

SCION 436-GC BRUKER

Manuel d'utilisation



Configuration Manager

Identifiant : admin

Mot de passe : 

Date d'installation et de mise en service le : 09/12/2013

Table des matières

I.	Mise en marche	3
II.	Ouvrir une méthode existante	6
III.	Injection d'une séquence	11
IV.	Visualisation d'un chromatogramme	14
V.	Retraitement d'un chromatogramme acquis.....	14
VI.	Impression du rapport d'analyse.....	16
VII.	ARRET GC 436	17

I. Mise en marche

Ouvrir les vannes principales d'air reconstitué, d'hydrogène et d'azote. L'arrivée principale d'hélium est généralement ouverte car elle est utilisée par un autre appareil.

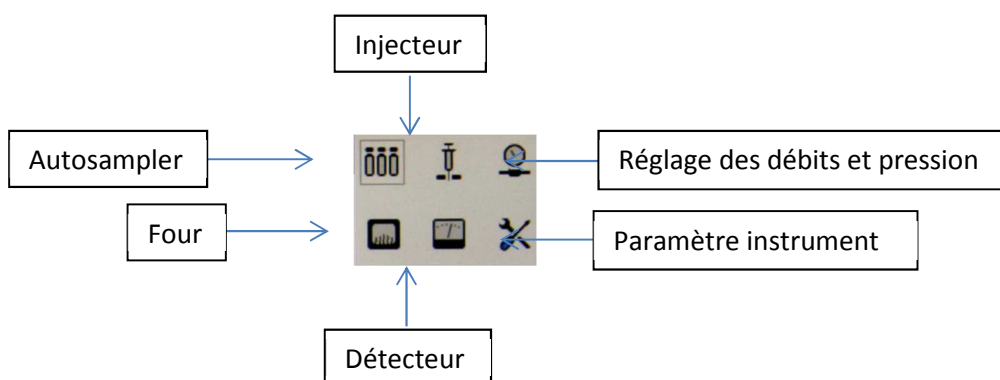
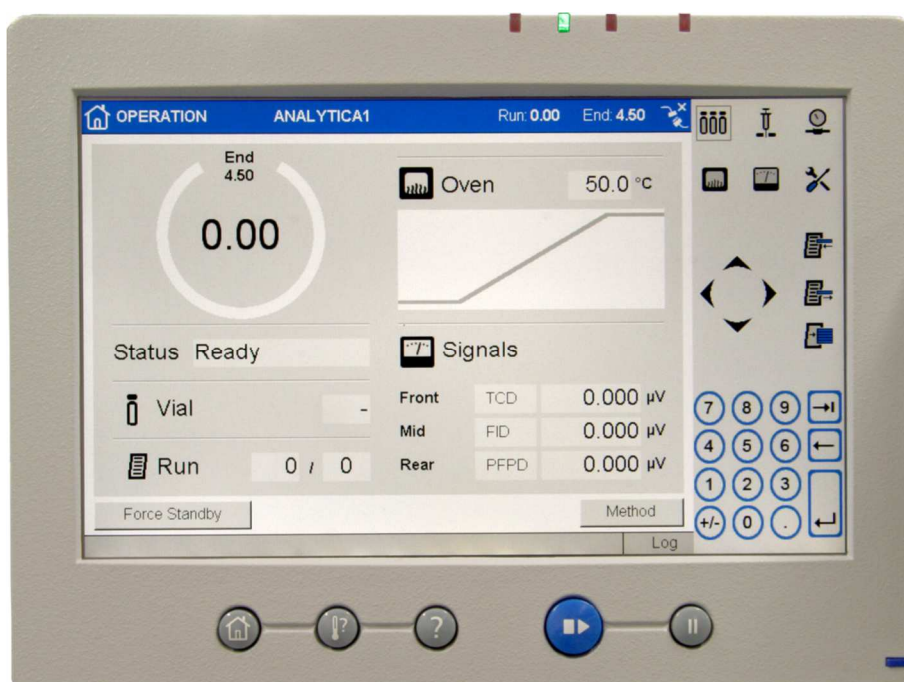
Ouvrir les vannes d'hélium, d'azote, d'hydrogène et d'air reconstitué à côté de l'appareil.

Appuyer sur l'interrupteur en façade, l'écran s'allume après quelques secondes d'initialisation.

Le FID s'allume automatiquement si la méthode avec la chauffe du détecteur a été envoyé au GC.

Vérifier le signal !

MERCI D'UTILISER LE STYLET SUR L'ECRAN !



ATTENTION : L'icône  signifie que le PC et l'instrument ne communiquent pas.

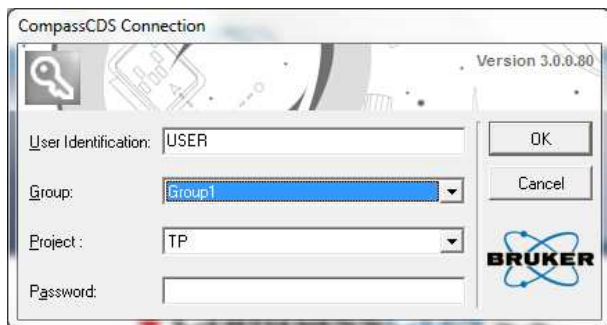
Code couleur des LED sur l'instrument :



Ouvrir le logiciel Compass CDS.



La fenêtre suivante s'ouvre :

