

BTS « Métiers de la Chimie »

Travaux pratiques de Chromatographie en Phase Gazeuse

Logiciel CompassCDS 3.0 ou 4.0



SOMMAIRE

I - Structure générale du logiciel **p. 3**

II - Procédure d'utilisation du logiciel **p. 8**

Procédure d'utilisation de CompassCDS

Création d'une méthode

Création d'une séquence

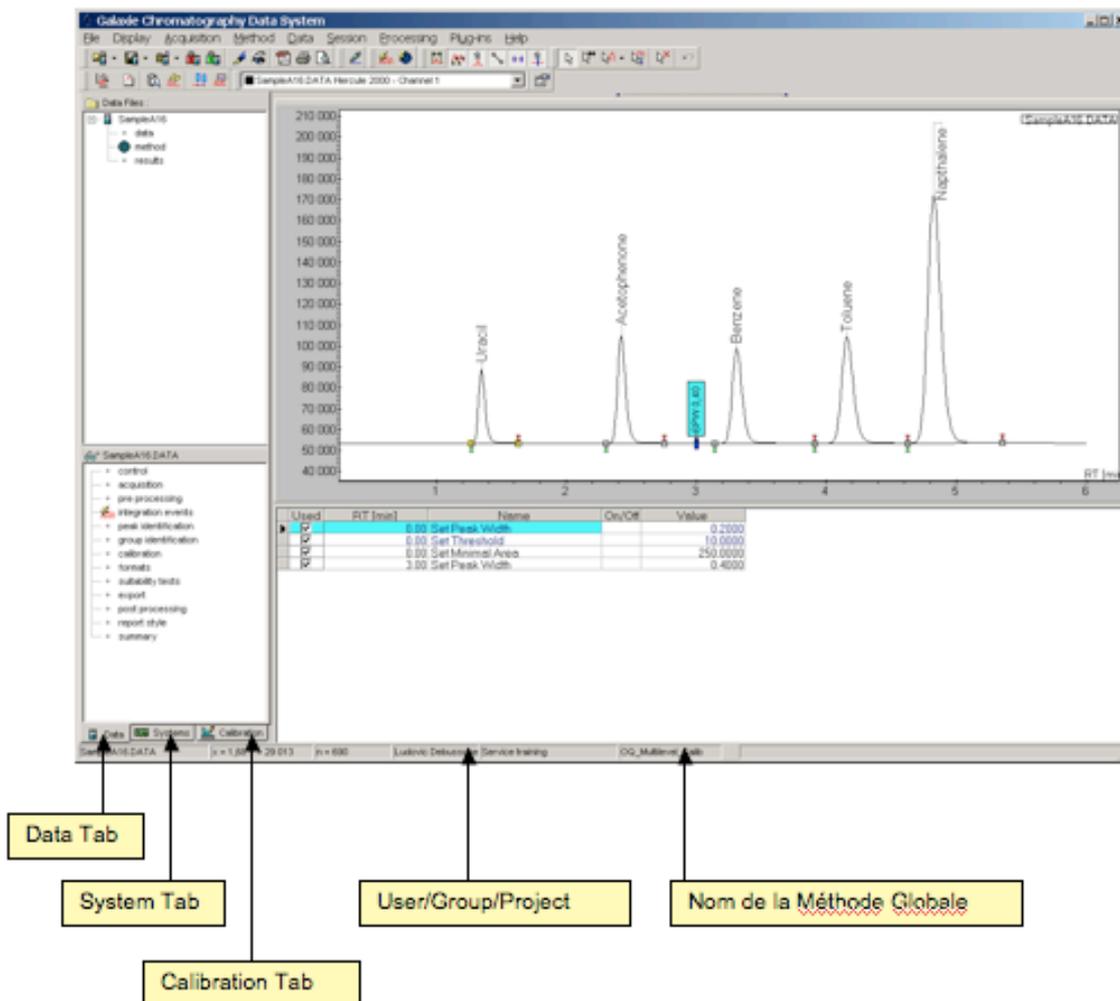
Intégration du Chromatogramme

Procédure de coupure

Structure générale du logiciel

Lorsque l'on rentre dans le logiciel, celui-ci se présente sous la forme de l'écran indiqué ci-dessous :

