



# Agilent 7697A Headspace-Probengeber

Funktionsweise



Agilent Technologies

## Hinweise

© Agilent Technologies, Inc. 2011

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

#### Handbuch Teile-Nr.

G4556-92015

#### Ausgabe

Erste Ausgabe, Januar 2011

Gedruckt in den USA

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

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

### Gewährleistung

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

### Sicherheitshinweise

### Vorsicht

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

### WARNUNG

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

# Inhalt

## 1 Einführung

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

## 2 Arbeitsablauf

Arbeitsablauf bei routinemäßigem Betrieb	14	
Arbeitsablauf zur Methodenentwicklung	15	

### **3 Das Tastenfeld**

Die Tasten für die allgemeine Dateneingabe 18
Die Analysetasten 19
Die Komponententasten 21
Die Taste "Adv Function" 23
Die Taste "Status" 24
Die Taste "Info" 25
Die Unterstützungstasten 26
Die Tasten für Methodenspeicherung und Automatisierung 27
Die Taste "Service Mode" 28
Tastenfeldfunktionen bei Steuerung des HS durch ein Agilent Datensystem 29
Status des Headspace-Probengebers 30 Warntöne 31 Fehlerbedingungen 31 Blinkender Sollwert 32 Statusanzeigen 32
Protokolle 33 Sequenzprotokoll 33 Wartungsprotokoll 33 Ereignisprotokoll 33

### 4 Verbrauchsmaterialien

Verbrauchsmaterialien für die Headspace-Analyse 36

### 5 Probenfläschchen

Arten von Probenfläschchen 42 Septa und Kappen für Probenfläschchen 43 Fläschchenetiketten 44 Befüllen von Probenfläschchen 45 Verschließen eines Probenfläschchens 46 Bewegen des Probentellers in die bzw. aus der Ruheposition (111-Fläschchen-Modell) 48 Installieren eines Fläschchenständers (111-Fläschchen-Modell) 49 Laden einer Probe in den Probenteller (111-Fläschchen-Modell) 50 Laden einer Probe in den Probenteller (12-Fläschchen-Modell) 51

### 6 Methoden

Was ist eine Methode? 54
Vordefinierte Methoden 54
Methoden des Datensystems 55
Überblick über Methodenparameter 56
Erstellen einer Methode 59
Speichern einer Methode 61
Bearbeiten einer Methode 62
Laden einer Methode 63
Löschen einer Methode 64
Ermitteln der GC-Zyklusdauer 65
Ermitteln der GC-Zyklusdauer 65
Validieren der GC-Zyklusdauer 66

#### 7 Sequenzen

Was ist eine Sequenz? 68
Sequenzen, Extraktionsmodi und Fläschcheneinstiche 68
Wie viele Sequenzen können auf dem HS gespeichert werden? 69
Prioritätsproben 70
Positionen für Prioritätsproben 70

Verarbeitung von Prioritätsproben durch den HS 70 Prioritätsproben bei Verwendung eines Agilent Datensystems 72 Sequenzen und Durchsatz (111-Fläschchen-Modell) 73 Erstellen einer Sequenz 74 75 Speichern einer Sequenz Laden einer Sequenz 76 Bearbeiten einer Sequenz 77 Löschen einer Sequenz 78 Sequenzaktionen der Methode 79

#### 8 Verarbeiten von Proben

Verarbeiten einer Reihe (Sequenz) von Proben 82 Unterbrechen einer laufenden Sequenz 83 Anhalten einer laufenden Seguenz 84 Verarbeiten einer Prioritätsprobe während einer Sequenz 85 Anzeigen des Fläschchen- und Sequenzstatus 87 Readiness status 87 87 Setpoint status Vial status 88

Sequenzsteuerung mit einem Agilent Datensystem 89

### **9** Konfiguration

Was bedeutet Konfiguration? 92 Konfigurieren des Headspace-Probengebers 93 Ressourcenschutz 94