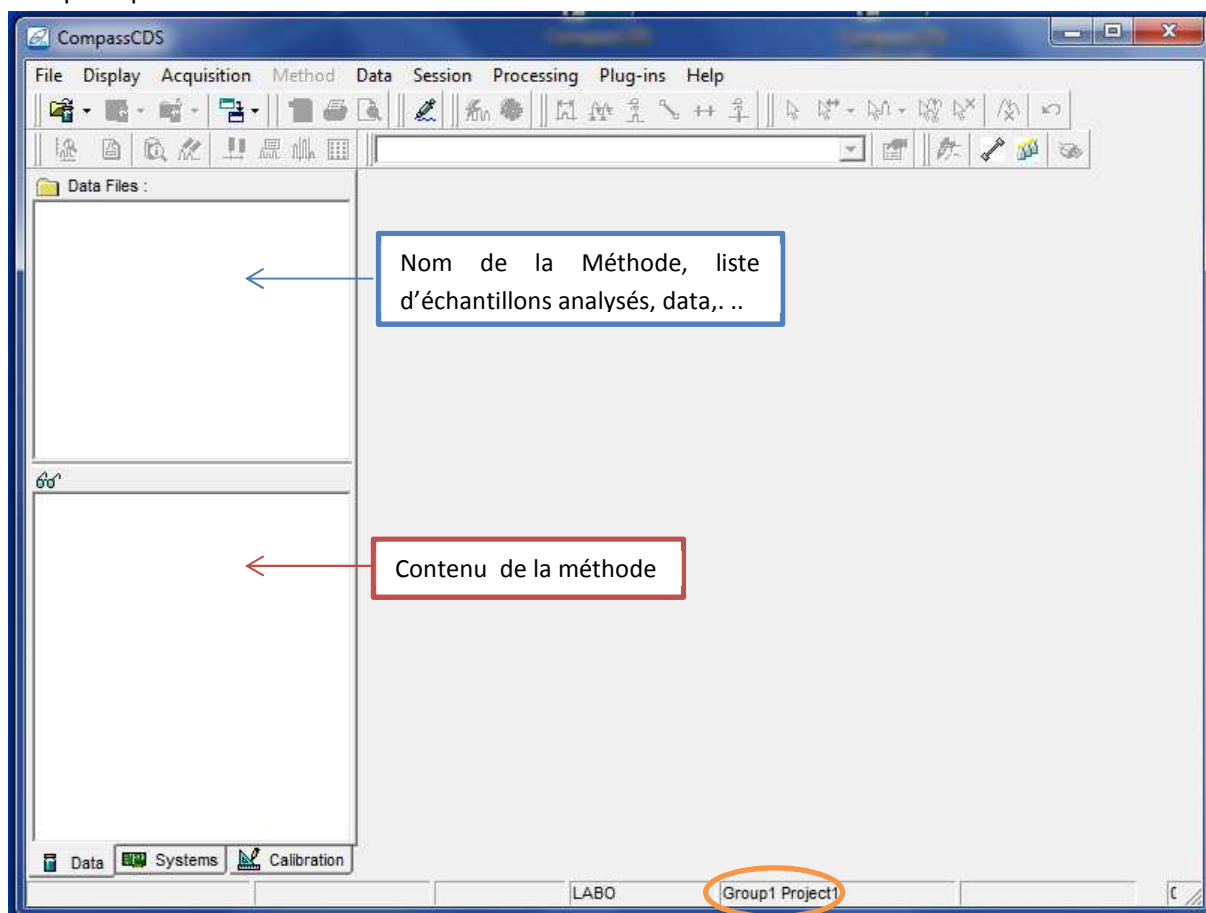


Group : choisir Group1

Project : choisir TP

Puis Cliquer sur OK

L'écran principal s'affiche :



Si le logiciel est déjà ouvert, vérifier que le projet TP est bien utilisé.

3 onglets s'affichent en bas de l'écran :

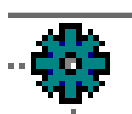
- **Data** : Visualisation et (re)traitement des Chromatogrammes acquis; Mise au point des Méthodes;
- **System** : Visualisation en temps réel des acquisitions et des Systèmes (instrument)
- **Calibration** : Visualisation de la droite de calibration

Pour les TP, seuls les 2 premiers onglets sont utilisés.

Les fichiers principaux de Compass sont enregistrés comme suit :

Chromatogrammes: **.DATA**
Méthodes: **.METH**
Courbes d'étalonnage: **.CALB**
Séquences: **.SEQU**
Reprocessing lists: **.REPL**
Summary reports: **.SUMR**
Styles de rapport: **.STYL**

Les principales icônes rencontrées sont :



method



courbe de calibration



chromatogramme



séquence



quick start run
(pour 1 seule injection)



