

Développement d'une nouvelle plateforme GC 2400 dédiée à l'analyse de composés volatils par Head Space

Christophe CLARYSSE – Christian MISSITCH
Club d'Expertise Chimique de la Méditerranée

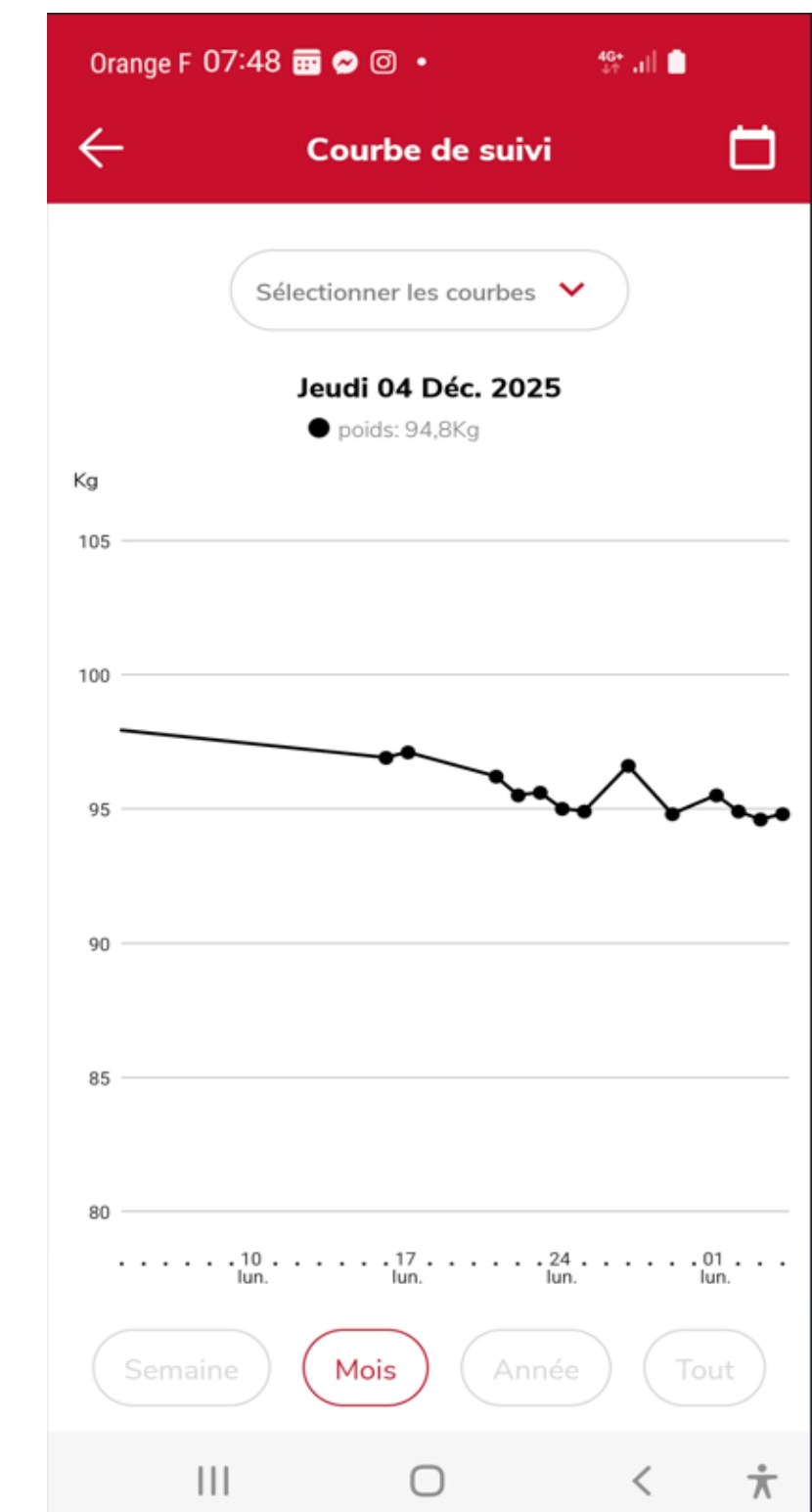
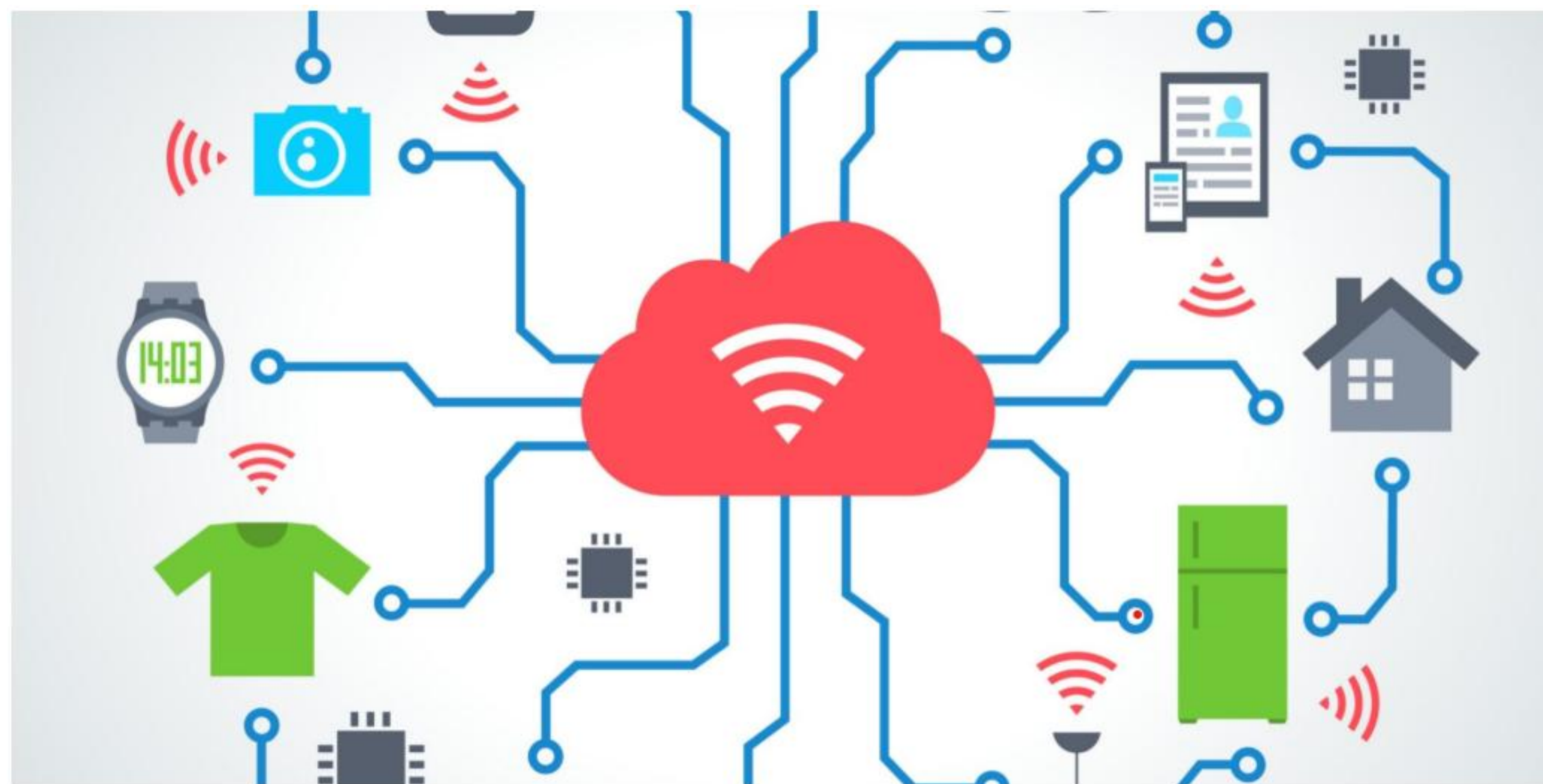
Château de Saint Martin, 5 Décembre 2025

The background of the slide is a blurred photograph of a laboratory. A person wearing a white lab coat and a blue face mask is visible in the center, working at a bench. In the foreground, a hand holds a tablet displaying a chromatogram with several peaks. To the left, there are racks of test tubes or vials. A blue rectangular box with white text is overlaid on the left side of the image.

THE SMART
BEHIND
SEPARATIONS

Bienvenue dans le monde merveilleux de la digitalisation !

La digitalisation des objets du quotidien favorise l'interactivité, rends les informations plus riches et accessibles et permet des prises de décisions plus rapides, ...



The Smart Behind Separations

Les Avantages de l'Industrie 4.0 et du Laboratoire du Futur

- **Industrie 4.0:** Un nouveau mode de production soutenu par la digitalisation via des systèmes intelligents et autonomes



The Smart Behind Separations

Les Avantages de l'Industrie 4.0 et du Laboratoire du Futur

- **Industrie 4.0:** Un nouveau mode de production soutenu par la digitalisation via des systèmes intelligents et autonomes



**Les Responsables de Laboratoire
tentent de mettre en oeuvre les
strategies de l'Industrie 4.0 dans
leur laboratoire d'analyses GC**



The Smart Behind Separations

Les Avantages de l'Industrie 4.0 et du Laboratoire du Futur

- **Industrie 4.0:** Un nouveau mode de production soutenu par la digitalisation via des systèmes intelligents et autonomes



- Des dispositifs sans fil (Wireless) et des applications permettant de contrôler les systèmes à distance et de gérer les flux de données



- Contrôles continus et rapports sur les performances des systèmes et leur état en temps réel



- Réduction des coûts de 25 à 45 % en devenant “digitalisable”*



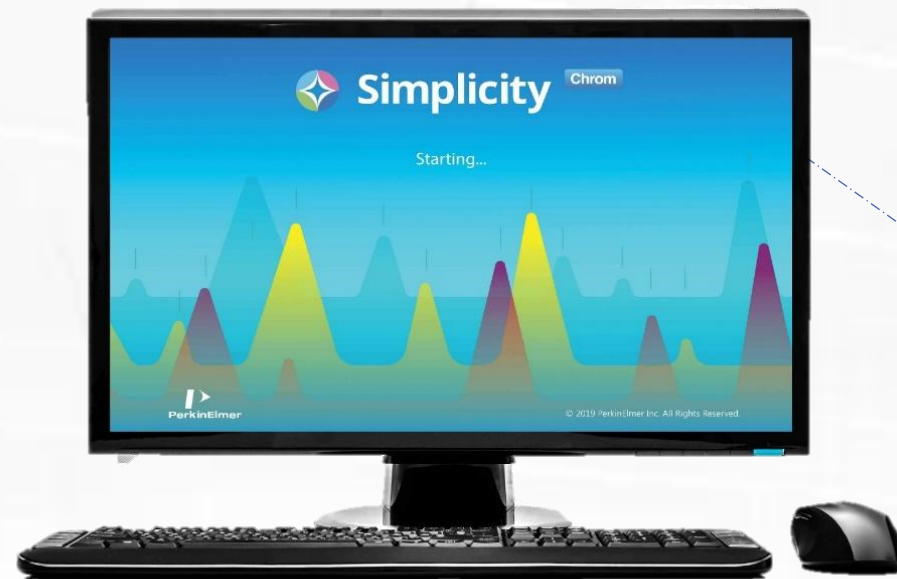
- Augmentation des flux de données et des temps libres grâce à l'automatisation



*McKinsey & Company. 2019. Digitization, automation, and online testing: [The future of pharma quality control](#).

Voici la nouvelle plateforme GC 2400 : La GC Connectée

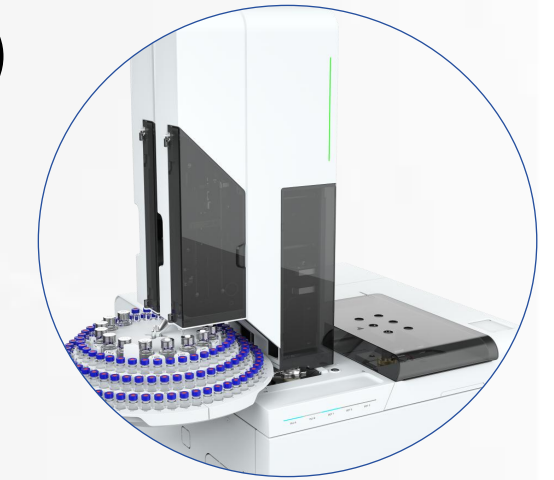
Logiciel **SimplicityChrom** CDS
Empower
Open Lab



Générateurs
H₂ et Air Zéro



AS 2400 Passeur liquides 1 or 2 tours
(20 – 144 positions)



Simplicity Vision™ : Application
travaillant sur une tablette
détachable et transportable



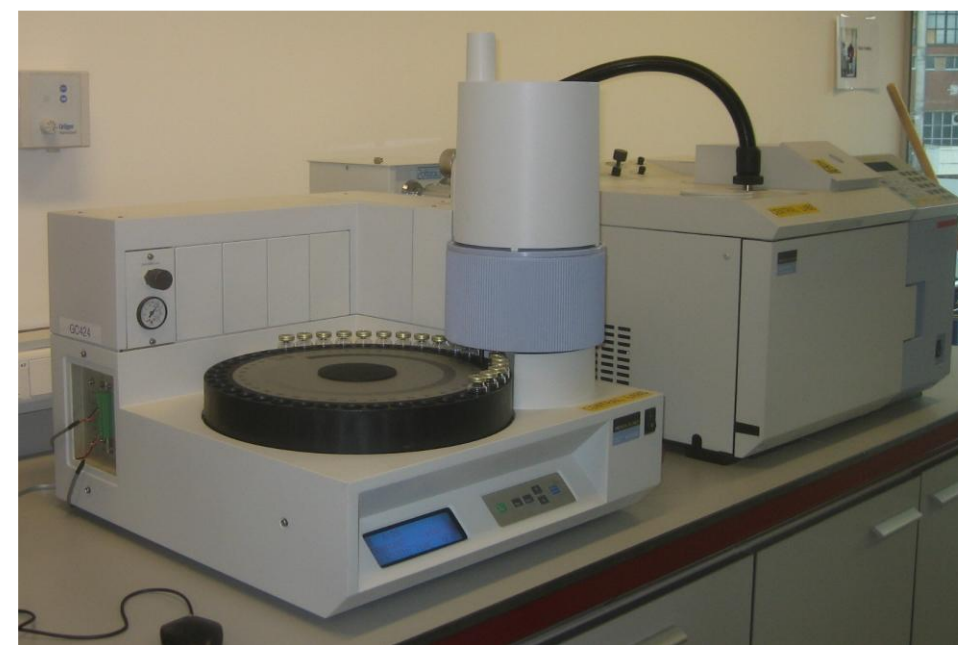
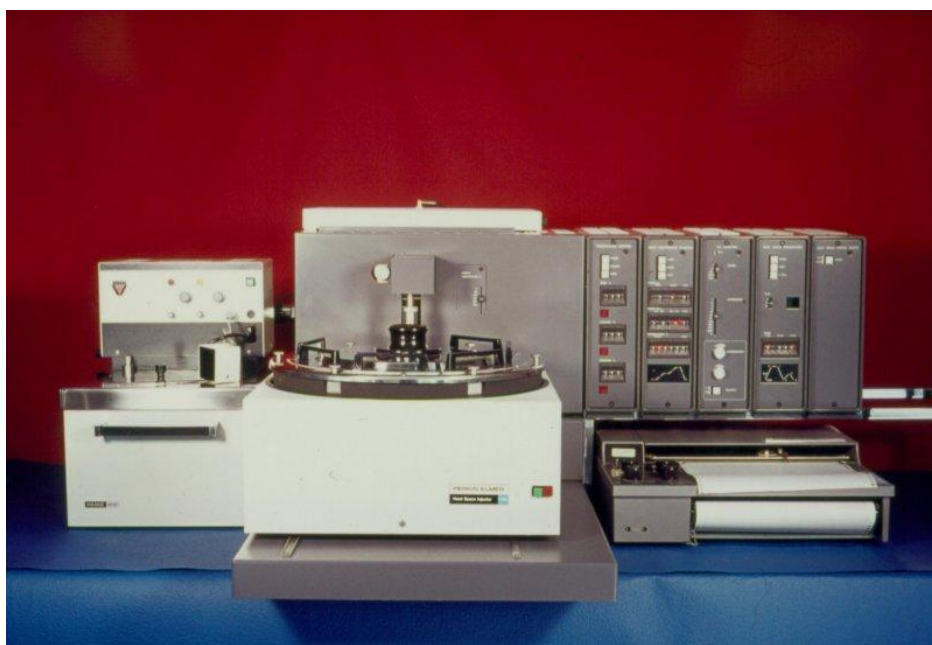
Passeur Headspace **HS 2400™ M**
40 vials 20 ml

GC 2400 1 ou 2 voies :
- 2 Injecteurs (Cap, PSS, POC)
- 3 détecteurs (FID, ECD, TCD)

H₂ inside

Nos innovations – Notre Histoire

- Une évolution constante de nos instruments au service du progrès analytique
- Conception et fabrication de nos propres systèmes Head Space depuis 1967
- La plus grosse base Head Space installée au monde
- Un mode d'injection par transfert direct breveté



Nos principaux marchés GC Head Space



PHARMACEUTICAL (Pharma R&D Manufacturers)

- **Residual solvents according to USP 467**
- **USP impurities analysis in Propylene Glycol**
- **USP impurities in Polyethylene Glycol**
- **USP-NF Cetyl Alcohol**
- Ethylene Oxide in Packaging



ENVIRONMENTAL (Contract Labs & Gov)

- Analysis of Volatile Organic Compounds in Ground Water and Solid Waste according to EPA 8260

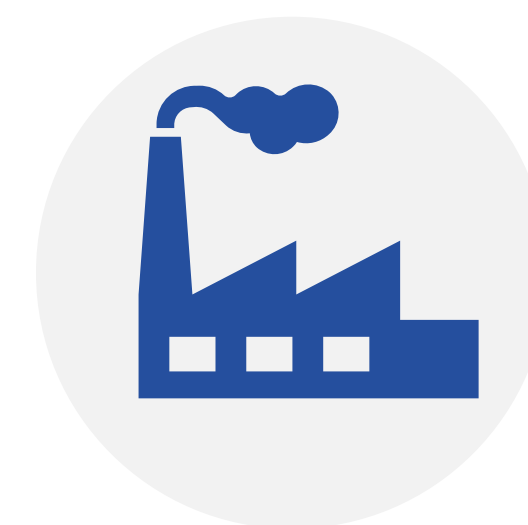


FOOD (Manufacturers)

- **Alcohol in food beverages**
- VOC's in edible oils

FORENSIC

- Blood Alcohol



INDUSTRIAL (Manufacturers & Contract Labs)

- **E85 (Ethanol)**
- **B100 (Biodiesel)**
- **Food packaging**
- **Residual Solvents and Monomers in Plastic**
- Solvents QA & composition in paint/materials
- Automotive supplies

The Smart Behind Separations

PerkinElmer GC 2400 : La User Xperience (UX)

- **Connectivité Intelligente:**

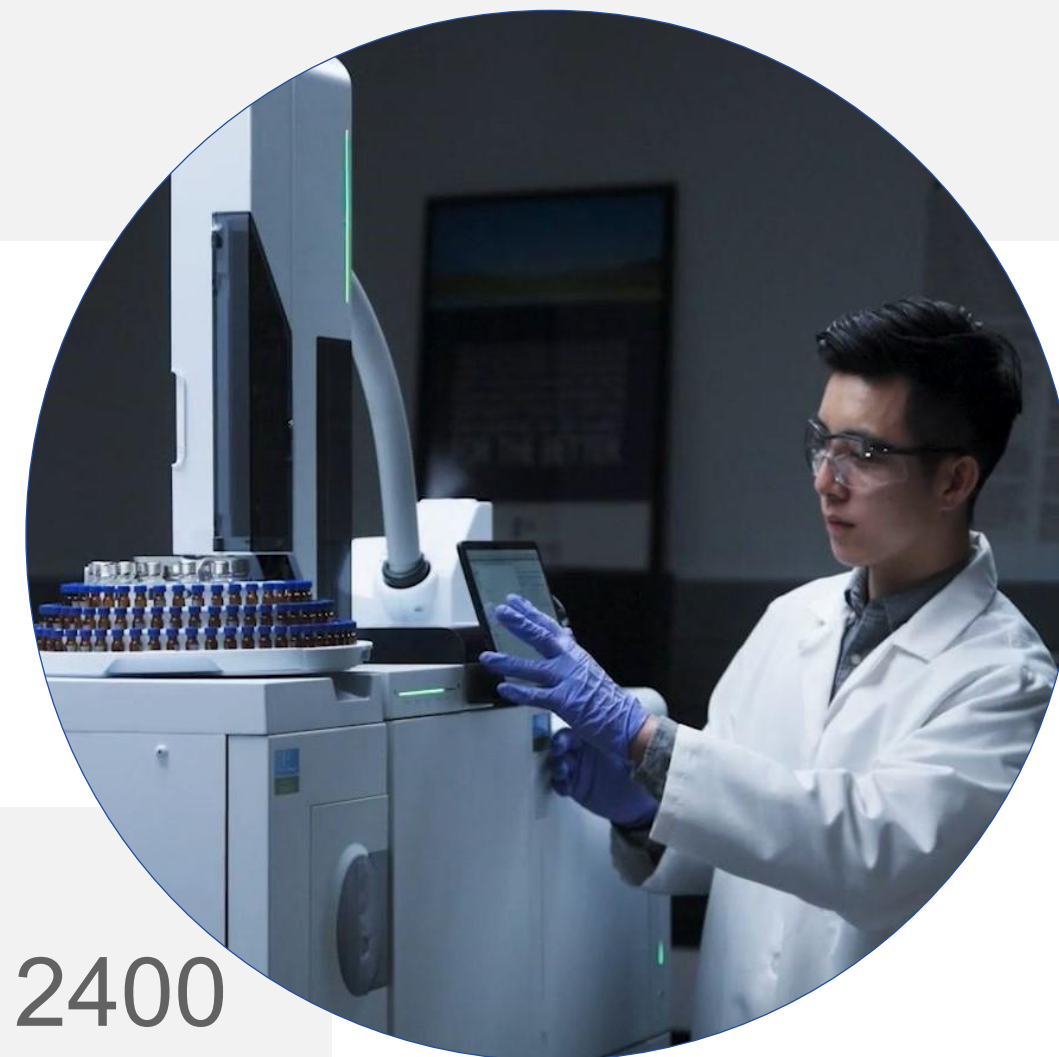
- Le premier GC du marché avec un **écran tactile détachable**
- **Connexion** du Passeur Liquide Plug and Play

- **Des opérations simplifiées:**

- Design modulaire unique du Passeur Liquide AS 2400 pour des hauts débits d'analyses et une flexibilité dans les applications
- **Communication améliorée** grâce à des LED de différentes couleurs et des sons personnalisables

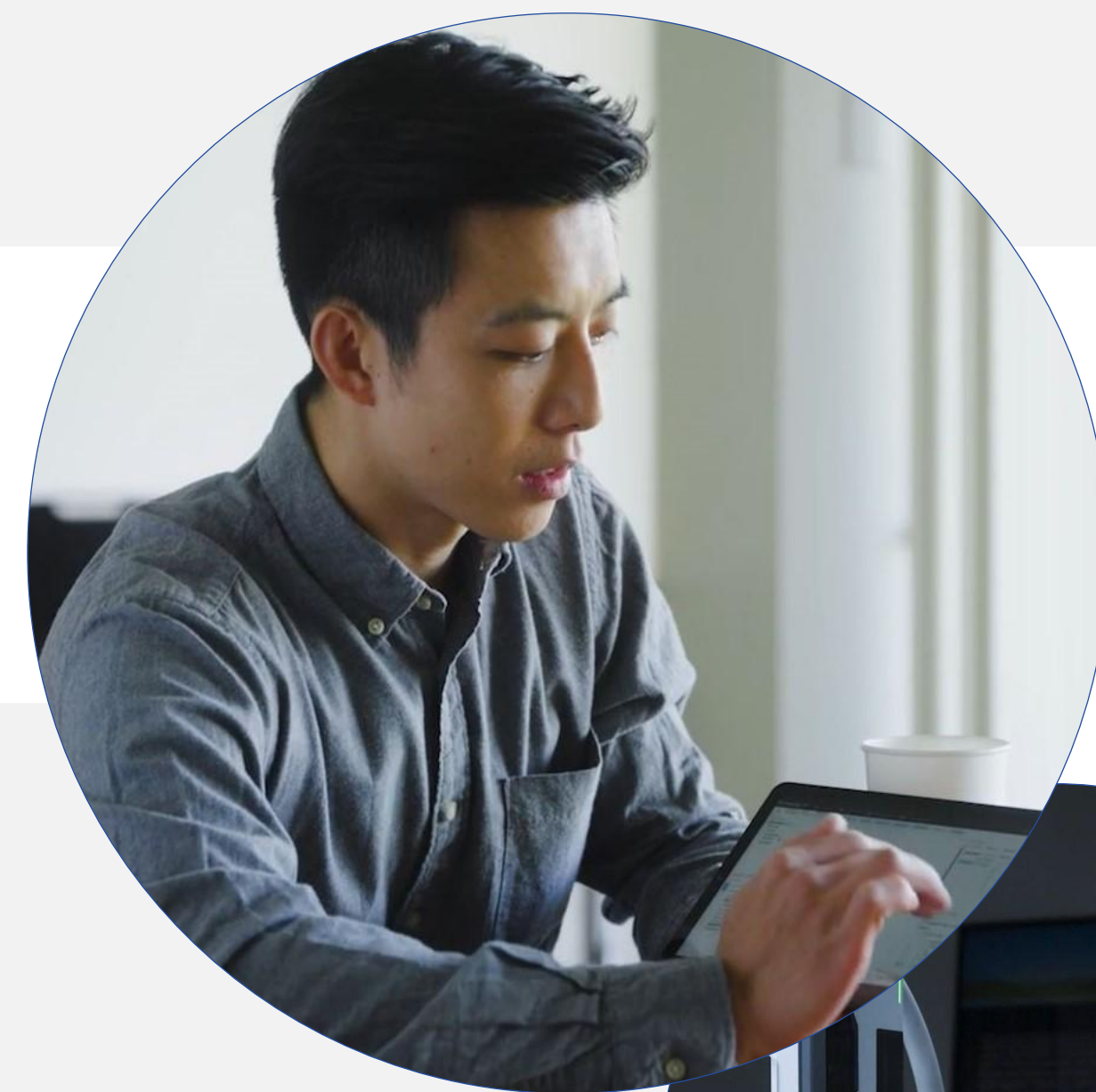
- **Développement Durable:**

- Programmation des consommations de gaz
- **Utilisation simple et sécurisé de l'H2** comme gaz vecteur pour le GC et l'HS