Agilent 7697A Headspace-Probengeber Agilent 7697A Betrieb

# Einführung

1

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

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



# Einführung

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

Die Headspace-Analyse ist in folgenden Situationen hilfreich:

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

Die Headspace-Analyse bietet gegenüber herkömmlichen Injektionen mehrere Vorteile:

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

## **Der Agilent 7697A Headspace-Probengeber**

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

## Informationen zu diesem Handbuch

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

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



# Einführung in den Headspace-Probengeber





Abbildung 2 12-Fläschchen-Modell – Frontansicht

## 1 Einführung







Agilent 7697A Headspace-Probengeber Agilent 7697A Betrieb

# Arbeitsablauf

2

Arbeitsablauf bei routinemäßigem Betrieb 14 Arbeitsablauf zur Methodenentwicklung 15

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



# Arbeitsablauf bei routinemäßigem Betrieb

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





# Arbeitsablauf zur Methodenentwicklung

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



Abbildung 5 Arbeitsablauf bei der Methodenentwicklung

## 2 Arbeitsablauf



Agilent 7697A Headspace-Probengeber Agilent 7697A Betrieb

# **Das Tastenfeld**

3

Die Tasten für die allgemeine Dateneingabe 18 Die Analysetasten 19 Die Komponententasten 21 Die Taste "Adv Function" 23 Die Taste "Status" 24 Die Taste "Info" 25 Die Unterstützungstasten 26 Die Taste "Service Mode" 28 Die Tasten für Methodenspeicherung und Automatisierung 27 Tastenfeldfunktionen bei Steuerung des HS durch ein Agilent Datensystem 29 Status des Headspace-Probengebers 30 Protokolle 33

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



# Die Tasten für die allgemeine Dateneingabe

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



Mode/Type	Öffnet eine Liste möglicher Parameter in Verbindung mit den nicht numerischen Einstellungen einer Komponente. Bei Auswahl des Fläschchenfüllmodus drücken Sie beispielsweise [ <b>Mode/Type</b> ], um eine Liste der Optionen für den Fläschchenfüllmodus anzuzeigen.
Clear	Löscht einen falsch eingegebenen Sollwert, bevor die Taste [ <b>Enter</b> ] betätigt wird. Außerdem können Sie mit dieser Taste zur obersten Zeile einer mehrzeiligen Anzeige gelangen, zu einer vorherigen Anzeige zurückkehren, eine Funktion während einer Sequenz oder Methode beenden sowie das Laden oder Speichern von Sequenzen und Methoden abbrechen.
Enter	Übernimmt eingegebene Änderungen oder wählt einen alternativen Modus.
	Pfeiltasten. Ermöglichen das zeilenweise Durchlaufen einer Anzeige nach oben oder unten. Das Zeichen < in der Anzeige kennzeichnet die aktive Zeile.
Numerische Tasten	Werden zur Eingabe der Einstellungen für die Methodenparame- ter verwendet. (Drücken Sie <b>[Enter]</b> , um die Änderungen zu über- nehmen.)
On / Yes Off / No	Werden bei der Einrichtung von Parametern, zum Beispiel des Warntons, des Signaltons für die Methodenmodifikation und des Tastenklicks, oder zum Ein- und Ausschalten eines Parameters oder Geräts (z. B. der Heizung für die Übertragungsleitung) verwendet.

# **Die Analysetasten**

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



Stop	<ul> <li>Während einer Sequenz:</li> <li>Drücken Sie die Taste einmal, um die Sequenz zu unterbrechen. Die aktuellen Proben werden weiter verarbeitet, es wird jedoch nicht mit der Verarbeitung von neuen Proben begonnen. Drücken Sie [Start], um die Verarbeitung fortzusetzen.</li> <li>Drücken Sie die Taste zweimal (innerhalb von 5 Sekunden), um die Sequenz abzubrechen. Jegliche Fläschchen im Fläschchenofen werden zum Probenteller zurückgeführt.</li> </ul>
Start	Beginnt mit der Verarbeitung der nächsten Probe oder Probensequenz. Wenn die Verarbeitung für eine Probe abgeschlossen ist, führt der HS eine Injektion in den GC durch und sendet ein Analysestartsignal.