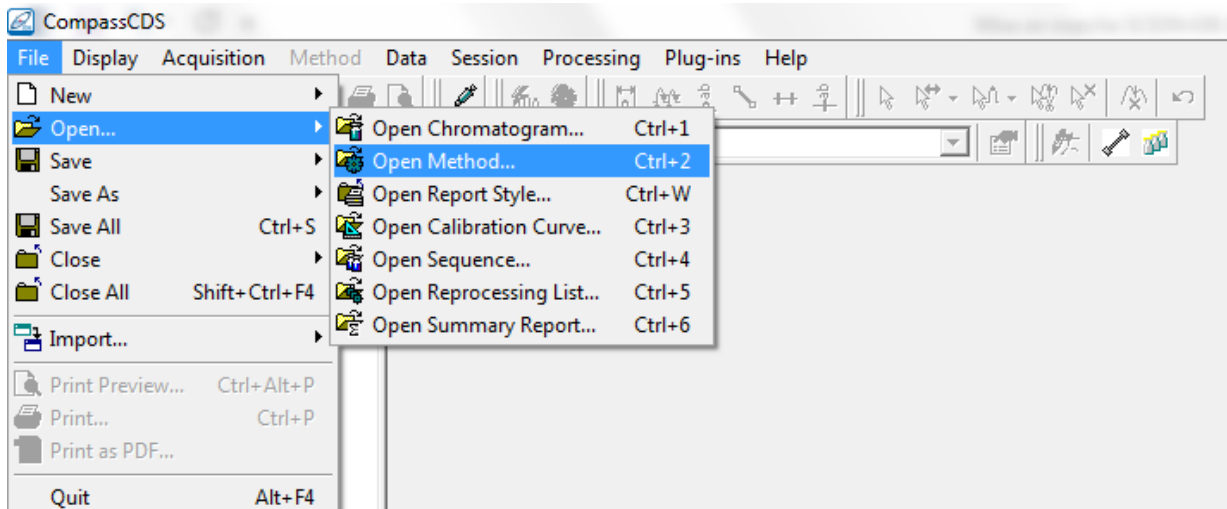
integration



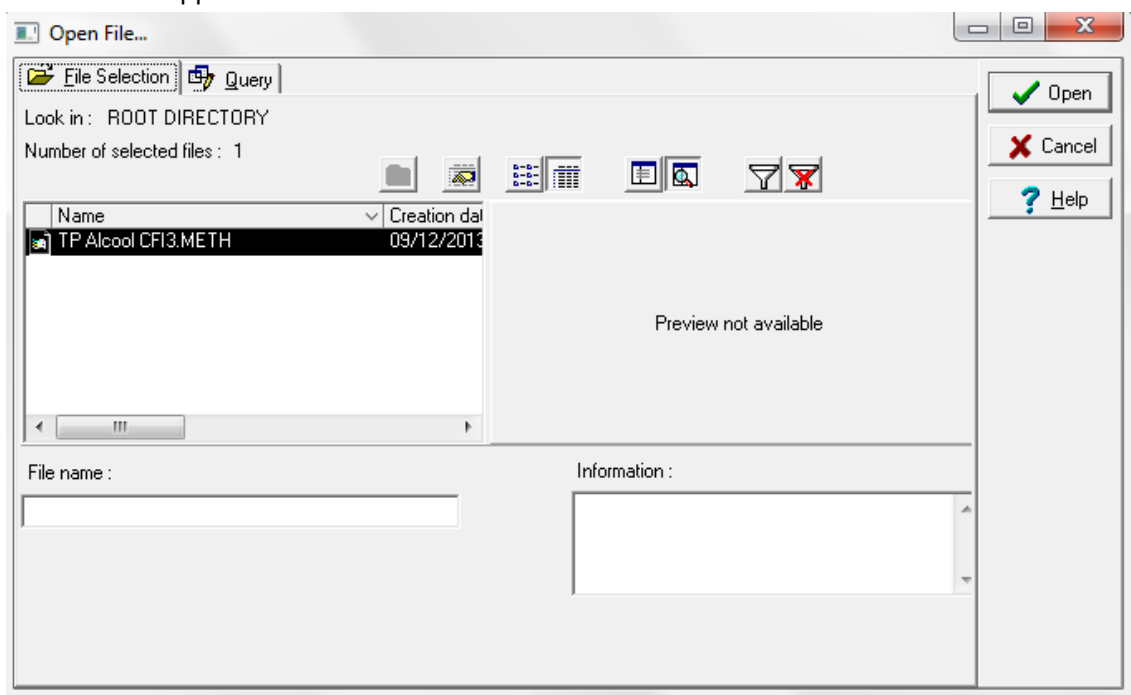
reprocessing

II. Ouvrir une méthode existante

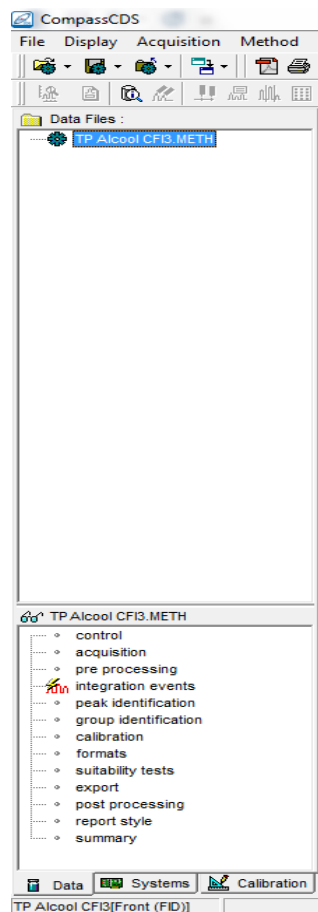
Cliquer sur File /Open/Open method :



La fenêtre suivante apparaît :

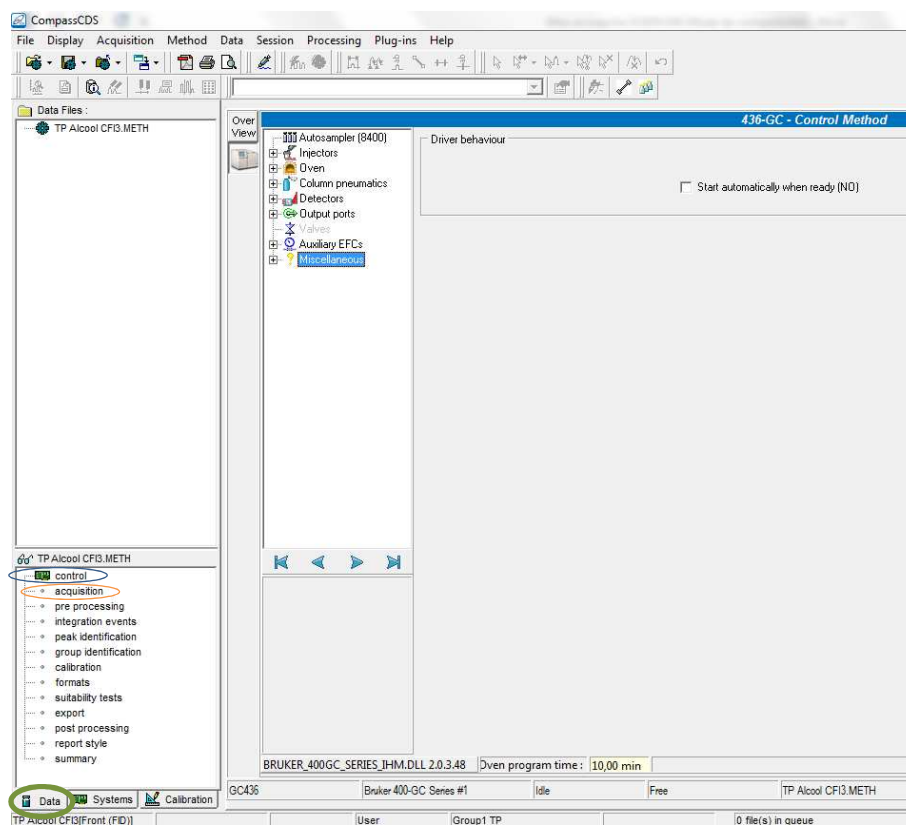


Choisir la méthode TP CFI3 Alcool ou TP MRIE Alcool Puis Ok.



Dans l'onglet DATA,

Cliquer sur « control ».