The Smart Behind Separations PerkinElmer Simplicity Vision

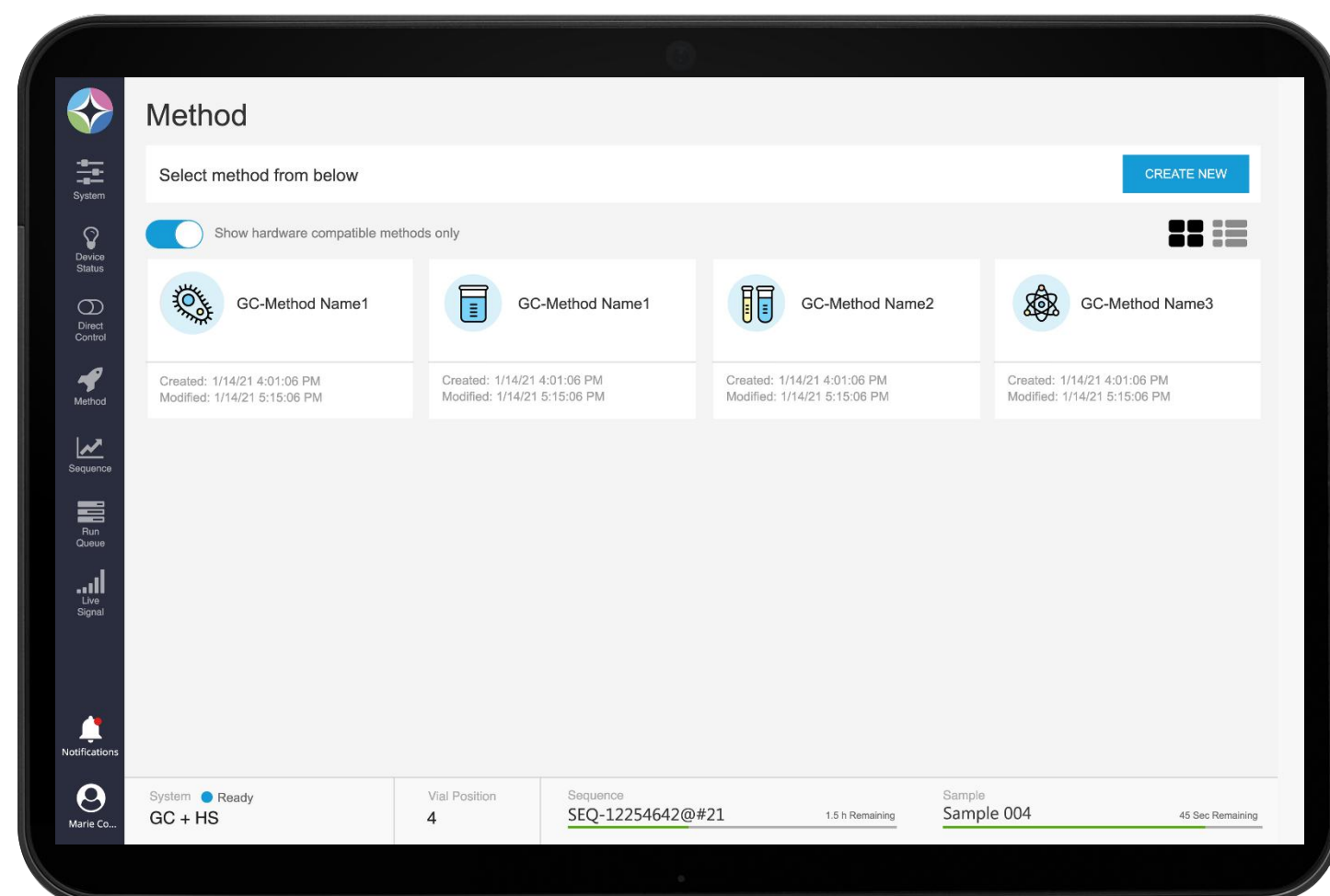
- **Information en temps réel** sur l'état de vos GC 2400 connectés à votre réseau interne
- **Interface Multi-instruments**
- **Possibilité de prendre la main** sur les systèmes (hors travail)



- **Accessible** de n'importe quel PC, PC portable et tablette
- **Page d'accueil**: vision globale de tous les systèmes connectés du laboratoire
- **Tracé en temps réel**: confirmation visuelle que les analyses se passent bien

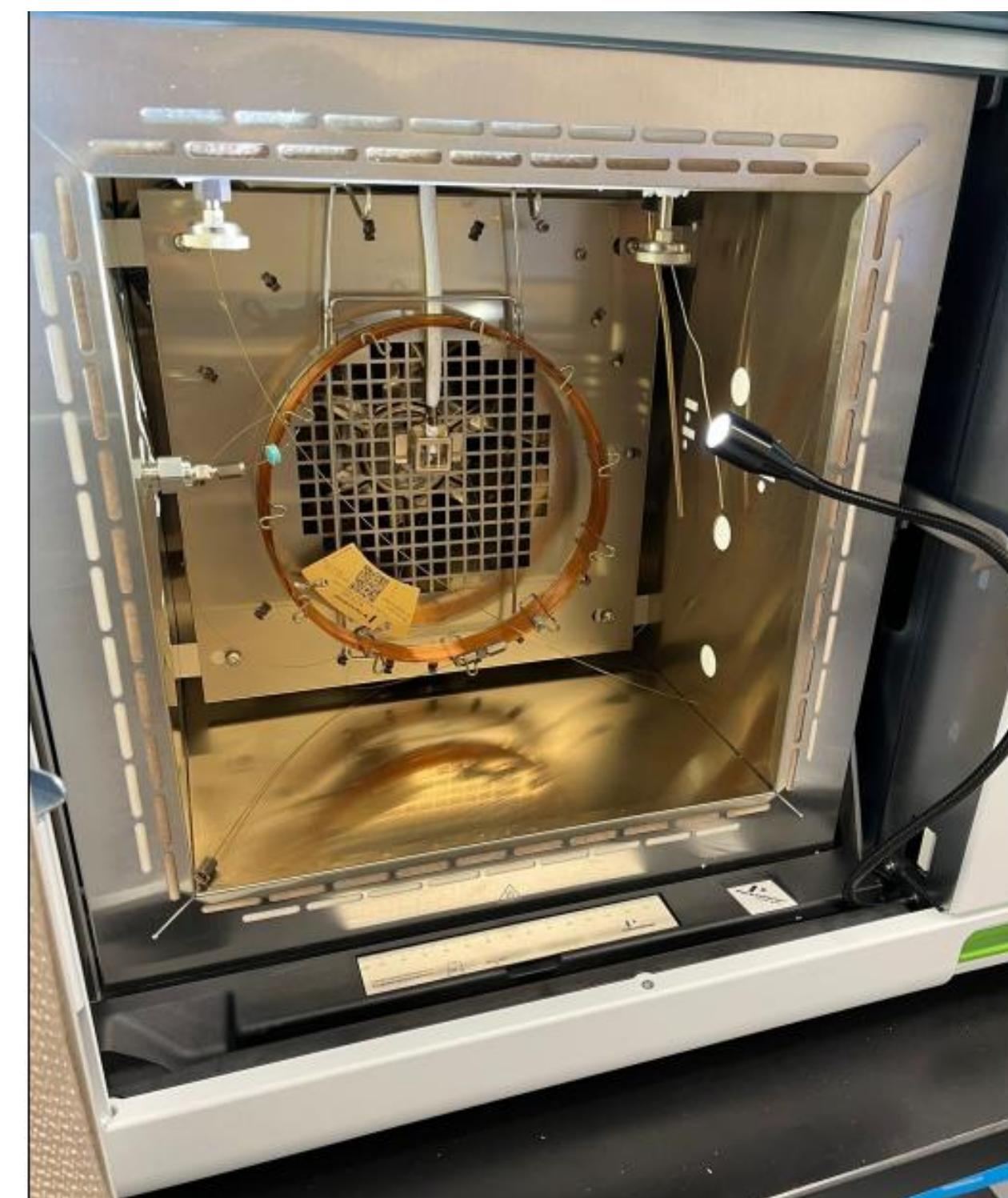
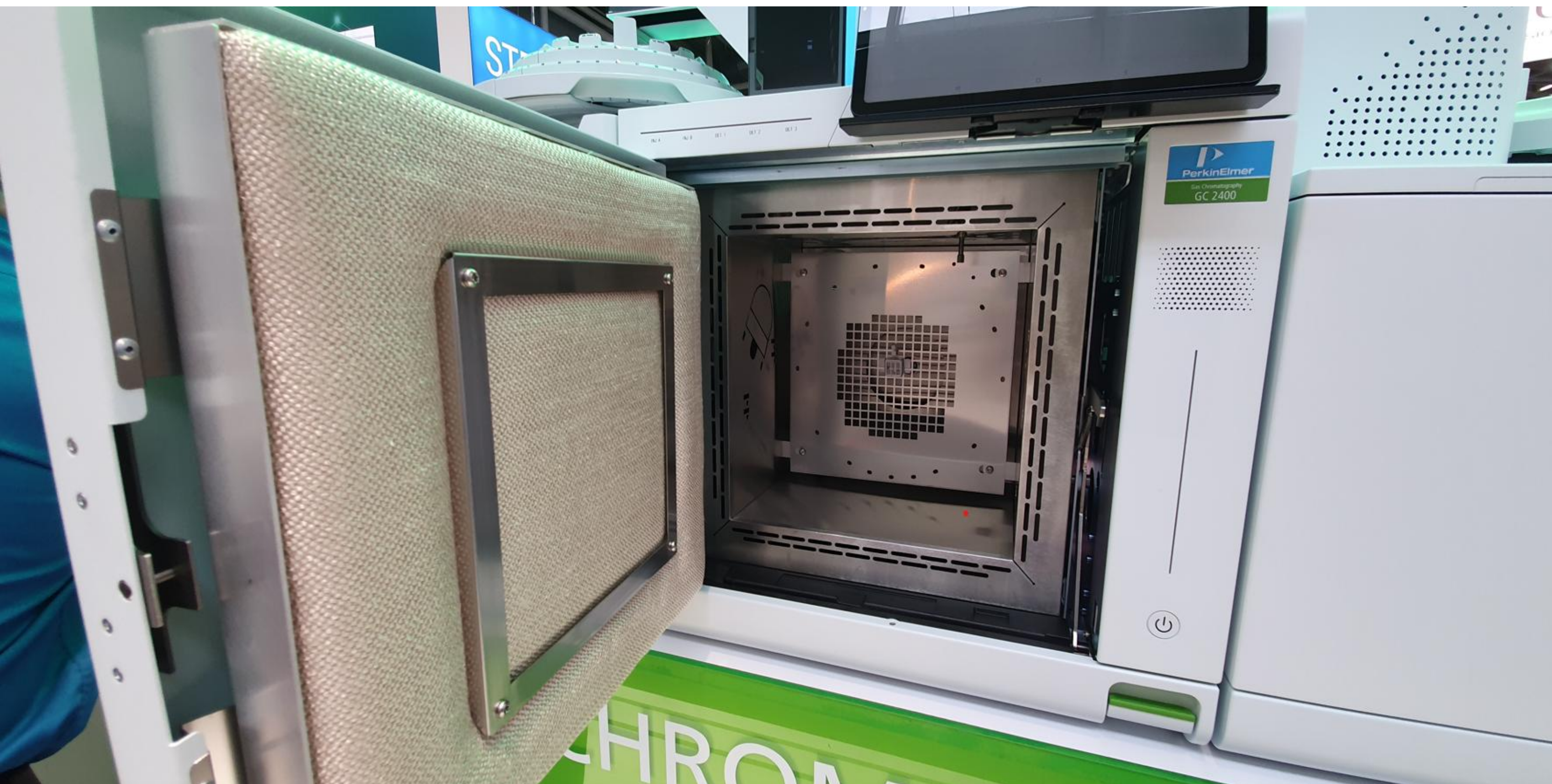


- **Tablette** : connectée au GC et HS ou en connexion wifi
- Evaluer l'état de préparation des instruments
- Vérifier les méthodes GC utilisées ainsi que l'avancement des séquences
- Possibilité d'arrêter la séquence en cas de dysfonctionnement
- Consultation des logs et menu Aide
- Parcourir les informations sur les consommables et les accessoires



Le Four du GC en détails

Four de grande capacité permettant l'installation de plusieurs colonnes capillaires
Eclairage intégré pour plus d'aisance lors du changement de colonnes



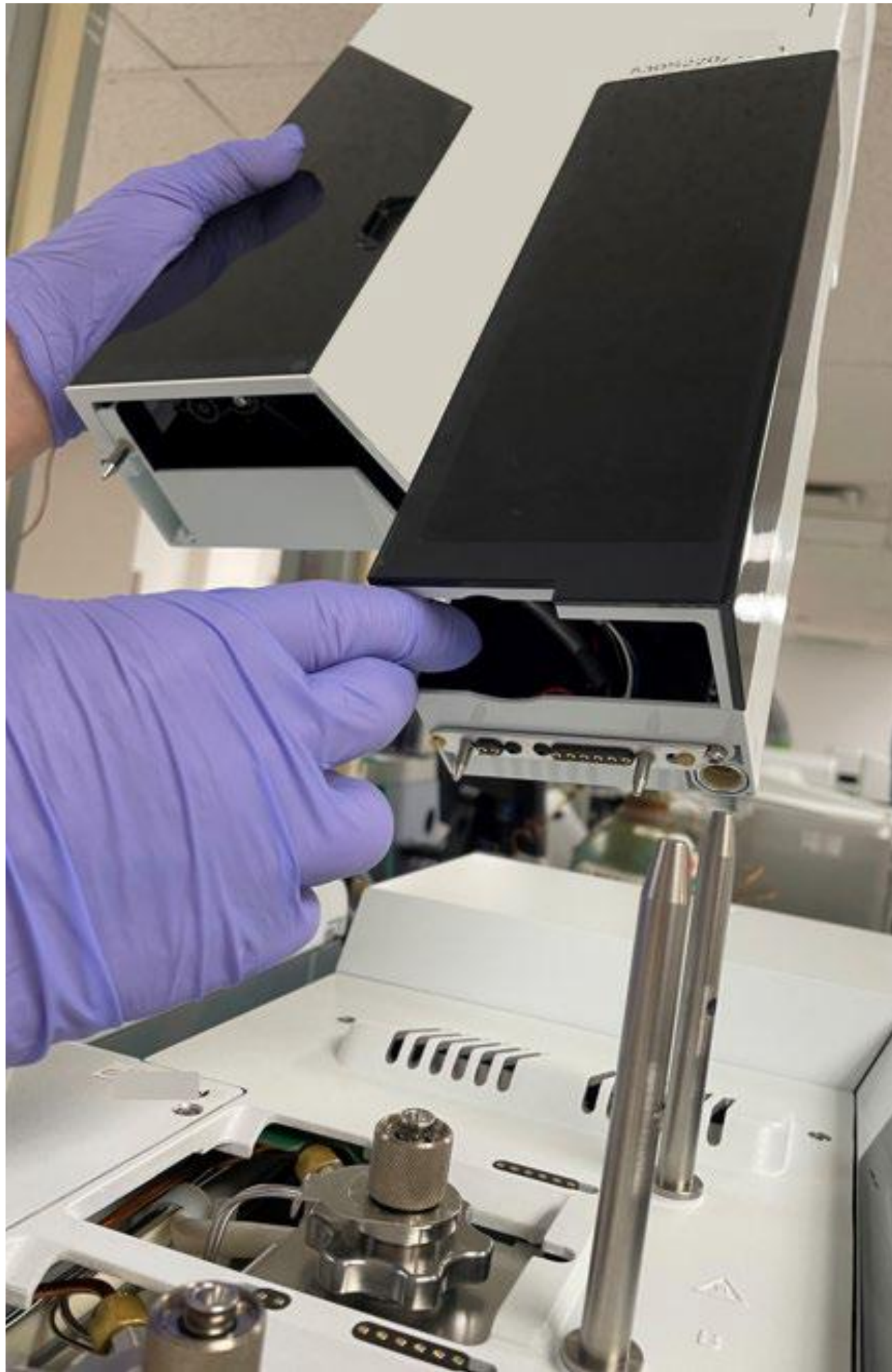
Connexion des colonnes simplifiée

Nouveaux écrous à serrage manuel

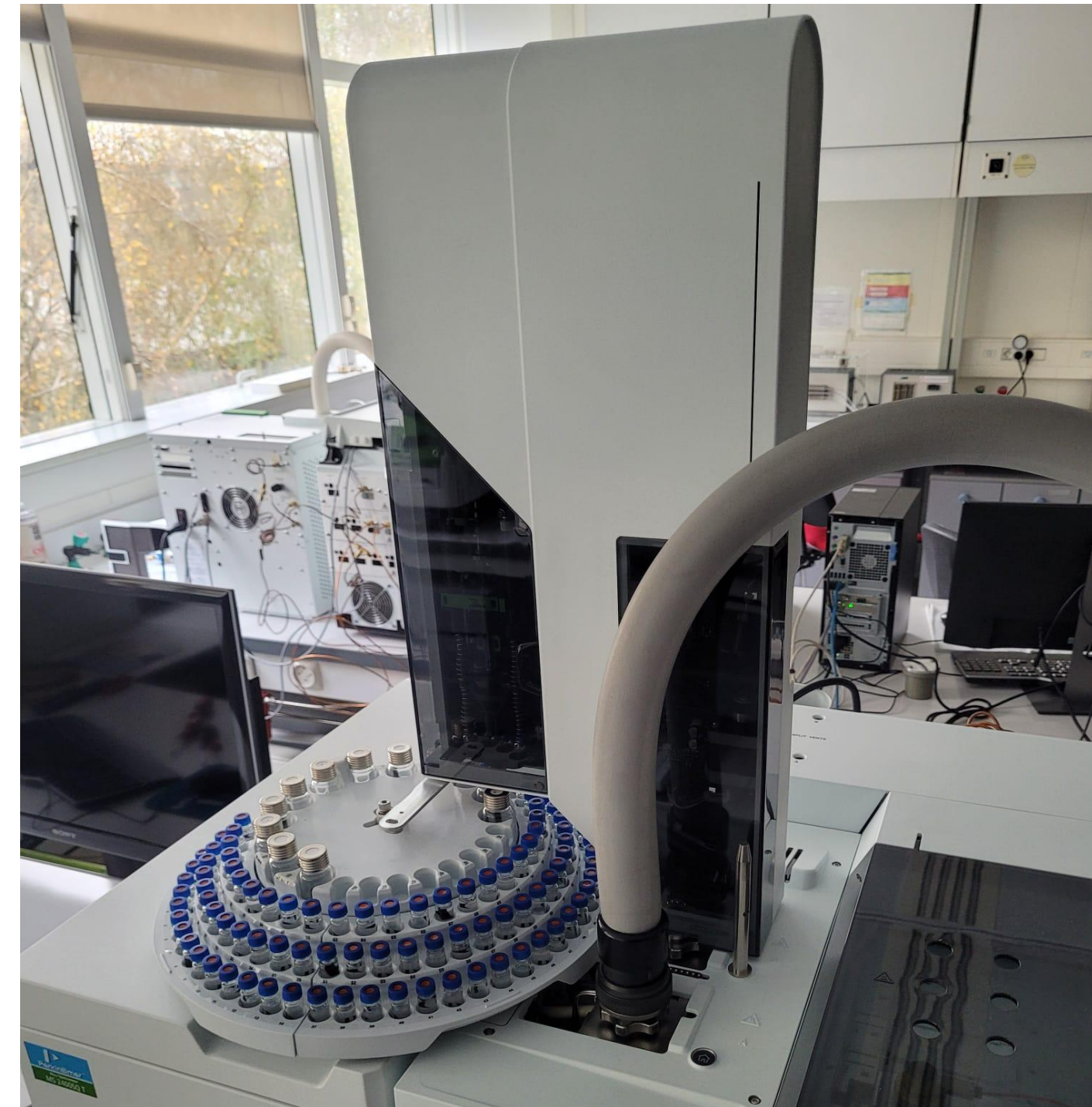


Passeur d'échantillons liquides : Conception flexible et évolutive

- Module plug and play – connexions instantanées
- Tourelle identique quelque soit la capacité du carroussel
- Possibilité de double injection simultanée



Cohabitation Passeur Liquides et HS 2400 sur le même CPG



Permet un enchainement automatiques de méthodes par injection liquide ou par Head Space

The Smart Behind Separations

Le nouveau système Head Space 2400 M

Intégration complète
dans
SimplicityChrom™
mais également dans
Empower

Pilotable sur le même écran
tactile que le GC

Prélèvement à Balance de
Pression

Carroussel 40 positions

Four 12 positions
Agitation – 10 vitesses
paramétrables



The Smart Behind Separations

PerkinElmer HS 2400 Headspace



- **Smart Connectivity:**
 - Communication entre le GC et l'HS intégrée au GC. Information sur l'état du système grâce à l'application Simplicity Vision.
 - **Comme pour le GC**, il est possible de paramétrer des LED et des sons spécifiques



- **Des opérations simplifiées:**
 - Prélèvement à Balance de Pression.
 - Contrôle de pression et de débit, idéale pour des injections HS directement sur la colonne
 - Four à bain d'air plutôt qu'un bloc métallique (meilleure répétabilité de thermostatisation)

- **Développement Durable:** Utilisation simple et sécurisée de l'H2 en gaz vecteur

But de l'analyse en Head Space

Apporter une solution analytique simplifiée face à des échantillons de nature complexe

Quiz : Quelle est la meilleure préparation d'échantillon ?

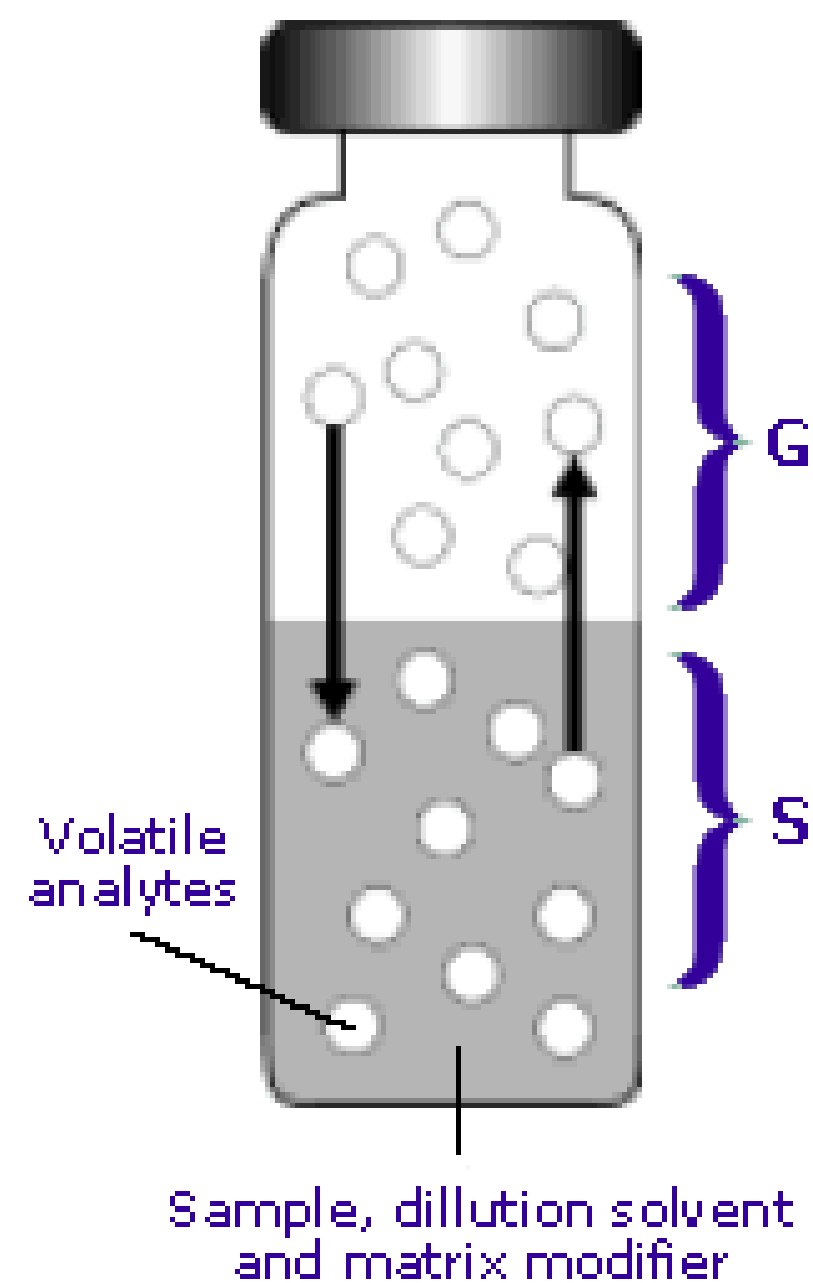
Pas de préparation !



Extraction par Headspace?