Tray Park/Carousel Advance	<ul> <li>Drücken Sie diese Taste am 111-Fläschchen- Modell zum Bewegen des Probentellers in die bzw. aus der Ruheposition. (In der Ruheposition können Sie dem Probenteller Fläschchen oder Fläschchen- ständer hinzufügen oder entnehmen.) Wird die Taste während einer laufenden Sequenz gedrückt, wird die Sequenz unterbrochen, bis der Probentel- ler aus der Ruheposition bewegt wird.</li> <li>Drücken Sie diese Taste am 12-Fläschchen-Modell zum /Weiterdrehen des Karussells um eine Position.</li> </ul>
Priority Sample	Nur 111-Fläschchen-Modell. Nur bei Verwendung als Einzelgerät.
	Drücken Sie diese Taste zum Einführen eines Proben- fläschchens in die ausgeführte Sequenz. Deaktiviert bei Verwendung der Datensystemsteuerung.

## **Die Komponententasten**

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

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

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



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

Träger	Wenn Sie das optionale HS-Trägergas-EPC-Modul verwenden, drücken Sie diese Taste zum Festlegen des Trägergas-Steue- rungsmodus und der Parameter für das Trägerfluss- oder -druck- programm. Steht die optionale HS-Trägergassteuerung nicht zur Verfügung, wird der Trägergasfluse durch den CC gesteuert
	wird der Trägergasfluss durch den GC gesteuert.

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

# **Die Taste "Adv Function"**

Mithilfe der Taste [ $\mbox{Adv}\mbox{Function}$ ] greifen Sie auf erweiterte HS-Methodenparameter zu



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

## Die Taste "Status"

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



Status

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

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

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

# Die Taste "Info"

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



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

# Die Unterstützungstasten

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



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

## Die Tasten für Methodenspeicherung und Automatisierung

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



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

# Die Taste "Service Mode"

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



Service Mode	Wird verwendet, um auf Wartungsfunktionen und Einstellungen, auf Servicezähler, Fläschchenlecktests und Diagnosefunktionen für den HS zuzugreifen. Weitere Informationen finden Sie im <i>Erweiterten</i> <i>Bedienungshandbuch</i> .

## Tastenfeldfunktionen bei Steuerung des HS durch ein Agilent Datensystem

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

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

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

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

# Status des Headspace-Probengebers

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

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

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

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

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

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

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

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

### Warntöne

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

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

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

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

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

### Fehlerbedingungen

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

## **Blinkender Sollwert**

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

## Statusanzeigen

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



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

## Protokolle

Über das Tastenfeld sind drei Protokolle verfügbar: das Sequenzprotokoll, das Wartungsprotokoll und das Systemereignisprotokoll. Um die Protokolle aufzurufen, drücken Sie **[Logs]** und wechseln zum gewünschten Protokoll. In der Anzeige sehen Sie die Anzahl an Einträgen, die im Protokoll enthalten sind. Durchlaufen Sie die Liste.