Dans « Autosampler »

Vérifier que les paramètres correspondent aux données ci-dessous

436-GC - Control Method

☒ Autosampler (ENABLED)

Syringe volume: 10 uL

Injection mode: Std (Split/Splitless)

Sample penetration depth: 90 %

Solvent penetration depth: 90 %

First injector used: Position 1

Advance tray (NO): ☐

Clean between injections (NO): ☐

☐ Use injection delay (NO): 1,0 min

Abort clean

Vial: I

Volume: 5,0 uL

Strokes: 1

Drawup speed: 5,0 uL/s

Clean mode

Pre-injection solvent flushes: 0

Pre-injection sample flushes: 3

Post-injection solvent flushes: 0

Clean solvent source: I

Pour une utilisation en dehors des TP, prévoir un rinçage de la seringue.

Dans « Injectors »

Vérifier que les paramètres correspondent aux données ci-dessous

Température injecteur : 250°C et Split : 1/30

436-GC - Control Method

Heat-only zone 1

☒ Heater (ON)

Setpoint: 250 °C

Split event table

	Time (min)	Split state	Split ratio
1	Initial	ON	30

Dans « Oven »

Choisir la température de la colonne et le temps d'analyse.

Le temps de stabilisation entre 2 injections est de 0,1min

436-GC - Control Method

Column oven zone

☒ Heater (ON)

Rate (°C/min)	Temperature (°C)	Time (min)	Total (min)
initial	65	10,00	10,00
		Total time	10,00

Graph showing temperature profile over time (min). The temperature is constant at 65 °C from 0 to 10 minutes.

General

Stabilization time: 0,1 min

Dans « Column pneumatics »

Vérifier que les paramètres correspondent aux données ci-dessous

436-GC - Control Method

Over View

- Autosampler (8400)
- Injectors
 - Front (S/SL)
 - Middle
 - Rear
- Oven
 - Column oven
 - Front Valve oven
 - Middle Valve oven
 - Rear Valve oven
- Column pneumatics
 - Front
 - Middle
 - Rear

EFC 21 - Pressure program

☒ Enabled (ON)

Constant flow

Column flow: 1,20 mL/min

Linear velocity: 30,00 cm/sec

☐ Pressure pulse (DISABLED)

Pressure pulse: 10,000 Psi

Pulse duration: 0,25 min

Dans « Detectors »

Vérifier que les paramètres correspondent aux données ci-dessous

Range : 10

Attention : aucunes données à rentrer

436-GC - Control Method

Heat-only zone 2

☒ Heater (ON)

Setpoint: 250 °C

Adjustments

Electronics (ON) ☒

Time constant: Fast

FID event table

	Time (min)	Range	Autozero
1	Initial	10	YES

Acquisition

Data rate: 10 Hz

EFC 11

Enabled (ON) ☒

Make-up (Nitrogen) flow: 28 mL/min

Combustion (H2) flow: 30,0 mL/min

Combustion (Air) flow: 300,0 mL/min

Cliquer sur « acquisition ».

Project : TP System : GC436

Sample information

Run Name : ... ☐ Suffix :

Run Info :

Sample properties

Sample Mass : Divisor factor :

Internal Standard : Multiplier Factor :

<no internal standard>

Column parameters

Dead Time : [min]

Acquisition parameters

Vial # : Run Time : [min]

Rack # : Injection Volume :

Working scale

☒ Autoscale RT min : [min] Y min :

☐ Force (0,0) RT max : [min] Y max :

Remplir le temps d'analyse, le volume d'injection et l'unité.

Vérifier que le temps d'analyse indiqué dans cette partie corresponde au temps noté au niveau du four.

Puis sauvegarder la méthode : File/Save As/Save method As afin de ne pas écraser la méthode de départ.

Pour activer cette méthode, cliquer sur data/control.

Data Files :

- essai.METH
 - Position 1
 - Middle (FID)
 - Position 2
 - Front (TCD)

456-GC - Control Method

Heat-only zone 4

☒ Heater (ON)

Setpoint

Adjustments

Electronics (ON) ☒

Time constant

FID event table

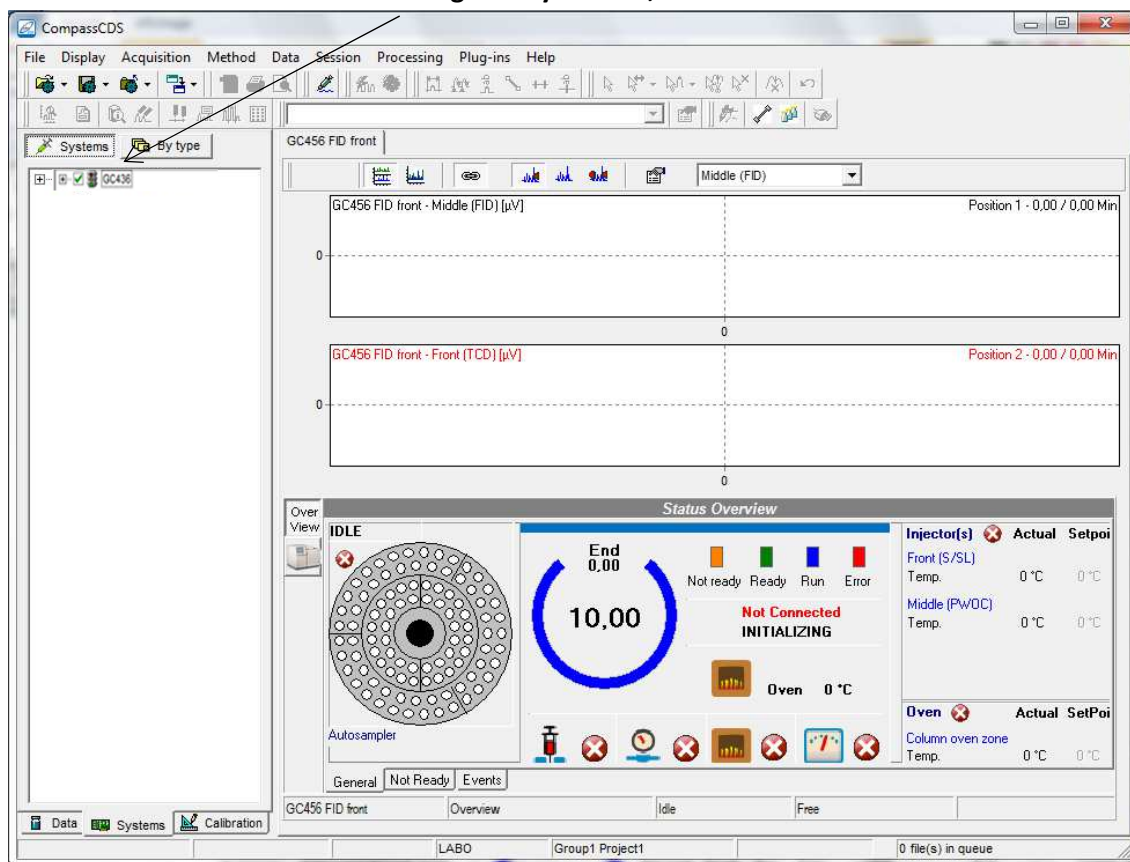
	Time (min)	Initial	Range	Autozero
1			12	YES

Puis sur



Dans

l'onglet « Systems », cocher le GC.