Ecran Principal



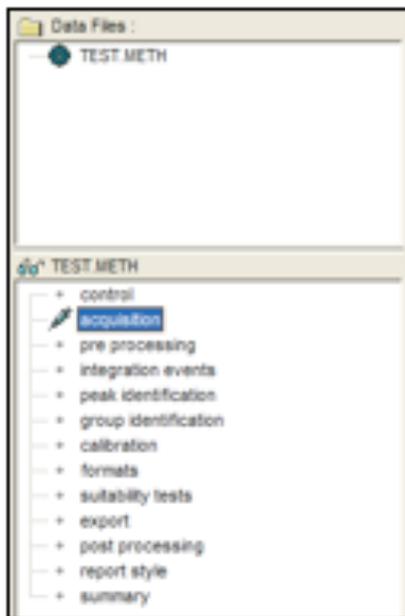
Data Tab : Visualisation et (re)traitement des Chromatogrammes acquis ; Mise au point des Méthodes ; Utilisation des Séquences...

System Tab : Visualisation en temps réel des acquisitions et des systems...

Calibration Tab : Visualisation des courbes de calibration...

Les principaux fichiers de Galaxie, qui nous seront utiles, sont sous la forme :

Chromatogrammes : .DATA
 Méthodes : .METH
 Courbes d'étalonnage : .CALB
 Séquences : .SEQU
 Liste de recalcul : .REPL
 Styles de rapport : .STYL



Le Fichier "TEST.METH" comprend :

- Paramètres de contrôle de l'instrument
- Acquisition du signal chromatographique
- Paramètres de calcul
- Format d'impression

Le Fichier "TEST.METH" est appelée METHODE GLOBALE

Sauvegarde d'une séquence d'analyses.

FILE / S/W/E / S/W/E SEQUENCE

Lancement d'une séquence d'analyses.



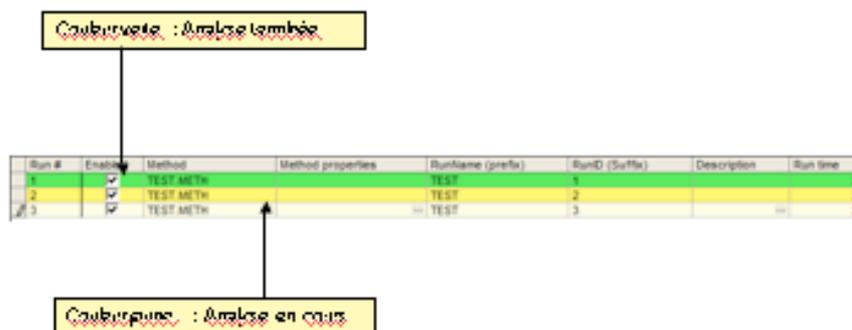
Arrêt d'une séquence d'analyses.



Pause d'une séquence d'analyses.



Reset d'une séquence d'analyses.