Comparativement à d'autres modes d'extractions :

Le mode Headspace est une technique qui utilise un gaz comme "solvant d'extraction"

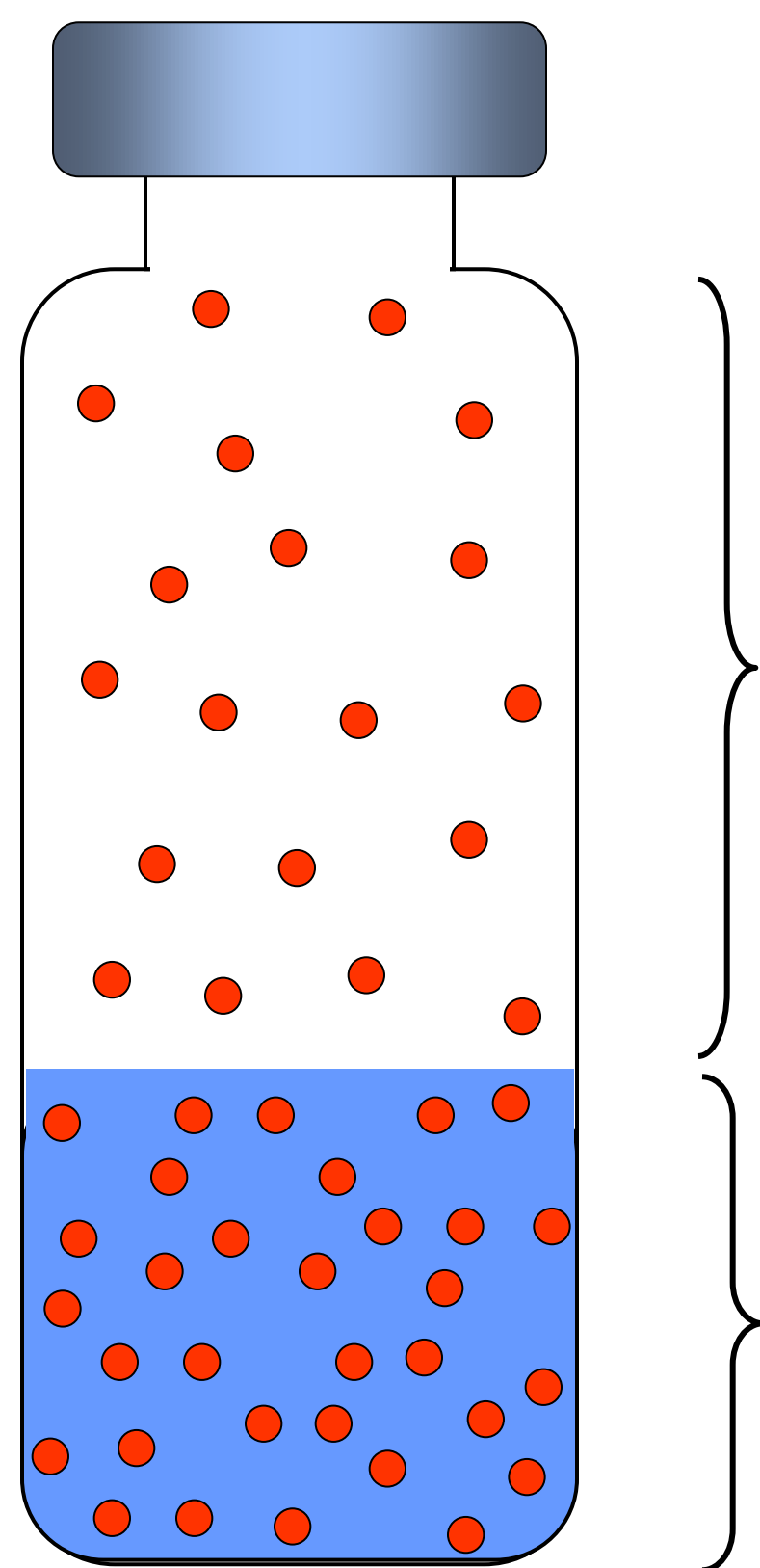


- Le gaz est un solvant idéal pour des composés volatils
- On peut agir sur les conditions favorisant le partage
- La solution gazeuse peut être directement analysée en CPG

Le coefficient de partage: K

Les analytes sont répartis entre les deux phases à l'équilibre

La valeur de K est proportionnelle à l'affinité du composé avec la phase liquide



$$K = CS / CG$$

CS : Concentration Sample (liquide)

CG : Concentration dans le gaz

Phase Gaz = Headspace = G (gas)

Phase Liquide = S (sample)

Mise en oeuvre Analyse en Headspace Statique

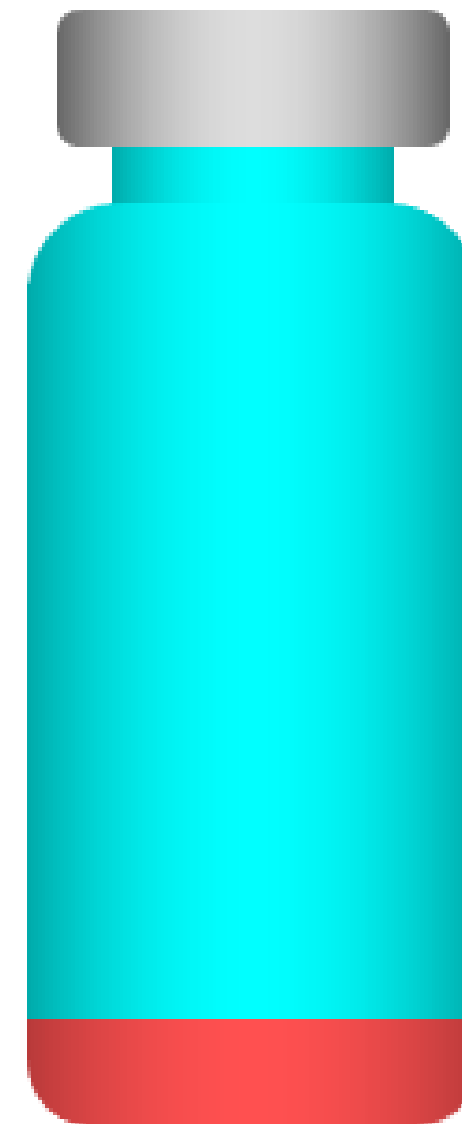
Vial d'échantillon serti comprenant :

- ▮ Vial en verre de 22mL à sertir ou à vis
- ▮ Bouchon en Aluminium
- ▮ Etoile en Aluminium (sertis)
- ▮ Septum (PTFE/Silicone)

PLUS

L'échantillon

Liquide – Solide - Poudre



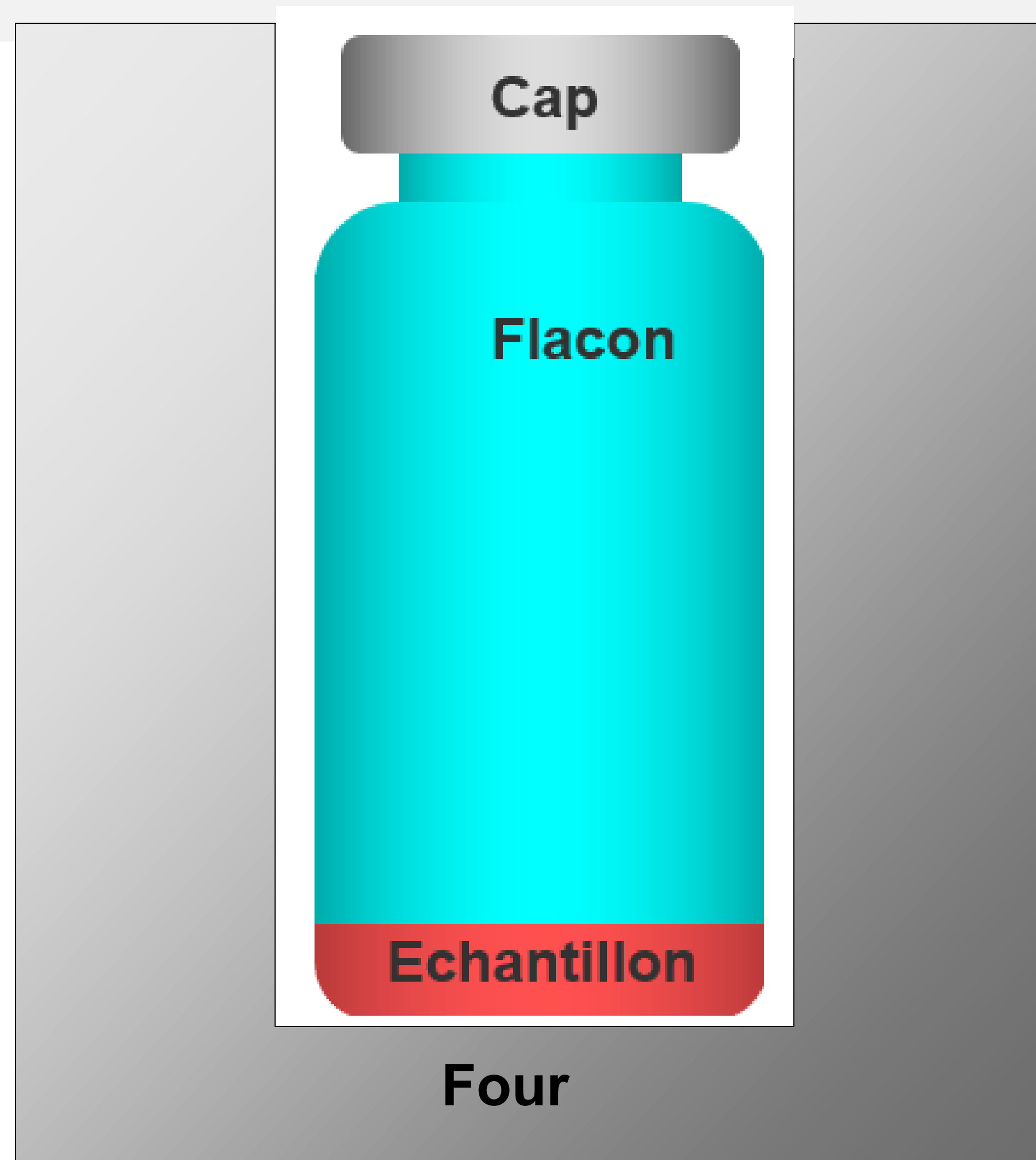
Principe général

- Prise du flacon
- Ajout d'échantillon
- Sertissage étanche



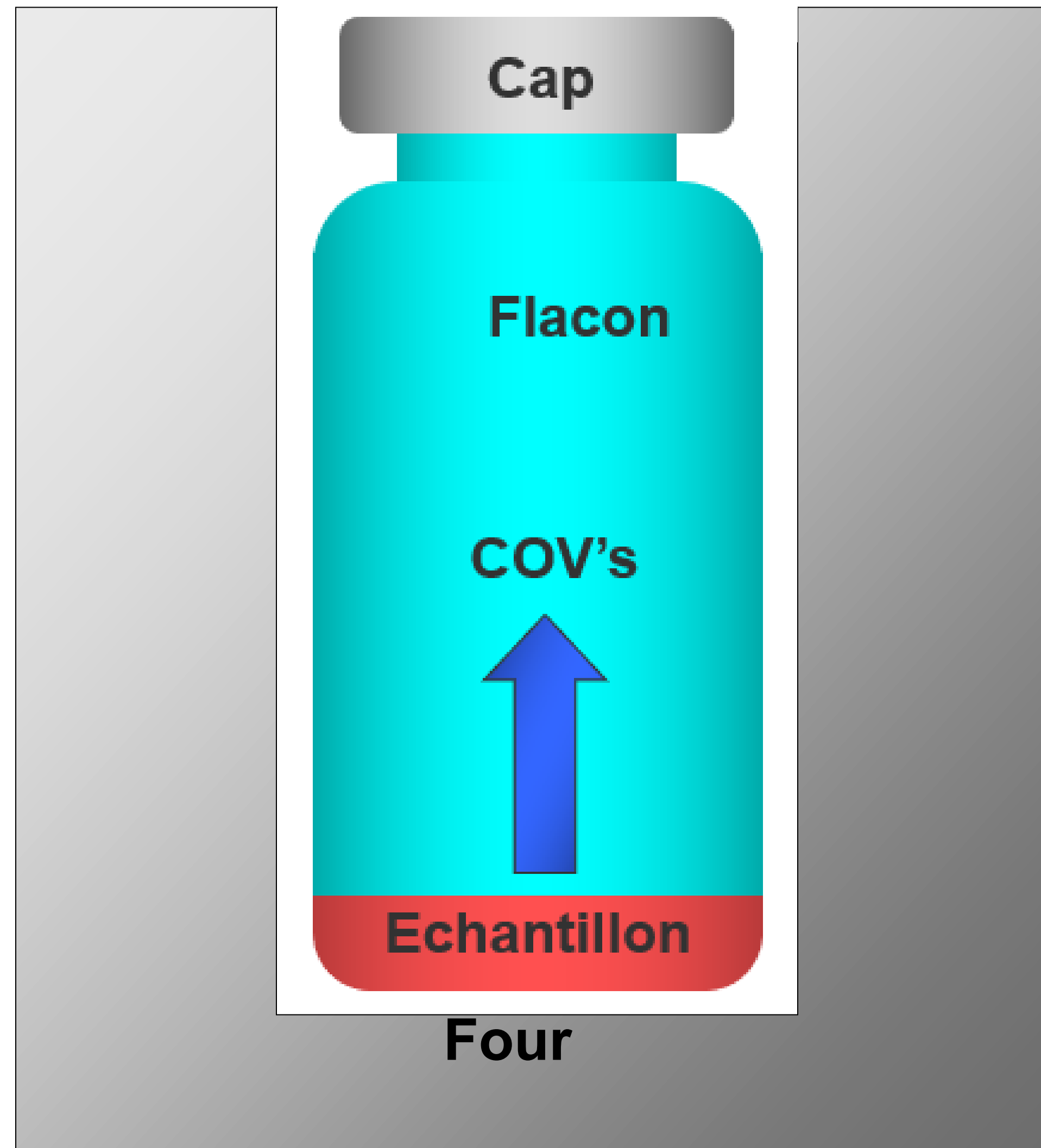
Principe général

- Prise du flacon
- Ajout d'échantillon
- Sertissage
- Thermostatisation



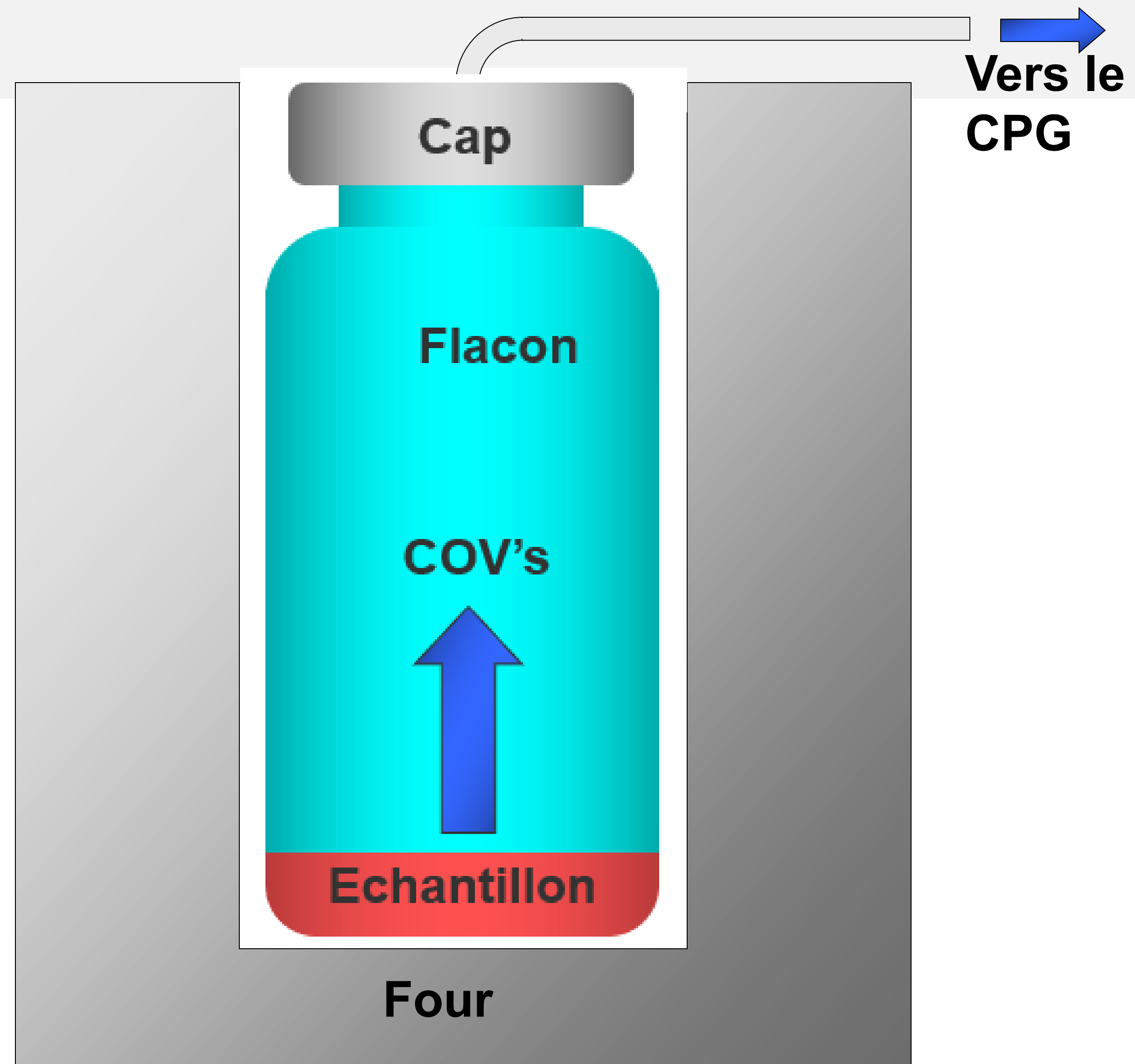
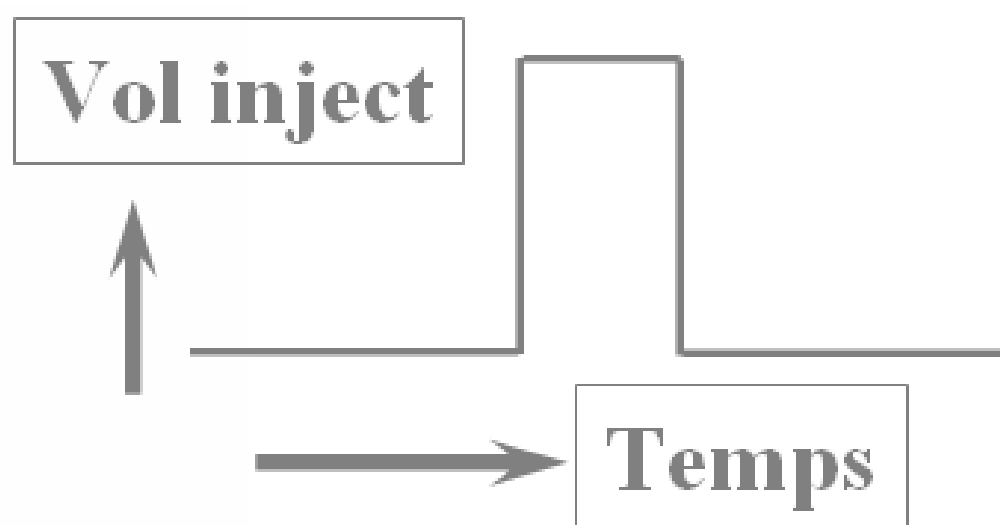
Principe général

- Prise du flacon
- Ajout d'échantillon
- Sertissage
- Thermostatisation
- Equilibre



Principe général

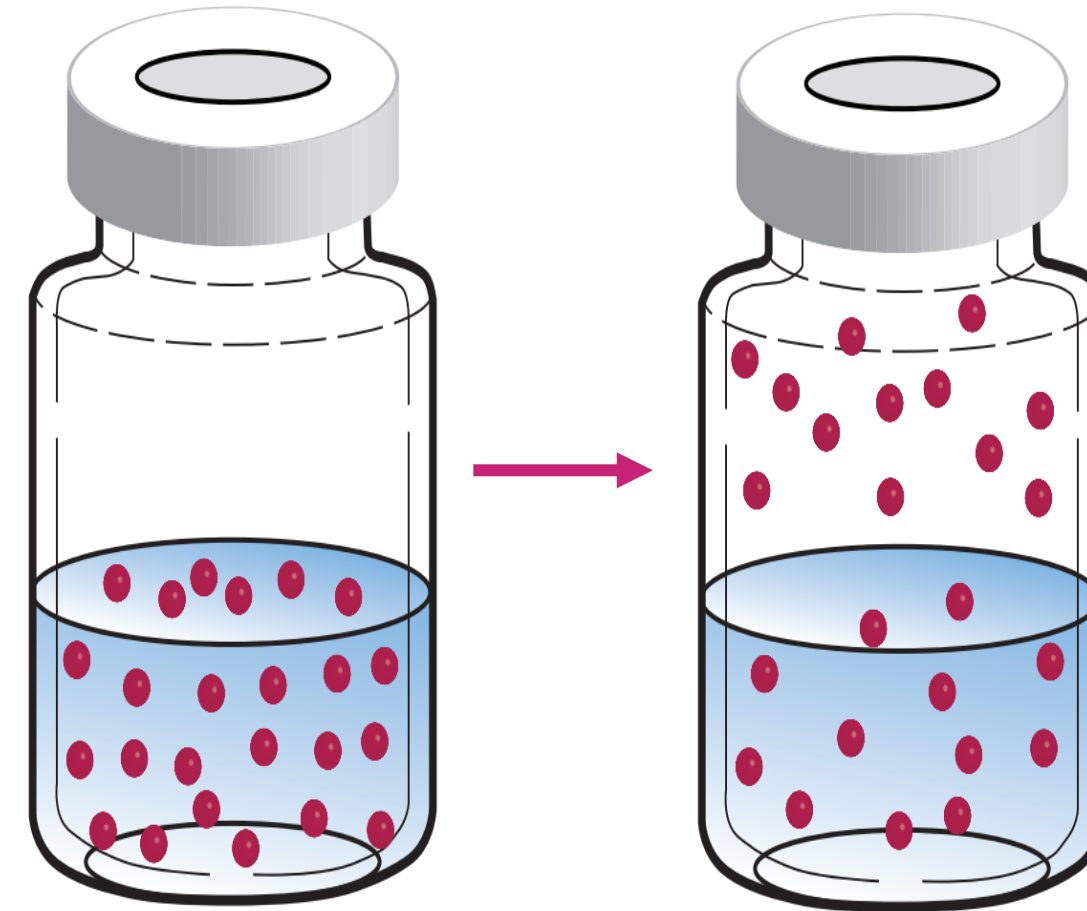
- Prise du flacon
- Ajout d'échantillon
- Sertissage
- Thermostatisation
- Equilibre
- Injection



Les modes d'injection en Head Space (dans le CPG)

Technique d'extraction

- Séparer les composés volatils d'une matrice non-volatile



+ Volume d'injection variable

+ Peu couteux

- Variations de Température

- Gamme de t° réduite

- Variation de Pression

- Variabilité Humaine

- Discrimination à l'injection

- RSD forts: Mauvaises répétabilités

Modes d'injection de la fraction HS vers le GC

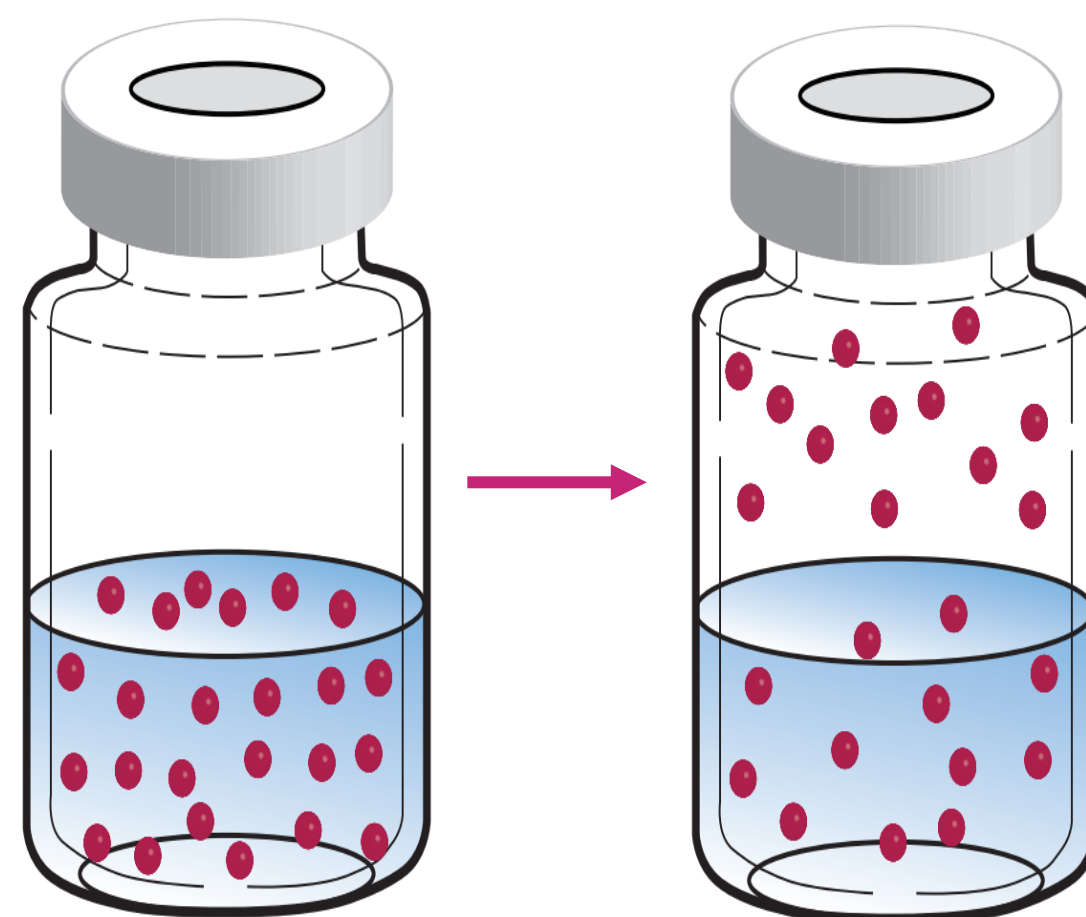
1. Injection manuelle par seringue à gaz
2. Injection automatisée par seringue à gaz
3. Injection par système à boucle
4. Injection par le Prélèvement à Balance de Pression



Les modes d'injection en Head Space

Technique d'extraction

- Séparer les composés volatils d'une matrice non-volatile



Mode d'injection de la fraction HS vers le GC

1. Injection manuelle par seringue à gaz
2. **Injection automatisée par seringue à gaz**
3. Injection par système à boucle
4. Injection par le Prélèvement à Balance de Pression



