiala. Se la stessa fiala di campione appare in più di una riga consecutiva nella sequenza, o se il numero di iniezioni per fiala è > 1, questa modalità farà sì che l'HS rielabori completamente la fiala per ciascuna voce di sequenza o iniezione.

- **Extraction Mode è Multiple.**

Utilizzare la modalità Estrazioni multiple per eseguire un ciclo di equilibrato, la perforazione di una fiala e una o più estrazioni per fiala di campione, in cui ogni estrazione avvia una nuova analisi. La fiala viene perforata una sola volta, indipendentemente dal numero di estrazioni e analisi. Per ogni riga consecutiva nella sequenza che utilizza la stessa fiala e per il numero di iniezioni per fiala specificato nella sequenza, l'HS esegue un'estrazione e avvia un'analisi. Dopo l'ultima riga di sequenza consecutiva per questa fiala, la fiala viene riposta nel vassoio. Se la stessa fiala compare più avanti nella sequenza, verrà equilibrata e perforata di nuovo.

- **Extraction mode è Concentrated.**

Utilizzare la modalità Estrazioni concentrate per eseguire un ciclo di equilibrato, la perforazione di una fiala e più estrazioni (e possibilmente iniezioni) per fiala. Tipicamente questa modalità richiede una trappola per la concentrazione del campione di qualche tipo (la trappola può essere un dispositivo esterno opzionale o un iniettore come l'iniettore multimodale Agilent). L'HS perfora la fiala ed esegue il numero di estrazioni specificato. Ciascuna estrazione viene trasferita all'iniettore (o trappola) del GC, dove si accumula il campione. Dopo l'ultima estrazione, il campione accumulato viene iniettato e l'HS avvia l'analisi del GC.

Se la sequenza specifica più di un'iniezione per fiala, la fiala rimane sulla sonda del campione. Al termine dell'analisi del GC, l'HS esegue le estrazioni richieste, quindi avvia l'analisi successiva. Dopo l'inizio dell'ultima analisi, la fiala viene riposta nel vassoio.

Se la stessa fiala compare più avanti nella sequenza (ma non come la fiala successiva), verrà equilibrata e perforata di nuovo.

Vedere anche "[Sequenze e velocità](#)".

Sequenze e velocità

L'HS ottimizza la velocità controllando i metodi delle fiale specificate nella sequenza corrente. Se le fiale consecutive condividono lo stesso metodo, l'HS controllerà i parametri di tempo e calcolerà i tempi migliori per posizionare ciascuna fiala nel forno. Questa operazione massimizza il numero di fiale con equilibrazione contemporanea.

Le fiale che utilizzano diversi metodi rimarranno in attesa di essere analizzate finché i campioni precedenti lasceranno il forno.

Per ulteriori informazioni, consultare "**Ottimizzazione della velocità**" a pagina 98.

Campioni prioritari

Un campione prioritario è una fiala che richiede un'analisi tempestiva, prioritaria rispetto ad altre fiale contenute nella sequenza in corso di analisi.

L'interfaccia del browser e il sistema dati Agilent consentono di interrompere e quindi modificare una sequenza in corso di analisi per inserire un nuovo campione al suo interno. Posizionare il nuovo campione in una qualsiasi posizione inutilizzata del vassoio. Quindi interrompere e modificare la sequenza al fine di includere la nuova fiala. Fare riferimento alle guide dell'interfaccia del browser e del sistema dati per istruzioni su come modificare una sequenza in corso di analisi.

Si noti che eventuali campioni già in fase di elaborazione non possono essere modificati. L'HS continuerà a elaborare tutte le fiale già avviate prima di iniziare a elaborare una nuova fiala. Se il nuovo campione usa lo stesso metodo, può essere posizionato nel forno contemporaneamente agli altri campioni in fase di elaborazione. Se utilizza condizioni di metodo diverse, la sua analisi potrebbe non iniziare prima della rimozione di tutti i campioni precedenti dal forno.

6 Sequenze HS

Azioni della sequenza del metodo

Azioni della sequenza del metodo

Nel caso in cui l'HS incontri difficoltà durante una sequenza, ha la capacità di saltare una fiala, proseguire indipendentemente dal problema, mettere in pausa la sequenza, interrompere tutto o attendere finché il sistema è pronto. Le impostazioni che gestiscono il comportamento dell'HS durante l'analisi di una sequenza sono dette *sequence actions* (azioni sequenza). Queste azioni sequenza sono parte del metodo, pertanto possono cambiare da campione a campione durante l'esecuzione della sequenza. Utilizzare le azioni sequenza per specificare come l'HS si dovrà comportare in caso di problemi, ad esempio se manca una fiala, le dimensioni non sono corrette e altri imprevisti di questo genere. Le azioni sequenza offrono flessibilità per la gestione di piccoli problemi con il livello di attenzione appropriato al workflow. L'operatore può arrestare completamente l'elaborazione della sequenza per alcuni problemi, consentendo invece che la sequenza prosegua per altri. Il GC registra sempre la problematica e l'azione intrapresa.

Tipi di problemi della sequenza gestiti

Le azioni sequenza offrono il controllo logico della sequenza per i problemi elencati di seguito. Le azioni possibili sono descritte in "[Azioni disponibili](#)".

Vial Missing: consente di controllare il comportamento dell'HS ogni qualvolta non riesce a trovare una fiala di campione nella posizione prevista nel vassoio.

Wrong Vial Size: consente di controllare il comportamento dell'HS quando trova una fiala di campione, ma la dimensione della fiala non corrisponde alla dimensione definita nel metodo. Dimensioni non corrette possono, ad esempio, cambiare i risultati dell'analisi o indicare che una fiala si trova in una posizione errata. Per determinare le dimensioni della fiala, l'HS misura l'altezza della fiala quando questa si trova nel sistema di presa (questo significa che l'HS non è in grado di distinguere tra fiale da 20 mL e 22 mL).

Leak Detected: consente di controllare il comportamento dell'HS se la fiala di campione non supera il controllo dinamico delle perdite (applicabile solo quando è abilitato il controllo dinamico delle perdite).

System Not Ready: consente di controllare il comportamento dell'HS quando l'HS è pronto a iniziare il riempimento del loop del campione ma il GC non è pronto a iniziare un'analisi. Quando l'HS passa in stato di pronto, verifica se il GC è pronto. Se il GC è pronto, l'HS inizia a riempire il loop del campione per il ciclo di iniezione. Se il GC non è pronto, l'HS esegue l'azione specificata. La causa di un GC non pronto può essere un parametro troppo basso relativo al tempo del ciclo del GC nel metodo, varianze normali nei tempi del GC o un problema del GC. Si noti che alcuni sistemi dati potrebbero non raccogliere i dati se il GC non è pronto prima dell'inizio dell'analisi.

Azioni disponibili

Le azioni disponibili per ogni problema dipendono dalla natura del problema con la sequenza (ad esempio, non si può continuare a elaborare una fiala mancante, ma si può saltare la fiala o interrompere la sequenza).

- **Continue:** consente di continuare a elaborare la fiala di campione e la sequenza.
 - **Skip:** consente di saltare la fiala di campione corrente, quindi continuare l'elaborazione con la fiala successiva nella sequenza. La fiala di campione viene immediatamente riportata nel vassoio, se applicabile. Il sistema salta tutte le iniezioni per quella fiala.
 - **Pause:** consente di mettere in pausa la sequenza. Eventuali fiale nel forno continueranno a essere elaborate, inclusa la fiala corrente, se applicabile. Nessun'altra fiala verrà spostata nel forno.
- Per ripristinare da una pausa:** seguire le istruzioni sul touchscreen del GC (o nell'interfaccia del browser).
- **Abort:** consente di interrompere la sequenza. L'HS interrompe l'elaborazione di tutte le fiale, inclusa quella del campione corrente. L'HS riporta tutte le fiale di campione sul vassoio, a partire dalla fiala di campione che ha presentato il problema. Per ripristinare, verificare i log per determinare quale fiala di campione ha causato il problema. Risolvere il problema, quindi creare una nuova sequenza e riavviare.
 - **Wait for Ready:** l'HS attende finché il GC è pronto. Questa impostazione può aumentare i tempi di equilibrazione delle fiale nel forno. L'HS segnala i tempi di equilibrazione effettivi nei log. Si noti che una volta che l'HS inizia a riempire il loop del campione, l'HS avvierà un'iniezione indipendentemente dalla disponibilità del GC. Inoltre, se c'è qualcosa che impedisce al GC di passare allo stato di pronto, l'HS attende.

NOTA

Abort interrompe solo l'HS. Il GC e il sistema dati possono completare l'elaborazione di eventuale campione iniettato in precedenza.

Si noti che le azioni delle sequenze non bypassano altri potenziali problemi, come un guasto hardware, che possono interrompere una sequenza.

Quando si utilizza un MS

È necessario includere eventuale tempo aggiuntivo richiesto per il ritardo del solvente MS e per altri fattori nel parametro del **tempo del ciclo del GC**.

6 Sequenze HS

Azioni sequenza dell'interfaccia del browser e del sistema dati

Azioni sequenza dell'interfaccia del browser e del sistema dati

L'interfaccia del browser e i sistemi dati Agilent possono offrire funzionalità aggiuntive utilizzabili per gestire eventi imprevisti. Queste funzioni fanno parte delle impostazioni della sequenza e variano in base al sistema dati. Ad esempio, l'interfaccia del browser e molti sistemi dati offrono un'impostazione per la gestione di fiale mancanti nella sequenza. In caso di conflitto tra l'impostazione della sequenza e un'impostazione nel metodo dell'HS, l'HS utilizzerà il valore impostato nel *metodo HS* per i problemi specifici elencati in **"Tipi di problemi della sequenza gestiti"** a pagina 56.

I sistemi dati possono consentire anche la gestione degli errori del lettore di codici a barre. Fare riferimento alla guida del sistema dati per ulteriori informazioni.

6 Sequenze HS

Arresto, interruzione o pausa di una sequenza in corso

Arresto, interruzione o pausa di una sequenza in corso

È possibile interagire con una sequenza in corso con il tasto di arresto del touchscreen del GC o con il computer che sta eseguendo la sequenza tramite l'interfaccia del browser e o un sistema dati.

Sul touchscreen del GC, premere il tasto di arresto (). Il display del GC chiede all'utente di arrestare l'analisi, arrestare la sequenza o annullare (nessuna azione).

- **Arresto dell'analisi:** termina immediatamente l'analisi in corso e passa all'analisi successiva nella sequenza. La sequenza rimanente termina normalmente.
- **Arresto della sequenza:** termina immediatamente l'analisi in corso e interrompe la sequenza. Tutte le fiale nel forno sono riportate sul vassoio tramite la stazione di raffreddamento e il sistema ritorna in stato di inattività.

L'interfaccia del browser e un sistema dati offrono tre opzioni per l'interazione con una sequenza in corso:

- **Pausa sequenza:** l'HS termina eventuali campioni di cui è già stata avviata l'elaborazione, ma attende poi ulteriori istruzioni. Nessuna nuova fiala entrerà nel forno. Quando viene ripresa, la sequenza termina normalmente.

L'uso della pausa consente la modifica della sequenza. Durante la modifica, l'elenco di campioni di cui non è stata ancora avviata l'elaborazione può essere modificato secondo necessità per inserire un nuovo campione o apportare ulteriori eventuali modifiche. Alla ripresa, l'HS inizia a elaborare il campione successivo nella sequenza.

- **Arresto dell'analisi:** termina immediatamente l'analisi in corso e passa all'analisi successiva nella sequenza. La sequenza rimanente termina normalmente.
- **Arresto della sequenza:** termina immediatamente l'analisi in corso e interrompe la sequenza. Tutte le fiale nel forno sono riportate sul vassoio tramite la stazione di raffreddamento e il sistema ritorna in stato di inattività.

Fare riferimento alla guida dell'interfaccia del browser del GC e del sistema dati per ulteriori informazioni sulle relative funzioni della sequenza.