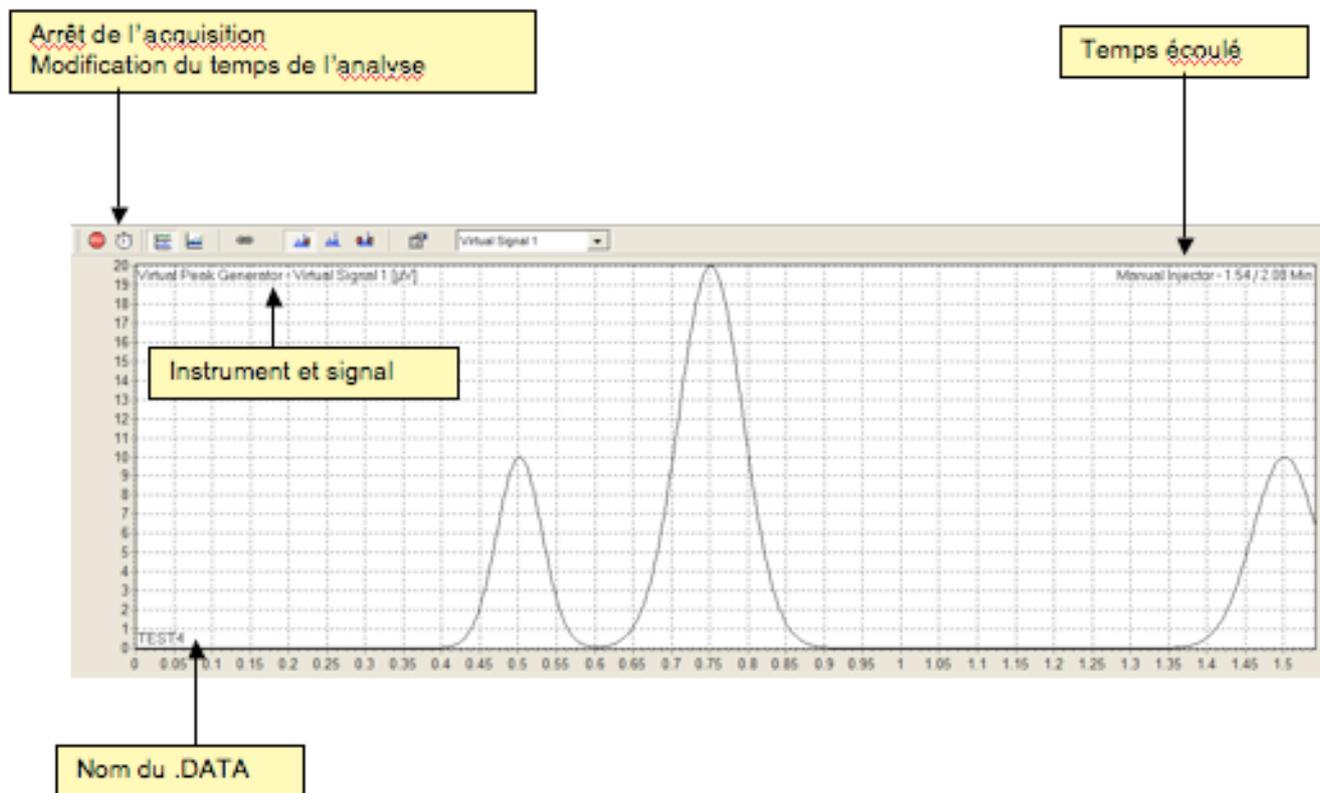


LORS DU RUN (SÉQUENCE D'ANALYSE EN COURS), ON OBSERVE EN TEMPS RÉEL L'ÉTABLISSEMENT DU CHROMATOGRAMME

Visualisation d'un chromatogramme.

Visualisation d'un chromatogramme en cours d'acquisition.