## Sequenzprotokoll

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

### Wartungsprotokoll

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

### **Ereignisprotokoll**

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

## Das Tastenfeld



Agilent 7697A Headspace-Probengeber Agilent 7697A Betrieb

# Verbrauchsmaterialien

Verbrauchsmaterialien für die Headspace-Analyse 36

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



# Verbrauchsmaterialien für die Headspace-Analyse

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

### Tabelle 1 Teile des Headspace-Probengebers und Standards

Beschreibung	Teilenummer
Lecktestkit. Inhalt: • Ferrule, ohne Bohrung • Gering blutende 11-mm-Septa, 5 Stück pro Packung • Headspace-Lecktestfläschchen (blau) • 1/8-Zoll-Nylon-Leitungsarmaturstecker • 1/16-Zoll-Edelstahl-ZDV-Stecker (6er- Anschlussventilabdeckung)	G4556-67010
Fläschchenständersatz für Probenteller, 7697A (3 Ständer)	G4564A
Fläschchenständer	G4556-60019
Fläschchenständer-Etiketten	G4556-90500
Universeller/externer Split-Auslassfilter mit 3 Patronen, 1/ 8-Zoll-Swagelok-Armatur	RDT-1020
Säulenschneider-Wafer, Keramik	5181-8836
Probensonde, deaktiviert SN1030	G4556-60690
Probensonde, deaktiviert SN2000	G4556-60125
6er-Anschlussventil, Ersatzrotor, WT Serie, 300 psi, 350 °C	1535-4952
Probenschleifenadapter: 1 zur Verwendung mit 0,025-, 0,05- und 0,10-mL- Probenschleifen 2 zur Verwendung mit 0,5- und 1,0-mL-Probenschleifen	G4556-20177
Probenschleifenadapter: 1 zur Verwendung mit 0,025-, 0,05- und 0,10-mL- Probenschleifen	G4556-20178
Standards	
GC-Headspace-Teststandard, 1 x 1 ml	8500-4328
Headspace-OQ/PV-Probe	5182-9733
Beschreibung	Teilenummer
---	-------------
Komponenten der Übertragungsleitung	
Ferrule, Polyamid Valcon, 5 Stück pro Packung	
0,53 mm, 1/32 Zoll für Leitung AD 0,50 $\leq$ 0,80 mm	0100-2595
0,25, 0,32 mm, 1/32 Zoll für Leitung AD 0,25 $\leq$ 0,40 mm	0100-2610
Septummutter, Übertragungsleitung, für Split/Splitless- und Multimodus-Einlässe	G3452-60835
Blindmutter, 1/16 Zoll, rostfreier Stahl	01080-83202
Mutter und Reduzierungsanschlussstück für Verbindung von 6er-Anschlussventil und Übertragungsleitung	0100-2594
Übertragungsleitungen	
Deaktiviertes Quarzglas, 250 μm x 5 m	160-2255-5
Deaktiviertes Quarzglas, 320 μm x 5 m	160-2325-5
Deaktiviertes Quarzglas, 450 μm x 5 m	160-2455-5
Deaktiviertes Quarzglas, 530 μm x 5 m	160-2535-5
ProSteel deaktivierter rostfreier Stahl, 5 m Länge	160-4535-5
ProSteel-Manschette für ProSteel, 5 m Länge	4177-0607

Tabelle 2 Teile der Headspace-Probengeber-Übertragungsleitung

 Tabelle 3
 Headspace-Probengeber-Probenschleifen

Beschreibung	Teilenummer
Probenschleifen, SN 2000	
0.025 mL	G4556-80101
0.05 mL	G4556-80102
0.1 mL	G4556-80103
0,5 mL	G4556-80105
1.0 mL	G4556-80106
1,0 mL, zertifiziert	G4556-80126
3.0 mL	G4556-80108
3.0 mL, zertifiziert	G4556-80128
5.0 mL	G4556-80109

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

**Tabelle 3** Headspace-Probengeber-Probenschleifen (Fortsetzung)

#### Tabelle 4 Headspace-Fläschchen und Abdeckungen

Beschreibung	Teilenummer		
Zertifizierte Fläschchen mit flachem Boden			
Zertifizierte Headspace-Fläschchen mit flachem Boden, 20 ml, 100 Stück pro Packung	5182-0837		
Zertifizierte Headspace-Fläschchen mit flachem Boden, 10 ml, 100 Stück pro Packung	5182-0838		
20-mm-Headspace-Abdeckungen mit Septa			
Zertifizierte Headspace-Alu-Bördelkappe, PTFE/Si-Septum, 20 mm,100 Stück pro Packung	5183-4477		
Headspace-Fläschchenkits			
Fläschchenkit 20-ml-Headspace-Fläschchen mit flachem Boden, Bördelkappen aus silbernem Aluminium, einteilig mit Sicherheitsvorrichtung, Septa PTFE/Silikon weiß, 100 Stück pro Packung	5182-0840		