Stato delle fiale

Utilizzare il vassolo di stato del touchscreen del GC o dell'interfaccia del browser per visualizzare le informazioni sullo stato corrente di una sequenza in corso. L'GC visualizzerà:

- Temperatura del forno
- Temperatura del loop
- Temperatura della linea di trasferimento
- Flusso della fiala
- Pressione della fiala
- Pressione del gas di trasporto esterno
- Stato della fiala. Ciò include il monitoraggio in tempo reale dello stato della fiala: equilibrazione, pressurizzazione, estrazione, iniezione, ritorno sul vassoio.

I sistemi di dati di Agilent offrono anche lo stato delle fiale.

Impostazioni

Impostazioni dello spazio di testa 62

Settings > Configuration > Headspace 62

Settings > Calibration > Headspace 63

Settings > Service Mode > Headspace 66

Settings > Scheduler: Conservazione della risorsa 66

Questa sezione descrive le impostazioni e le funzionalità disponibili nella sezione Settings del GC.

7 Impostazioni

Impostazioni dello spazio di testa

Impostazioni dello spazio di testa

Le impostazioni dell'HS disponibili nella scheda **Settings** (⚙) si applicano all'intero sistema, indipendentemente dal metodo corrente. Se si apportano modifiche hardware, verificare sempre tali impostazioni e aggiornarle secondo necessità, ad esempio dopo aver modificato il tipo di gas per la pressurizzazione delle fiale, la linea di trasferimento o il loop del campione.

Settings > Configuration > Headspace

⚙> Configuration > Headspace

La tabella seguente elenca le impostazioni di configurazione dell'HS.

Impostazione	Descrizione
Inlet	Consente di selezionare l'iniettore collegato alla linea di trasferimento (impostazione disponibile per GC con più di un iniettore).
Gas Type	Tipo di gas per la pressurizzazione delle fiale.
Loop Volume	Volume interno del loop del campione installato.
Transfer Line Type	Consente di selezionare la linea di trasferimento installata, silice fusa o DB-ProSteel.
Transfer Line Diameter	Diametro interno della linea di trasferimento (um).
Standby Vial Flow	Di norma lasciare l'impostazione abilitata. Il flusso fiale in standby spurga il loop del campione e la sonda del campione tra le estrazioni e durante il periodo di inattività. Con le funzionalità di conservazione delle risorse del GC, questo flusso può essere ridotto per conservare il gas di pressurizzazione fiale. Impostazione predefinita: 20 mL/min.
Clear Oven at Startup	Se abilitato, al primo avvio l'HS verificherà la presenza di fiale nel forno e riporterà quelle trovate nel vassoio.
Attivazione del checksum del codice a barre	Disponibile se è presente un lettore di codici a barre. Alcuni codici a barre possono includere un valore checksum da usare nella convalida della lettura del codice a barre. Abilitare questa impostazione se il codice a barre include un checksum.
Simbologia	Disponibile se è presente un lettore di codici a barre. Selezionare All per consentire al lettore di codici a barre di verificare tutti simboli disponibili oppure selezionare i simboli specifici usati sulle etichette delle fiale. Vedere di seguito l'elenco completo dei simboli supportati.

Il lettore di codici a barre è in grado di leggere codici a barre dei seguenti tipi (simboli):

- 3 of 9
- Code 128
- Matrix 2 of 5
- Standard 2 of 5
- Interleaved 2 of 5
- UPC A

7 Impostazioni

Settings > Calibration > Headspace

- EAN/JAN 13
- EAN/JAN 8
- UPC E

Settings > Calibration > Headspace

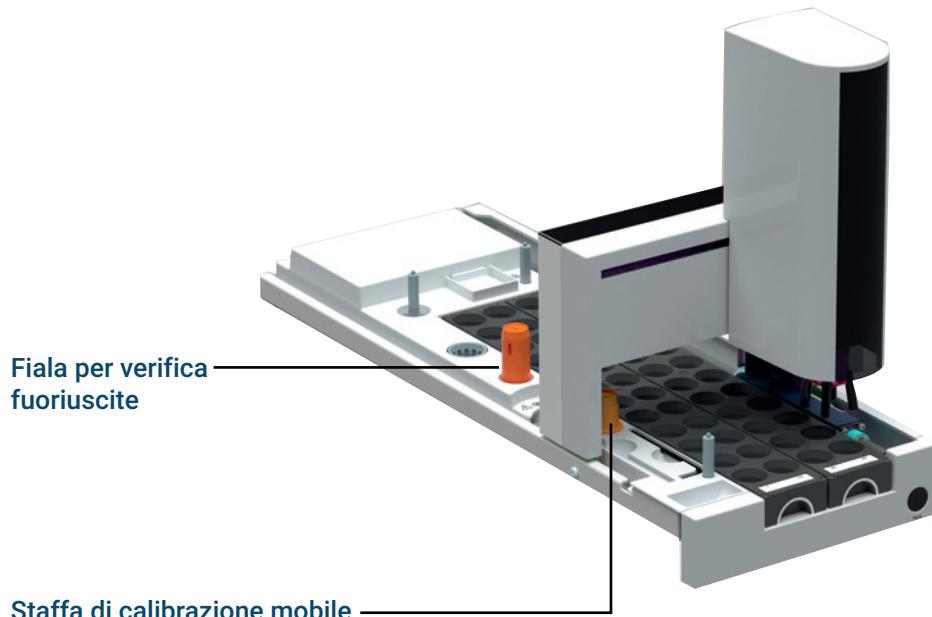
⚙ > Calibration > Headspace

L'HS fornisce una routine di calibrazione per il vassoio al fine di garantire la gestione ottimale delle fiale e una calibrazione per i sensori di flusso e pressione del gas.

Calibrazione di vassoio e sistema di presa

Il vassoio può richiedere una regolare calibrazione per mantenere le prestazioni ottimali. Questa calibrazione assicura che il sistema di presa e il cavalletto continuino a spostare i campioni in modo fluido, senza provocare la caduta di fiale. Calibrare il vassoio in seguito all'installazione dell'HS, dopo la sostituzione dei cuscinetti del sistema di presa o quando consigliato dalla procedura automatizzata di risoluzione dei problemi o dai contatori EMF.

- 1 Prima di iniziare, svuotare il forno e il vassoio da eventuali fiale.
- 2 Verificare che la staffa di calibrazione mobile e la fiala per verifica perdite si trovino nelle rispettive posizioni dedicate.



- 3 Passare a ⚙ (Settings) > Calibration > Headspace e selezionare **Start System and Tray Calibration** sulla pagina delle impostazioni relative alla calibrazione del vassoio.
- 4 Selezionare **Factory** come tipo di calibrazione. Seguire le istruzioni. Una calibrazione di fabbrica calibra il vassoio sul mainframe e calibra tutte le posizioni delle fiale sul vassoio.

7 Impostazioni

Settings > Calibration > Headspace

Calibrazione del sistema di presa

Il sistema di presa verrà calibrato periodicamente in modo automatico dall'HS. Per la calibrazione del sistema di presa sono necessari la fiala per verifica perdite e la staffa di calibrazione mobile.

Calibrazione dell'EPC di pressurizzazione fiale

I moduli EPC per il controllo del gas dispongono di sensori per la regolazione del flusso e/o della pressioni. In genere vengono calibrati in fabbrica. Il valore della sensibilità (la pendenza della curva) è abbastanza stabile, la correzione di zero (zero offset) richiede invece un aggiornamento periodico.

Modificare le impostazioni di calibrazione o calibrare manualmente i sensori EPC del gas di pressurizzazione fiale dal touchscreen del GC o dall'interfaccia del browser:

- 1 Selezionare (**Settings**) > **Calibration** > **Headspace** e scorrere fino alle impostazioni di calibrazione dell'EPC.
- 2 Selezionare **On** accanto al sensore desiderato per azzerarlo.
- 3 Per il sensore di flusso: Verificare che il gas sia collegato e fluisca (attivo).
- 4 Per il sensore di pressione: Scollegare la linea di alimentazione del gas sul retro del HS. Lo spegnimento non è sufficiente; la valvola potrebbe presentare piccole perdite.
- 5 Ricollegare i tubi del gas scollegati nella fase precedente e ripristinare i flussi operativi.

Per ripristinare un sensore EPC alla calibrazione di fabbrica, passare a (**Settings**) > **Calibration** > **Headspace** e nella sezione **EPC** selezionare **Reset** per quel sensore.

Calibrare il sensore di pressione in uscita

I moduli EPC per il controllo del gas dispongono di sensori per la regolazione del flusso e/o della pressioni. In genere vengono calibrati in fabbrica. Il valore della sensibilità (la pendenza della curva) è abbastanza stabile, la correzione di zero (zero offset) richiede invece un aggiornamento periodico.

Modificare le impostazioni di calibrazione o calibrare manualmente i sensori della pressione in uscita dal touchscreen del GC o dall'interfaccia del browser:

- 1 Selezionare (**Settings**) > **Calibration** > **Headspace** e scorrere fino alle impostazioni di calibrazione dell'EPC.
- 2 Selezionare **On** accanto al sensore desiderato per azzerarlo.
- 3 Per il sensore di pressione in uscita: Scollegare la linea di alimentazione del gas sul retro del HS. Lo spegnimento non è sufficiente; la valvola potrebbe presentare piccole perdite.
- 4 Ricollegare i tubi del gas scollegati nella fase precedente e ripristinare i flussi operativi.

Per ripristinare questo sensore EPC alla calibrazione di fabbrica, passare a (**Settings**) > **Calibration** > **Headspace** e nella sezione **EPC** selezionare **Reset** per quel sensore.

Procedura di calibrazione della velocità di perdita

Nonostante questo sia estremamente raro, l'espansione di alcuni dei solventi riscaldati a temperature superiori al punto di ebollizione può creare un cambiamento dinamico della pressione difficile da quantificare accuratamente sulla scala temporale del tipico controllo dinamico delle perdite dell'HS. Anziché compromettere la velocità dei campioni allungando il

7 Impostazioni

Settings > Calibration > Headspace

parametro del metodo relativo al tempo di equilibrato della pressione, un modo migliore per tenere conto dell'espansione del solvente è di calibrare la velocità di perdita segnalata associata a una data serie di condizioni.

Utilizzare **User Vial Leak Test** (vedere **"Verificare la corretta tappatura tramite User Vial Leak Test"** a pagina 34) per determinare automaticamente la soglia di velocità di perdita appropriata per un determinato metodo e campione.

Una soglia di velocità di perdita può essere calcolata anche manualmente. Se sono state analizzate almeno tre fiale ed è stata segnalata una velocità di perdita uniforme dal controllo dinamico delle perdite, è possibile eseguire la procedura di calibrazione della velocità di perdita seguente.

1 Verificare l'assenza di perdite nel sistema.

Passare a **Diagnostics > Diagnostic Tests > Headspace** e selezionare **Restriction and Pressure Decay-test**. Eseguire il test con la fiala per verifica fuoriuscite (codice prodotto G4511-20180) e un setto Advanced Green Agilent (codice prodotto 5183-4759). Accertarsi che le temperature del proprio strumento siano le stesse dei valori di regolazione del metodo analitico.

La procedura inizia con il test di perdita del sistema per garantire che non siano rilevate perdite quando nel sistema non sono presenti solventi.

2 Calibrare la velocità di perdita.

- Se il test di limitazione e a decadimento della pressione viene superato, utilizzare il metodo analitico desiderato per analizzare sei fiale contenenti il solvente utilizzato durante le analisi.
- Registrare la velocità di perdita per ognuna delle sei fiale, quindi calcolare la media e la deviazione standard. Impostare la velocità di perdita di superamento/mancato superamento del test nel metodo dell'HS per l'analisi in questione alla velocità di perdita media più tre volte la deviazione standard.

La **Tabella 7** presenta un esempio in cui si deve cambiare il limite della velocità di perdita del metodo per il metodo analitico a 1,840 mL/min.

Tabella 7 Esempio di calcolo del limite della velocità di perdita del metodo

Fiala	Velocità di perdita (mL/min)
1	1,403
2	1,352
3	1,621
4	1,458
5	1,541
6	1,623
Media	1,500
Dev std	0,114
3 * Dev std	0,341
Media + (3 * Dev std)	1,840

7 Impostazioni

Settings > Service Mode > Headspace

Settings > Service Mode > Headspace

⚙> Service Mode > Headspace

Il modo assistenza dello spazio di testa elenca i valori correnti effettivi di diverse impostazioni di configurazione, termiche, pneumatiche, elettroniche e altre impostazioni e sensori.