+ Choix mode Injection Liq /HS

+ Volume d'injection variable

- Variation de Température

- Variation de Pression

- Discrimination à l'injection

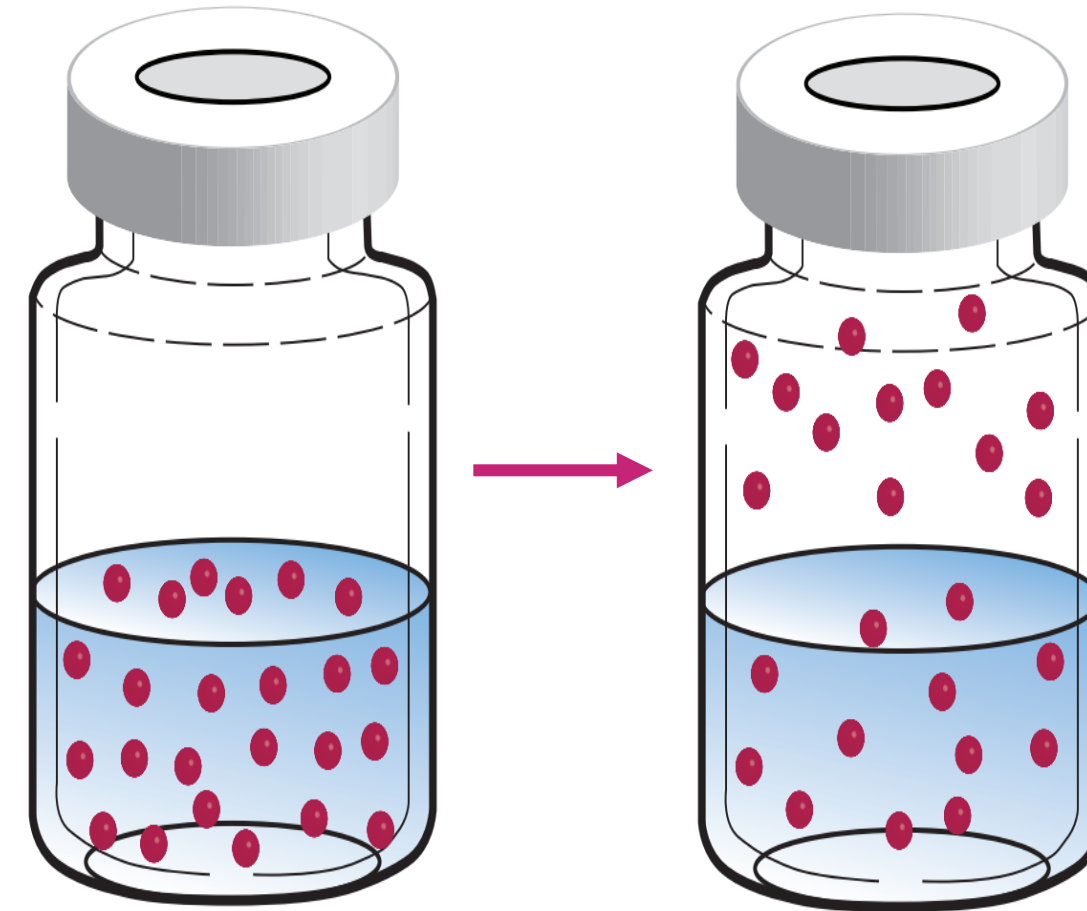
- RSD forts: Mauvaises répétabilités



Les modes d'injection en Head Space

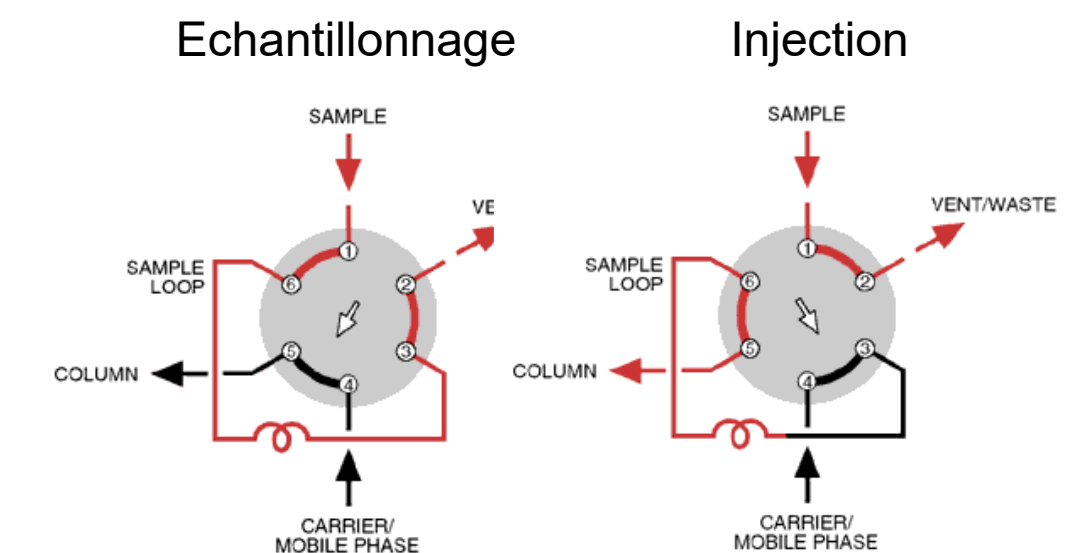
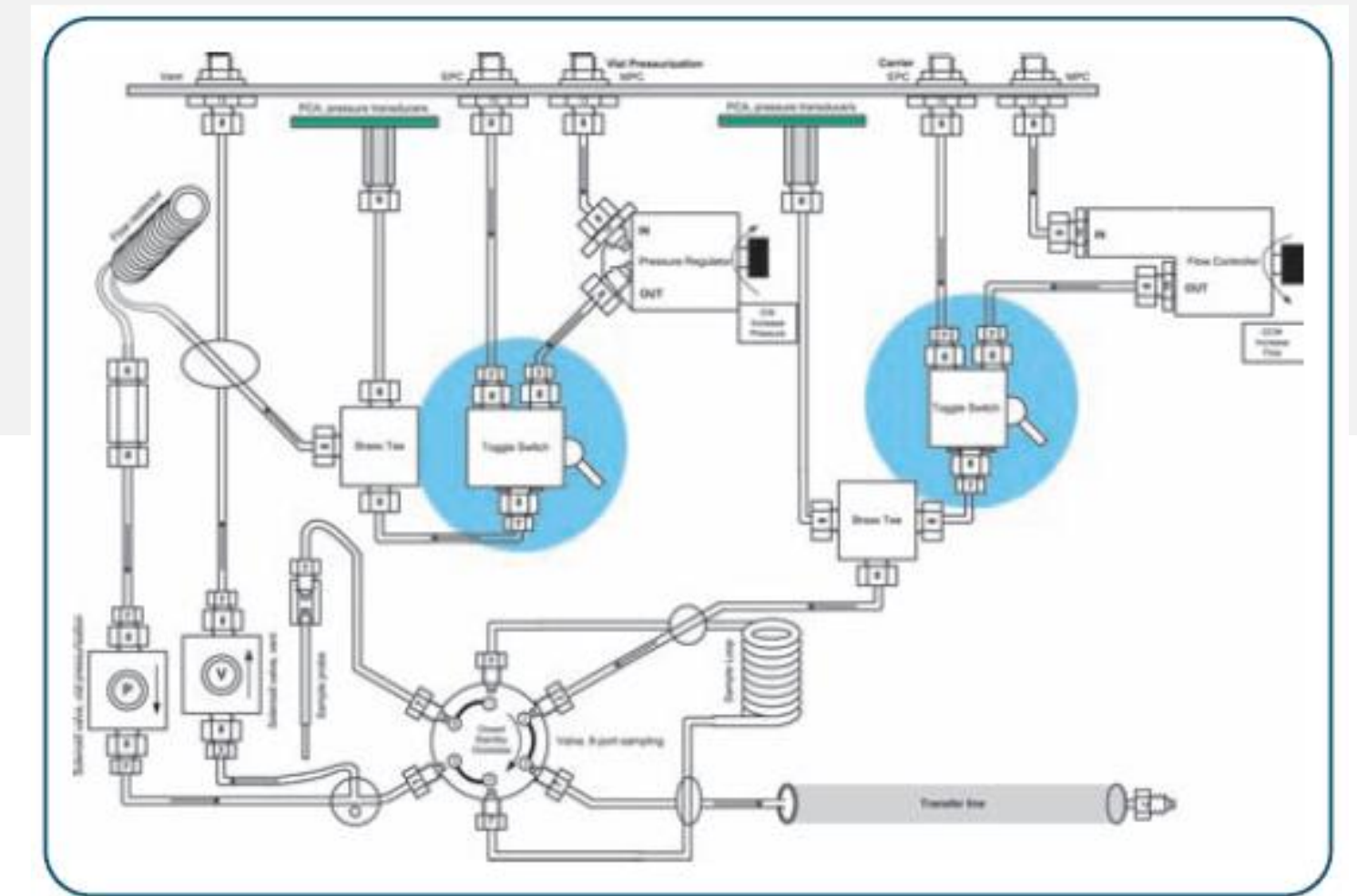
Technique d'extraction

- Séparer les composés volatils d'une matrice non-volatile



Mode d'injection de la fraction HS vers le GC

1. Injection manuelle par seringue à gaz
2. Injection automatisée par seringue à gaz
- 3. Injection par système à boucle**
4. Injection par le Prélèvement à Balance de Pression

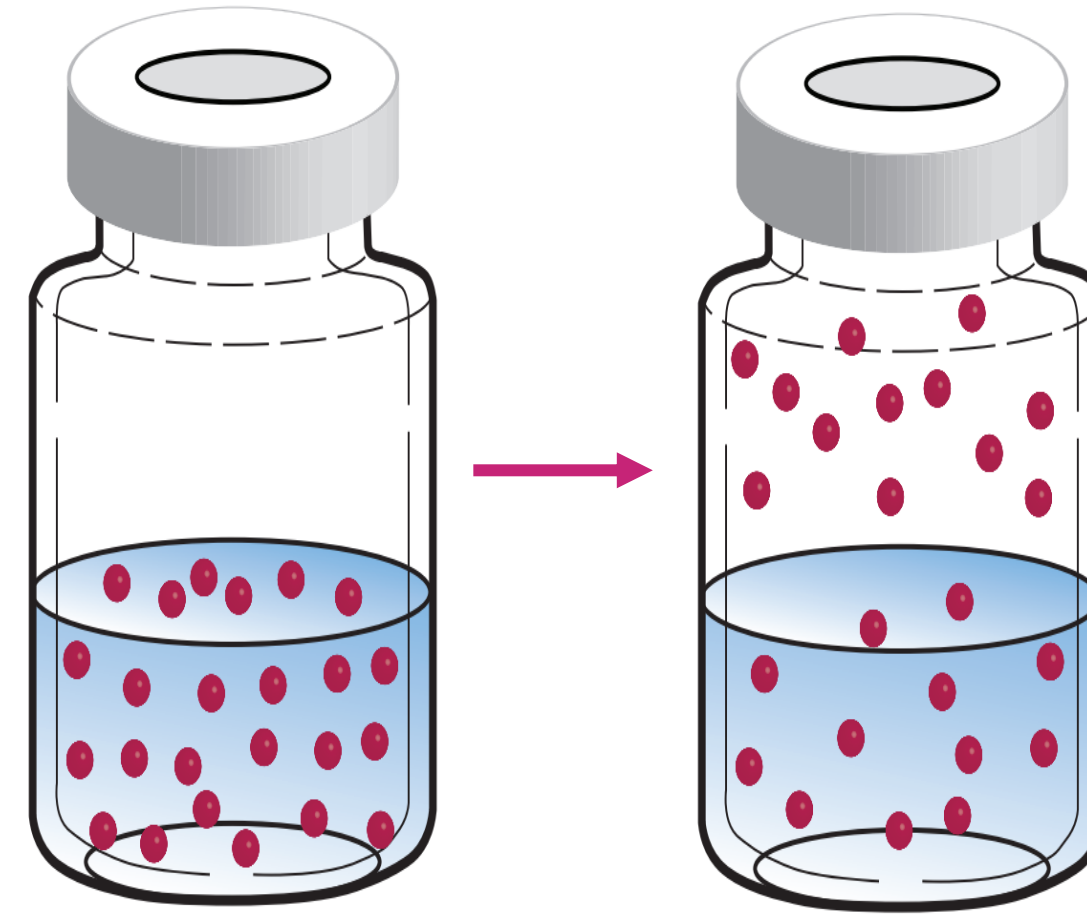


- + Complètement automatisé
- + Meilleur répétabilité que la seringue à gaz
- + Boucle d'injection calibrée
- + Peut être chauffé plus fort qu'une seringue
- Circuit d'échantillon plus complexe
- Risques de pollution pour molécules polaires
- Taux de maintenance plus important
- Volume d'injection fixe

Les modes d'injection en Head Space

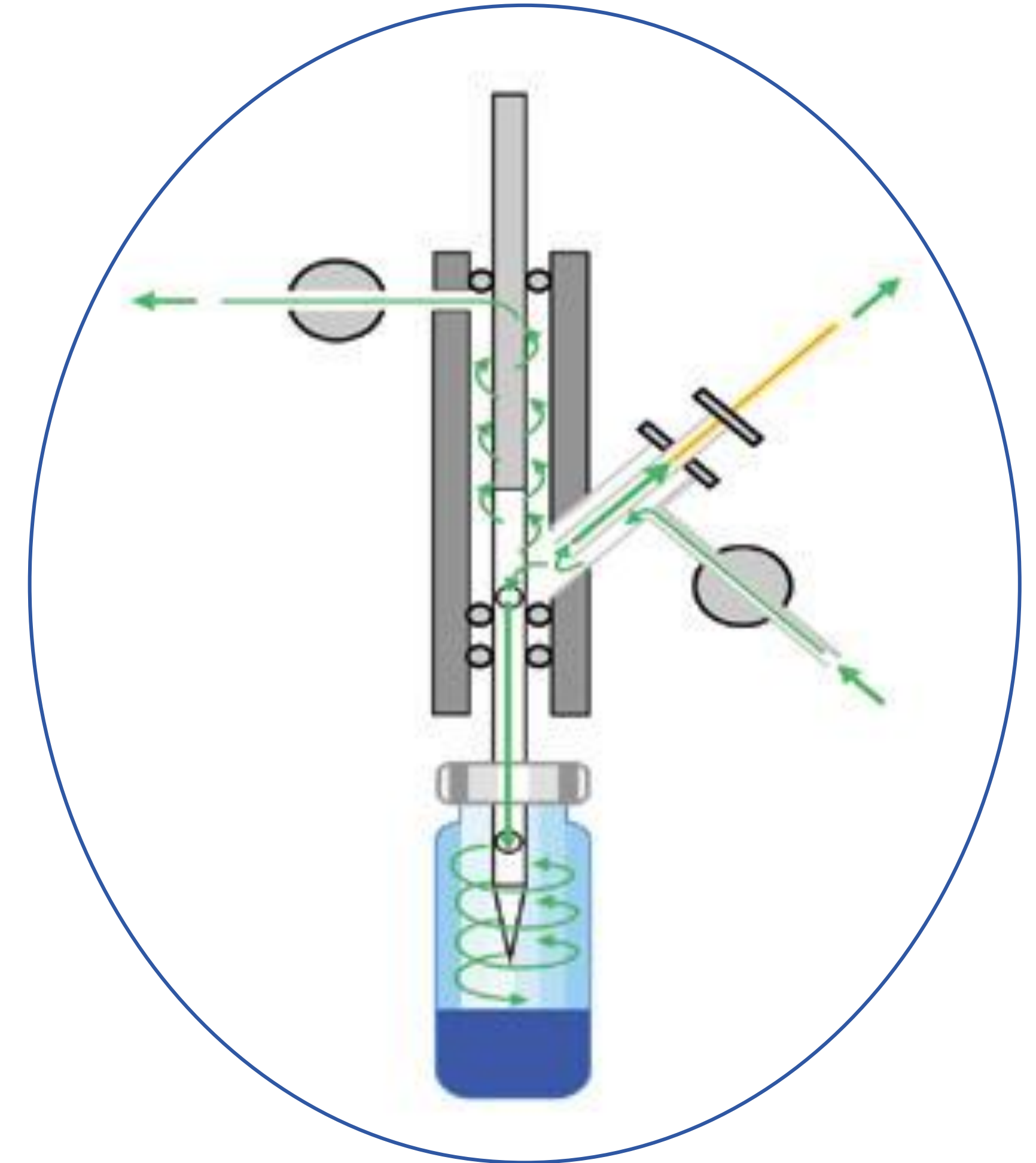
Technique d'extraction

- Séparer les composés volatils d'une matrice non-volatile



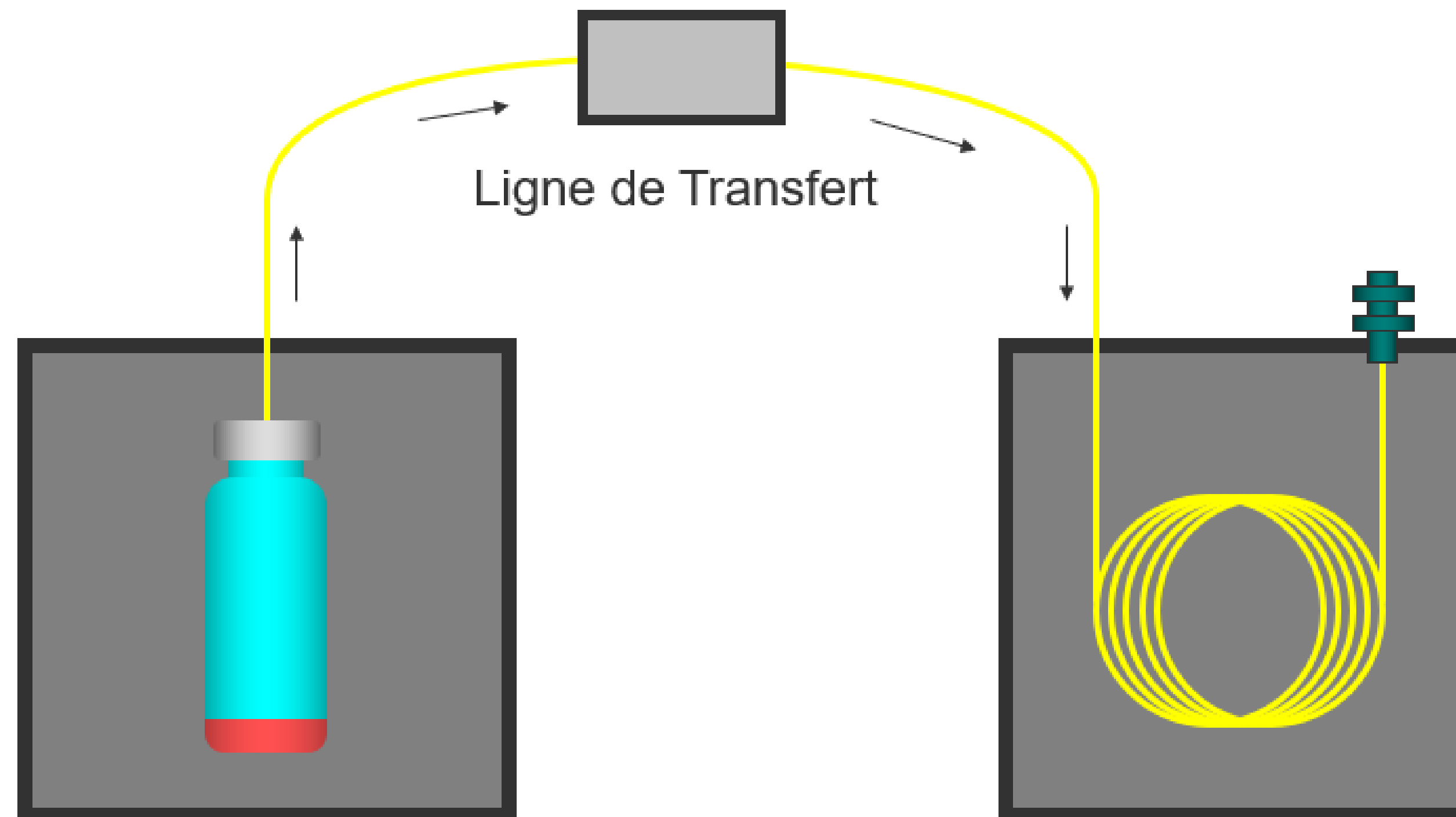
Mode d'injection de la fraction HS vers le GC

1. Injection manuelle par seringue à gaz
2. Injection automatisée par seringue à gaz
3. Injection par système à boucle
4. Injection par le Prélèvement à Balance de Pression™



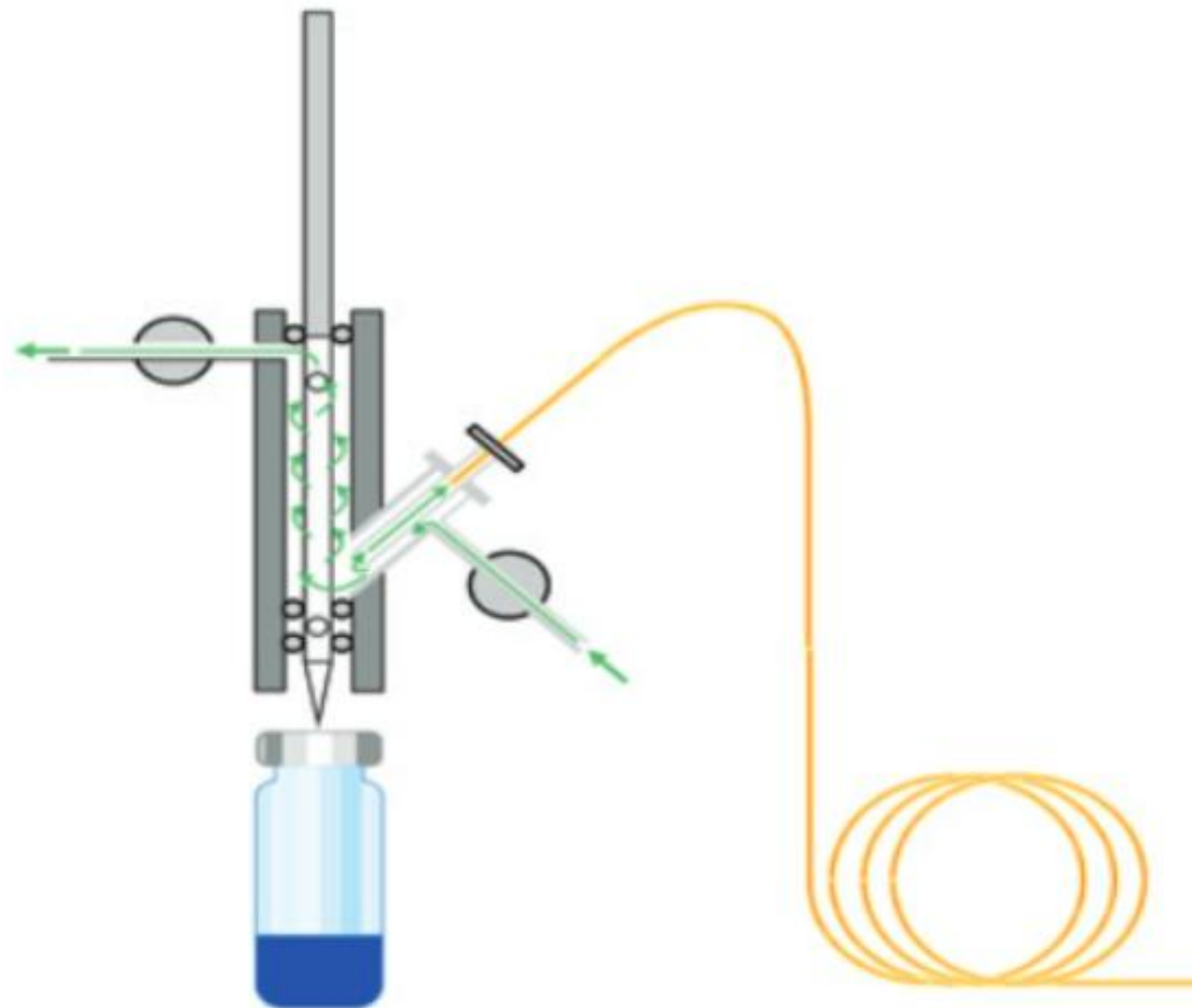
Transfert de la fraction volatile vers la colonne par B P S

Le transfert des échantillons volatils du vial vers le GC se fait par:
Prélèvement à Balance de Pression
Protégé par un Brevet International



Le Prélèvement à Balance de Pression : Brevet PerkinElmer

Thermostatisation

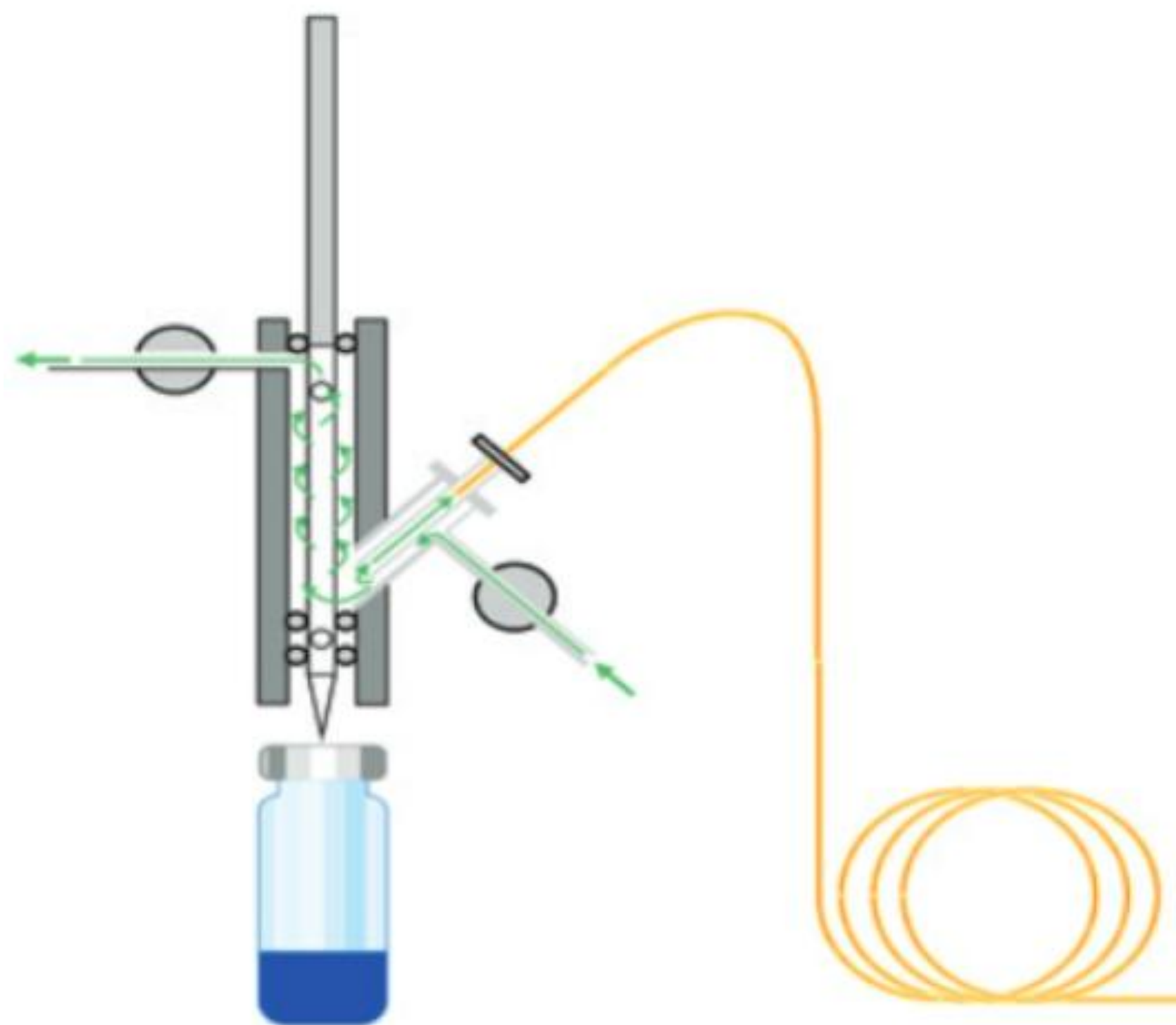


Thermostatisation :