Beschreibung	Teilenummer	
Verschluss- und Öffnungszangen		
Elektronische Crimpzange für 20-mm-Kappenfläschchen	5062-0208	
Elektronische Öffnungszange für 20-mm-Bördelkappen	5062-0210	
Ergonomische manuelle Crimpzange für 20-mm-Kappen	5040-4669	
Ergonomische manuelle Öffnungszange für 20-mm-Kappen	5040-4671	

 Tabelle 4
 Headspace-Fläschchen und Abdeckungen (Fortsetzung)

#### 4 Verbrauchsmaterialien



Agilent 7697A Headspace-Probengeber Agilent 7697A Betrieb

# Probenfläschchen

5

Arten von Probenfläschchen 42 Septa und Kappen für Probenfläschchen 43 Fläschchenetiketten 44 Befüllen von Probenfläschchen 45 Verschließen eines Probenfläschchens 46 Bewegen des Probentellers in die bzw. aus der Ruheposition (111-Fläschchen-Modell) 48 Installieren eines Fläschchenständers (111-Fläschchen-Modell) 49 Laden einer Probe in den Probenteller (111-Fläschchen-Modell) 50 Laden einer Probe in den Probenteller (12-Fläschchen-Modell) 51

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



# Arten von Probenfläschchen

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

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

Fläschchen müssen den Spezifikationen in Tabelle Abbildung 6 entsprechen.



Abbildung 6 Unterstützte Fläschchenabmessungen

**Vermeiden Sie die Wiederverwendung von Fläschchen.** Wiederverwendete Fläschchen können bei Erhitzung zerspringen.

# Septa und Kappen für Probenfläschchen

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

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

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

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

Zulässige Fläschchentypen finden Sie im Agilent Katalog für Verbrauchsmaterialien und Zubehör oder auf der Agilent Website unter www.agilent.com/chem.

# Fläschchenetiketten

Vorsicht

Vorsicht

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

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





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

# Befüllen von Probenfläschchen

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



Abbildung 8 Füllgrenzen für Fläschchen

# Verschließen eines Probenfläschchens

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

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



Abbildung 9 zeigt korrekte und fehlerhafte Fläschchenkappen.



**Abbildung 9** Geeignete und ungeeignete Fläschchenkappen

Prüfen Sie jedes Fläschchen auf einwandfreie Bördelung:

- Stellen Sie sicher, dass der Teil der Kappe, der sich unter dem Fläschchenhals befindet, nicht gefaltet und zerknittert ist. Um Falten und Knitter zu entfernen, drehen Sie das Fläschchen um 10°, und bördeln Sie es erneut. Stellen Sie die Crimpzange auf einen lockereren Bördel ein, indem Sie die Einstellschraube im Uhrzeigersinn drehen.
- Die Kappe sollte handfest sitzen. Wenn die Kappe locker ist, stellen Sie die Crimpzange auf einen engeren Bördel ein, indem Sie die Einstellschraube entgegen dem Uhrzeigersinn drehen. Bördeln Sie die Kappe erneut. Sitzt die Kappe zu fest, verwindet sich das Septum, und das Fläschchen ist möglicherweise undicht.
- Stellen Sie sicher, dass jede Kappe oben am Fläschchen über ein zentriertes flaches Septum verfügt.
  - Wenn das Septum nicht flach ist, nehmen Sie die Kappe ab, drehen Sie die Einstellschraube der Crimpzange im Uhrzeigersinn und versuchen Sie es erneut.
  - Wenn sich die Kappe nicht in der Mitte findet, entfernen Sie die Kappe und stellen Sie sicher, dass sich die neue Kappe flach oben am Fläschchen befindet, bevor Sie den Griff der Crimpzange zusammendrücken.

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

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

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

TRAY PARKED Tray Park - Unpark tray Start - Start sequence

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

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

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

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

# Installieren eines Fläschchenständers (111-Fläschchen-Modell)

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

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

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

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



Abbildung 10 Fläschchenpositionen auf dem Probenteller

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

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

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





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

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

1 Öffnen Sie die Tellerabdeckung. Siehe Abbildung 12.