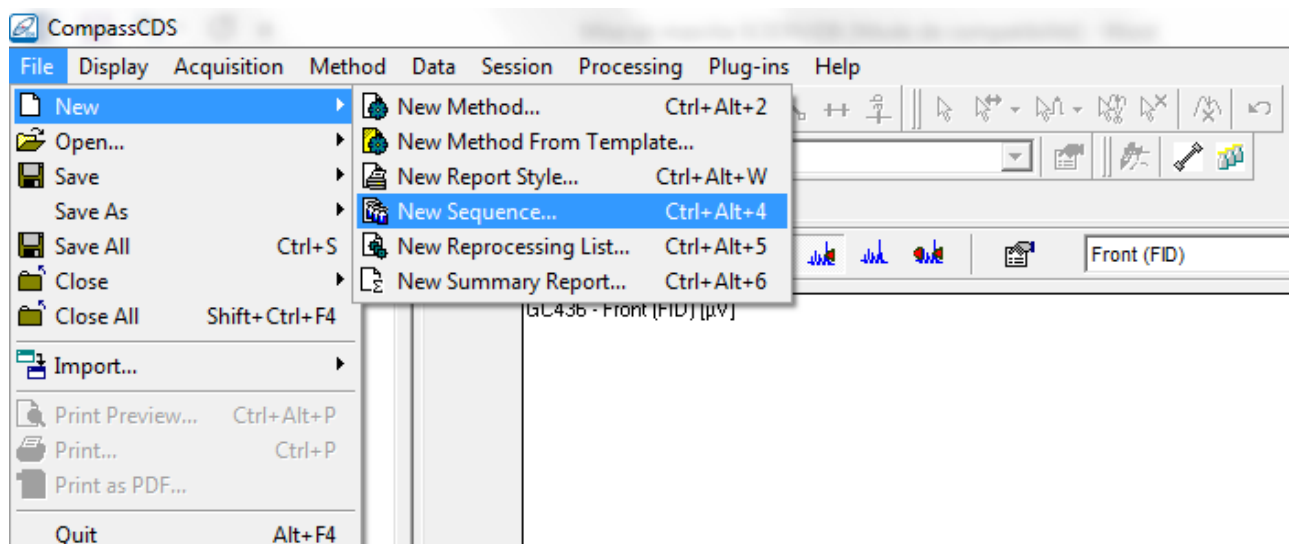


On peut voir l'évolution du chromatogramme en cours d'analyse, les positions des différents vials et les différents paramètres (températures, débit de gaz, signal,...).

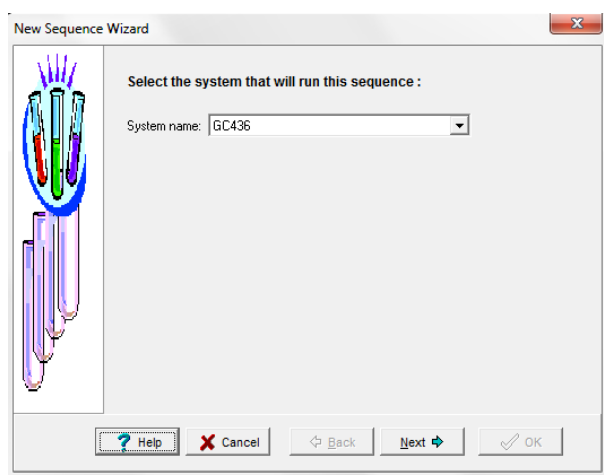
III. Injection d'une séquence

La séquence permet de faire une série d'analyse, avec des répétitions d'injection.