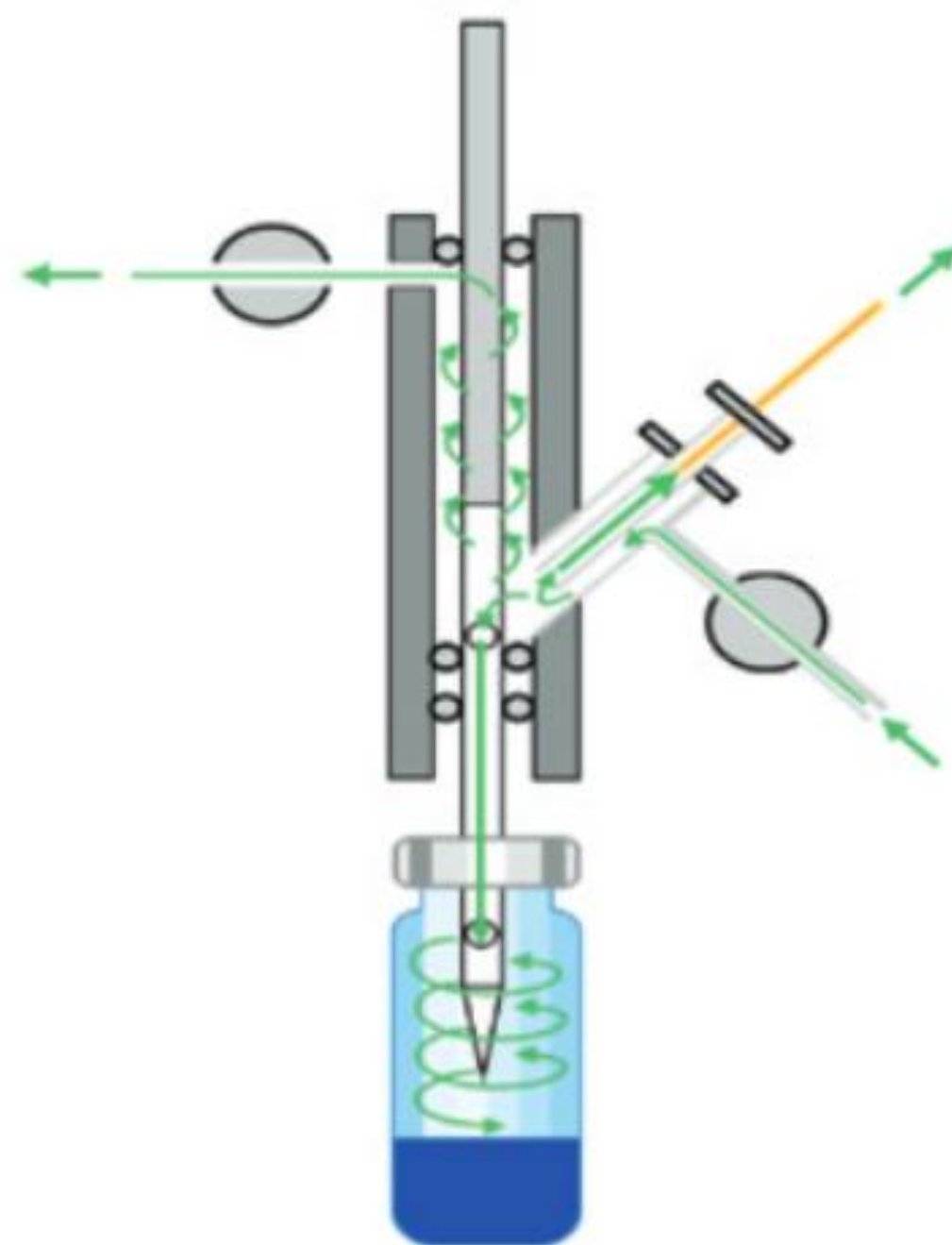
- Balayage interne et externe de l'aiguille
- Limite les contaminations croisées
- Minimise le volume mort
- A l'équilibre atteint, la pression du vial est inconnue

Le Prélèvement à Balance de Pression : Brevet PerkinElmer

Thermostatisation



Pressurisation

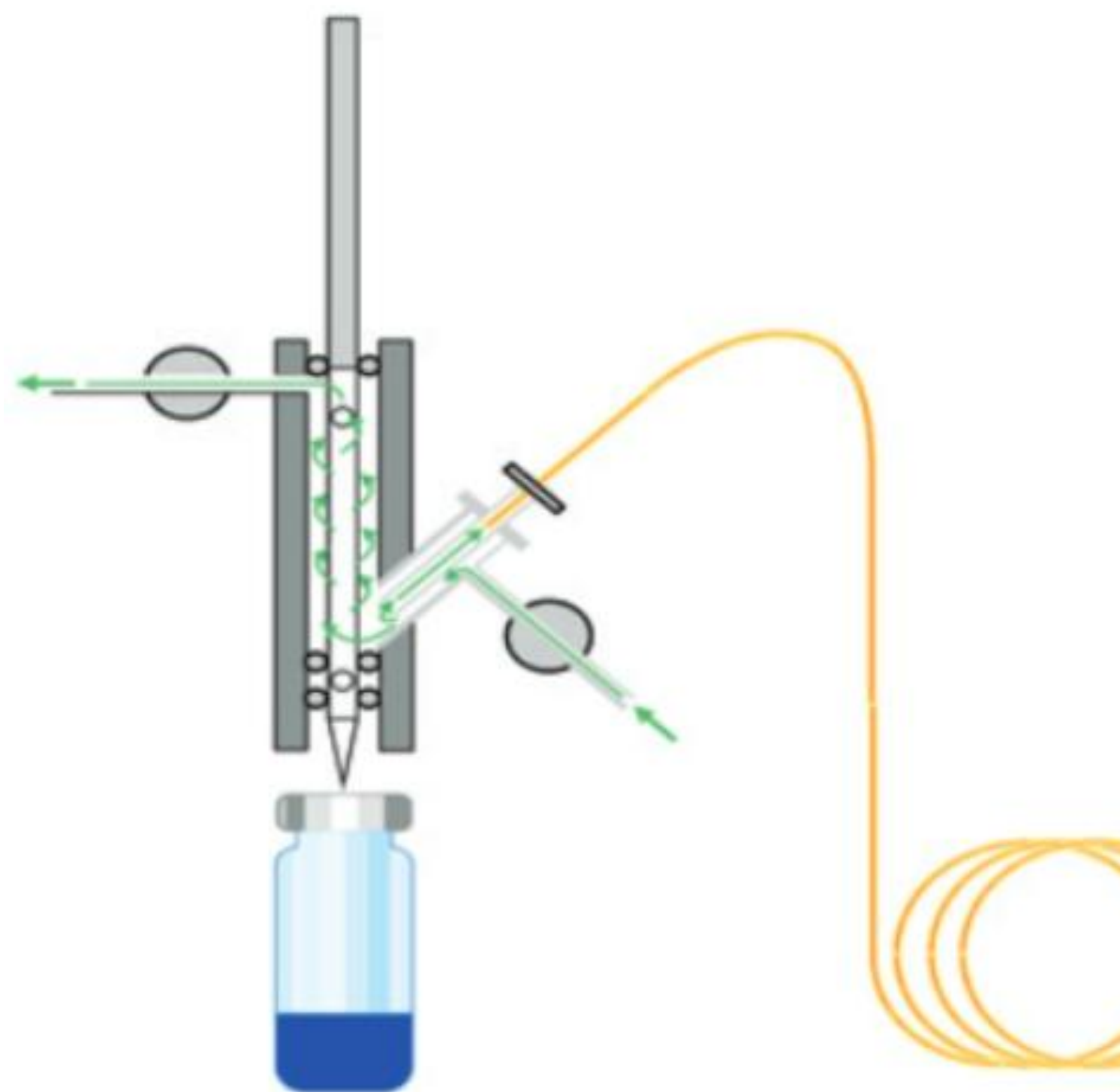


Pressurisation :

- Aiguille chauffée perce le septum et entre dans le vial
- Le vial est pressurisé à une pression connue, maîtrisée et répétable dans le temps

Le Prélèvement à Balance de Pression : Brevet PerkinElmer

Thermostatisation

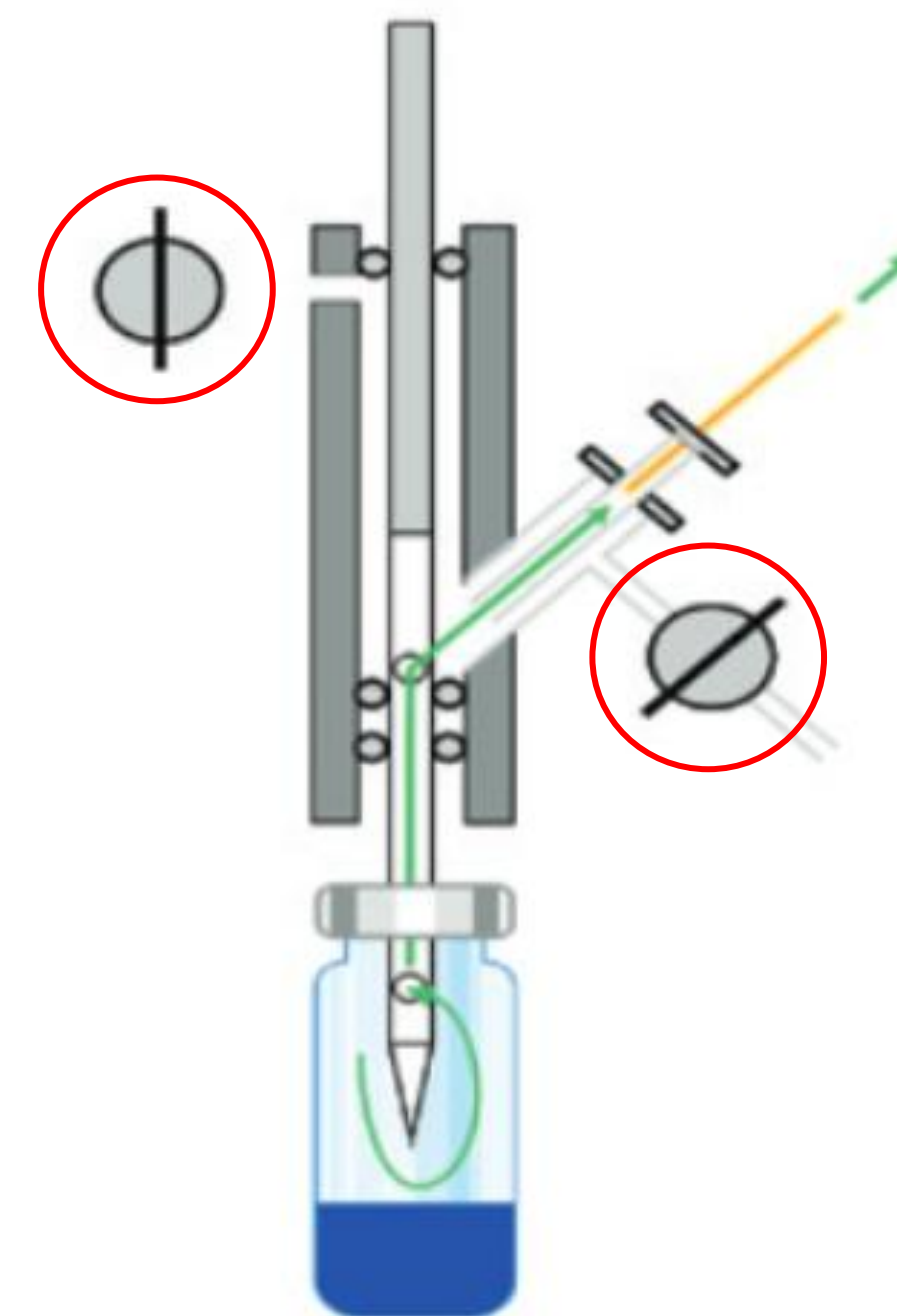


Pressurisation

Injection :

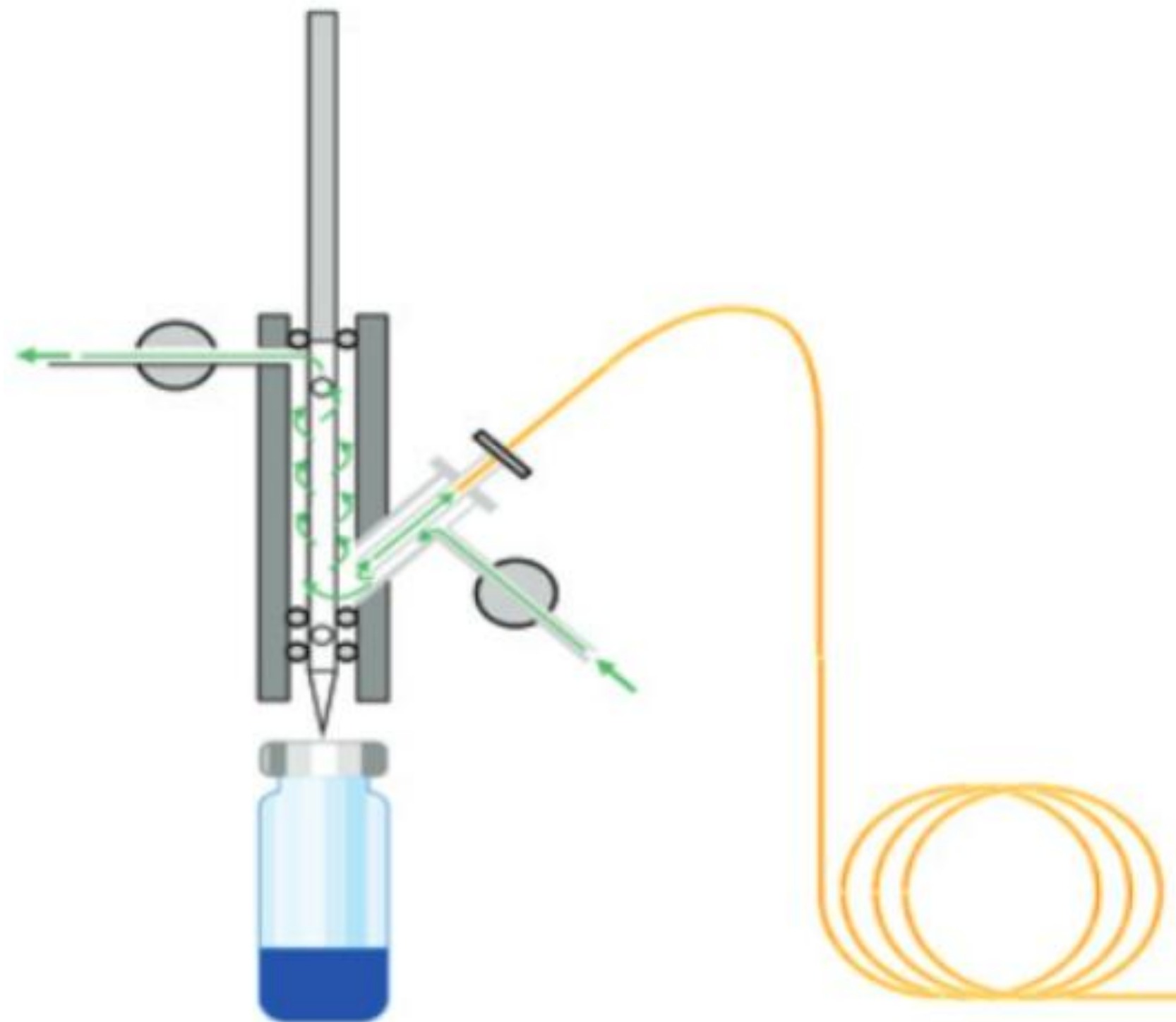
- Fermeture des vannes
- Le vial devient source de gaz vecteur
- L'échantillon est instantanément transféré sous pression vers la colonne
- Injection volume variable : fonction du temps de fermeture des vannes