Abbildung 12 Öffnen Sie die Tellerabdeckung.

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

#### 5 Probenfläschchen



Abbildung 13 Positionen auf einem 12-Fläschchen-Probenteller

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



Agilent 7697A Headspace-Probengeber Agilent 7697A Betrieb

# Methoden

6

Was ist eine Methode? 54 Überblick über Methodenparameter 56 Erstellen einer Methode 59 Speichern einer Methode 61 Bearbeiten einer Methode 62 Laden einer Methode 63 Löschen einer Methode 64 Ermitteln der GC-Zyklusdauer 65

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



## Was ist eine Methode?

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

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

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

#### Vordefinierte Methoden

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

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

Methode	Anmerkungen
Sleep	Mithilfe der Methode <b>Sleep</b> können Sie Einstellungen für Phasen ohne Aktivität laden. Die Methode "Sleep" kann bearbeitet werden. Wie Sie das Gerät so einstellen, dass zu einer bestimmten Tageszeit die Methode "Sleep" gela- den wird, können Sie dem <i>Erweiterten Bedienungshand- buch</i> entnehmen.
Wake	Mithilfe der Methode <b>Wake</b> können Sie Einstellungen laden, sobald die Ruhephase (Sleep) beendet ist, um bei- spielsweise den Fläschchenofen zu heizen oder die Gas- flüsse zu erhöhen. Bei Bedarf kann die Methode "Wake" einfach der letzten ausgeführten HS-Analysemethode entsprechen. Die Methode "Wake" kann bearbeitet wer- den. Wie Sie das Gerät so einstellen, dass zu einer bestimmten Tageszeit die Methode "Wake" geladen wird, können Sie dem <i>Erweiterten Bedienungshandbuch</i> ent- nehmen.

#### Methoden des Datensystems

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

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

# Überblick über Methodenparameter

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

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

#### Tabelle 5 Allgemeine Methodenparameter

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

#### **Tabelle 5** Allgemeine Methodenparameter (Fortsetzung)

#### 6 Methoden

Parameter	Aktiviert in Modi	Beschreibung
BCR symbology		Festlegen der erwarteten Symbole für in dieser Methode verwendete Strichcodes.
Enable BCR checksum		Voraussetzen der Verwendung einer Prüfsummenfunk- tion durch die Strichcodes (Verfügbarkeit abhängig von den Strichcode-Symbolen).

#### Tabelle 5 Allgemeine Methodenparameter (Fortsetzung)

## **Erstellen einer Methode**

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

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

Die Temperatureinstellung ist abgeschlossen.

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

Die Zeiteinstellung ist abgeschlossen.

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

#### HINWEIS

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

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

Die Fläschcheneinstellungen sind abgeschlossen.

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

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

Trägergaseinstellungen werden im *Erweiterten Bedienungshandbuch* beschrieben.

5 Die grundlegenden Methodenparameter sind damit festgelegt. Speichern Sie die Methode. (Siehe auch "Speichern einer Methode".)

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

Weitere Informationen finden Sie im *Erweiterten Bedienungshandbuch*.

# **Speichern einer Methode**

So speichern Sie eine Methode:

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

Alternative Vorgehensweise:

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

# **Bearbeiten einer Methode**

So bearbeiten Sie eine Methode:

- 1 Laden Sie die gewünschte Methode. Siehe "Laden einer Methode".
- 2 Bearbeiten Sie die Parameter der Methode nach Bedarf. Siehe "Erstellen einer Methode".
- **3** Wenn Sie die Bearbeitung abgeschlossen haben, speichern Sie die Methode. Siehe "Speichern einer Methode".