È anche possibile eseguire un ripristino delle impostazioni predefinite di fabbrica. In condizioni normali, non eseguire un ripristino delle impostazioni predefinite di fabbrica a meno che ciò non sia assolutamente necessario. Questo tipo di ripristino elimina tutte le impostazioni personalizzate memorizzate nell'HS, dalle calibrazioni di flusso al numero di serie dello strumento.

Un ripristino delle impostazioni predefinite di fabbrica:

- Elimina i log di manutenzione e degli eventi.
- Elimina la cronologia di aggiornamento del firmware.
- Elimina la configurazione e le calibrazioni dell'HS corrente.
- Elimina i dati e le impostazioni di registrazione EMF.
- Registra l'avvenuto ripristino delle impostazioni predefinite di fabbrica.
- Riavviare il HS.

Settings > Scheduler: Conservazione della risorsa

⚙ > Scheduler

L'HS usa la funzione di conservazione delle risorse del GC, mentre le funzioni del GC relative ai metodi di sospensione e riattivazione vengono estese includendo i parametri del metodo dell'HS. Dato che l'HS aggiunge molti nuovi parametri al metodo, alcuni di questi possono essere utilizzati per conservare gas e alimentazione. La gran parte delle impostazioni dell'HS, tuttavia, non sono rilevanti ai fini dei metodi di sospensione dato che sono utilizzate solo nella preparazione dei campioni. Considerare i seguenti parametri dell'HS quando si imposta un metodo di sospensione:

- **Standby Vial Flow:** ridurre se desiderato. Agilent consiglia di non disattivare questo flusso, dato che protegge il loop e la sonda del campione dalla contaminazione atmosferica.
- Le temperature del forno, del loop del campione e del forno delle fiale possono essere ridotte durante periodi di inattività.

Funzionamento del campionatore per spazio di testa 8697

Come l'HS elabora una fiala di campione	68
Come l'HS equilibra una fiala	69
Come l'HS pressurizza una fiala	70
Come l'HS riempie il loop del campione (estrae un campione)	72
Tipo di estrazioni e iniezioni dell'HS	73
Come HS riduce il carry over	77

Questo capitolo presenta la teoria più avanzata alla base del campionatore per spazio di testa 8697. Queste informazioni sono destinate esclusivamente ai responsabili dello sviluppo dei metodi.

8 Funzionamento del campionatore per spazio di testa 8697

Come l'HS elabora una fiala di campione

Come l'HS elabora una fiala di campione

La **Figura 17** mostra il workflow di una fiala elaborata da parte dell'HS.

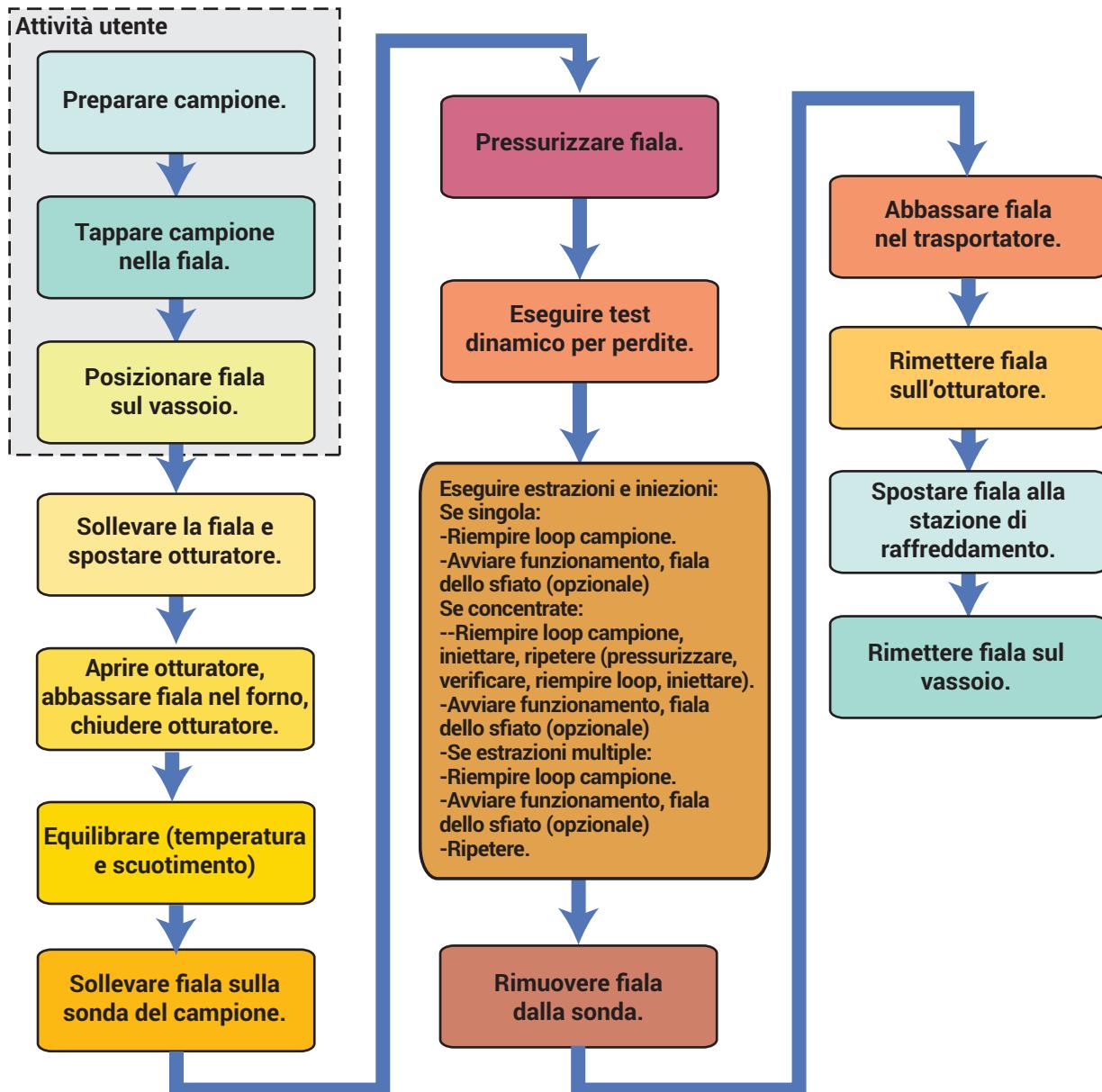


Figura 17. Flusso dell'elaborazione della fiala da parte dell'HS 8697

8 Funzionamento del campionatore per spazio di testa 8697

Come l'HS equilibra una fiala

Come l'HS equilibra una fiala

L'HS 8697 con vassolo dispone di un forno per fiale in grado di equilibrare fino a 12 fiale a temperature massime di 300 °C. Il forno è anche in grado di scuotere le fiale con 9 diversi livelli di accelerazione. Se le fiale della sequenza condividono lo stesso metodo, l'HS stabilisce quando i campioni consecutivi possono essere caricati nel forno per aumentare la velocità, quindi li carica automaticamente. L'HS ottimizza per la massima velocità indipendentemente dalla modalità di estrazione, dalla modalità di riempimento del loop e così via.

8 Funzionamento del campionatore per spazio di testa 8697

Come l'HS pressurizza una fiala

Come l'HS pressurizza una fiala

L'HS offre diverse tecniche per la pressurizzazione di una fiala di campione. In aggiunta al semplice riscaldamento della fiala, che da solo può generare una pressione interna sufficiente in alcuni casi, l'HS può fornire ulteriore gas a supporto dell'estrazione. Il gas proviene dal raccordo **pressione fiale** sul pannello posteriore dell'HS e può essere diverso dal gas di trasporto usato per spostare il campione sulla colonna. Nonostante il metodo di pressurizzazione fiale predefinito sia spesso sufficiente, potrebbero essere utili tecniche alternative in alcune applicazioni. Vedere la **Figura 18** di seguito.

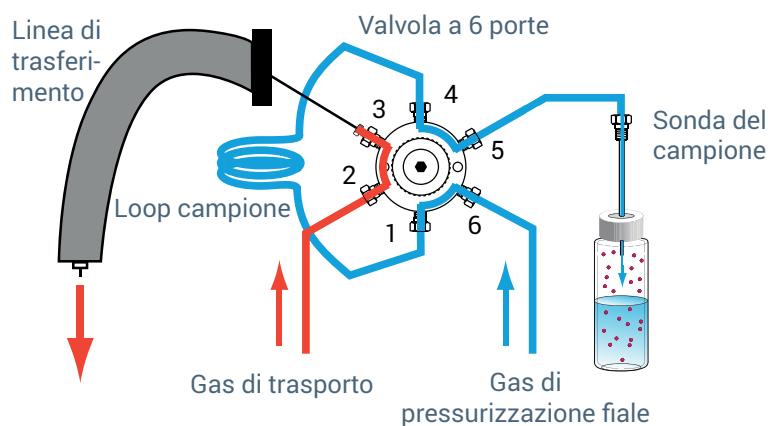


Figura 18. Pressurizzazione della fiala

Flusso a pressione

Questa è la modalità di riempimento delle fiale predefinita. In questa modalità l'HS mantiene una velocità di flusso specificata del gas di trasporto nella fiala finché la pressione all'interno della fiala raggiunge il relativo valore di regolazione. L'HS mantiene tale pressione per il tempo di mantenimento. Al termine, la procedura di riempimento del loop del campione ha inizio.

Pressione

In questa modalità, l'HS riempie la fiala il più rapidamente possibile al valore di regolazione della pressione di riempimento, quindi mantiene la pressione per il tempo di mantenimento specificato. Al termine, la procedura di riempimento del loop del campione ha inizio.

Volume costante

In questa modalità, l'HS pressurizza la fiala di campione con un volume specificato di gas di trasporto, quindi mantiene la pressione risultante per il tempo di mantenimento specificato. Questa modalità è utile se si devono calcolare le quantità molecolari precise di campione e gas di trasporto nella fiala o nel loop del campione.

8 Funzionamento del campionatore per spazio di testa 8697

Controllo dinamico delle perdite

Controllo dinamico delle perdite

Per impostazione predefinita, l'HS esegue un controllo delle perdite in seguito alla pressurizzazione delle fiale. Mentre si trova sulla sonda, l'HS può stabilire se la fiala presenta perdite verificando il decadimento della pressione nella fiala. L'HS registra il risultato del controllo delle perdite e offre un'azione sequenza per consentire all'operatore di gestire questo problema (ad esempio saltando la fiala o interrompendo l'analisi).

Il tempo necessario al controllo dinamico delle perdite equivale al tempo di equilibrato della pressione + 0,02 minuti.

8 Funzionamento del campionatore per spazio di testa 8697

Come l'HS riempie il loop del campione (estrae un campione)

Come l'HS riempie il loop del campione (estrae un campione)

In seguito alla pressurizzazione e alla stabilizzazione della fiala, l'HS esegue le estrazioni specificate. La valvola a sei porte si muove, consentendo al campione pressurizzato di scorrere attraverso il loop del campione. Quando le condizioni specificate sono soddisfatte, il loop è considerato riempito. Vedere la **Figura 19** di seguito.

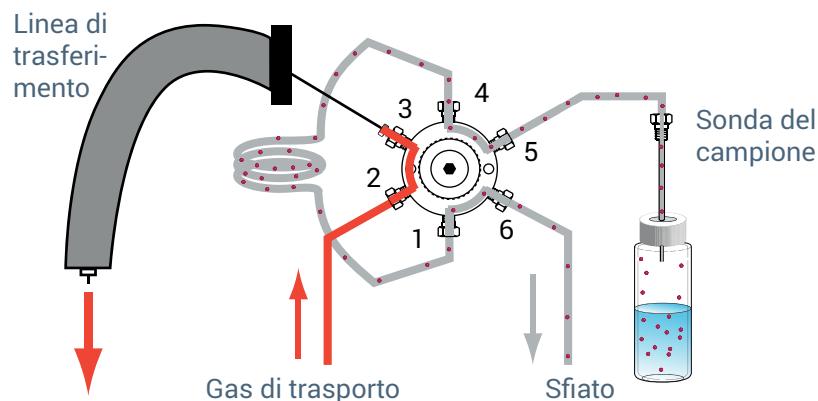


Figura 19. Riempimento del loop del campione

L'HS offre due modalità di riempimento del loop del campione, **predefinita** e **personalizzata**.