De l'écran principal: choisir l'onglet System Tab



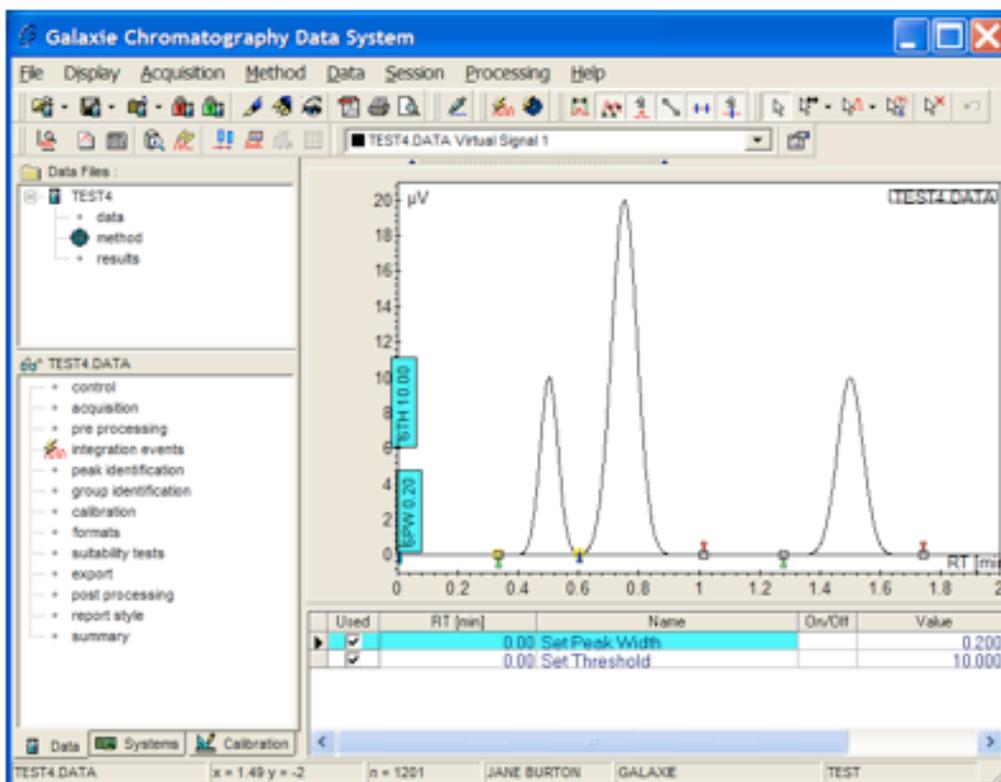
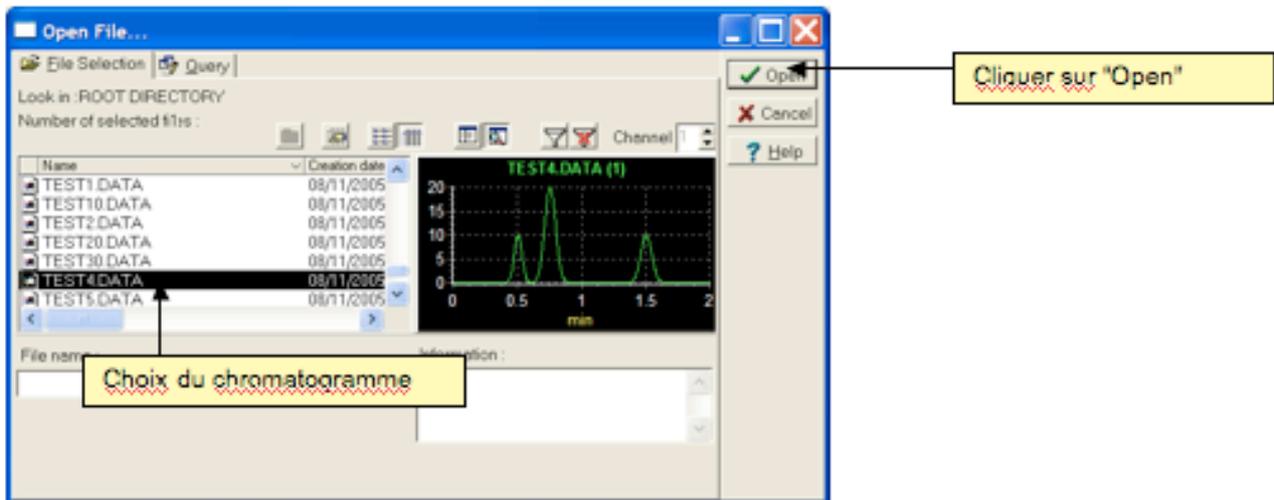
LORSQUE L'ANALYSE EST TERMINÉE, POUR POUVOIR TRAVAILLER SUR LE CHROMATOGRAMME, IL FAUT ALLER LE CHERCHER :

FILE / OPEN / OPEN CHROMATOGRAM...
(Un exemple est présenté ci-après)

Affichage d'un chromatogramme acquis.

FILE / OPEN / OPEN CHROMATOGRAM...