Injection

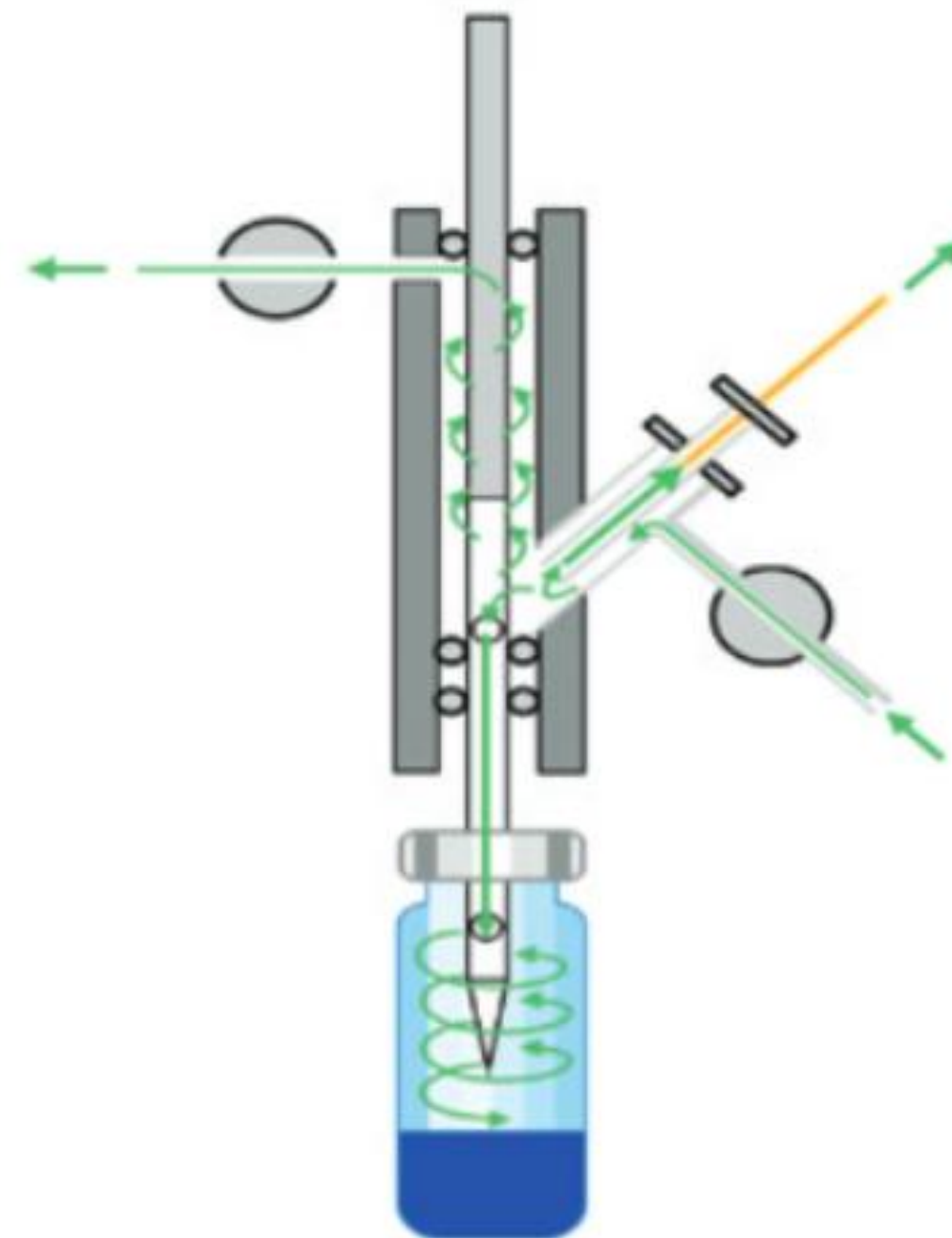


Le Prélèvement à Balance de Pression : Brevet PerkinElmer

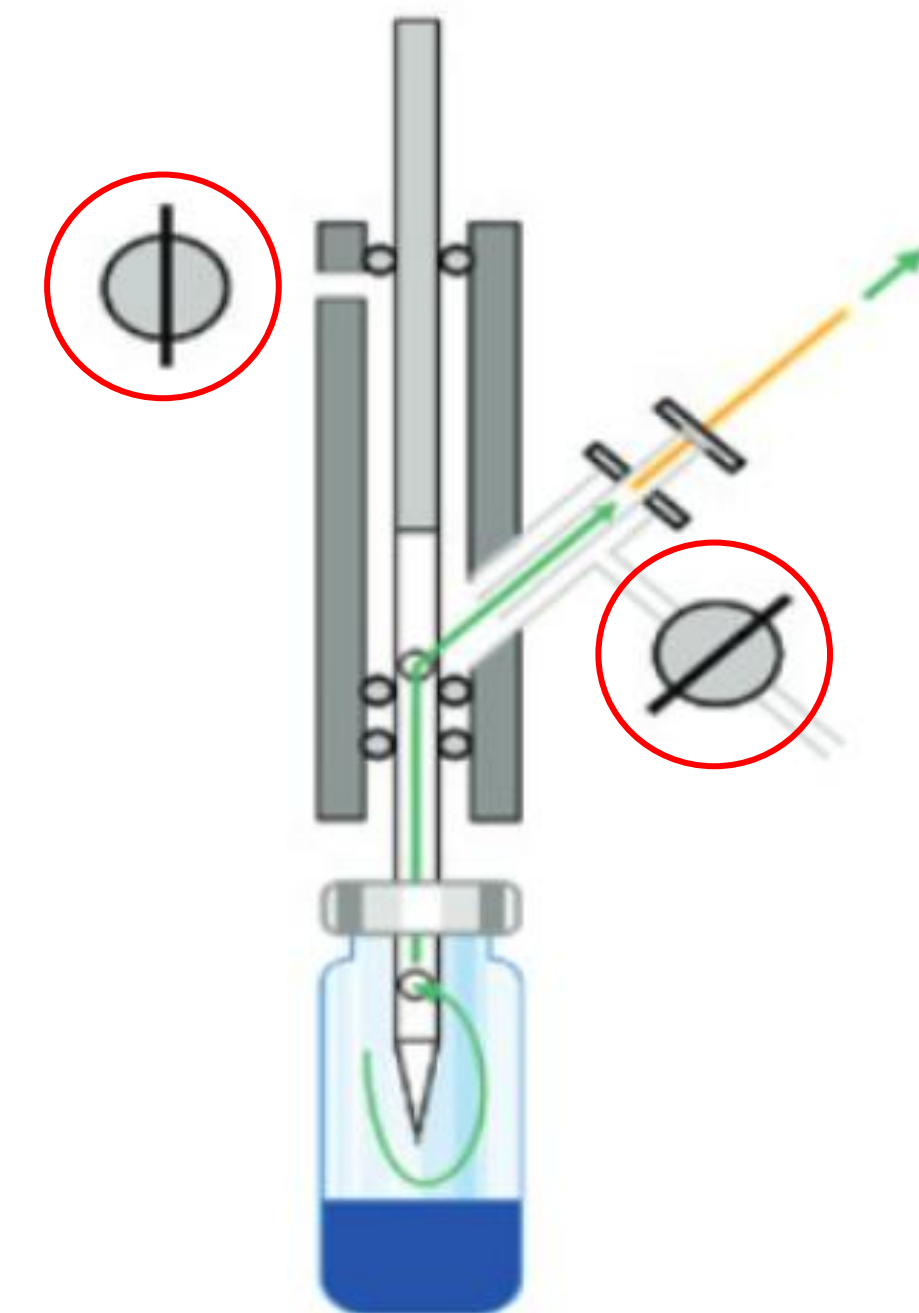
Thermostatisation



Pressurisation

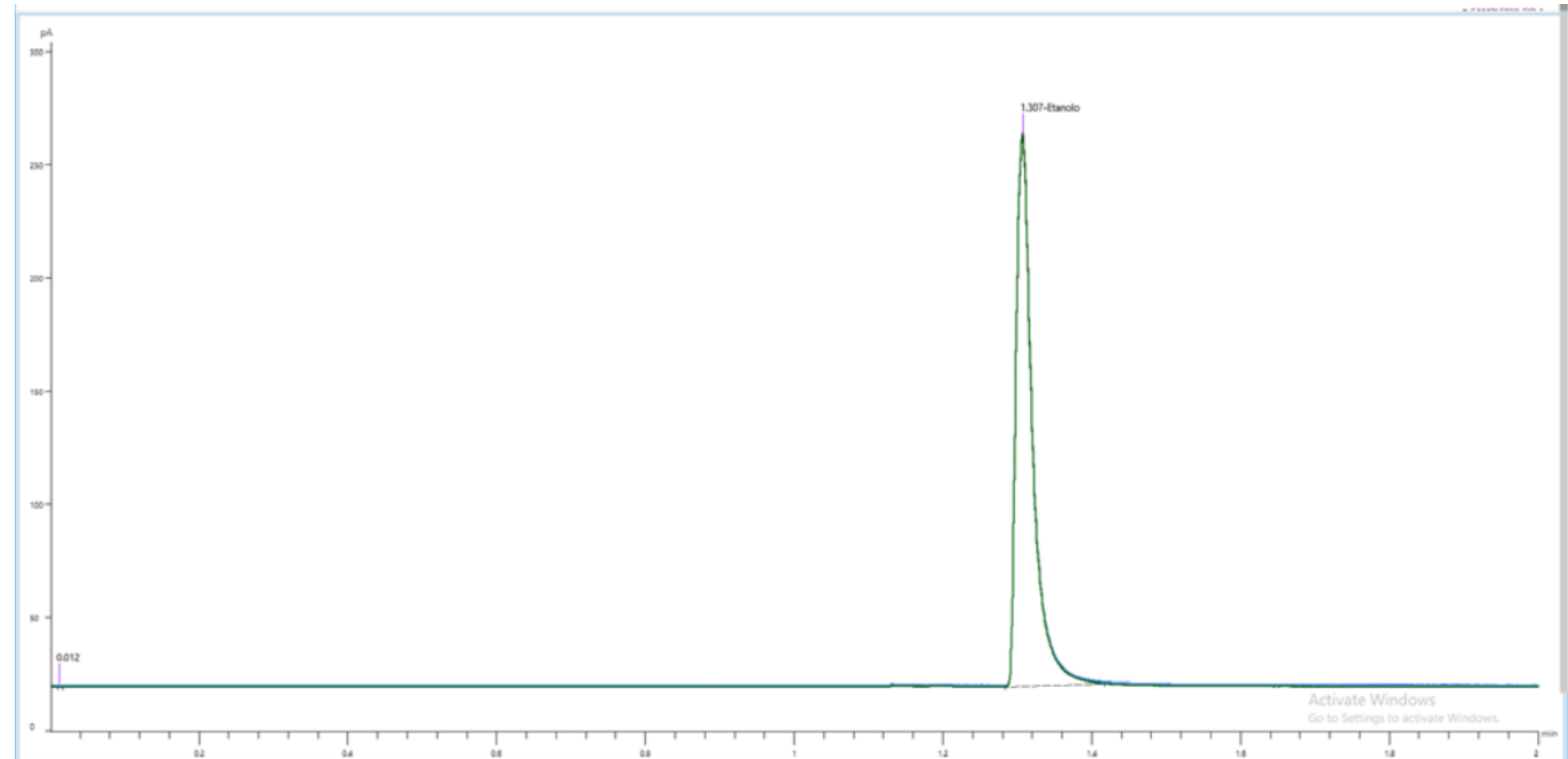


Injection



Les avantages du Prélèvement à Balance de Pression

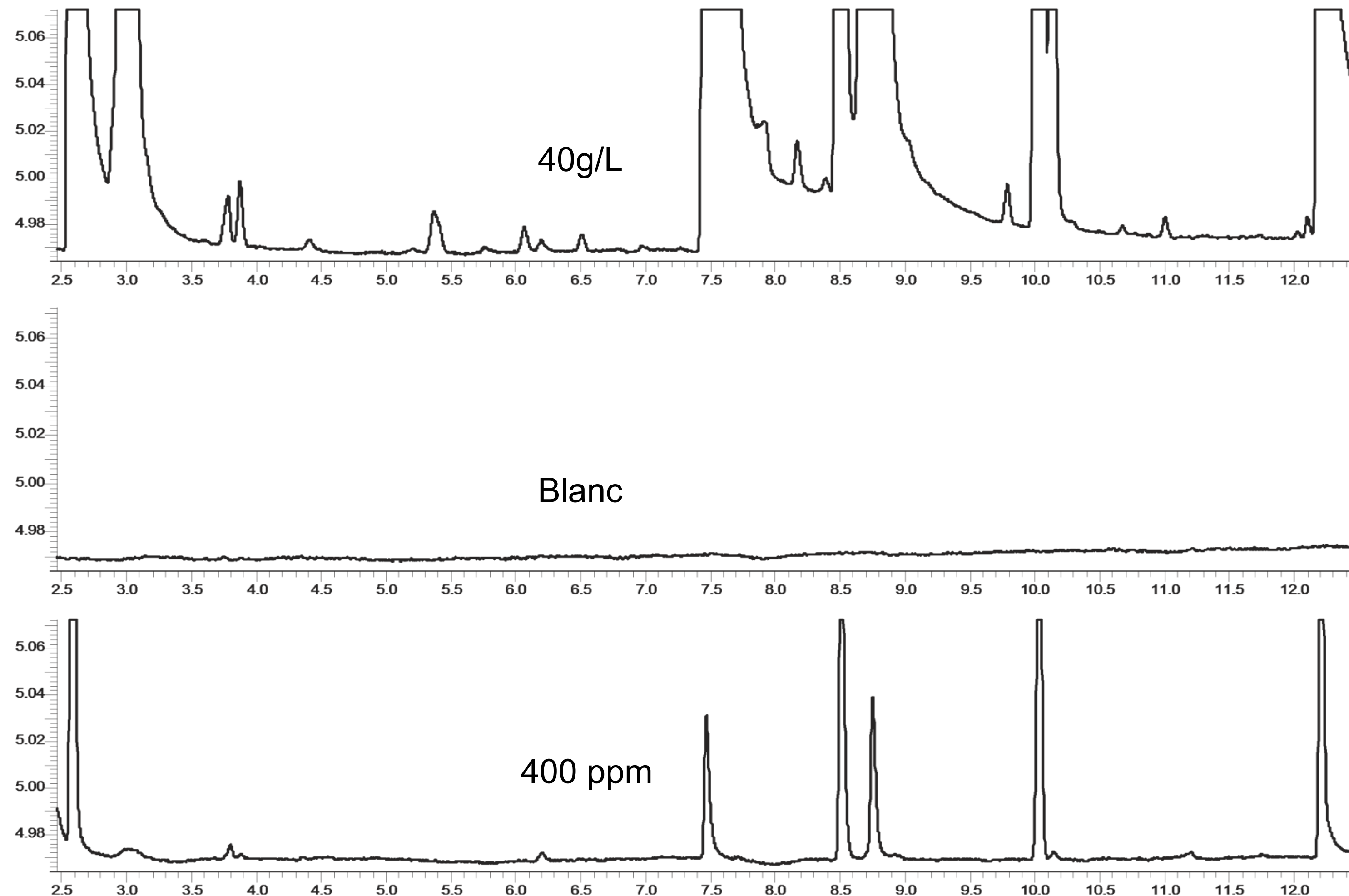
- Répétabilité des Tr
 - Pressurisation exacte et identique au cours du temps
 - Les volumes morts sont réduits au maximum



Répétabilité attendue pour 10 injections d'une solution d'éthanol à 0,4% : 0.55% de CV sur les aires et 0.0026% de CV sur les Tr

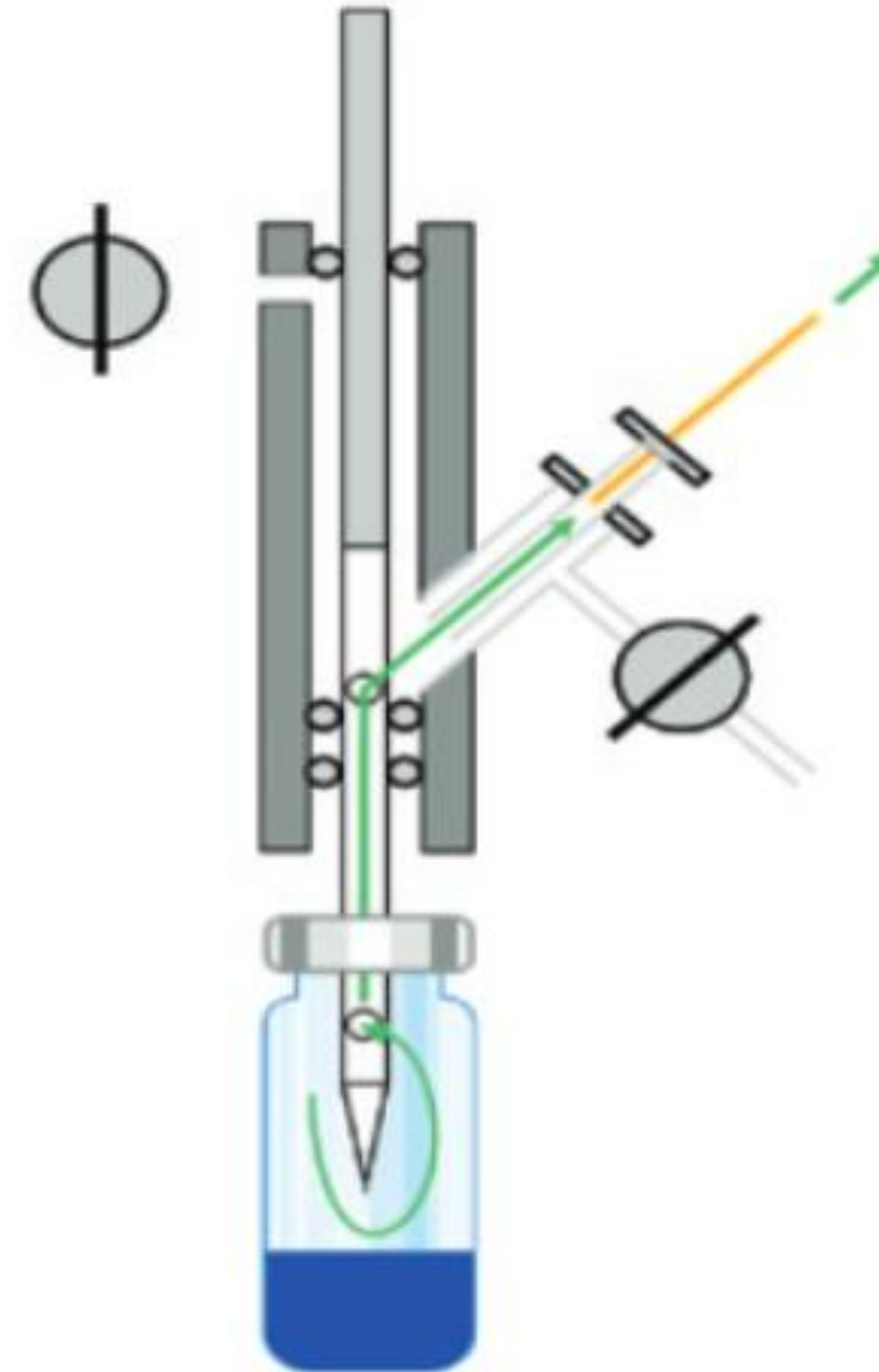
Les avantages du Prélèvement à Balance de Pression

- Pas de contaminations croisées



Les avantages du Prélèvement à Balance de Pression

- Répétabilité des Tr
 - Pressurisation exacte et identique au cours du temps
 - Les volumes morts sont réduits au maximum
- Flexibilité totale sur les volumes injectés
 - Pas de boucle = le volume est simplement paramétré dans la méthode HS
 - Permet une grande flexibilité pour votre laboratoire
- Maintenance simplifiée



La modification du volume injecté

- L'intérêt majeur du prélèvement à balance de pression est de pouvoir ajuster la quantité d'analytes envoyée vers la colonne en modifiant le volume du gaz injecté par le temps d'injection
- Echantillon concentré = temps d'injection court
- Echantillon peu concentré (traces) = temps d'injection plus long
- Les principaux atouts:
 - Grande flexibilité face à des échantillons peu ou très concentrés
 - Chainage possible de différentes méthodes
 - Pas de modification des conditions d'analyse (ex: Split inchangé)
 - Echantillon injecté sous pression afin de respecter une bande d'injection étroite
 - Possibilité d'enchaîner avec un « Trap Colonne »

Exemple : Modification du volume injection

Pressurization Time min	2.0
Thermostatting Time min	10.0
Withdraw Time min	0.1
Vent Time s	0 — 60 5
Injection Mode	Time
Injection Time min	0.0100
Injection Volume µL	250.00

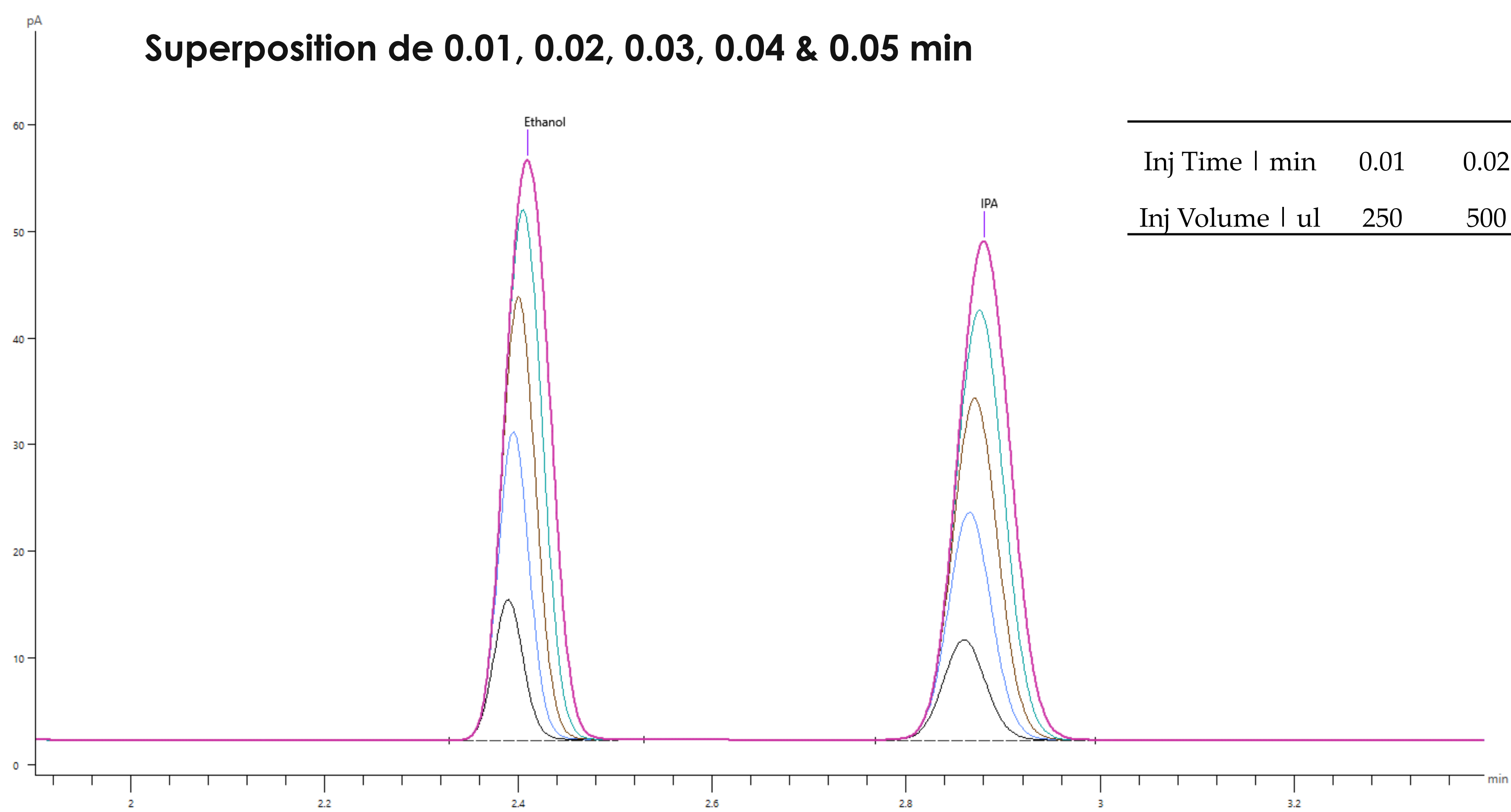
Pressurization Time min	2.0
Thermostatting Time min	10.0
Withdraw Time min	0.1
Vent Time s	0 — 60 5
Injection Mode	Time
Injection Time min	0.0200
Injection Volume µL	500.00

Pressurization Time min	2.0
Thermostatting Time min	10.0
Withdraw Time min	0.1
Vent Time s	0 — 60 5
Injection Mode	Time
Injection Time min	0.0300
Injection Volume µL	750.00




Pressurization Time min	2.0
Thermostatting Time min	10.0
Withdraw Time min	0.1
Vent Time s	0 — 60 5
Injection Mode	Time
Injection Time min	0.0400
Injection Volume µL	1000.00

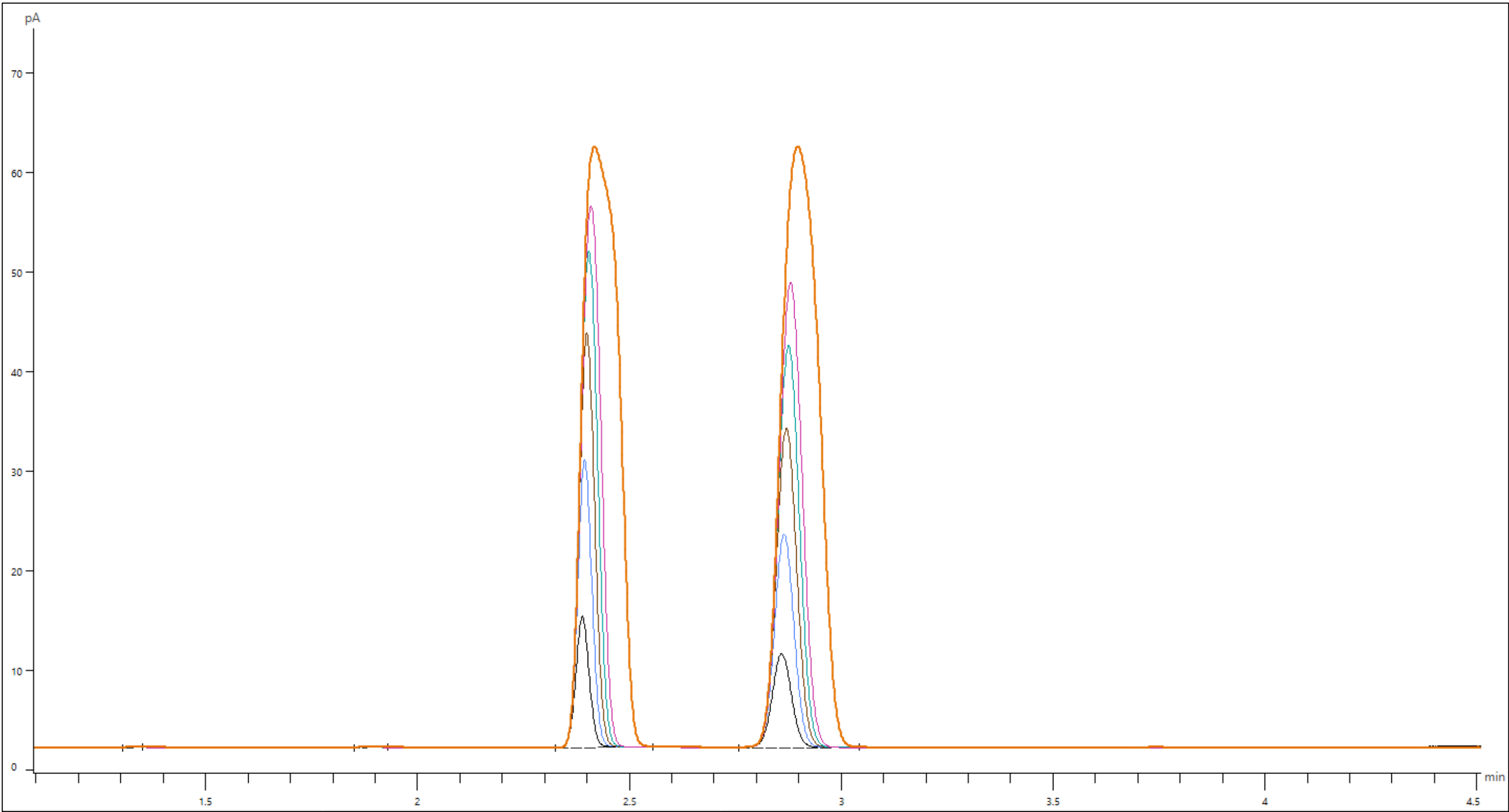
Pressurization Time min	2.0
Thermostatting Time min	10.0
Withdraw Time min	0.1
Vent Time s	0 — 60 5
Injection Mode	Time
Injection Time min	0.0500
Injection Volume µL	1250.00

Modification du volume injection



Modification du volume injection (2,5 ml)

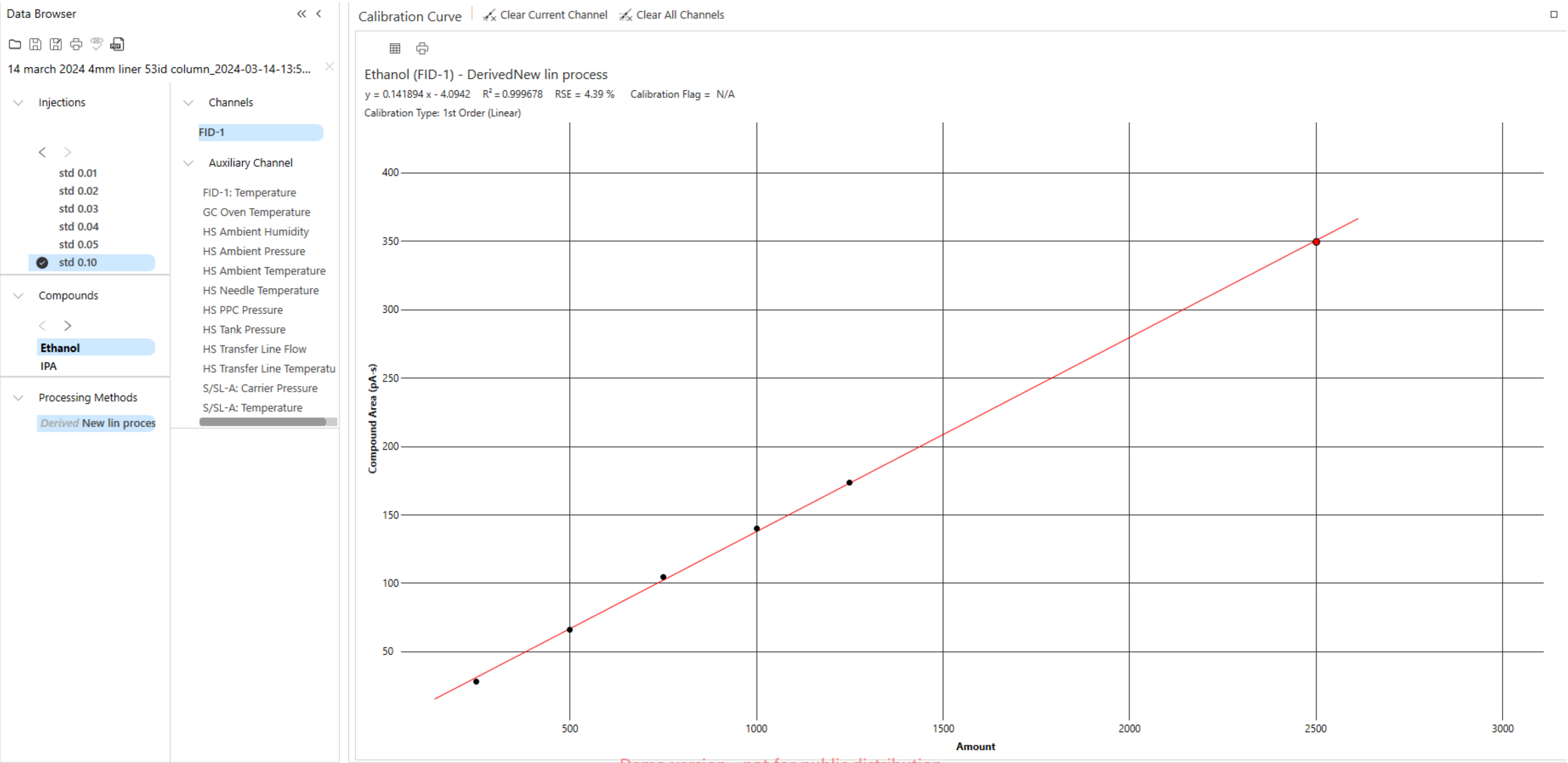
Pressurization Time min	2.0
Thermostating Time min	10.0
Withdraw Time min	0.1
Vent Time s	0  60 5 
Injection Mode	Time 
Injection Time min	0.1000
Injection Volume µL	2500.00



Modification du volume injection

Etude de Linéarité pour Ethanol

Linéarité obtenue :
Ethanol- **R2 -0.999**



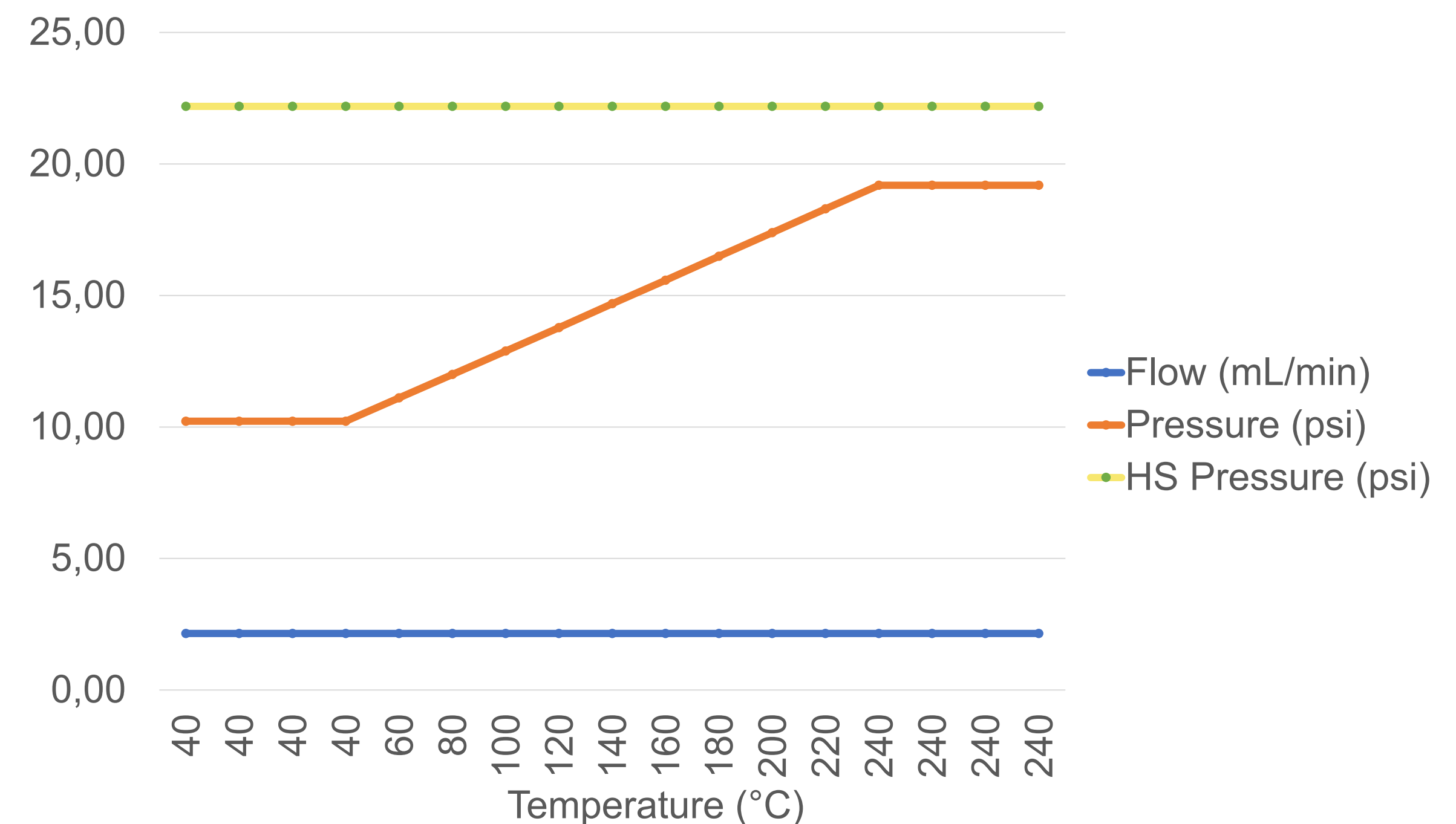
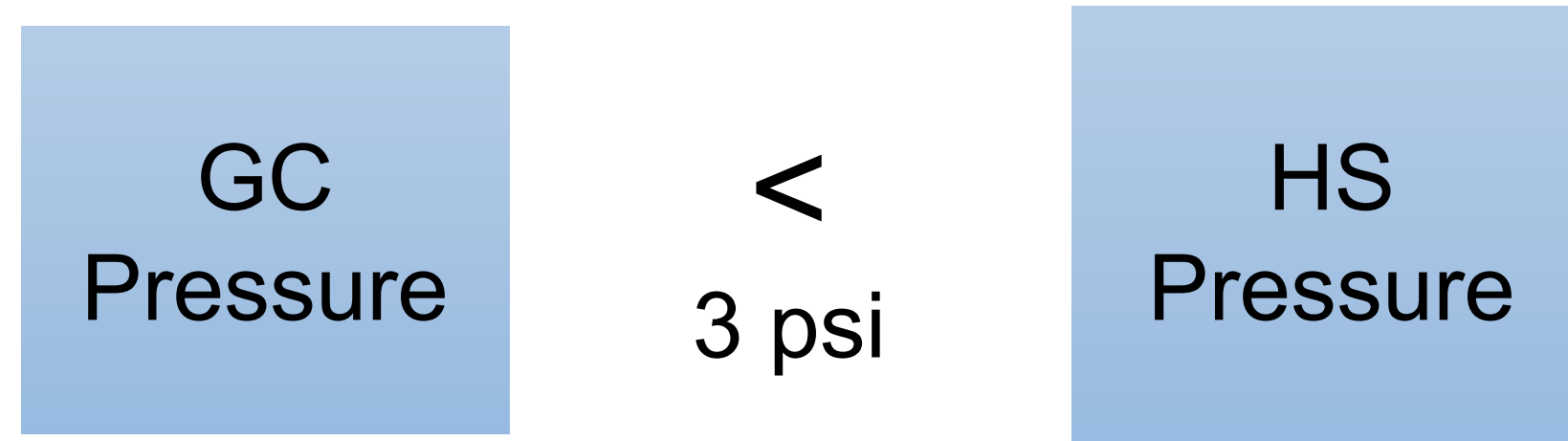
Pourquoi la technique Balanced Pressure Sampling est-elle si intéressante ?