Modalità riempimento loop predefinita

In questo caso, l'HS depresso la fiala di campione in un loop campione a una velocità specificata finché la pressione della fiala di campione decresce di un valore noto. L'HS calcola la pressione finale del loop e il tempo di equilibrato sulla base della configurazione attuale dell'HS e dei dati del metodo.

Modalità riempimento loop personalizzata

In questo caso, è possibile specificare la velocità di riempimento del loop, la pressione finale del loop e il tempo di equilibrato.

8 Funzionamento del campionatore per spazio di testa 8697

Tipo di estrazioni e iniezioni dell'HS

Tipo di estrazioni e iniezioni dell'HS

L'HS 8697 è in grado di estrarre e iniettare il campione una volta o diverse volte per fiala. L'HS consente di selezionare il tipo di estrazione come funzione avanzata. La **Figura 20** mostra i percorsi del flusso di base durante un ciclo di iniezione, in cui il loop del campione viene spurgato nel GC.

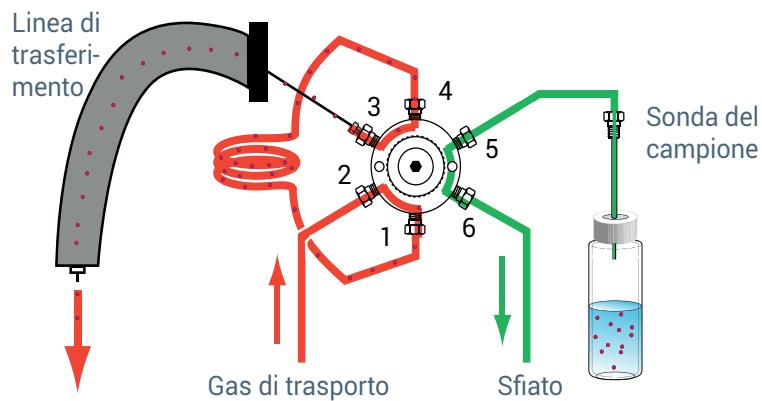


Figura 20. Ciclo di iniezione dell'HS

Si noti che il flusso del gas di pressurizzazione delle fiale è sempre controllato dall'HS. Il flusso del gas di trasporto è sempre controllato dal modulo EPC dell'iniettore del GC.

8 Funzionamento del campionatore per spazio di testa 8697

Tipo di estrazioni e iniezioni dell'HS

Fare riferimento alla **Figura 21** per un diagramma dei percorsi dei flussi all'interno del campionatore per spazio di testa.

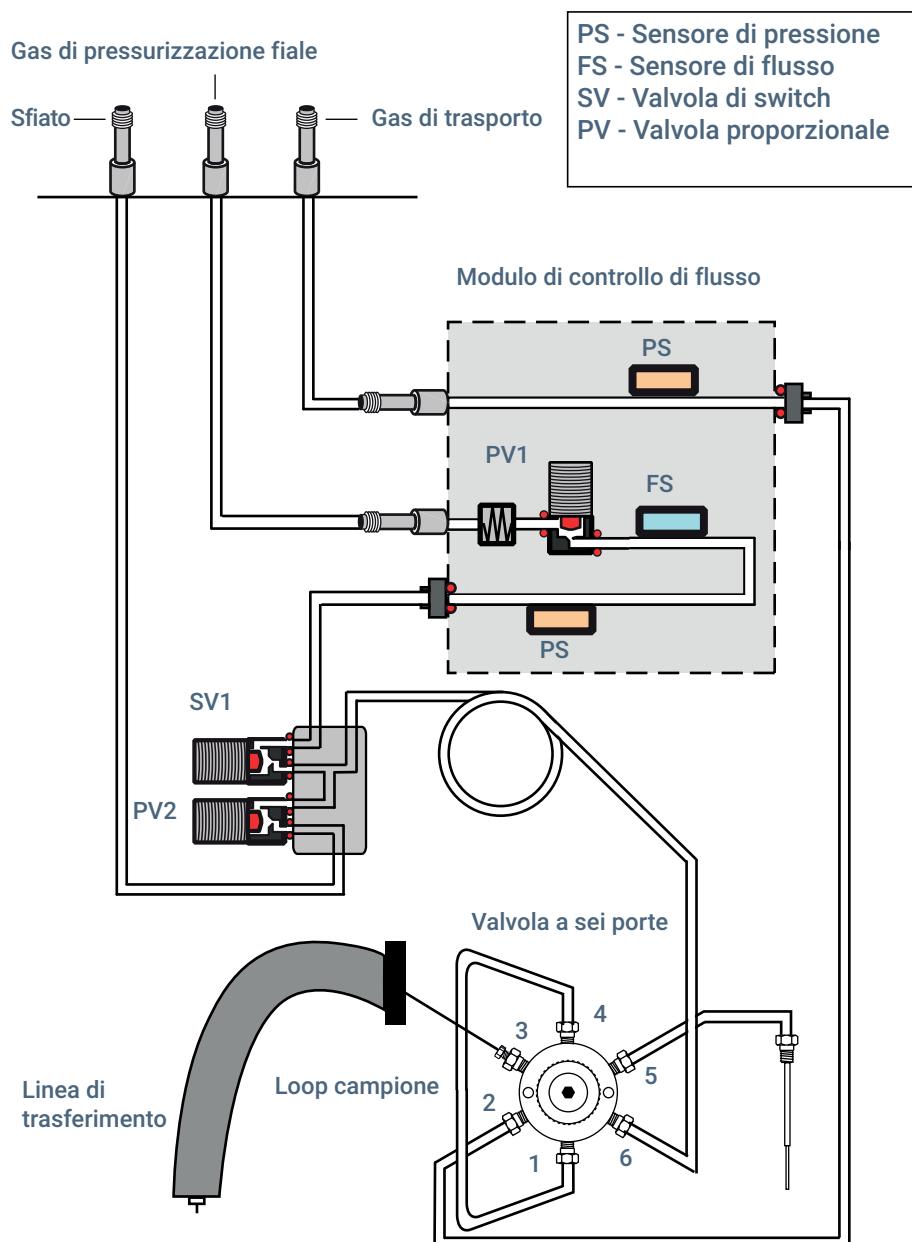


Figura 21. Flussi del campionatore per spazio di testa

8 Funzionamento del campionatore per spazio di testa 8697

Estrazione standard

Estrazione standard

In questa modalità, l'HS esegue una sola estrazione ed iniezione per ogni foratura della fiala. In seguito all'equilibrizzazione della fiala, l'HS verifica la preparazione del sistema. Se il sistema è pronto o se l'azione sequenza relativa alla preparazione indica di continuare, l'HS forza la fiala. L'HS pressurizza la fiala ed estrae il campione da essa in base ai parametri del metodo. Vedere [Figura 18](#) e [Figura 19](#). In seguito a eventuale equilibrizzazione del loop del campione, la valvola a sei porte dell'HS passa in posizione di iniezione, l'HS inietta il campione e invia un comando di avvio al GC. Contemporaneamente, l'HS scarica la pressione residua dalla fiala (opzionale). Alla termine del tempo di iniezione, la valvola a sei porte ritorna nella posizione originale. La fiala di campione viene rimossa dalla sonda e riportata nel trasportatore e quindi nel vassoio.

Estrazioni multiple dello spazio di testa

In questa modalità, l'HS esegue diverse estrazioni e iniezioni con un'unica foratura della fiala. Vedere [Figura 19](#) e [Figura 20](#). In seguito all'equilibrizzazione della fiala, l'HS verifica la preparazione del sistema. Se il sistema è pronto o se l'azione sequenza relativa alla preparazione indica di continuare, l'HS forza la fiala. L'HS pressurizza la fiala ed estrae il campione da essa in base ai parametri del metodo. Lo scarico del loop del campione si chiude. La fiala rimane sulla sonda. In seguito a eventuale equilibrizzazione del loop del campione, la valvola a sei porte dell'HS passa in posizione di iniezione, l'HS inietta il campione e invia un comando di avvio al GC. Contemporaneamente, l'HS scarica la pressione residua dalla fiala (opzionale). Alla termine del tempo di iniezione, la valvola a sei porte ritorna nella posizione originale. La fiala rimane sulla sonda. Al termine del tempo di **ciclo GC**, l'HS verifica nuovamente la preparazione del sistema. Se il sistema è pronto o se l'azione sequenza relativa alla preparazione indica di continuare, l'HS esegue la pressurizzazione successiva, l'estrazione, l'iniezione e l'avvio dell'analisi. Il processo si ripete finché tutte le estrazioni e le iniezioni sono state eseguite.

Terminate l'estrazione e iniezione finali, la fiala di campione viene rimossa dalla sonda e riportata nel trasportatore e quindi nel vassoio.

Estrazioni concentrate dello spazio di testa

Utilizzare questa modalità per concentrare il campione nel GC. Tipicamente questa modalità richiede una trappola per la concentrazione del campione di qualche tipo (la trappola può essere un dispositivo esterno opzionale o un iniettore come l'iniettore multimodale Agilent). Vedere [Figura 20](#) e [Figura 21](#).

In seguito all'equilibrizzazione della fiala, l'HS verifica la preparazione del sistema. Se il sistema è pronto o se l'azione sequenza relativa alla preparazione indica di continuare, l'HS forza la fiala. L'HS pressurizza la fiala ed estrae il campione da essa in base ai parametri del metodo. La fiala rimane sulla sonda. In seguito a eventuale equilibrizzazione del loop del campione, la valvola a sei porte dell'HS passa in posizione di iniezione e l'HS inietta il campione nel GC. L'HS non invia un comando di avvio al GC. Alla termine del tempo di iniezione, la valvola a sei porte ritorna nella posizione originale. La fiala rimane sulla sonda. La fiala può essere scaricata (mentre avviene l'iniezione) o rimanere pressurizzata. L'HS ripete la pressurizzazione, l'estrazione, l'iniezione e lo scarico opzionale della fiala per ciascuna delle estrazioni specificate nel metodo. Durante l'iniezione per la concentrazione finale, l'HS invia il segnale di avvio al GC. L'HS scarica la fiala (opzionale), la rimuove dalla sonda e la riporta nel trasportatore e quindi nel vassoio.

8 Funzionamento del campionatore per spazio di testa 8697

Scarico della pressione residua della fiala

Scarico della pressione residua della fiala

Indipendentemente dal tipo di estrazione eseguita, l'HS è in grado di scaricare la pressione residua dalla fiala di campione usata dalla porta di **scarico** sul pannello posteriore dell'HS. Lo scarico evita che una fiala pressurizzata con contenuti potenzialmente nocivi rimanga nel vassoio per campioni o in laboratorio. Lo scarico avviene durante il tempo di iniezione di ogni elemento della sequenza corrente. È possibile disabilitare questa funzione.

Se si eseguono estrazioni concentrate, sono disponibili parametri aggiuntivi: è possibile scaricare la fiala tra le estrazioni concentrate oltre che durante l'iniezione finale.

8 Funzionamento del campionatore per spazio di testa 8697

Come HS riduce il carry over

Come HS riduce il carry over

L'HS 8697 offre due funzioni speciali per ridurre il carry over.

- Dopo ogni fiala, l'HS spurga il loop e la sonda del campione con un flusso elevato di gas di pressurizzazione fiale, come definito nel metodo. Questo si chiama flusso di **spurgo** e l'operatore controlla sia la velocità del flusso che il tempo di spурго.
- Tra ogni sequenza, l'HS spurga il loop e la sonda del campione con un flusso ridotto e continuo di gas di pressurizzazione fiale. Questo è chiamato flusso di **standby**. L'operatore può controllare la velocità del flusso.