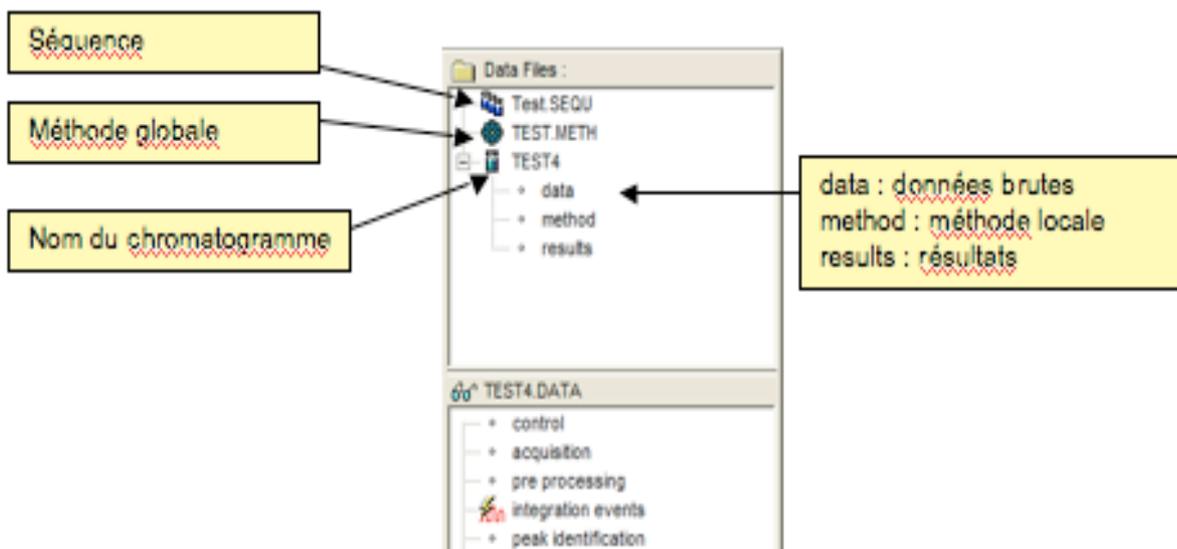
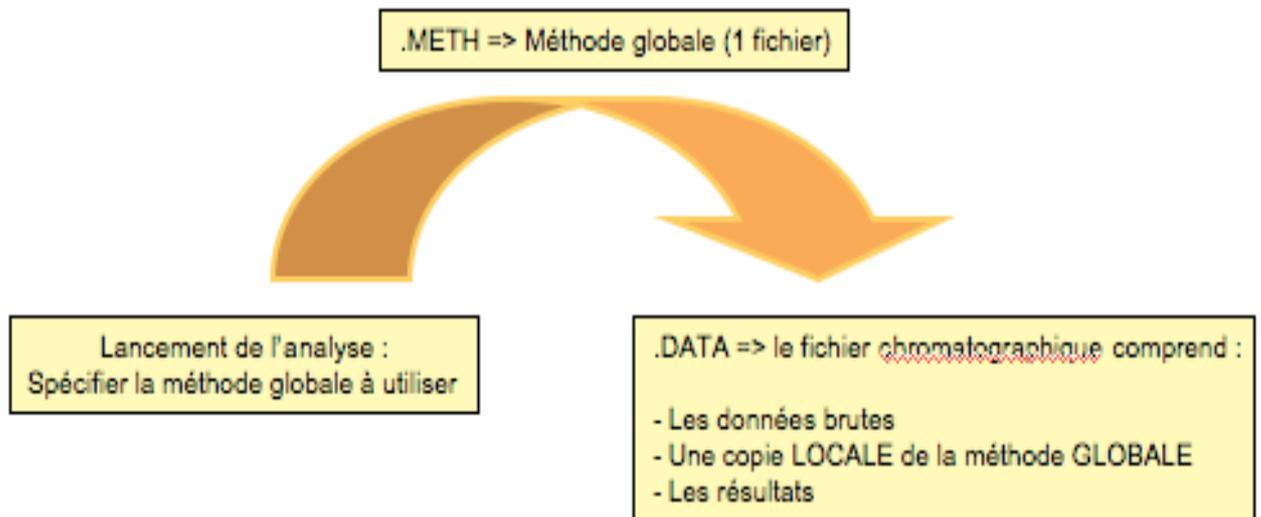
L'écran ci-dessous apparaît : Sélectionner le(s) chromatogramme(s) à visualiser.



Quelques informations, d'ordre général, sur la structure des fichiers suivent :

Structure du fichier : Data, Method, et results.

La totalité des informations est stockée dans 1 fichier unique



Procédure d'utilisation du logiciel

☞ Allumer l'ordinateur.

Procédure d'utilisation de CompassCDS

☞ Pour se connecter, double cliquer sur l'icône :



☞ Dans la fenêtre qui apparaît, indiquer dans
User Identification : **Votre Classe**
Groupe : 2MCAPP
Projet : 2MCAPP-années
Password : aucun

Puis, cliquer sur OK.

☞ Dans l'onglet **Système** en bas à gauche, cocher la connexion avec l'appareil GC 450 et attendre les 2 bips.



Remarque

Vérifier que le GC soit sélectionné, et connecté au PC via le câble réseau ; pour cela cliquer dans l'onglet System (en bas à gauche), GC3800 doit être coché dans la fenêtre en haut à gauche !