# Laden einer Methode

So laden Sie eine Methode:

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

Alternative Vorgehensweise:

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

# Löschen einer Methode

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

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

Alternative Vorgehensweise:

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

### Ermitteln der GC-Zyklusdauer

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

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

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

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

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

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

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

#### Ermitteln der GC-Zyklusdauer

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

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

Außerdem können Sie die **GC cycle time** auch *schätzen*, ohne einen Analyselauf durchzuführen. Durch Addieren der Dauer des GC-Ofenprogramms und der Dauer eines eventuellen Nachanalyseprogramms können Sie die tatsächliche Zyklusdauer annähern. Allerdings kann die Einschätzung durch die Temperaturprogrammierung und den kryogenen Betrieb erschwert werden. Fügen Sie zusätzliche Zeit hinzu.

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

#### Validieren der GC-Zyklusdauer

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

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



Agilent 7697A Headspace-Probengeber Agilent 7697A Betrieb

# Sequenzen

Was ist eine Sequenz? 68 Prioritätsproben 70 Sequenzen und Durchsatz (111-Fläschchen-Modell) 73 Erstellen einer Sequenz 74 Speichern einer Sequenz 75 Laden einer Sequenz 76 Bearbeiten einer Sequenz 77 Löschen einer Sequenz 78 Sequenzaktionen der Methode 79

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



## Was ist eine Sequenz?

Eine Sequenz für den 7697A Headspace-Probengeber ist eine geordnete Reihe von Probenfläschchen, die vorbereitet und injiziert werden, einschließlich der Methode, die zur Vorbereitung der einzelnen Fläschchen erforderlich ist. Für den 7697A HS gilt Folgendes:

- Die gesamte Probenverarbeitung findet in einer Sequenz statt. Zum Verarbeiten einer Probe muss eine Sequenz definiert sein.
- Bei einer Sequenz können Fläschchen übersprungen werden.
- Eine Sequenz kann ein Fläschchen mehrmals verarbeiten.
- Eine Sequenz erfordert keine bestimmte Fläschchenreihenfolge. Es ist beispielsweise möglich, die Fläschchen 1, 49, 5, 2, 3 und 101 zu verarbeiten.

Eine Sequenz besteht aus einer Reihe von *Zeilen*. Jede Zeile enthält einen Bereich von Fläschchen, die für diese Fläschchen zu verwendende Methodennummer und die Anzahl der Injektionen, die pro Fläschchen durchgeführt werden sollen.

Zum Anzeigen einer Sequenz drücken Sie [Seq].

```
SEQUENCE (line 1 of 6)Aktuelle ZeileMethod:Stored method #1<</td>Vials1-1Injections per vial1
```

Verwenden Sie die Pfeiltasten, um alle Zeilen in der Sequenz anzuzeigen.

#### Sequenzen, Extraktionsmodi und Fläschcheneinstiche

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

- Extraction mode ist Single.

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

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

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

- Extraction mode ist Concentrated.

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

Siehe auch "Erstellen einer Sequenz" und "Sequenzen und Durchsatz (111-Fläschchen-Modell)".

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

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

# Prioritätsproben

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

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

#### Positionen für Prioritätsproben

Die Positionen von Prioritätsproben sind die Fläschchenpositionen 109, 110 und 111. Siehe Abbildung 14 unten.



Abbildung 14 Positionen für Prioritätsproben

#### Verarbeitung von Prioritätsproben durch den HS

Wenn Sie während einer laufenden Sequenz erstmals [**Priority Sample**] drücken, prüft der HS die erste Position für Prioritätsproben (Abbildung 14). Er nimmt das Fläschchen von dieser Position und fügt es zum nächsten passenden Zeitpunkt in die aktuelle Sequenz ein. (Der HS unterbricht nicht die aktuelle Bewegung oder Verarbeitung von Fläschchen.)