8 Funzionamento del campionatore per spazio di testa 8697

Come HS riduce il carry over

Sviluppo del metodo

Panoramica	80
Considerare il campione e la matrice	81
Considerare l'iniettore del GC	84
Caricare un metodo simile	85
Modificare il nuovo metodo	86
Sviluppo e miglioramento del metodo	91
Ottimizzazione della velocità	98
Preparazione di un nuovo metodo	99
Esecuzione di analisi di controllo	100

Questo capitolo fornisce informazioni dettagliate sui parametri del metodo. Tali informazioni sono fornite per consentire al responsabile dello sviluppo di migliorare le prestazioni del metodo sfruttando le funzioni del campionatore per spazio di testa 8697.

9 Sviluppo del metodo

Panoramica

Panoramica

La **Figura 22** mostra il tipico workflow per lo sviluppo di un metodo per il campionatore per spazio di testa.

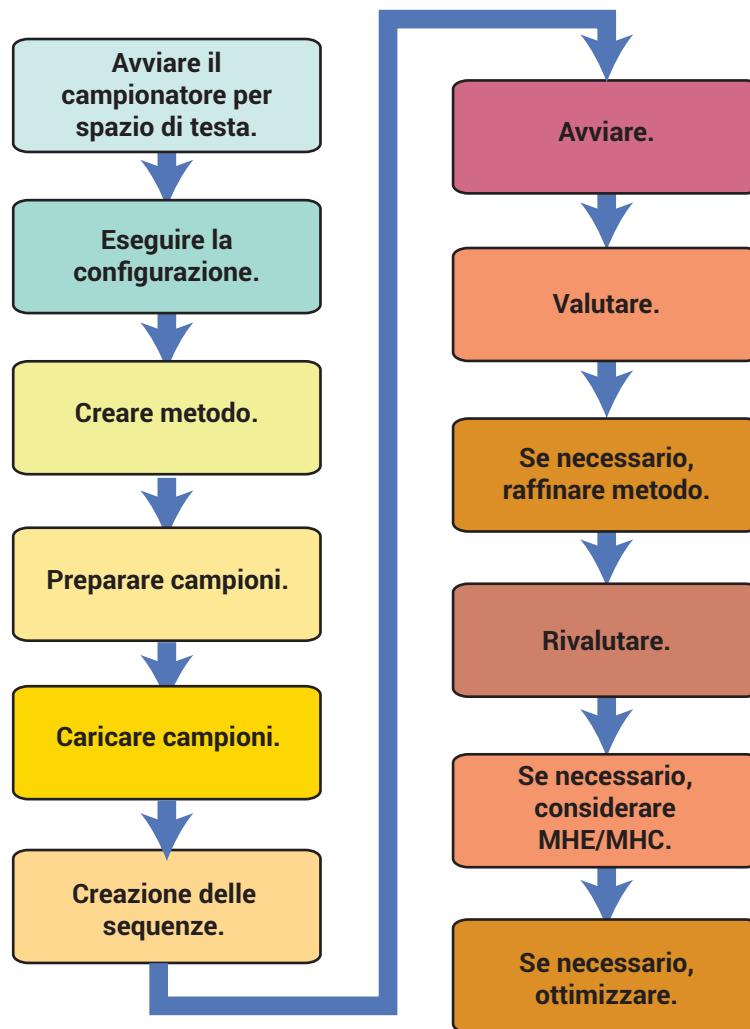


Figura 22. Workflow per lo sviluppo dei metodi

Questo capitolo descrive le tecniche per la creazione e il perfezionamento di un metodo utilizzando i parametri e le funzioni del metodo disponibili nell'HS 8697. Descrive tutti i parametri del metodo disponibili e indica come i diversi parametri influenzano l'analisi.

9 Sviluppo del metodo

Considerare il campione e la matrice

Considerare il campione e la matrice

Comprendere il campione e la matrice è il primo passo nello sviluppo del metodo.

Teoria dell'analisi dello spazio di testa

Le equazioni che descrivono la teoria dello spazio di testa derivano da tre leggi fisiche associate alla pressione di vapore, alle pressioni parziali e alla relazione tra la pressione di vapore di un analita sopra a una soluzione e la concentrazione di tale analita nella soluzione.

La **legge delle pressioni parziali di Dalton** afferma che la pressione totale di una miscela di gas ideali è uguale alla somma delle pressioni parziali di ogni gas nella miscela.

La **legge di Henry sulle soluzioni diluite** afferma che a una temperatura costante, la quantità di un dato gas dissolto in un dato tipo e volume di fluido è direttamente proporzionale alla pressione parziale di tale gas in equilibrio con tale fluido.

La **legge di Raoult** afferma che la pressione parziale di un soluto nel volume dello spazio di testa è proporzionale alla frazione molare del soluto nella soluzione.

La concentrazione dell'analita del campione nel volume dello spazio di testa si ottiene con il bilancio di massa:

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

dove:

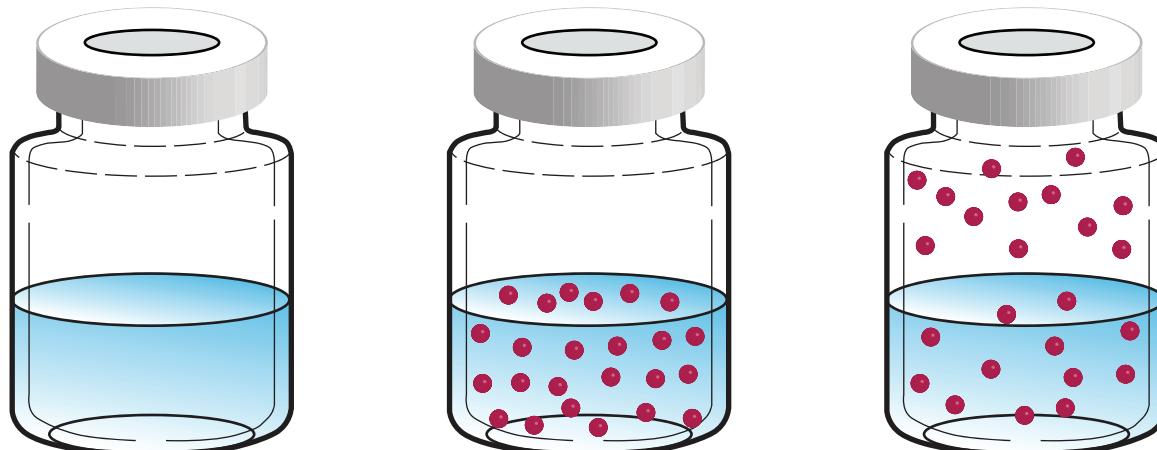
C_G è la concentrazione dell'analita nello spazio di testa

C_0 è la concentrazione dell'analita nel campione originale

V_G è il volume di gas nella fiala del campione

V_L è il volume del campione

K è il coefficiente di ripartizione (o coefficiente di distribuzione),
 C_L/C_G all'equilibrio V_G/V_L



9 Sviluppo del metodo

Impatto di K e del rapporto di fase

Trasponendo otteniamo:

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

dove:

K è il coefficiente di ripartizione (o coefficiente di distribuzione),
 C_L/C_G all'equilibrio

V_G/V_L è noto anche come rapporto di fase

L'equazione illustra due punti importanti:

- Per risultati omogenei, il rapporto V_G/V_L deve rimanere costante. Questo significa che la quantità di campione e le dimensioni della fiala devono rimanere le stesse.
- Riducendo al minimo il coefficiente di ripartizione, K, si ottiene una concentrazione più elevata di vapori di campione nel volume dello spazio di testa.
- Un rapporto V_G/V_L minore risulta in una concentrazione maggiore della sostanza volatile di interesse nel volume dello spazio di testa

Impatto di K e del rapporto di fase

La concentrazione di analita nel volume dello spazio di testa dipende da diversi fattori, tra cui: la quantità di campione, la concentrazione originale di analita nel campione, il volume dello spazio di testa disponibile, la temperatura e la pressione totale nella fiala. Alcuni fattori vengono manipolati nel campione e nella matrice, mentre altri possono essere controllati con il campionatore per spazio di testa.

Controllo di K

Quando si ottimizza un'analisi dello spazio di testa, considerare innanzitutto il coefficiente di ripartizione del solvente. La tabella seguente elenca i valori K di diversi solventi comuni a 25 °C.

Analita	Solvente	K (25 °C)
Toluene	Decano	~3000
Toluene	Acqua	~4
Etanolo	Decano	~60
Etanolo	Acqua	~5000
Etanolo	Acqua, satura di Na_2SO_4	~300

9 Sviluppo del metodo

Impatto di K e del rapporto di fase

A temperature più elevate, K diminuirà. A 40 °C, il valore K di etanolo in acqua è ~1350. A 80 °C, il valore K scende a ~330.

Come si può vedere dalla tabella, K dipende anche dall'analita e dalla matrice. Si noti il cambiamento in K del sistema etanolo-acqua rispetto al sistema simile saturo di Na₂SO₄.

Perciò, per migliorare la concentrazione dell'analita nel volume dello spazio di testa, riscaldare il campione. Se necessario, considerare la sostituzione del solvente (se possibile) o considerare l'aggiunta di un sale inorganico per ridurre il valore K del solvente.

L'altro fattore da modificare per aumentare la sensitività è il rapporto di fase, V_G/V_L. Ricordare l'equazione della concentrazione della fase di vapore:

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

Se K è un valore piccolo, la riduzione del rapporto di fase produrrà una concentrazione superiore dell'analita nel volume dello spazio di testa. Lo strumento 8697 può utilizzare un'ampia gamma di fiale di campione. Selezionare una fiala di campione e una quantità di campione al fine di creare una concentrazione superiore dell'analita.

Se K è un valore grande, la riduzione del rapporto di fase non porterà a grandi miglioramenti.

Controllare il rapporto di fase

Un altro valore da modificare per aumentare la sensitività è il rapporto di fase, V_G/V_L. Ricordare l'equazione della concentrazione della fase di vapore:

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

Se K è un valore piccolo, la riduzione del rapporto di fase produrrà una concentrazione superiore dell'analita nel volume dello spazio di testa. Lo strumento 8697 può utilizzare un'ampia gamma di fiale di campione. Selezionare una fiala di campione e una quantità di campione al fine di creare una concentrazione superiore dell'analita.

Se K è un valore grande, la riduzione del rapporto di fase non porterà a grandi miglioramenti.

9 Sviluppo del metodo

Considerare l'iniettore del GC

Considerare l'iniettore del GC

Normalmente, la scelta dell'iniettore è determinata dal GC disponibile. Tuttavia, si noti che per i tipi di iniettori in cui la colonna analitica è collegata direttamente con la valvola a sei porte del campionatore per spazio di testa, la colonna analitica non si trova nel forno del GC per la sua intera lunghezza. Le forme di picco possono cambiare.

Con qualsiasi tipo di iniettore, l'HS supporta solo modalità iniettore split senza modifiche. Le modalità iniettore splitless sono supportate, ma richiedono l'aggiornamento del firmware (costanti PID) del modulo EPC dell'iniettore.

9 Sviluppo del metodo

Caricare un metodo simile

Caricare un metodo simile

Quando si inizia con un nuovo metodo, partire con un metodo per un tipo di campione simile.

Se si usa un sistema dati Agilent, il software offre una procedura guidata per i nuovi metodi e per la conversione. La procedura guidata per i nuovi metodi offre temperature di partenza sicure e altri parametri sia per matrici liquide sia solide, utilizzando un elenco di tipi di solventi (inclusi valori personalizzati). La procedura guidata considera anche i punti di ebollizione dell'analita.

9 Sviluppo del metodo

Modificare il nuovo metodo

Modificare il nuovo metodo

Dopo aver caricato un metodo simile, modificarlo secondo necessità per il nuovo campione. Questa sezione descrive le impostazioni principali, mentre le sezioni seguenti descrivono le modalità di estrazione e altre impostazioni.

Temperature

Andare su **Method > Headspace**, scorrere fino alle impostazioni della temperatura e immettere i valori desiderati relativi alle temperature del forno delle fiale, del loop del campione e della linea di trasferimento.