Création d'une Méthode

☞ Il faut créer une méthode que l'on modifiera au fil des besoins... pour cela **FILE / NEW / NEW METHOD**
→ Celle-ci devra être sous le format de fichier le plus explicite possible (par exemple, pour un isotherme 150 °C, écrire « iso 150 »)

☞ Cliquer sur **Control** (dans l'onglet **Data**), cela permet de paramétrer les différentes parties du GC (TRÈS IMPORTANT POUR L'OPTIMISATION D'UNE MÉTHODE),

Pour rentrer LES VALEURS DES PARAMÈTRES, à savoir,

**La TEMPÉRATURE de l'INJECTEUR,
La TEMPÉRATURE de travail du FOUR,
Le DÉBIT ou PRESSION,
La TEMPÉRATURE du DÉTECTEUR FID.**

• **Injecteur** : 200 °C ; et split : 50 sur la ligne Initial ;

- **Température four** : exemple : Isotherme à 60 °C pendant 5 min ; Stabilisation à 0 min. Ou si vous voulez travailler en gradient de température, vous devez rajouter une ligne en cliquant sur +, modifier le premier temps d'isotherme, puis gradient de température (rate) à 20 °C/min jusqu'à 100 °C et mettre Time = 1 min ;
- **Débit** sur colonne (Constant Flow) : 2,0 mL/min ;
- **Détecteur** : 300 °C ; vérifier que le make Up He : 30,0 mL/min ; H₂ : 30 mL/min et Air : 300 mL/min.

☞ Cliquer sur **Acquisition** (dans l'onglet **Data**), indiquer le temps total d'analyse (indiqué en fin de programmation) et le volume d'injection (1 µL) ;



Remarque

Pour cela : **Vous pouvez indiquer un temps de début d'apparition et de fin d'apparition des données à l'écran (seules celles-ci seront enregistrées ! Cela permet de s'affranchir du pic de solvant.), pour cela dans "Working Scale", décocher Autoscale et fixer les valeurs adéquates pour RTmin, RTmax, Ymin et Ymax.**

☞ Sauvegarder la méthode

FILE / SAVE AS/ SAVE METHOD AS

☞ Enfin, grâce à **Overview**, charger la méthode dans le GC ! Pour cela cliquer sur **Overview**, puis sur l'icône juste à sa droite (flèche rouge du PC vers le GC).

Création d'une Séquence

☞ Pour lancer une séquence d'analyse : **FILE / NEW / NEW SEQUENCE** : rentrer la valeur désirée. La séquence devra être sous le format de fichier le plus explicite, puis cliquer sur OK.

On peut ensuite effectuer le remplissage de cette séquence :

Remplissage d'une séquence d'analyses.

Annotations:

- Choisir la (les) méthode(s)
Cliquez sur la ligne - choisissez Method
- Durée de l'analyse
- à remplir le plus exactement possible
- Identification de l'analyse
Prefix : Nom de l'échantillon
Suffix : N° de l'échantillon

Run #	Enabled	Method	Method properties	RunName (prefix)	RunID (Suffix)	Description	Run time	No. of injections	Vial #	Inj. Vol.	Sample type	Calibration	Level
1	<input checked="" type="checkbox"/>	TEST METH		Test	1		30		1.1	10.00	Unknown		
2	<input checked="" type="checkbox"/>	TEST METH		Test	2		30		1.1	0.00	Unknown		
3	<input checked="" type="checkbox"/>	TEST METH		Test	3		30		1.1	0.00	Unknown		
4	<input checked="" type="checkbox"/>	TEST METH		Test	4		30		1.1	0.00	Unknown		
5	<input checked="" type="checkbox"/>	TEST METH		Test	5		30		1.1	0.00	Unknown		

☞ Enlever les colonnes indésirables en double cliquant sur l'icône **Customize column**.

☞ Remplir la séquence d'analyse en cochant seulement la ou les analyses à faire (Enabled), en indiquant la méthode utilisée (Method), le nom du chromatogramme (RunName), son numéro, 1 pour la première analyse (RunID), la description du produit à analyser (Description), la durée d'analyse (Run time), le numéro d'emplacement du vial sur le carrousel (vial #), le volume d'injection (1,00 µL)

☞ Pour démarrer une séquence d'analyse, il faut faire un « Start » (flèche verte) sur la séquence utilisée.

☞ L'injecteur automatique procédera à l'injection ou aux injections successives selon que vous ayez cocher une ou plusieurs lignes de la séquence.

Intégration du Chromatogramme

☞ Cliquer dans l'onglet **Data**. Lorsque le chromatogramme est acquis, il faut l'ouvrir : **FILE / OPEN / OPEN CHROMATOGRAM...**

☞ Dans le nom de fichier du chromatogramme (fenêtre en haut à gauche), cliquer sur **Results**, un tableau des hauteurs et aires de pics apparaît en bas à droite.

☞ Le tableau peut être complété, en rajoutant ou en enlevant des colonnes. Pour cela, faire un clic droit dans la fenêtre de résultats et sélectionner « **report properties** ».