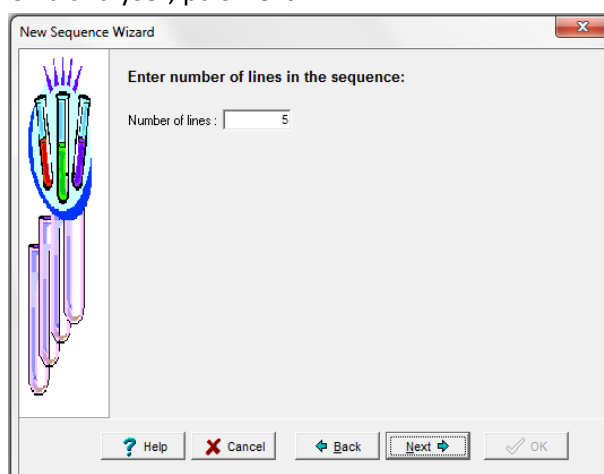
Cliquer sur File/New/New sequence



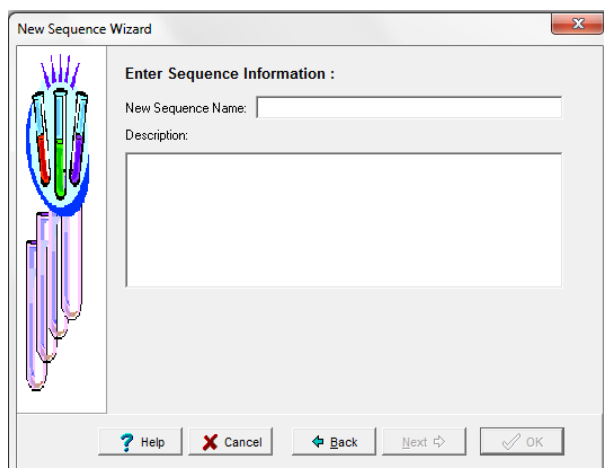
Sélectionner l'instrument puis Next



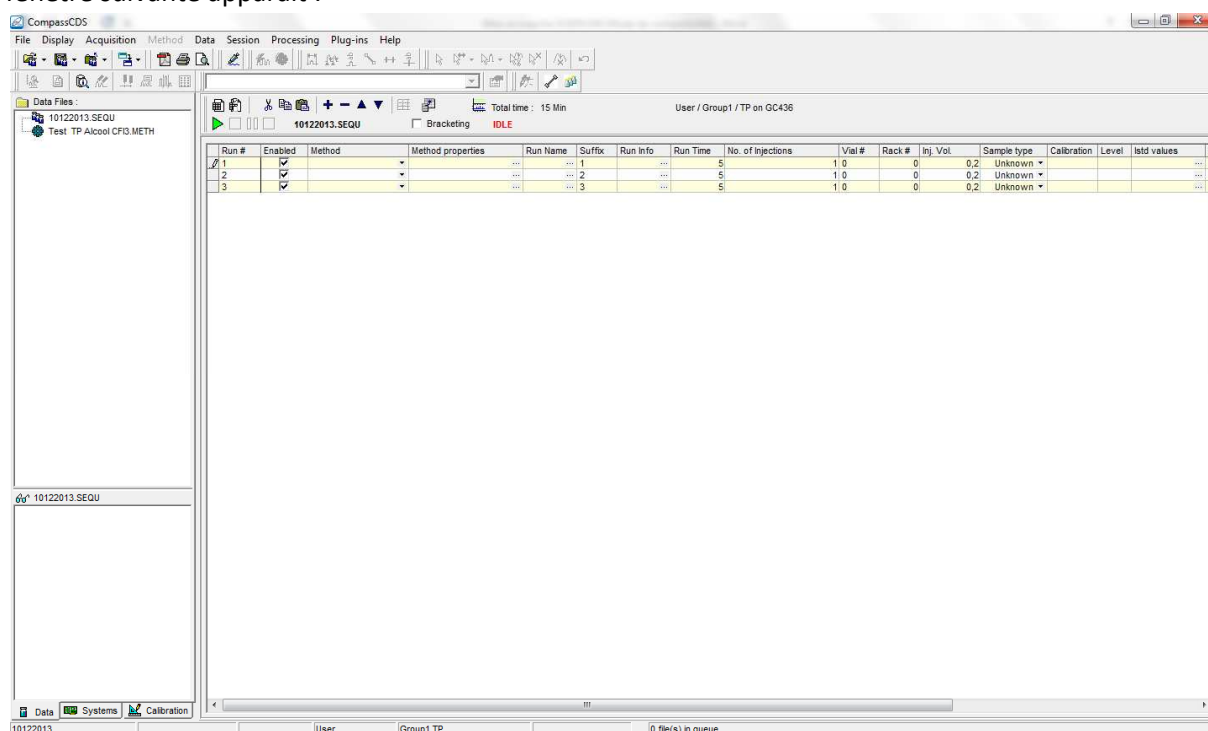
Choisir le nombre d'échantillon à analyser, puis Next



Nommer cette séquence, puis OK.



La fenêtre suivante apparaît :



- Dans la colonne « Method », 1^{ère} ligne choisir la méthode.

Puis sélectionner la colonne et cliquer droit « Fill block ». La méthode est appliquée à tous les échantillons.

- Dans la colonne « Run Name », rentrer les différents noms des échantillons.
- Dans la colonne « No. Of Injections », rentrer le nombre d'injection que l'on veut sur chaque échantillon.
- Dans la colonne « Vial # », rentrer la position du vial pour chaque échantillon (la position 0 existe).
- Dans la colonne « Inj. Vol », vérifier que le volume d'injection est bien de 0,2µL.

Vérifier que le temps d'analyse est bien celui que vous aviez défini dans la méthode.

Puis sauvegarder la séquence : File/Save/Save Sequence

Lancement d'une séquence d'analyses.



Arrêt d'une séquence d'analyses.



Pause d'une séquence d'analyses.



Reset d'une séquence d'analyses.



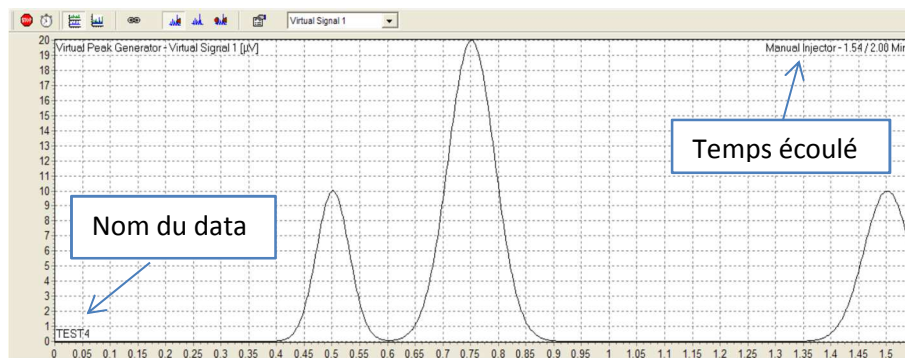
Run #	Enabled	Method	Method properties	RunName (prefix)	RunID (Suffix)	Description	Run time
1	<input checked="" type="checkbox"/>	TEST.METH		TEST	1		2
2	<input checked="" type="checkbox"/>	TEST.METH		TEST	2		2
3	<input checked="" type="checkbox"/>	TEST.METH		TEST	3		2