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

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

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

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

#### Prioritätsproben bei Verwendung eines Agilent Datensystems

Das Agilent Datensystem bietet bereits die Flexibilität der Bearbeitung einer laufenden Sequenz. Bei Verwendung eines Agilent Datensystems ist die Prioritätsprobenfunktion deaktiviert. Um eine neue Probe in die laufende Sequenz einzufügen, bearbeiten Sie einfach die Sequenz so, dass die neuen Proben eingefügt werden. In der Online-Hilfe zum Datensystem finden Sie hierzu weitere Einzelheiten.
### Sequenzen und Durchsatz (111-Fläschchen-Modell)

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

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

Weitere Informationen finden Sie im *Erweiterten Bedienungshandbuch*.

### **Erstellen einer Sequenz**

So erstellen Sie eine neue Sequenz:

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

Die Sequenz wird erstellt. Jetzt können Sie die Sequenz speichern (siehe "Speichern einer Sequenz"), verarbeiten (siehe "Verarbeiten einer Reihe (Sequenz) von Proben") oder mit dem Hinzufügen weiterer Zeilen wie unten beschrieben fortfahren.

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

Jetzt können Sie die Sequenz speichern (siehe "Speichern einer Sequenz") oder verarbeiten (siehe "Verarbeiten einer Reihe (Sequenz) von Proben").

### **Speichern einer Sequenz**

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

Bei der Bearbeitung der Sequenz speichern Sie sie folgendermaßen:

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

Alternative Vorgehensweise:

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

# Laden einer Sequenz

So laden Sie eine Sequenz:

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

Alternative Vorgehensweise:

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

# **Bearbeiten einer Sequenz**

So bearbeiten Sie eine Sequenz:

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

## Löschen einer Sequenz

So löschen Sie eine Sequenz:

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

Alternative Vorgehensweise:

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

### Sequenzaktionen der Methode

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

### 7 Sequenzen



Agilent 7697A Headspace-Probengeber Agilent 7697A Betrieb

# Verarbeiten von Proben

Verarbeiten einer Reihe (Sequenz) von Proben 82 Unterbrechen einer laufenden Sequenz 83 Anhalten einer laufenden Sequenz 84 Verarbeiten einer Prioritätsprobe während einer Sequenz 85 Anzeigen des Fläschchen- und Sequenzstatus 87 Sequenzsteuerung mit einem Agilent Datensystem 89

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



# Verarbeiten einer Reihe (Sequenz) von Proben

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

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

Um den Fortschritt der Fläschchen anzuzeigen, drücken Sie [**Status**]. Siehe auch "Anzeigen des Fläschchen- und Sequenzstatus".

# Unterbrechen einer laufenden Sequenz

Drücken Sie einmal [Stop].

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

# Anhalten einer laufenden Sequenz

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

### Verarbeiten einer Prioritätsprobe während einer Sequenz

#### HINWEIS

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

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

So verarbeiten Sie Prioritätsproben während einer Sequenz:

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



Abbildung 15 Positionen für Prioritätsproben

3 Drücken Sie [Priority Sample].

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

		VIAL STATUS	
	1: Completed		pleted
	2:	Equilibrating	15:18
Prioritätsprobe ———	_ P 1:	Equilibrating	18:35

### Anzeigen des Fläschchen- und Sequenzstatus

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

### **Readiness status**

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

STATUS - Ready Ready for start sequence

### **Setpoint status**

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

STAT	TUS	
Oven temp	100.0	100.0
Loop temp	110.0	110.0
Transfer line	115.0	115.0

### **Vial status**

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

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

	VIAL STATUS	
1:	Com	pleted
2:	Equilibrating	15:18
P 1:	Equilibrating	18:35

### Sequenzsteuerung mit einem Agilent Datensystem

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

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

### 8 Verarbeiten von Proben



Agilent 7697A Headspace-Probengeber Agilent 7697A Betrieb

# Konfiguration

Was bedeutet Konfiguration? 92 Konfigurieren des Headspace-Probengebers 93 Ressourcenschutz 94

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



# Was bedeutet Konfiguration?

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

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

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

# Konfigurieren des Headspace-Probengebers

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

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

### Tabelle 6 Gängigste Konfigurationsparameter

### Ressourcenschutz

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

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

Weitere Einzelheiten finden Sie im *Erweiterten Bedienungshandbuch*.