- Il n'y a pas de dilution de l'échantillon par le gaz vecteur (le volume du vial reste fixe)
- Il n'y a pas de risque de perte par le biais d'une seringue à gaz
- Le transfert sous pression est très rapide ce qui procure des pics chromatographiques mieux résolus et plus fins
- La sensibilité est accrue grâce à la réduction de la bande d'injection (temps d'introduction dans la colonne)
- Il n'y a aucune influence de la pression atmosphérique
- Le principe d'injection permet un volume d'échantillon variable proportionnel au temps d'injection et à la pression appliquée au vial
- Il y a très peu de mécanismes et donc très peu de maintenance
- Balayage permanent de l'aiguille donc pas de pollutions croisées
- L'échantillon gazeux injecté ne contamine pas le GC !

The Smart Behind Separations

HS 2400 : Pneumatiques et gaz vecteur

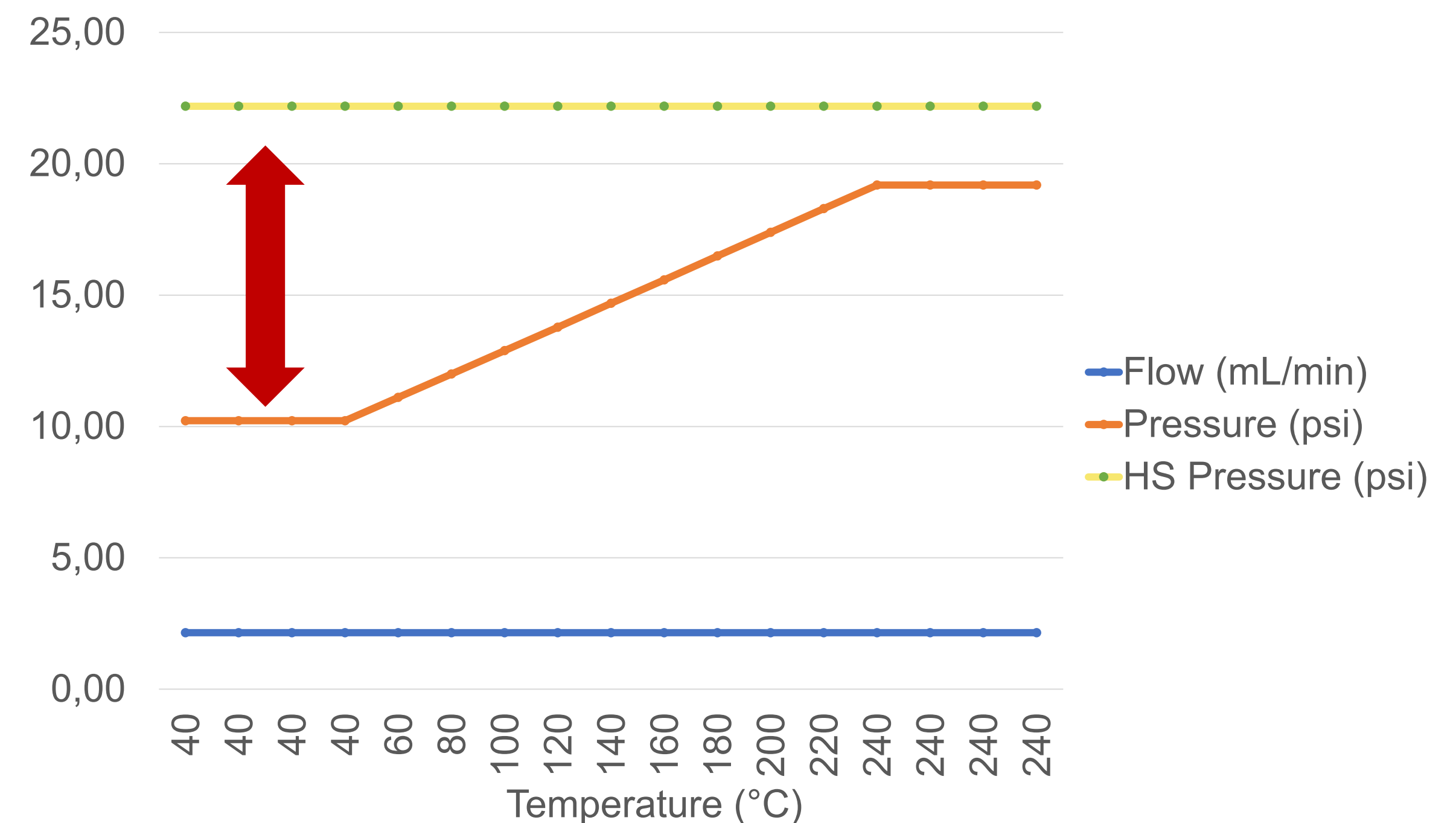
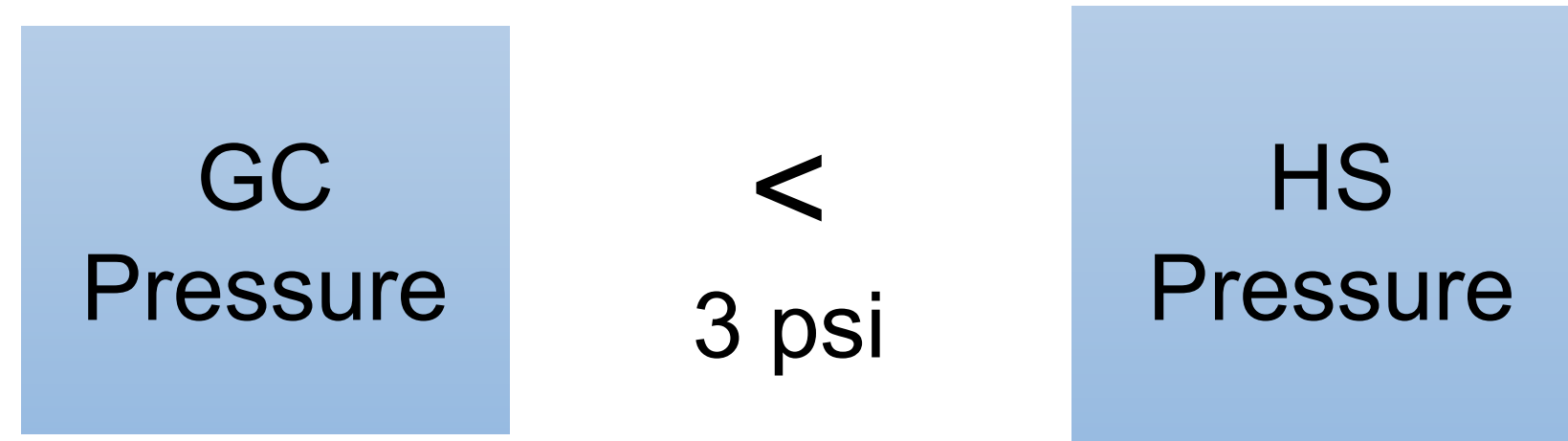
NEW Pneumatic control	
Pneumatics	PPC on all models
Communication	Integrated with GC
Types of regulation	Constant pressure, Pressure program, Constant Flow, Flow Programmation



The Smart Behind Separations

HS 2400 : Pneumatiques et gaz vecteur

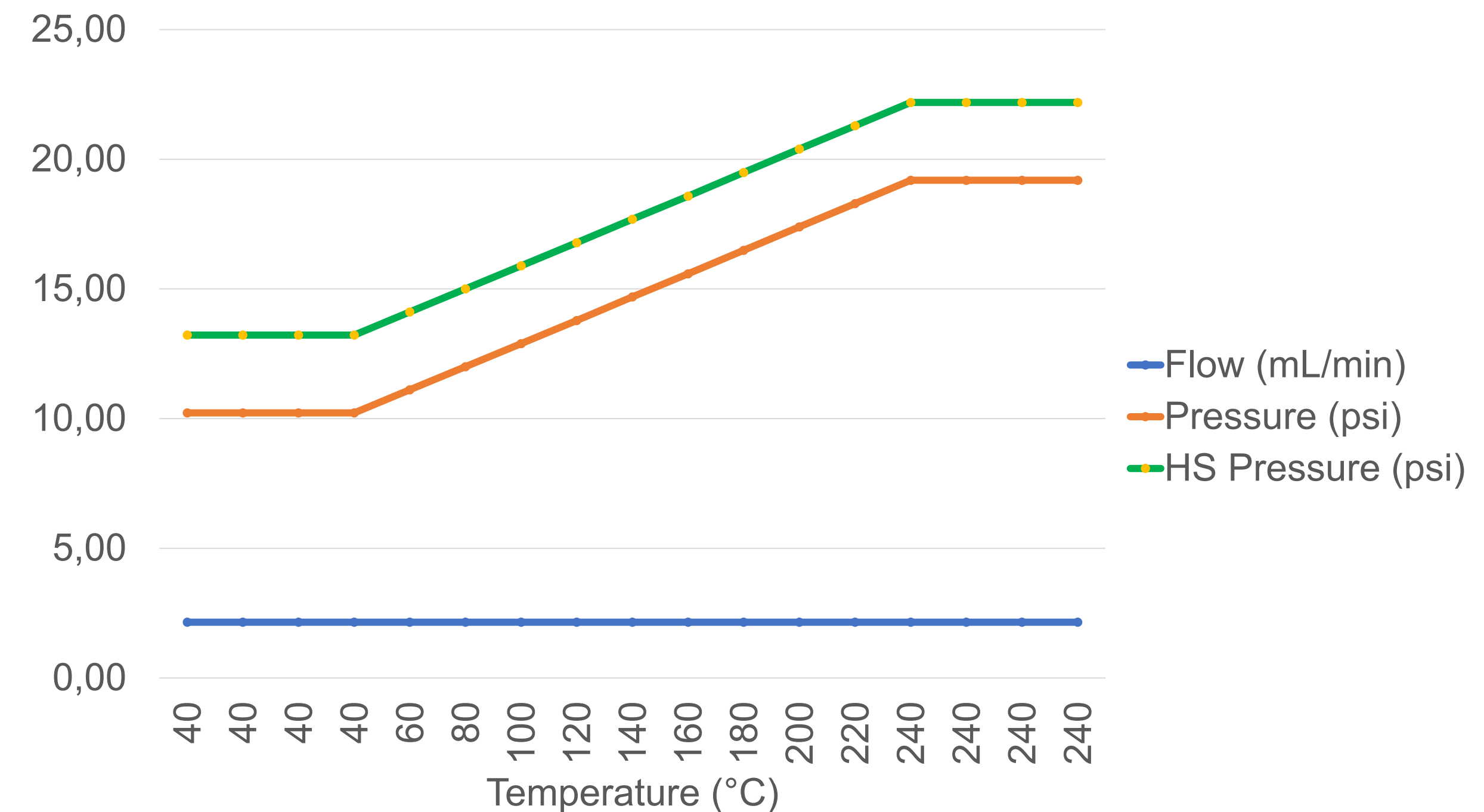
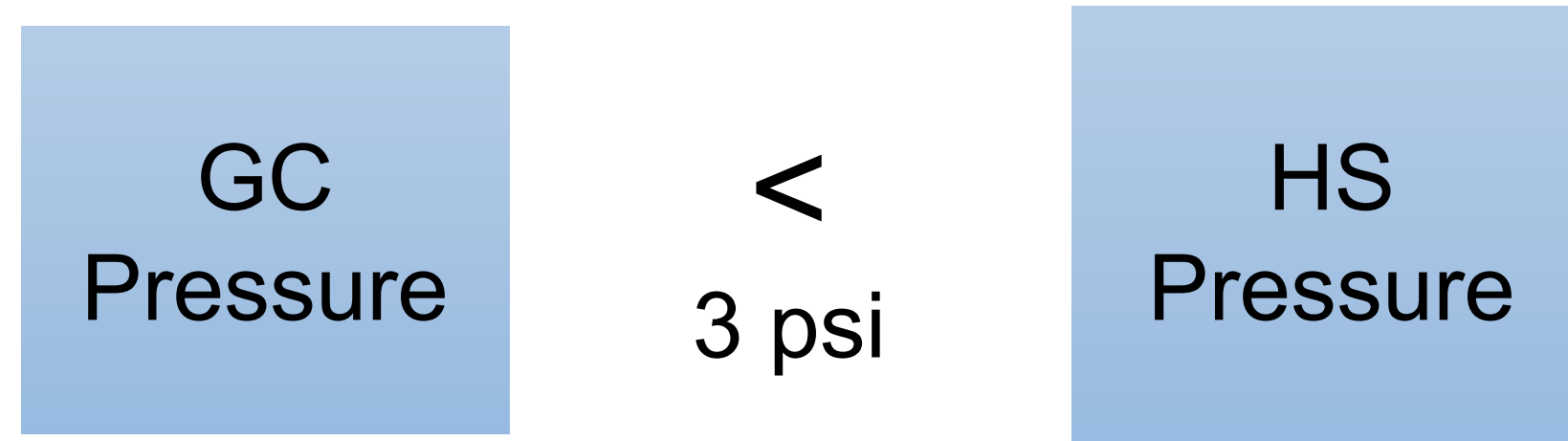
NOUVEAU contrôle Pneumatique	
Pneumatiques	PPC sur tous les modèles
Communication	Intégrée au GC
Types de regulation pneumatique	Pression constante, Programmation de Pression, Débit Constant, Programmation de débit



The Smart Behind Separations

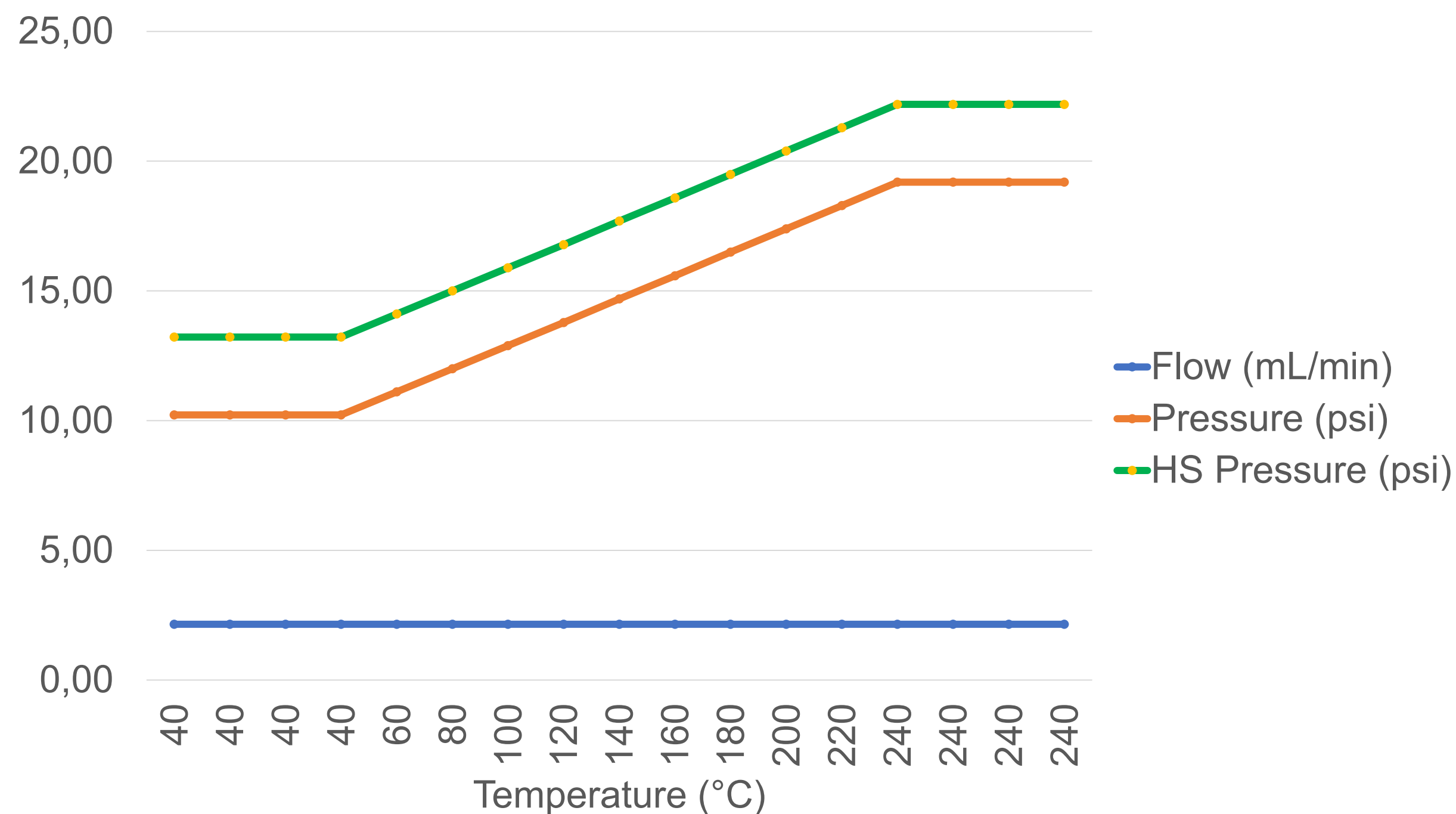
HS 2400 : Pneumatiques et gaz vecteur

NOUVEAU contrôle Pneumatique	
Pneumatiques	PPC sur tous les modèles
Communication	Intégrée au GC
Types de regulation pneumatique	Pression constante, Programmation de Pression, Débit Constant, Programmation de débit



The Smart Behind Separations

Avantages de cette évolution



- Limite la consommation de gaz vecteur
- Evite la dilution de l'échantillon avec le gaz vecteur du GC
- **Nouveau** contrôle du débit de gaz
 - Volume d'injection sélectionnable
 - Ajustement automatique de la pression de l'HS pour être > 3Psi par rapport la pression du GC
 - Transfert simple et efficace des méthodes à vannes et boucles

HS 2400 M Spécifications



- PPC permettant le travail en pression constante ou programmée, mais également en débit constant
- Compatible avec Hélium, Azote, et Hydrogène
 - Pas besoin de recalibrer les PPC lors d'un changement de nature de gaz vecteur
 - Option: H2 sensor, permet d'alerter l'utilisateur et d'éteindre le système en cas de besoins
- Mode MHE : permet jusqu'à 100 extractions par vial
- Mode Progressif permet lors d'un développement de méthode une incrémentation automatique du temps de chauffe mais également de la température de chauffe
- Vial Shaker – 10 intensités paramétrables
- Four à bain d'air chaud

HS 2400 M Specifications



SAMPLING

Carrousel	40 positions
Capacité des Vials	20 et 22 mL, 10 mL avec adaptateurs
Système d'échantillonnage	Balance de Pression

ALWAYS INCLUDES

Vial Shaker	10 intensités différentes paramétrable
Pneumatics	PPC sur tous les modèles

OPTIONS

Type de gaz	Hélium, Azote, Hydrogène
H2 Sensor	Alerter l'utilisateur et couper le système si nécessaire

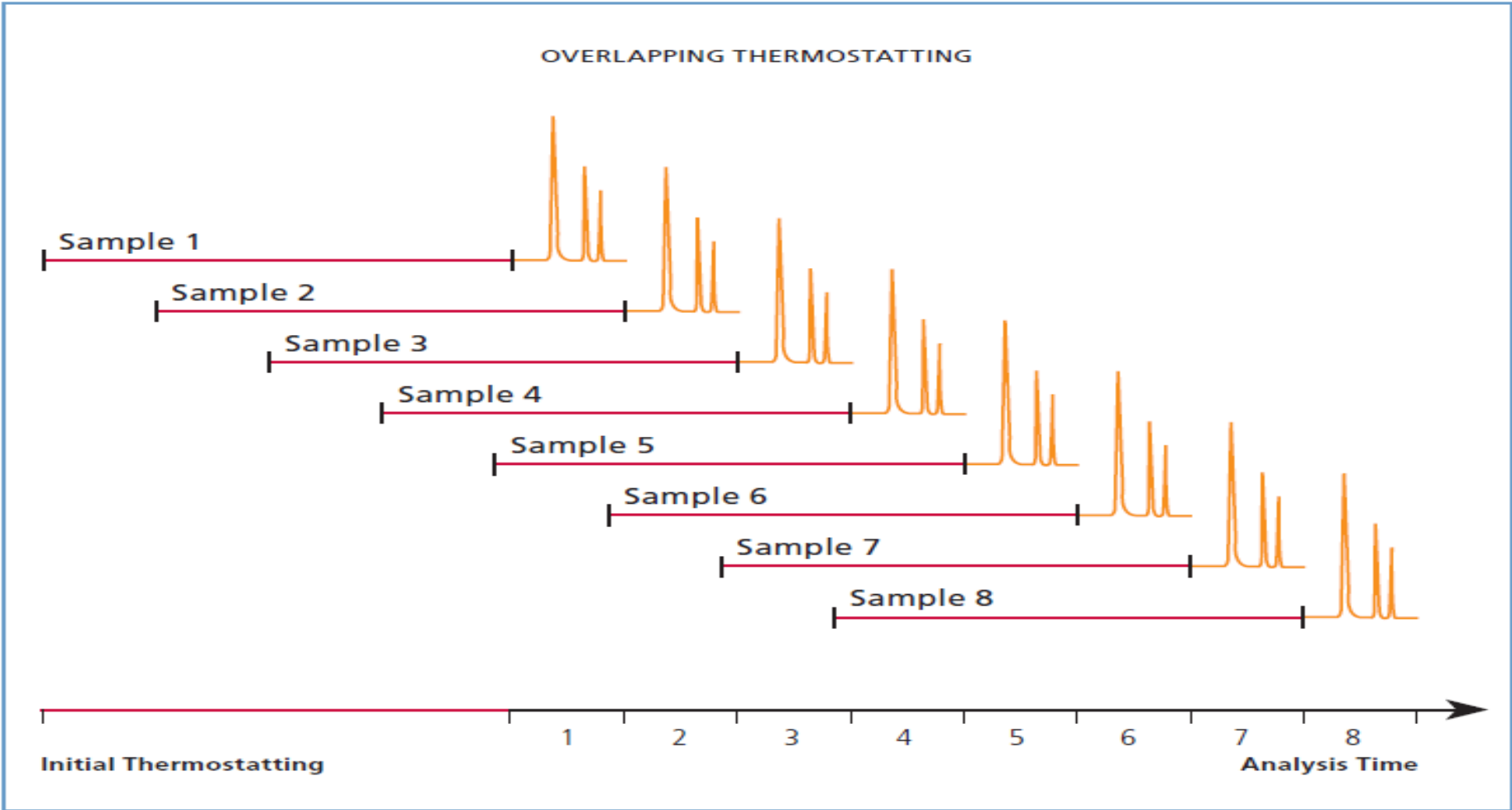
Vert = Nouveauté vs gamme TurboMatrix

HS 2400 Four et Températures

Four	
Four	12 positions, thermostatisation en temps masqué
Type de four	Bain d'air chauffé
TEMPERATURES	
Four	30 °C à 210 °C par pas de 1 °C
Aiguille	35 °C à 210 °C par pas de 1 °C
Ligne de transfert	35 °C à 250 °C par pas de 1 °C
MODES D'OPERATION	
Constant	Mode de travail en routine avec un temps de chauffe constant pour chaque vial
MHE	Multiple Headspace Extraction: permet de réaliser jusqu'à 100 extractions par vial
Progressive	Modification par incrémentation automatique de différents Paramètres, i.e. temps de thermostatisation ou la température

Amélioration du nouveau HS 2400:

- Bain d'air
 - Uniformité thermique meilleure que le bloc aluminium
 - Four moins sensible à l'introduction de vial froid
 - Meilleure répétabilité des surfaces de pic lors d'une séquence travaillant en temps masqué
- Nouveau corps de chauffe pour l'aiguille & nouveau matériau isolant pour réduire le gradient thermique
- Température de la Ligne de Transfert augmentée de 210°C à 250°C et changement du matériau de la ligne afin de réduire les points froids et solidifier la ligne.