Couleur verte : analyse terminée

Couleur jaune : analyse en cours

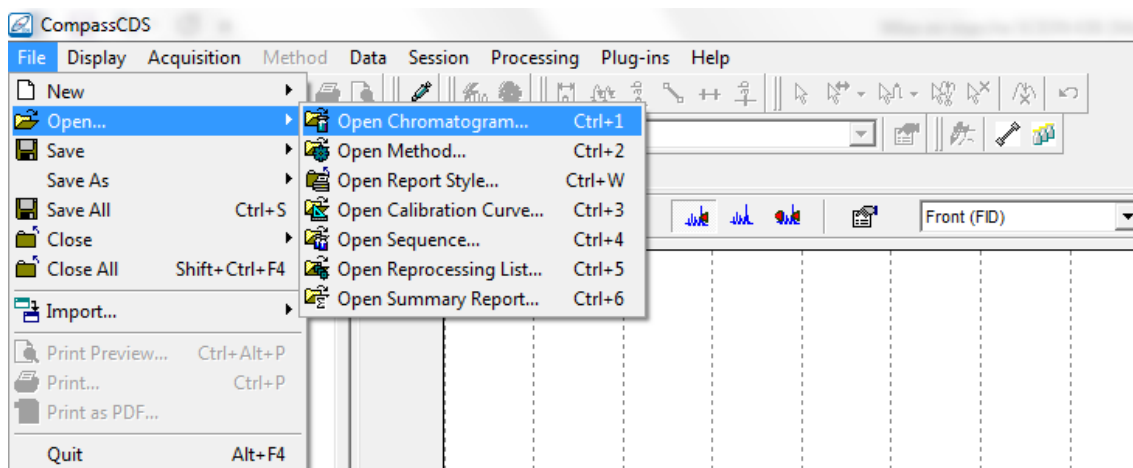
IV. Visualisation d'un chromatogramme

En cours d'acquisition : dans l'onglet system

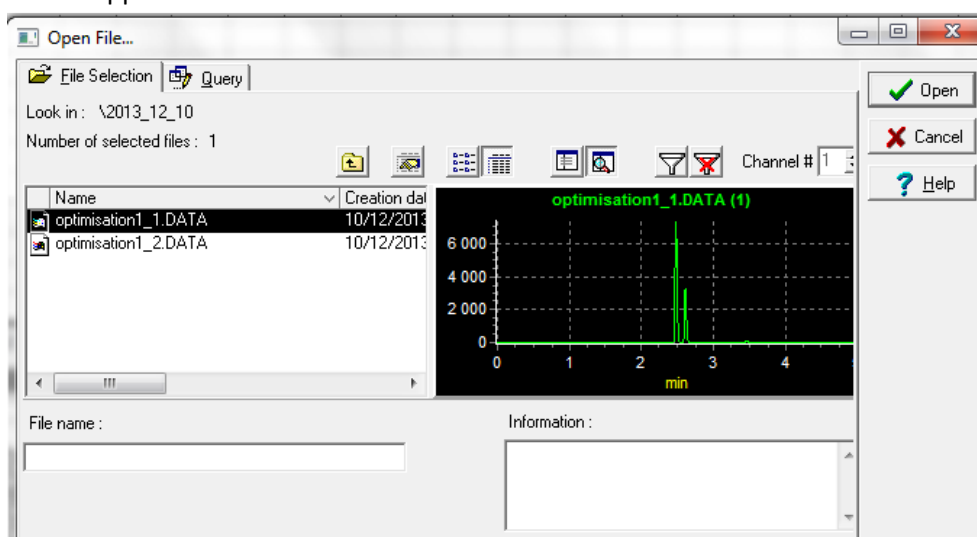


V. Retraitement d'un chromatogramme acquis

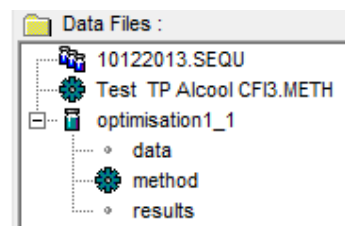
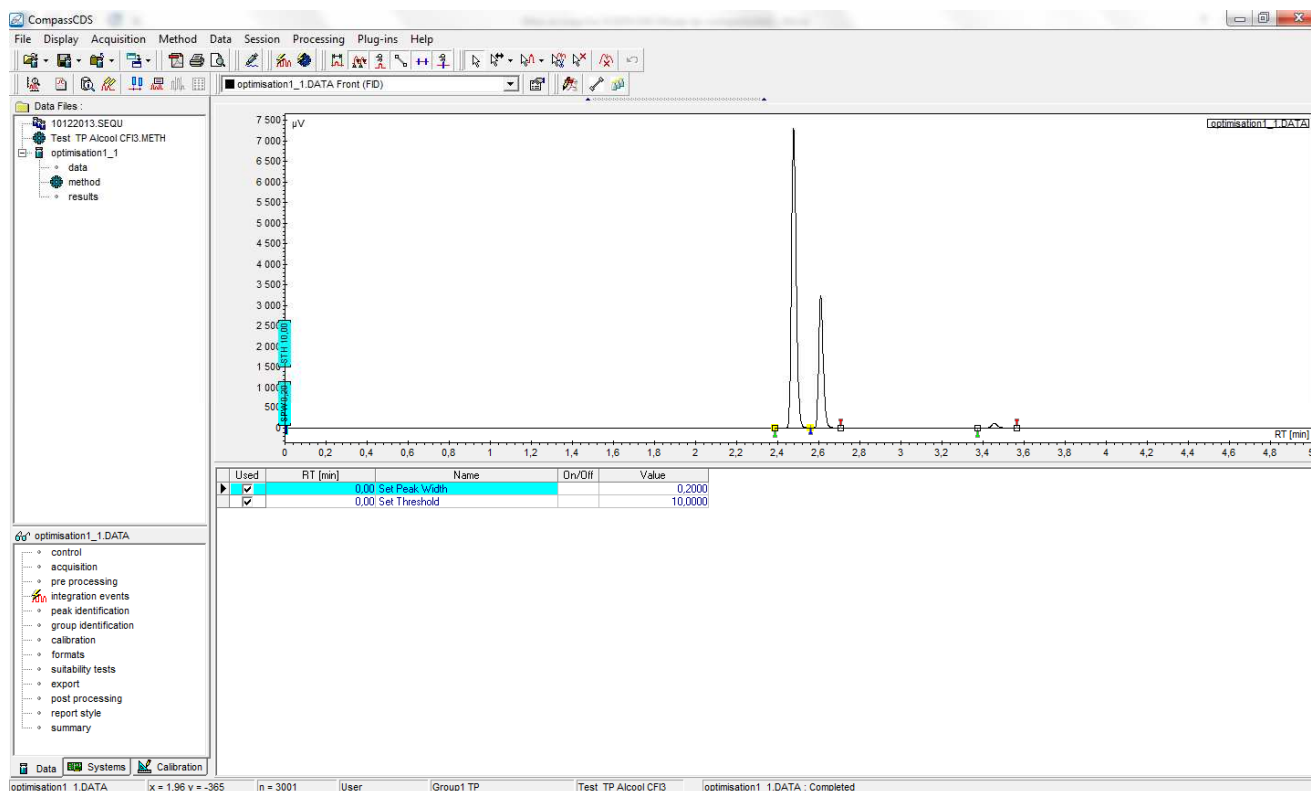
Cliquer dans File/Open/ Open chromatogram



La fenêtre suivante apparaît :



Choisir le dossier dans lequel les chromatogrammes sont enregistrés (les chromatogrammes sont enregistrés dans un dossier « Année_Mois_Jour ») puis cliquer sur Open.