Tabella 8 Parametri della temperatura

Parametro	Commenti
Forno	Iniziare con una temperatura del forno inferiore di 15 °C rispetto al punto di ebollizione del solvente.
Loop	Iniziare con lo stesso valore della temperatura del forno. Per evitare la condensa del campione, la temperatura di loop del campione e valvola non deve mai essere inferiore a quella del forno.
Linea di trasferimento	Iniziare con una temperatura superiore di 15 °C rispetto alla temperatura del forno. Per evitare la condensa del campione, la temperatura della linea di trasferimento non deve mai essere inferiore a quella del loop del campione e della valvola.

Times

Andare su **Method > Headspace**, scorrere fino alle impostazioni dei tempi e immettere i valori desiderati per i parametri relativi al tempo usati dall'HS.

Tabella 9 Parametri del tempo

Parametro	Commenti
Ciclo del GC	Il tempo totale richiesto dal sistema GC (o GC/MS) per tornare allo stato di pronto dopo un'analisi. Vedere Determinare il tempo del ciclo del GC nella guida Funzionamento.
Equilibrazione della fiala	Il tempo di equilibrazione della fiala alla temperatura nel forno, incluso l'eventuale scuotimento. In generale, se non è possibile stimare questo tempo iniziare con un valore di almeno 15 minuti.
Durata dell'iniezione	Il tempo assegnato allo scorrimento del campione dal loop del campione, tramite la linea di trasferimento, fino al GC. Il tempo di iniezione predefinito è di 0,50 minuti.

9 Sviluppo del metodo

Fiala e loop

L'HS utilizza questi parametri quando deve stabilire la velocità. Il valore più importante in una sequenza di campioni è il tempo del **ciclo del GC**. Se è troppo breve, i campioni verranno preparati prima che il GC (o il GC/MS) sia pronto. In base alle impostazioni delle azioni sequenza, questo può portare a campioni interrotti o risultati imprevisti. Se il valore del tempo del **ciclo del GC** è troppo lungo, la velocità può essere ridotta, ma almeno l'HS continua a elaborare i campioni in conformità con il metodo.

Ci sono anche altri tempi che l'HS considera quando carica le fiale nel forno. Tra questi ci sono:

- Un tempo di attesa di 30 secondi affinché tutte le zone riscaldate si stabilizzino alla temperatura
- Tempi di attesa fissi per azioni come spostamenti del vassoio, del trasportatore e del lifter
- Tempi di attesa fissi per la commutazione delle valvole
- Altri tempi per l'elaborazione interna

L'HS prende in considerazione tutti questi tempi, oltre alla sequenza dei valori di regolazione del metodo, per stabilire la programmazione più efficiente per l'elaborazione delle fiale di campione.

Fiala e loop

Andare su **Method > Headspace**, quindi scorrere fino alle impostazioni di loop e fiala.

Tabella 10 Parametri di fiala e loop

Parametro	Commenti
Dimensione fiala	Selezionare la dimensione fiala: 10 mL, 20 mL o 22 mL.
Valore di scuotimento	Lo scuotimento è disponibile in 9 livelli. Vedere Scuotimento della fiala . Immettere direttamente il valore (da 1 a 9) oppure immettere 0 per disattivare. L'interfaccia del browser mostrerà la frequenza (scuotimenti/minuto) e l'accelerazione della fiala a ogni livello.

9 Sviluppo del metodo

Modalità di riempimento

Modalità di riempimento

Andare su **Method > Headspace**, quindi scorrere fino alle impostazioni della modalità di riempimento. Si noti che le impostazioni disponibili dipendono dalla modalità di riempimento.

Tabella 11 Parametri della modalità di riempimento

Parametro	Commenti
Modalità di riempimento delle fiale	<ul style="list-style-type: none">Impostazione predefinita: Flusso a pressioneL'HS determina come riempire il loop del campione. Vedere " Pressurizzazione della fiala " per ulteriori informazioni.
Pressione di riempimento delle fiale	<p>Pressione obiettivo della fiala del campione per il campionamento.</p> <ul style="list-style-type: none">La pressione della fiala deve essere abbastanza elevata per trasferire il campione tramite il loop del campione.Per alcuni campioni, la pressione sviluppata durante l'equilibrato è sufficiente per il campionamento dello spazio di testa.Non superare il limite della pressione della fiala.Evitare di impostare un valore inferiore alla pressione sviluppata durante l'equilibrato. Vedere " Pressurizzazione della fiala " per ulteriori informazioni.
Flusso di riempimento delle fiale	Evitare una velocità di flusso elevata se il cambiamento della pressione della fiala tra la pressione interna naturale seguente all'equilibrato e la pressione obiettivo è piccolo. Vedere " Pressurizzazione della fiala " per ulteriori informazioni.
Volume di riempimento	Usato solo quando il parametro modalità di riempimento è impostato in volume costante . Il volume specifico di gas con cui pressurizzare la fiala.
Tempo di equilibrato della pressione	Il tempo assegnato all'equilibrato della pressione della fiala durante la fase di pressurizzazione. Il tempo predefinito è di 0,50 minuti.
Modalità riempimento loop	<ul style="list-style-type: none">Se si imposta il valore predefinito, l'HS sceglie valori ragionevoli per gli altri parametri del loop.Se si imposta il valore personalizzato, gli altri parametri del loop sono abilitati e modificabili. Vedere " Riempimento del loop del campione " per ulteriori informazioni.
Velocità rampa del loop	Se si sceglie la modalità personalizzata , evitare una velocità di riempimento elevata quando la differenza tra la pressione della fiala e del loop è ridotta. Valore predefinito: 20 psi/min.
Pressione finale del loop	Se nella modalità personalizzata , impostare la pressione finale del loop del campione. Nella modalità predefinita , la pressione finale viene semplicemente visualizzata. Vedere " Riempimento del loop del campione " per ulteriori informazioni.
Equilibrato del loop	Se nella modalità personalizzata , il valore predefinito è: 0,05 minuti.

9 Sviluppo del metodo

Scarico e spурго

Scarico e spурго

Tra le fiale di campione, l'HS spurgherà la sonda del campione, il loop del campione e lo scarico. Vedere **Figura 23**. Il flusso di spурго predefinito è 100 mL/min per 0,5 minuti.

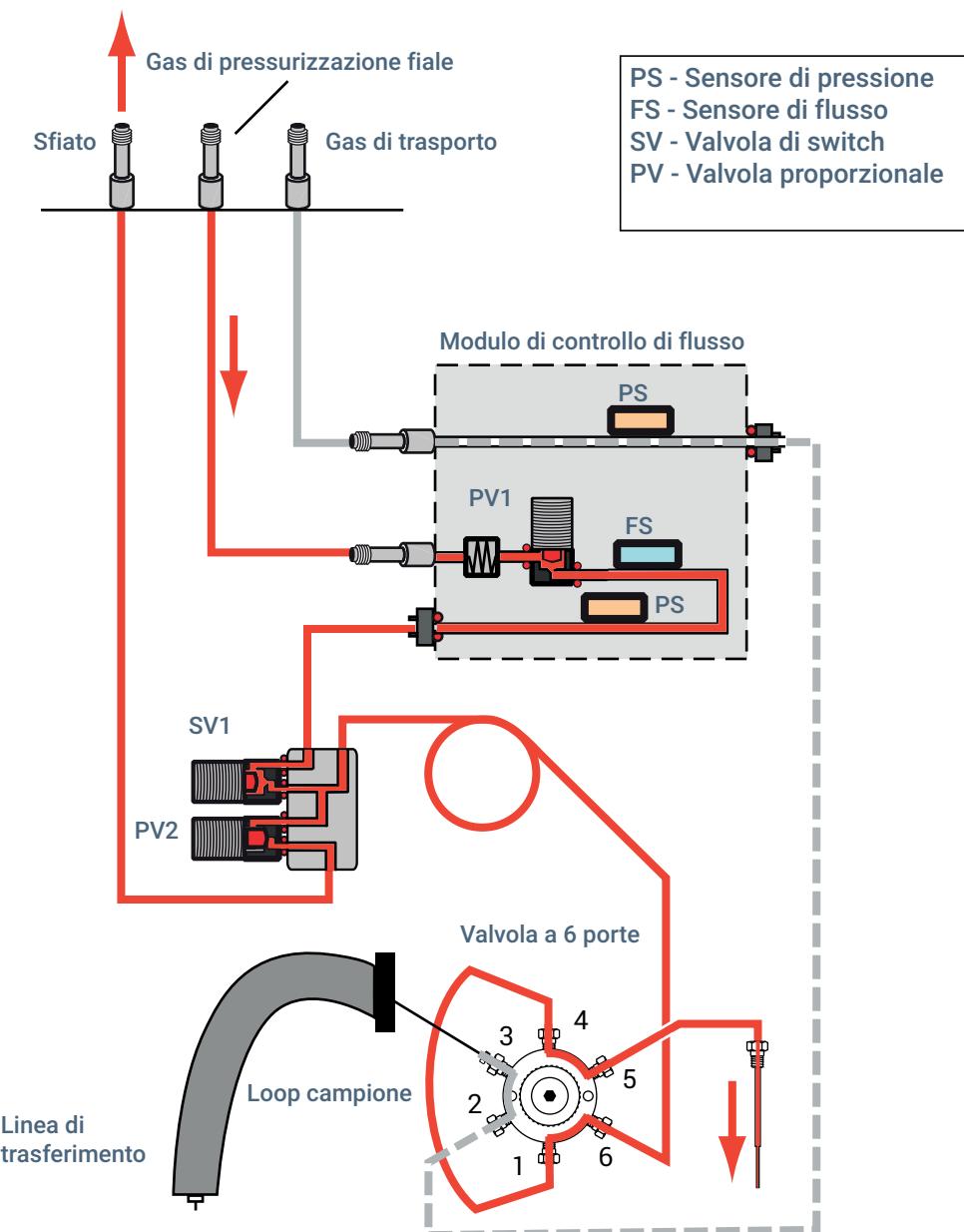


Figura 23. Percorsi del flusso durante il tempo di spурго

Per impostare i parametri di scarico e spурго, andare su **Method > Headspace**, quindi scorrere fino alle relative impostazioni. Questi parametri si applicano solo usando una modalità di estrazione diversa da quella singola. Per le estrazioni singole, la pressione della fiala viene sempre scaricata durante il ciclo di iniezione.

9 Sviluppo del metodo

Altri parametri

Tabella 12 Parametri di scarico e spурgo

Parametro	Commenti
Scaricare la pressione della fiala dopo l'ultima estrazione	Durante un ciclo di iniezione che avvia un'analisi del GC, scarica la pressione residua della fiala. La fiala viene nuovamente pressurizzata per la successiva estrazione.
Scaricare la pressione della fiala tra le estrazioni	Selezionare per scaricare la pressione della fiala tra ogni estrazione. La fiala viene nuovamente pressurizzata per la successiva estrazione.
Modalità del flusso di spурго	Predefinita: l'HS spurga il loop del campione, lo scarico e la sonda del campione con un flusso di 100 mL/min del gas di pressurizzazione fiale per 1 minuto. Personalizzata: immettere la velocità e il tempo del flusso di spурго. Off: non consigliato. L'HS non spurga tra i campioni.
Flusso di spурго	Il tempo assegnato all'equilibrizzazione della pressione della fiala durante la fase di pressurizzazione. Il tempo di iniezione predefinito è di 0,50 minuti.
Tempo di spурго	Il tempo assegnato allo spурго della sonda del campione, del loop e dello scarico.

In caso di carry over, provare a incrementare il flusso o il tempo di spурго per eliminare eventuali vapori residui del campione dal sistema.

Si noti che, tipicamente, l'HS spurga la sonda del campione (loop incluso) e lo scarico per la prima metà del tempo di spурго, quindi chiude la valvola di scarico per spurgare la sola sonda del campione (e il loop). Se il tempo di spурго è da 0,1 a 0,2 minuti, negli 0,1 minuti iniziali vengono spurgati lo scarico e la sonda del campione, mentre nel tempo rimanente viene spurgata solo la sonda. Se il tempo di spурго è inferiore a 0,1 minuti, l'HS spurga sia la sonda del campione che lo scarico per l'intera durata dell'operazione.