Dans la colonne de gauche, s'affichent alors le détail des intitulés des colonnes du tableau de résultats et dans la colonne de droite, les intitulés des colonnes qu'il est possible de rajouter dans le tableau de résultats. Selon le cas, choisir d'ajouter « **add in the table** » ou de retirer les colonnes inutiles par « **Remove from table** ».

Procéder ainsi pour rajouter, par exemple, les colonnes suivantes : NTP USP, Res. USP, W 60,7 % et W USP et supprimer du tableau de résultats les colonnes Area %.

☞ Mettre le nombre de chiffres significatifs aux résultats en cliquant droit sur la colonne de chiffres souhaitée, sélectionner « **edit variable** » puis cliquer sur « **select format** » et indiquer le nombre de décimales souhaité. Enfin, cliquer sur « **apply** » puis OK.

(temps de rétention avec 3 décimales, NTP avec aucune, les deux W avec 4 décimales)

☞ Supprimer les pics inutiles en sélectionnant la ligne correspondante puis à l'aide du clic droit de la souris, faire « **Delete Current Peak** ».

☞ Pour **identifier les pics**, cliquer sur les résultats du fichier « **Results** » indiquer le nom correspondant en lieu et place de Unknown, et supprimer éventuellement les pics inconnus supplémentaires.

☞ Pour **créer une feuille de style** (vous pouvez utiliser et modifier, celle qui est déjà disponible), dans le nom de fichier du chromatogramme, cliquer sur la méthode locale : **method**, puis,

☞ Cliquer sur la méthode locale liée au chromatogramme. Dans l'onglet **Data**, cliquer sur « **report style** », dans la fenêtre ouvert " **default standard** ", il faut cliquer sur **Edit** et changer le titre en cliquant droit dessus ; une fenêtre texte s'affiche qu'il est alors possible de modifier.

Pour afficher dans la partie chromatogramme, le chromatogramme obtenu et intégré, cliquer droit dans la partie chromatogramme et sélectionner « **properties** » ; indiquer alors des valeurs en X et en Y en tenant compte des temps de rétention du solvant utilisé jusqu'au dernier pic sorti (en X) et des hauteurs correspondantes (en Y).



Remarque

Le chromatogramme qui s'affichera alors ne correspondra pas à votre chromatogramme. C'est tout à fait normal.

☞ Faire une sauvegarde du chromatogramme : **FILE / SAVE / SAVE CHROMATOGRAM**. Une fenêtre s'affiche, choisir Yes et choisir No sur la deuxième qui s'affichera.

☞ Pour imprimer, dans le menu « **file** », sélectionner « **print preview** » et imprimer le chromatogramme intégré.

Dans le cas où vous voudriez imprimer plusieurs chromatogrammes sur la même feuille (utile pour la répétabilité) :

- ☞ **Zoomer sur l'écran afin que les 5 chromatogrammes apparaissent pleinement sur l'écran.**
- ☞ **Choisir la même feuille de style correctement paramétrée pour chaque chromatogramme.**
- ☞ **Intégrer correctement les pics**
- ☞ **Sauvegarder les 5 chromatogrammes.**
- ☞ **Cliquer dans le "workSpace" (ou touche F3)**



Remarque

Le "workSpace" doit correspondre à l'écran qui est visualisé.

- **dans Print (du "workSpace"), choisir la feuille de style précédente.**
- **Faire un Preview, avant d'imprimer !**

☞ Enfin, fermer le chromatogramme intégré, en le sélectionnant, faire un clic droit, puis FILE / CLOSE CHROMATOGRAM.

Procédure de coupure du GC

Pour cela, il faut créer une méthode de coupure comme vu précédemment, ou "overwiev" celle qui est déjà disponible) :

☞ Dans la partie **Control** de la méthode, indiquer les différents paramètres suivants :

- **Injecteurs** : 100 °C ;
- **Température four** : Isotherme à 50 °C pendant 20 min ; (la stabilisation doit être à 0 min).
- **Détecteur** : 100 °C ;

☞ Sauvegarder la méthode : **FILE / SAVE AS/ SAVE METHOD AS.**

☞ Lancer alors la méthode dans une séquence comme vu précédemment.

C'EST SEULEMENT LORSQUE LE VOYANT VERT « READY » DU GC CLIGNOTE QUE VOUS POUVEZ ALORS ÉTEINDRE L'APPAREIL.