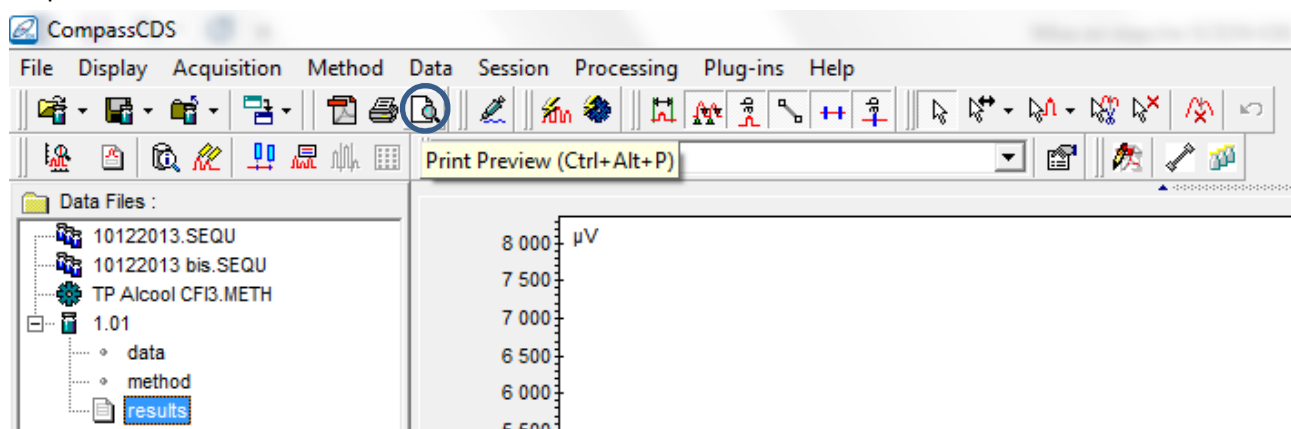


Le fichier « .data » comprend les données brutes, une copie de la méthode globale et les résultats

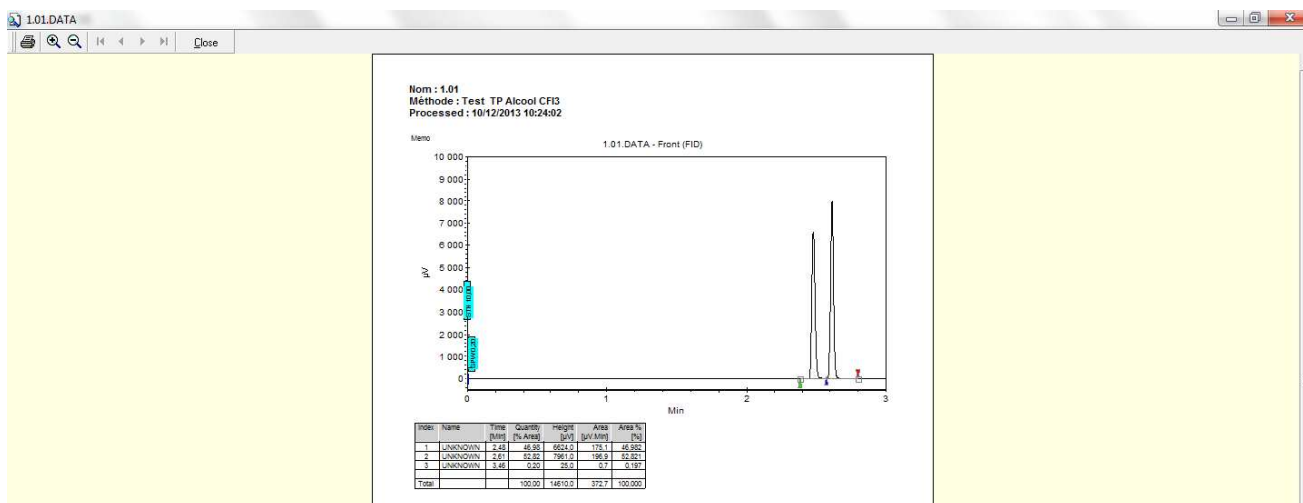
Cliquer sur « results » pour voir le chromatogramme, les temps de rétentions et les aires des pics.

VI. Impression du rapport d'analyse

Cliquer sur Print Preview.



La fenêtre suivante s'ouvre :

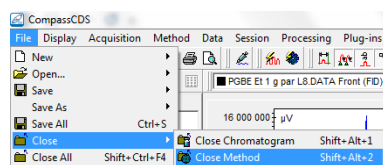


Cliquer sur « Print ».

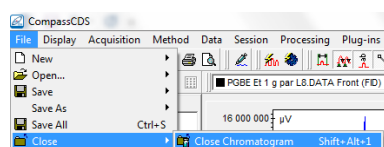
VII. ARRET GC 436

Mettre la température du four < 50°C.

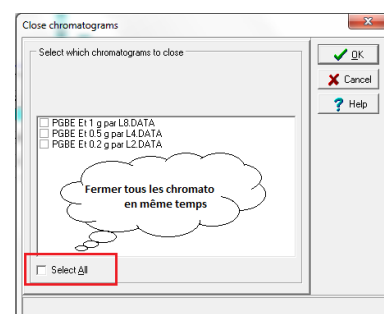
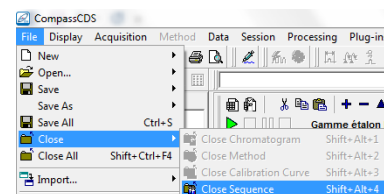
Fermer la méthode



Fermer les chromatogrammes



Fermer la séquence



Fermer le logiciel Compass CDS.

Eteindre l'appareil avec l'interrupteur en façade

Fermer les vannes de gaz à côté de l'appareil