Altri parametri

Oltre quelli descritti sopra, i rimanenti parametri del metodo del campionatore per spazio di testa vengono descritti nelle sezioni seguenti:

Modalità di estrazione

Controllo dinamico delle perdite

Riepilogo dei parametri del metodo

Azioni della sequenza del metodo

Uso dell'incremento dei parametri

Se si usa il lettore di codici a barre opzionale, impostare i tipi di codici a barre usati dal touchscreen in **Settings**. Vedere “**Settings > Configuration > Headspace**” a pagina 62. Sull'interfaccia del browser, queste impostazioni appaiono in **Method > Configuration > Headspace**.

9 Sviluppo del metodo

Sviluppo e miglioramento del metodo

Sviluppo e miglioramento del metodo

Questa sezione spiega come migliorare un metodo usando le diverse funzionalità dell'HS 8697. Fornisce consigli utili e informazioni generali che contribuiranno allo sviluppo dei metodi con l'HS. Non si tratta di una discussione generica sulla cromatografia dello spazio di testa, è piuttosto una raccolta di informazioni che consentono di usare l'HS 8697 nel modo migliore possibile.

Uso dell'incremento dei parametri

L'obiettivo del metodo iniziale è di ottenere un risultato, *qualsiasi* risultato, in modo sicuro. Una volta stabilito un metodo per l'estrazione sicura di una quantità sufficiente di campione in grado di essere analizzata dal GC (o dal GC/MS), il passo successivo prevede, tipicamente, di stabilire la temperatura, il tempo e il livello di scuotimento per l'equilibrazione che forniscono l'ottimizzazione migliore per le proprie esigenze.

Per farlo, utilizzare la funzione di incremento dei parametri dell'HS. Tale funzione incrementerà la temperatura del forno, il tempo di equilibrazione delle fiale o il livello di scuotimento delle fiale di una quantità definita in analisi consecutive.

Per usare l'incremento dei parametri:

- 1 Collegarsi al GC utilizzando l'interfaccia del browser.
- 2 Andare sulla scheda **Method** e caricare il metodo desiderato.
- 3 Scorrere a **Miscellaneous (Method Development)**.
- 4 Abilitare **Would you like to increment a method setting over subsequent runs?**.
- 5 Selezionare **Temperature, Vial shaking** o **Vial equilibration hold time**.
- 6 Immettere i parametri appropriati. Vedere "**Temperatura del forno**", "**Tempo di equilibrazione fiala**" o "**Livello di scuotimento delle fiale**" più avanti per ulteriori informazioni.
- 7 Salvare il metodo.
- 8 Determinare il numero di fiale di campione necessarie.
 - Il parametro incrementerà fino a superare il limite superiore specificato (per un esempio, vedere la **Tabella 13**).
 - Dividere l'intervallo per l'incremento e arrotondare.
- 9 Preparare le fiale di campione e caricarle nel vassoio (o nel trasportatore).
- 10 Creare una sequenza per analizzare ogni fiala usando il metodo di incremento dei parametri.
- 11 Avviare la sequenza.
 - L'HS avvierà la sequenza, analizzando una fiala alla volta, e incrementerà i parametri selezionati a ogni iterazione finché supererebbero il limite superiore specificato di uno qualsiasi dei parametri.
 - Visualizzare i parametri attuali del metodo utilizzando il display di stato. All'incrementare del parametro del metodo da parte dell'HS per ogni nuova fiala, il nuovo valore viene visualizzato come la temperatura, il tempo o il livello di scuotimento impostato.

9 Sviluppo del metodo

Uso dell'incremento dei parametri

Temperatura del forno

Quando si aumenta la temperatura del forno, considerare quanto segue:

- Temperature più elevate generalmente migliorano le aree di picco.
- Non superare il punto di ebollizione del solvente (o dell'analita).
- Incrementare la temperatura può aumentare la velocità.
- Tutte le zone termiche aumentano alla stessa velocità. Se una zona riscaldata raggiunge (o supererebbe) la temperatura massima, verrà mantenuta alla temperatura massima per le fiale rimanenti. Ad esempio, si considerino una temperatura iniziale del forno di 175 °C, una temperatura della linea di trasferimento di 200 °C e una temperatura del loop del campione di 190 °C. Se l'incremento è di 10 °C, alla quinta analisi la temperatura del loop dovrebbe essere di 230 °C mentre quella del forno di 215 °C. Dato che la temperatura massima del loop del campione verrebbe superata, viene mantenuta invece una temperatura di 225 °C per la quinta e sesta analisi. Vedere gli esempi nella **Tabella 13** di seguito.

Tabella 13 Esempio di temperature, in °C, con un incremento dei parametri di 10 °C per passaggio

Forno	Linea di trasferimento	Loop campione
175	200	190
185	210	200
195	220	210
205	230	220
215	240	225
225	250	225

- In questo caso le fiale vengono analizzate in serie. Non ci sono sovrapposizioni dato che la temperatura del forno differisce per ogni fiala.
- Non inserire una serie che supera il numero di fiale disponibili nel vassoio.

Tempo di equilibrazione fiala

Se si incrementa il tempo di equilibrazione delle fiale, considerare quanto segue:

- L'incremento del tempo di equilibrazione, se si aumenta la temperatura, può introdurre più solvente nell'analita o degradare il campione.
- Le fiale, in questo caso, possono essere sovrapposte.
- Non inserire una serie che supera il numero di fiale disponibili nel vassoio.

9 Sviluppo del metodo

Dimensione fiala

Livello di scuotimento delle fiale

Se si incrementa il tempo di scuotimento delle fiale, considerare quanto segue:

- Le fiale, in questo caso, devono essere analizzate in serie, dato che i livelli di scuotimento differiscono per ogni fiala.
- Lo scuotimento è più utile con analiti con un valore K elevato, grandi quantità di campione liquido e campioni liquidi più viscosi.

Dimensione fiala

L'HS determina la dimensione della fiala utilizzando il sistema di presa o quando carica la fiala sulla sonda di campionamento.

Scuotimento della fiala

L'HS dispone di 9 livelli di scuotimento delle fiale nel forno. Immettere **0** per disattivare lo scuotimento oppure da **1** a **9**, dove 9 è il livello di scuotimento più elevato.

Livelli di scuotimento più elevati possono aumentare i conteggi dell'area a una data temperatura del forno.

Dimensione del loop del campione

Configurare sempre la dimensione corretta del loop del campione. L'HS controlla determinati parametri operativi, come il riempimento del loop del campione, sulla base del volume del loop configurato.

Loop più grandi possono aiutare nell'esecuzione dell'analisi di tracce ai limiti di rilevamento.

Loop più piccoli possono contribuire a una maggiore fedeltà dei picchi se collegati direttamente alla colonna del GC.

Pressurizzazione della fiala

Come descritto in **"Campionamento dello spazio di testa statico con valvola e loop"** a pagina 10, l'HS pressurizza la fiala, quindi scarica la fiala nell'atmosfera tramite il loop di campionamento. L'HS può controllare la velocità di trasferimento del gas attraverso il loop, oltre alla pressione di testa iniziale all'interno della fiala e alla pressione residua rimanente nella fiala al termine del campionamento.

- Per risultati più ripetibili, accertarsi che la fiala contenga pressione sufficiente per scorrere nel loop del campione più di una volta. Se la fiala sviluppa una pressione inferiore a 70 kPa (10 psi) durante l'equilibrazione termica, considerare l'aggiunta di ulteriore gas per aumentare la pressione. Se la pressione della fiala è bassa, si possono verificare problemi di ripetibilità o aree di picco ridotte (a causa di una quantità insufficiente di campione che raggiunge il loop del campione).
- L'HS può pressurizzare la fiala con 3 diverse modalità. Usare una modalità di pressurizzazione della fiala adatta al campione.
- Impostare una pressione obiettivo della fiala superiore alla pressione sviluppata durante l'equilibrazione termica (altrimenti si scaricherà accidentalmente il campione).

9 Sviluppo del metodo

Pressurizzazione della fiala

Flusso a pressione

Questa è la modalità di pressurizzazione fiale predefinita ed è adatta per la gran parte delle analisi. L'HS usa una velocità di flusso fissa per la pressurizzazione della fiala a un livello specificato. In questo modo la fiala è sottoposta a uno "shock" inferiore.

- Evitare una velocità di flusso elevata se il cambiamento di pressione della fiala è ridotto.
- Sono disponibili opzioni di riempimento del loop del campione personalizzate quando si utilizza questa modalità.

Pressione

In questa modalità, l'HS pressurizza la fiala fino al livello obiettivo il più rapidamente possibile. Questa modalità riproduce il processo utilizzato sui campionatori per spazio di testa Agilent precedenti (G1888 e 7694). Sono disponibili opzioni di riempimento del loop del campione personalizzate quando si utilizza questa modalità.

Volume costante

In questa modalità, la fiala sviluppa la propria pressione interna naturale. Il campionatore HS immette quindi un volume di gas fisso nella fiala. In questo caso, l'effettiva pressione finale della fiala non è nota, dato che dipende dalla pressione iniziale e dalla comprimibilità del volume di gas aggiunto.

Dato che la pressione interna della fiala è sconosciuta, questa modalità non consente l'uso delle opzioni di riempimento avanzate del loop del campione. L'HS stabilirà le impostazioni migliori per il riempimento del loop del campione.

Questa modalità è utile quando le quantità molari precise sono importanti.

Quando si usa questa modalità, è possibile sviluppare una pressione della fiala insufficiente. Se la pressione finale della fiala dopo il campionamento risulterebbe inferiore a 1 psi (circa 7 kPa), l'HS interromperà il campionamento quando la pressione della fiala/del loop del campione raggiunge 1 psi.

9 Sviluppo del metodo

Riempimento del loop del campione

Riempimento del loop del campione

L'HS offre due modalità di riempimento del loop del campione: **predefinita** e **personalizzata**.

Nella modalità **predefinita** è possibile controllare la quantità di pressione della fiala utilizzata per riempire il loop impostando la pressione residua finale del loop del campione (fiala) e la velocità di riempimento del loop del campione.

Indipendentemente dalla modalità, si dovrebbe sviluppare o aggiungere una pressione della fiala sufficiente prima di riempire il loop del campione. Il riempimento del loop si basa sul differenziale di pressione tra la fiala e il loop (che viene scaricato nell'atmosfera). Vedere **Figura 24**. Con una pressione iniziale della fiala molto bassa, ad esempio, 7 kPa (1 psi), il trasferimento del campione al loop farà più affidamento sulla diffusione che sul flusso di gas. I risultati saranno peggiori.

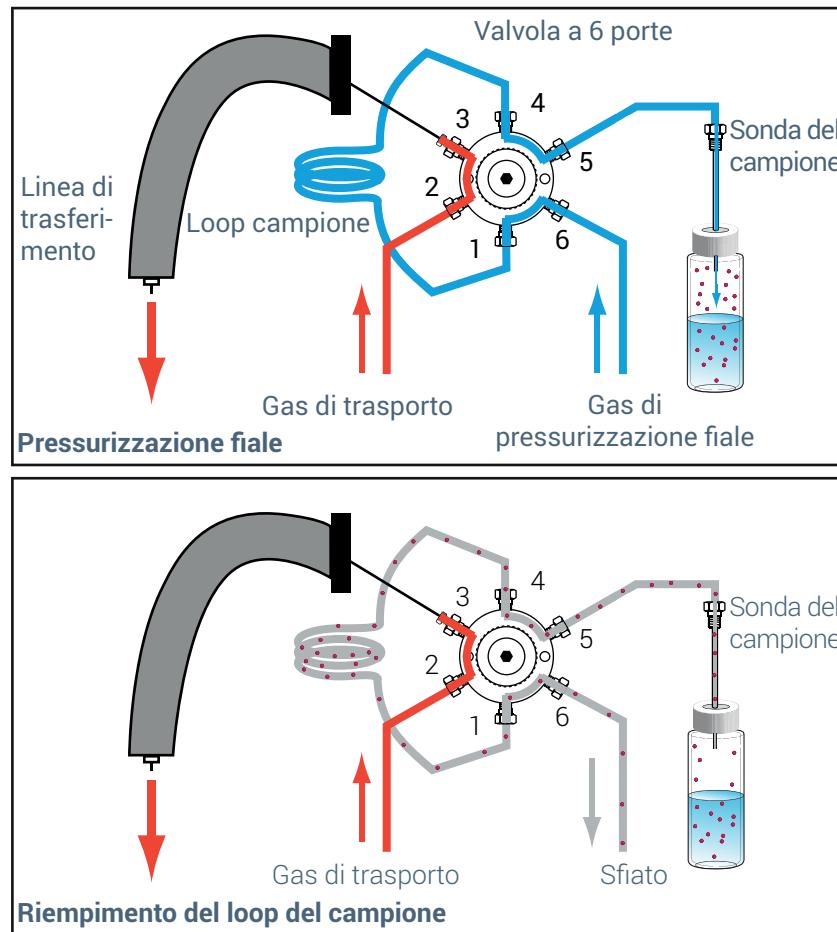


Figura 24. Riempimento del loop del campione

Per un trasferimento del campione al loop corretto e ripetibile, sviluppare o aggiungere una pressione della fiala sufficiente.

Se si parte da una pressione iniziale della fiala bassa (< 70 kPa/10 psi), tentare di incrementare la pressione della fiala. Se i risultati o la ripetibilità migliorano, la pressione non era sufficiente a riempire il loop del campione.

9 Sviluppo del metodo

Riempimento del loop del campione

Predefinito

Questa modalità dovrebbe essere sufficiente per molte analisi. Sulla base della pressione iniziale della fiala (che è nota tranne nel caso in cui si usi la modalità di pressurizzazione fiale a **volume costante**), l'HS calcola velocità di flusso e pressione finale della fiala ottimali per il riempimento del loop del campione. L'HS riempirà il loop del campione dalla fiala, regolando la velocità di flusso, finché il campione non scorra almeno una volta nel loop del campione.

Se la pressione iniziale della fiala è bassa, l'HS apporterà delle modifiche.

- La pressione finale della fiala non può essere < 1 psi (6,9 kPa) a NTP.
- Quando si usa la modalità di riempimento delle fiale a volume costante, è possibile che si sviluppi una pressione della fiala insufficiente. Se la pressione della fiala all'inizio del campionamento comporterebbe una pressione finale di fiala/loop del campione < 1 psi (~7 kPa), l'HS interromperà il campionamento quando la pressione di fiala/loop del campione raggiunge 1 psi.

Come l'HS calcola il parametro predefinito del riempimento del loop del campione: l'HS prende in considerazione le condizioni atmosferiche e le dimensioni della fiala nel calcolo del volume predefinito del loop del campione.

Dimensione fiala	Pressione assoluta	Velocità di rampa
10 mL	Pressione finale: 2/3 della pressione iniziale	40 psi/min
20 mL	Pressione finale: 5/6 della pressione iniziale	20 psi/min

La pressione NTP visualizzata sullo strumento è la pressione assoluta - 1 atmosfera standard.

Personalizzato

In questa modalità è possibile impostare la velocità di riempimento del loop, la pressione finale del loop del campione e un tempo di equilibrazione del loop in seguito al riempimento. Fare riferimento alla [Figura 24](#) se necessario.

Velocità rampa del loop: la velocità del decadimento della pressione dalla fiala attraverso il loop. Se si sospetta la perdita di campione in eccesso durante il riempimento del loop, ridurre la velocità del flusso.

Pressione finale del loop: dato che il loop del campione e la fiala sono collegati, questa è anche la pressione finale della fiala. L'HS non è in grado di estrarre il vuoto da una fiala.

- In generale, impostare un valore > 7 kPa (1 psi).
- La pressione finale dovrebbe fornire un calo di pressione sufficiente dal valore iniziale a garantire il riempimento del loop del campione.
- Se impostato a **0**, l'HS controllerà il riempimento del loop del campione finché la pressione del loop (e della fiala) raggiunge 1 psi (circa 6,9 kPa). A questo punto la valvola di scarico si aprirà completamente. L'HS non controlla il sistema di campionamento a questo punto. Quando la pressione raggiunge 0 rispetto alla pressione atmosferica, la valvola di scarico si chiude. L'uso di questa impostazione potrebbe non fornire risultati ripetibili.
- Se il valore impostato è tra 0 e 1 (6,89 kPa), compare un messaggio di avviso. L'HS tenterà di controllare lo scarico a questo valore, ma può verificarsi una perdita di ripetibilità o di campione.

9 Sviluppo del metodo

Modalità di estrazione

Equilibrazione del loop: impostare un tempo per la stabilizzazione del loop del campione dopo il riempimento.

Possibili problemi

- Se si usa un loop campione piccolo e le aree di picco sono piccole, potrebbe essersi verificata un'estrazione eccessiva nel loop. Se la differenza tra le pressioni iniziale e finale della fiala è eccessiva date le condizioni del campione e la dimensione del loop, è possibile che una quantità troppo grande di campione scorra attraverso il loop fino allo scarico. Tentare di ridurre la pressione della fiala o la differenza tra le pressioni iniziale e finale (in questo modo si riduce la quantità di tempo per cui lo spazio di testa fa scorrere il campione attraverso il loop).
- Se si usa un loop campione grande e le aree di picco sono piccole, potrebbe non scorrere una quantità sufficiente di campione nel loop. Tentare di aumentare la pressione della fiala o impostare una pressione finale inferiore (in questo modo si incrementa la quantità di tempo in cui lo spazio di testa fa scorrere il campione attraverso il loop).

Modalità di estrazione

Sono disponibili tre (3) modalità di estrazione, **singola**, **multipla** e **concentrata**. Vedere **"Sequenze, modalità di estrazione e foratura di fiale"** a pagina 53 per le descrizioni dettagliate del comportamento dell'HS per ogni modalità.

Estrazione singola

In questa modalità, l'HS equilibra la fiala, la fora una volta, riempie il loop del campione (un "estrazione"), quindi inizia un'analisi mentre inietta il campione nel GC.

Se una fiala appare più di una volta in una sequenza, viene completamente rielaborata (in modalità stand-alone oppure usando un sistema dati Agilent).

Estrazioni multiple

Due utilizzi tipici della modalità di estrazione multipla sono gli studi cinetici e la calibrazione.

Si noti che la fiala viene forata una sola volta durante le estrazioni.

Estrazioni concentrate

Questa modalità può essere utile per l'analisi di tracce, in cui il campione può accumularsi nell'iniettore del GC o in un'altra trappola prima di scorrere nella colonna del GC. Questa modalità richiede l'uso di un iniettore multimodale o di un altro tipo di trappola.

9 Sviluppo del metodo

Ottimizzazione della velocità

Ottimizzazione della velocità

L'HS gestisce automaticamente i tempi per massimizzare la velocità dei campioni a esso inviati per l'elaborazione. All'avvio di una sequenza, confronta i metodi utilizzati per ogni fiala, quindi stabilisce come e quando posizionare ogni fiala nel forno per ridurre eventuali interruzioni tra le analisi del GC. La sua analisi dipende da:

- I parametri relativi ai tempi dell'HS (tempi di attesa, tempi di equilibrazione e così via)
- La precisione del tempo di ciclo del GC inserito
- Il numero di campioni contigui nella sequenza che usano lo stesso metodo
- Le differenze nei parametri dell'HS tra ogni metodo
- Eventuali differenze tra il tempo di analisi del GC effettivo e i valori inseriti per i parametri dell'HS come il flusso del gas di trasporto o i programmi della pressione

L'analisi della velocità dell'HS non considera altre impostazioni del GC, come i cambiamenti della temperatura del forno del GC o dell'iniettore. L'HS non è in grado di considerare il tempo di attesa del solvente dell'MS o altri eventi esterni che avvengono in seguito al completamento dell'analisi del GC. È necessario includere i tempi di questo tipo nel parametro **ciclo del GC** nel caso in cui siano rilevanti. Ad esempio, si supponga di programmare la temperatura dell'iniettore. L'iniettore deve raffreddarsi prima dell'analisi successiva. Questo richiederà del tempo, durante il quale il GC si trova in stato Not Ready e l'HS potrebbe avere inserito dei campioni nel forno. Se il raffreddamento richiede troppo tempo, i campioni rimarrebbero nel forno dell'HS troppo a lungo innescando l'azione sequenza **System Not Ready**. In questo caso potrebbe essere necessario considerare un incremento del **ciclo del GC**.

Prassi che possono aumentare la velocità:

- Raggruppare i campioni che usano temperatura del forno dell'HS e scuotimento simili.
- Disporre i campioni in modo da evitare il riscaldamento seguito dal raffreddamento del forno dell'HS. Analizzare i campioni in ordine crescente di temperatura del forno dell'HS.

Prassi che possono ridurre la velocità:

- Immettere righe consecutive nella sequenza che modificano i parametri del forno dell'HS o dello scuotimento.
- Immettere righe sequenza consecutive che richiedono il raffreddamento del forno dell'HS, quindi il riscaldamento e un successivo nuovo raffreddamento.

9 Sviluppo del metodo

Preparazione di un nuovo metodo

Preparazione di un nuovo metodo

Nonostante l'HS possa analizzare sequenze che includono diversi metodi, tutti i metodi usati durante un'unica sequenza dell'HS devono presentare:

- La stessa dimensione del loop del campione
- Gli stessi tipi di gas

Tutti gli altri parametri, inclusa la dimensione delle fiale, possono variare tra i campioni nella sequenza.

Qualsiasi campione che richiede dimensioni diverse del loop del campione o un diverso tipo di gas non può essere analizzato nella stessa sequenza dei campioni dell'altro metodo. Installare l'hardware necessario e riconfigurare l'HS.

9 Sviluppo del metodo

Esecuzione di analisi di controllo

Esecuzione di analisi di controllo

Eseguire sempre diverse analisi di controllo dopo aver sviluppato un metodo. Utilizzare le analisi di controllo per verificare la presenza di carry over. Se si individua carry over, risolvere il problema. Consultare il manuale di *risoluzione dei problemi*.

Funzionalità EMF (Early Maintenance Feedback)

Funzionalità EMF (Early Maintenance Feedback) dell'HS 102

Questo capitolo descrive le funzionalità EMF (Early Maintenance Feedback) del campionatore per spazio di testa.

Funzionalità EMF (Early Maintenance Feedback) dell'HS

L'HS aggiunge diversi contatori alle funzionalità EMF del GC, reperibili sul touchscreen o sull'interfaccia del browser in **Maintenance > Headspace**.

La **Tabella 14** elenca i prodotti di consumo monitorati dall'HS, oltre al tipo di evento che l'HS usa per monitorare il prodotto di consumo. Ad esempio, l'HS monitora l'utilizzo della linea di trasferimento contando i cicli di iniezione.

Tabella 14 Contatori di 8697

Elemento	Contatore
Cuscinetti del sistema di presa	Movimento del sistema di presa del vassio
Tempo di utilizzo dello spazio di testa	Tempo di attività dello strumento
Conteggio analisi dello spazio di testa	Cicli di iniezione
Sonda	Cicli di iniezione
Loop campione	Cicli di iniezione
Rotore a sei porte	Cicli di iniezione
Valvola a sei porte	Cicli di iniezione
Linea di trasferimento	Cicli di iniezione
Calibrazione del vassio	Tempo di attività dello strumento
Condotta di scarico	Cicli di iniezione
Valvola di scarico	Cicli di iniezione

Prima di iniziare una sequenza, il GC controlla i contatori EMF dell'HS per verificare durata in servizio rimanente. Se l'esecuzione della sequenza provocherà l'attivazione di un avviso di manutenzione da parte dei contatori dell'EMF, il GC visualizzerà un messaggio di avviso ma non impedirà l'esecuzione della sequenza.

Impostare, ripristinare o disabilitare gli EMF dell'HS come con qualsiasi altro EMF sul GC. Fare riferimento alla guida del GC per ulteriori informazioni sull'utilizzo degli EMF.