The Smart Behind Separations

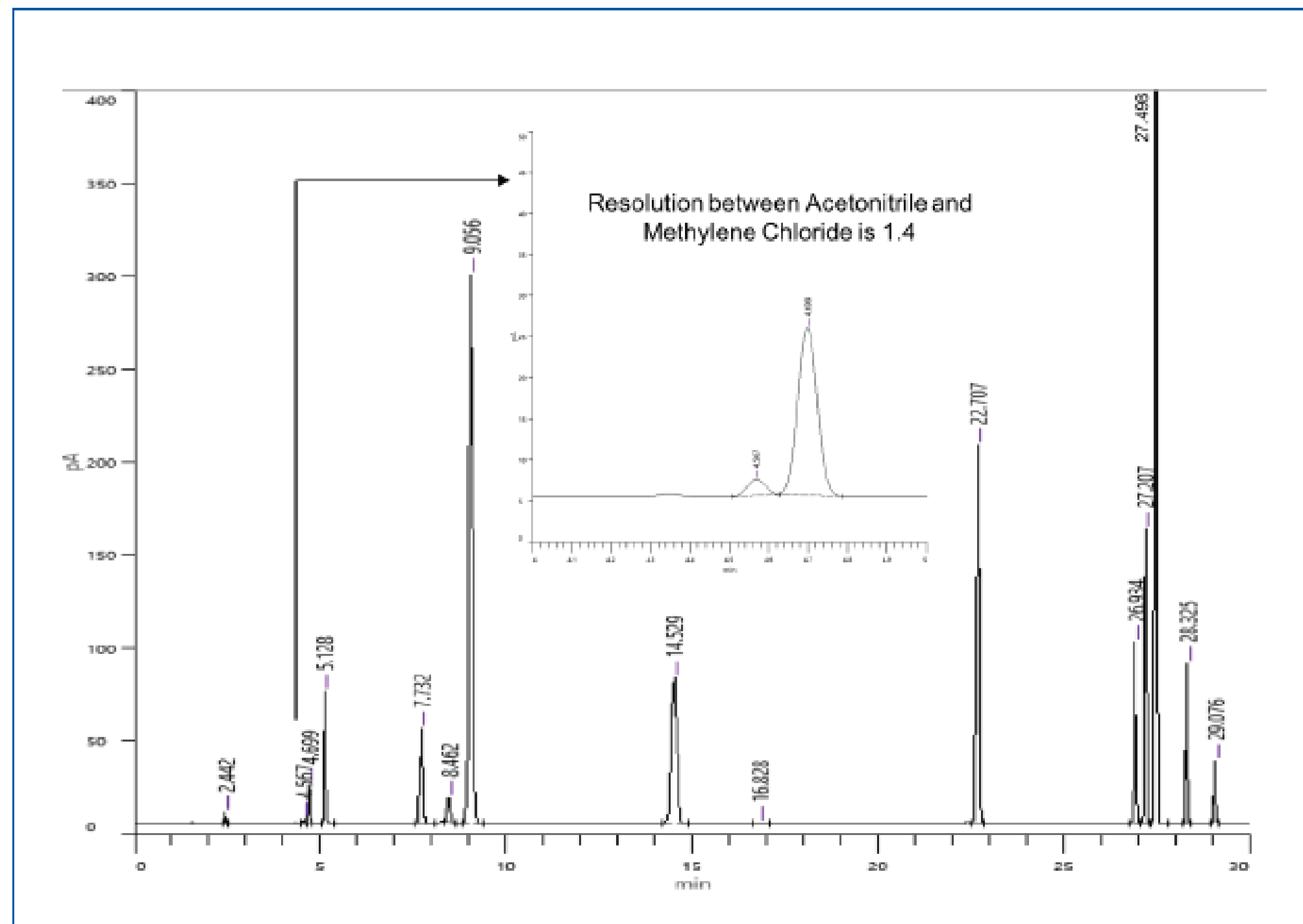
Exemple d'application : USP 467 ou Pharmacopée



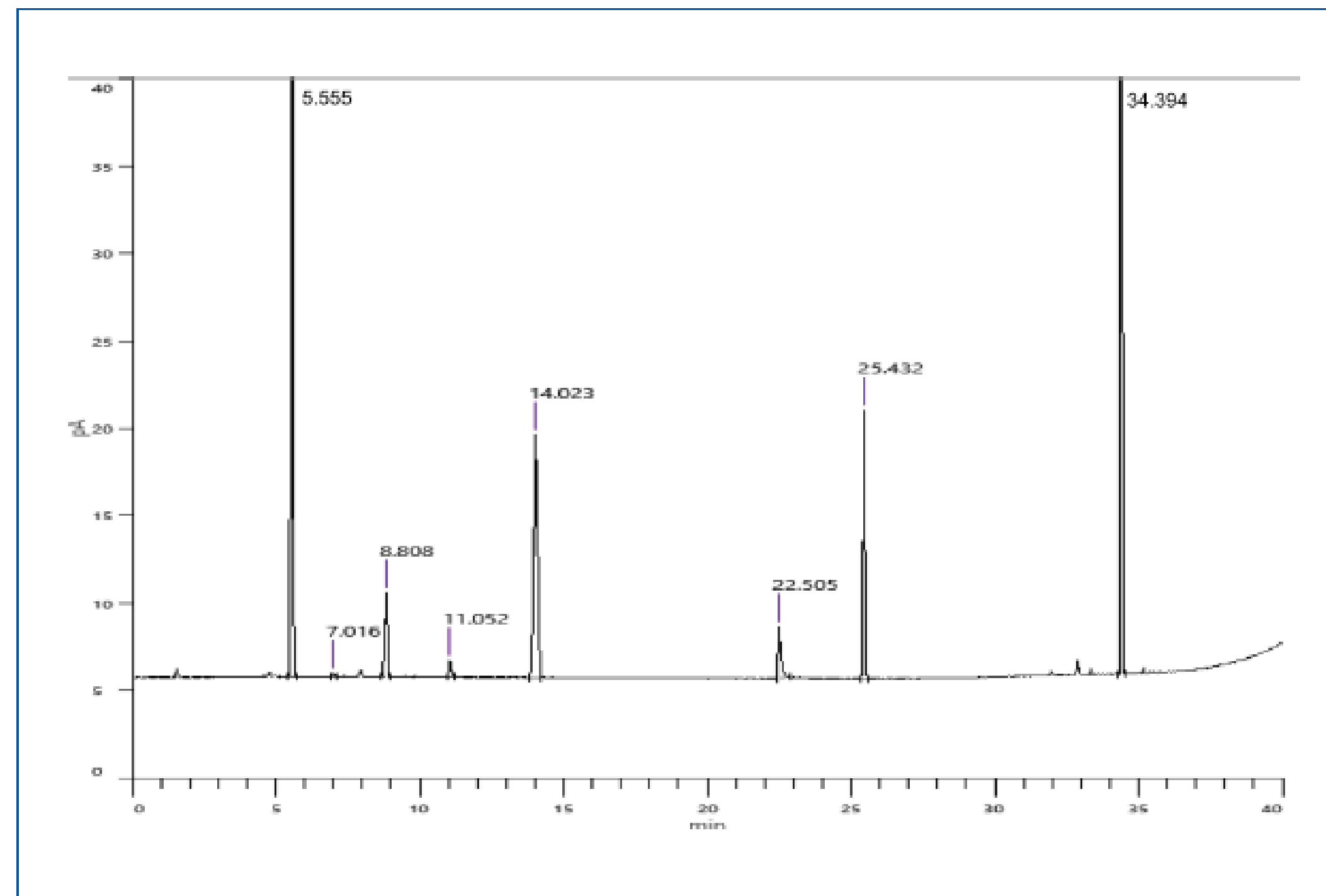
Analyse des solvants résiduels – USP 467

- USP 467
- 21 CFR part 11
- La plateforme GC 2400 répond aux exigences de conformités pour l'analyse des solvants résiduels
- 3 classes de composés
 - Classe 1 –potentiellement cancérogène
 - Classe 2 – à éviter
 - Classe 3 – faible potentiel toxique

Application: USP 467



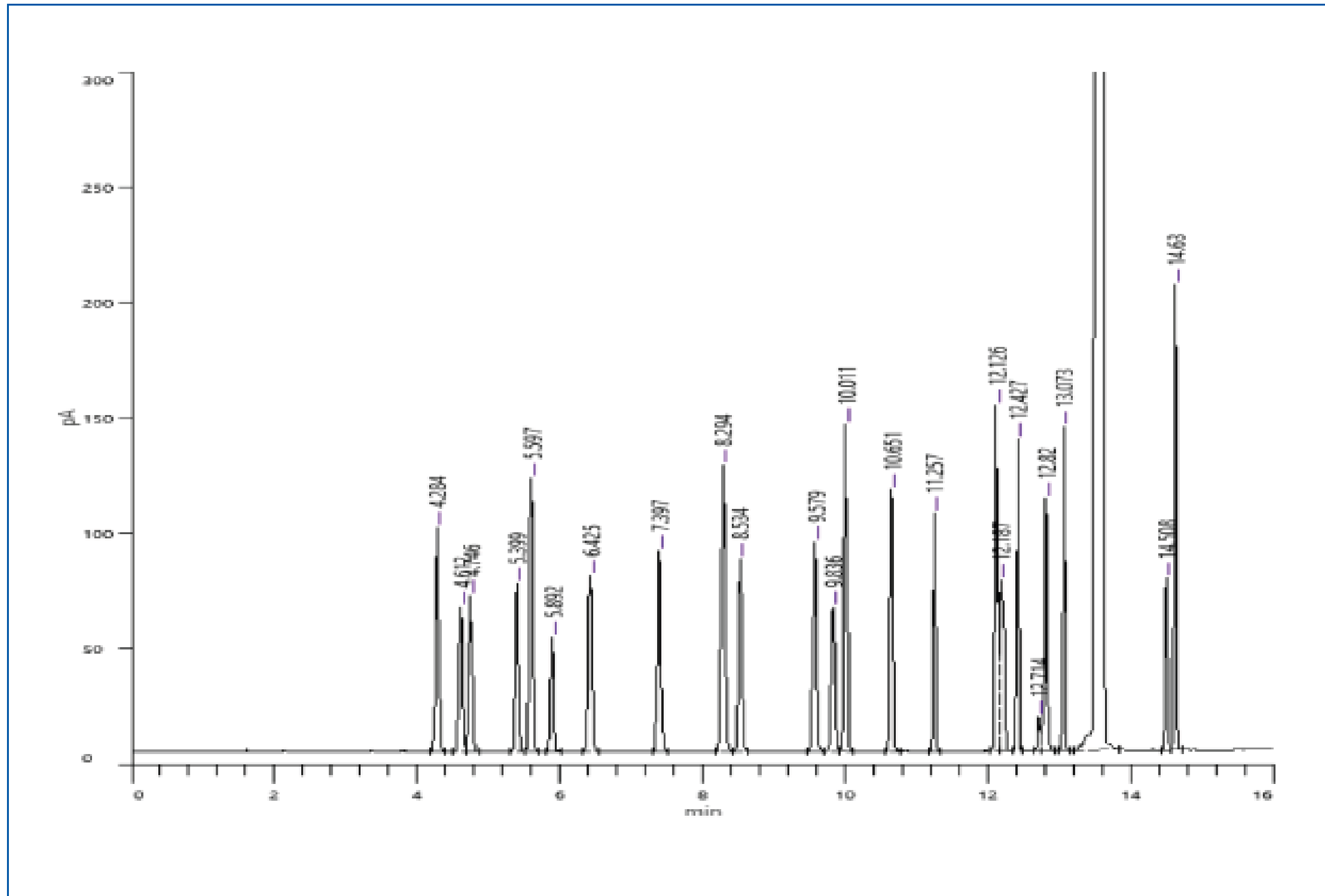
Chromatogram of Class 2A residual solvents mixture.



Chromatogram of Class 2B residual solvents mixture.

Excellente résolution entre l'Acetonitrile et le chloromethane ($R = 1,4$)

Application: USP 467

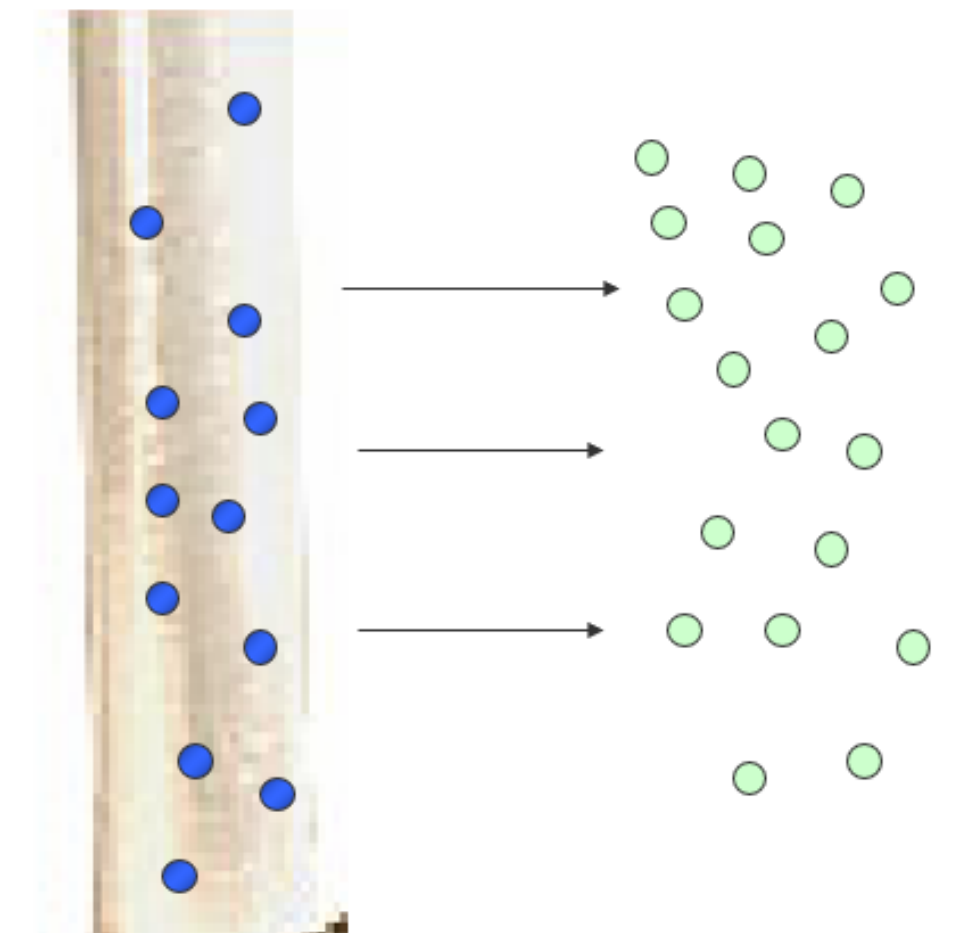
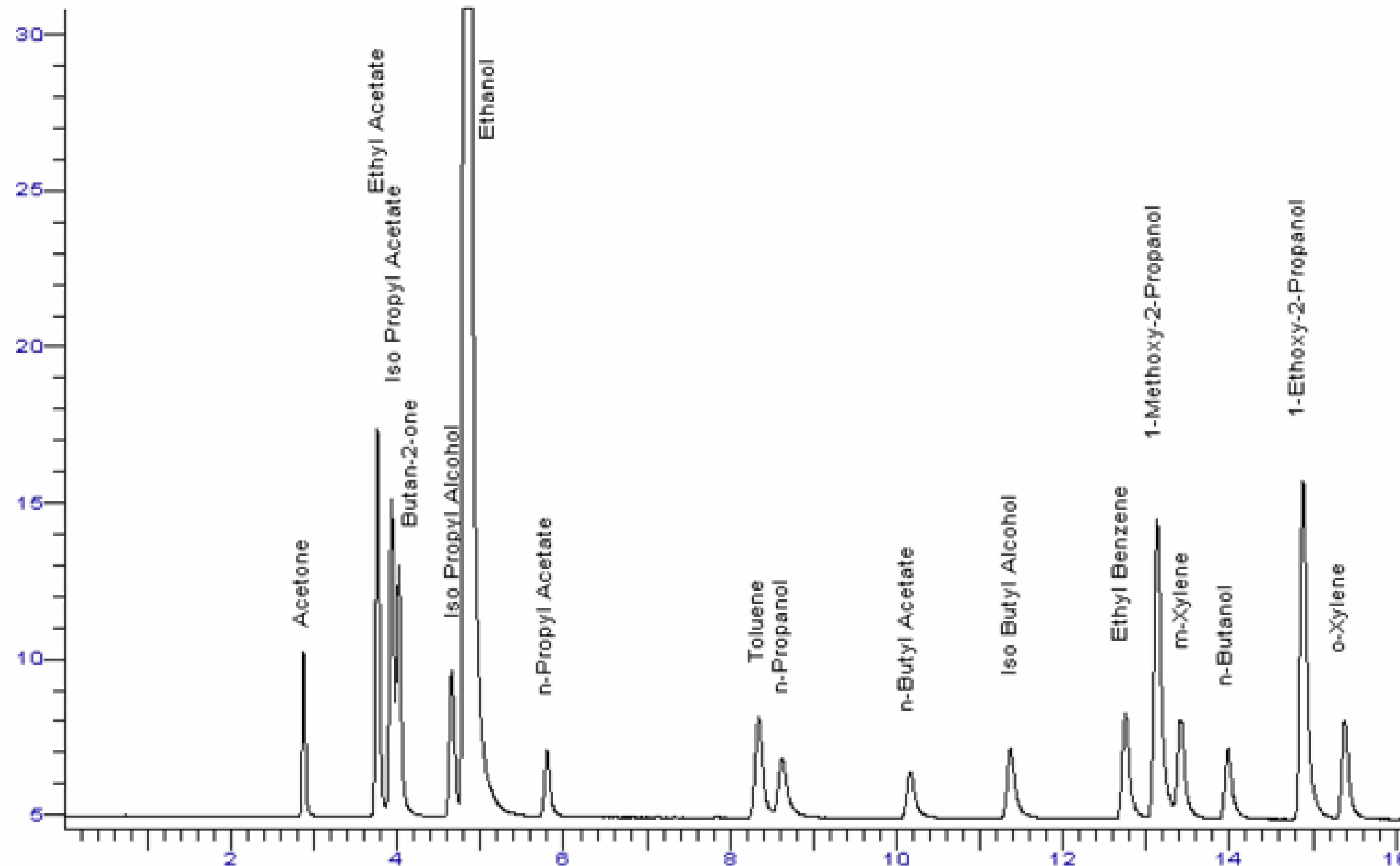


Chromatogram of Class 3 residual solvents mixture.

Séparation obtenue pour un mélange de solvants de classe 3

Application FET : Solvants résiduels dans un emballage

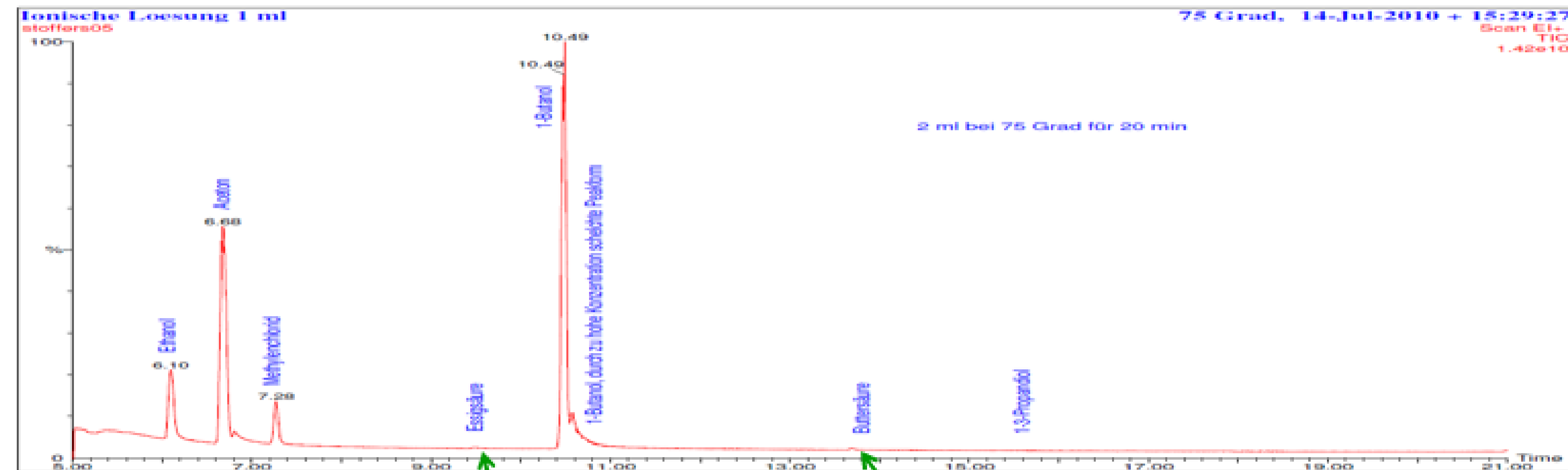
Solvants dans les emballages alimentaires par FET : Full Evaporation Technique



Analyse Head Space: comparaison mode Liquide vs FET

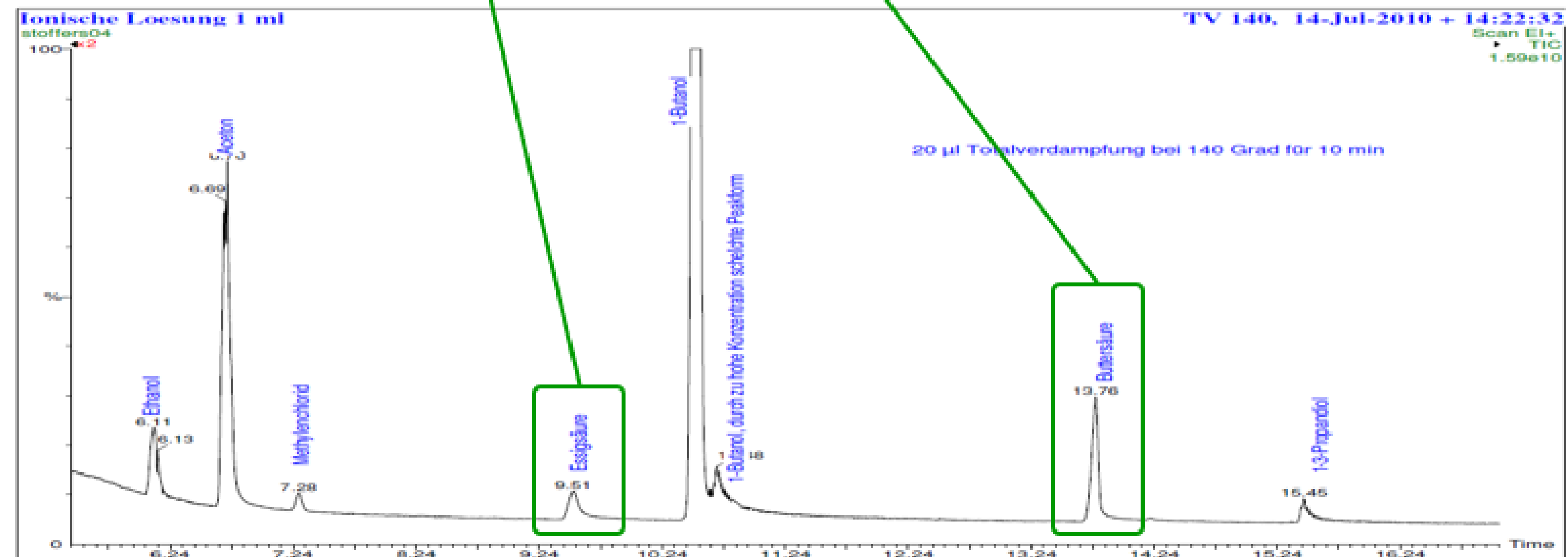
1. Headspace

Volume = 2 mL



2.FET

Volume = 20 μ L



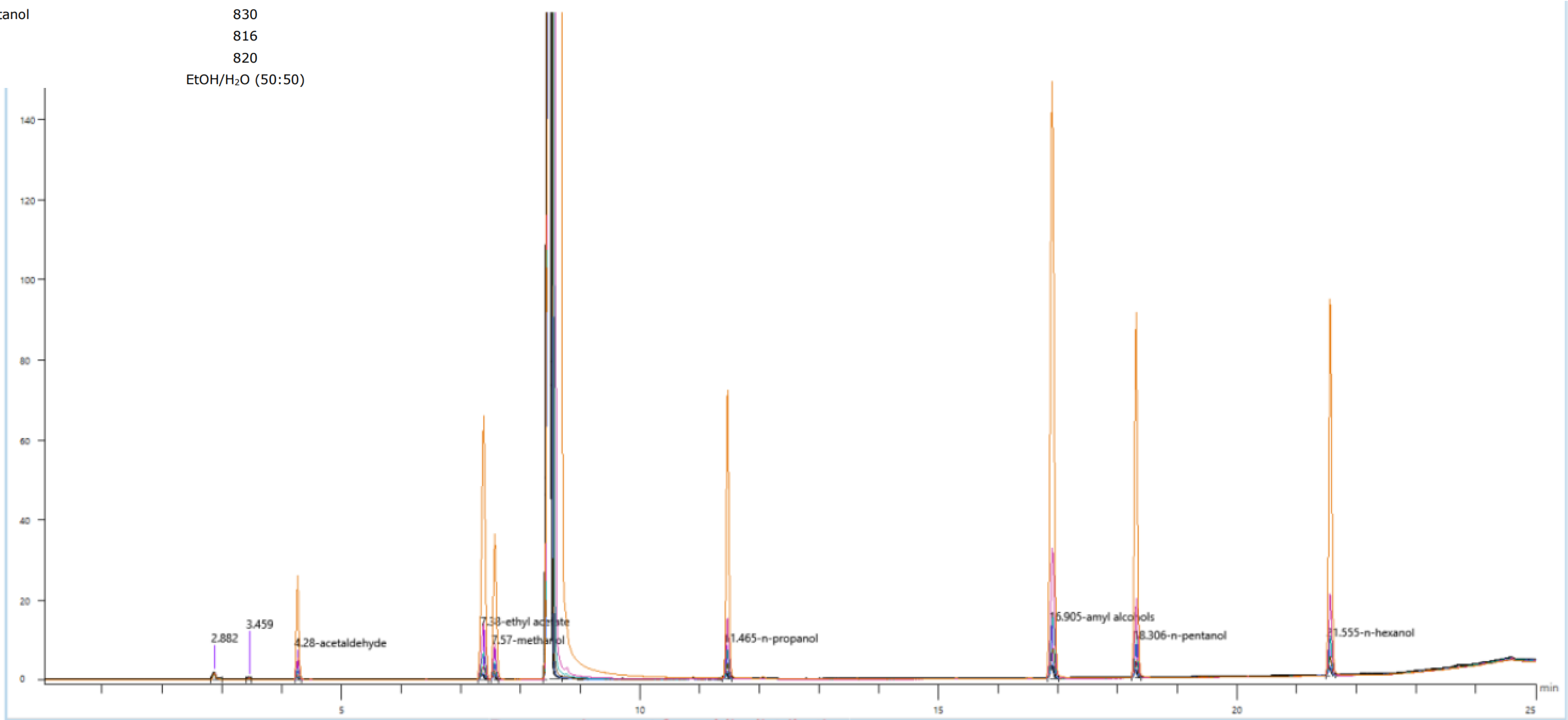
Application sur les vins et spiritueux

- Les vins et spiritueux sont des échantillons complexes contenant beaucoup de composés incompatibles avec la CPG (sucres, protéines, extraits végétaux,...)
- Pour garantir un mode d'analyse « propre » en CPG, la solution Head Space est privilégiée
- Problématique, l'équilibre Head Space favorise l'analyse des composés volatils et apolaires (matrice aqueuse). De plus, la concentration variable en Ethanol selon le type de boisson va nécessiter plusieurs types d'étalonnage
- L'analyse en mode FET montre l'intérêt de cette technique afin de palier à ce problème.
- L'évaporation totale contourne la problématique de l'équilibre de partage
→ La calibration est amplement simplifiée (une seule courbe pour tout type de boisson)

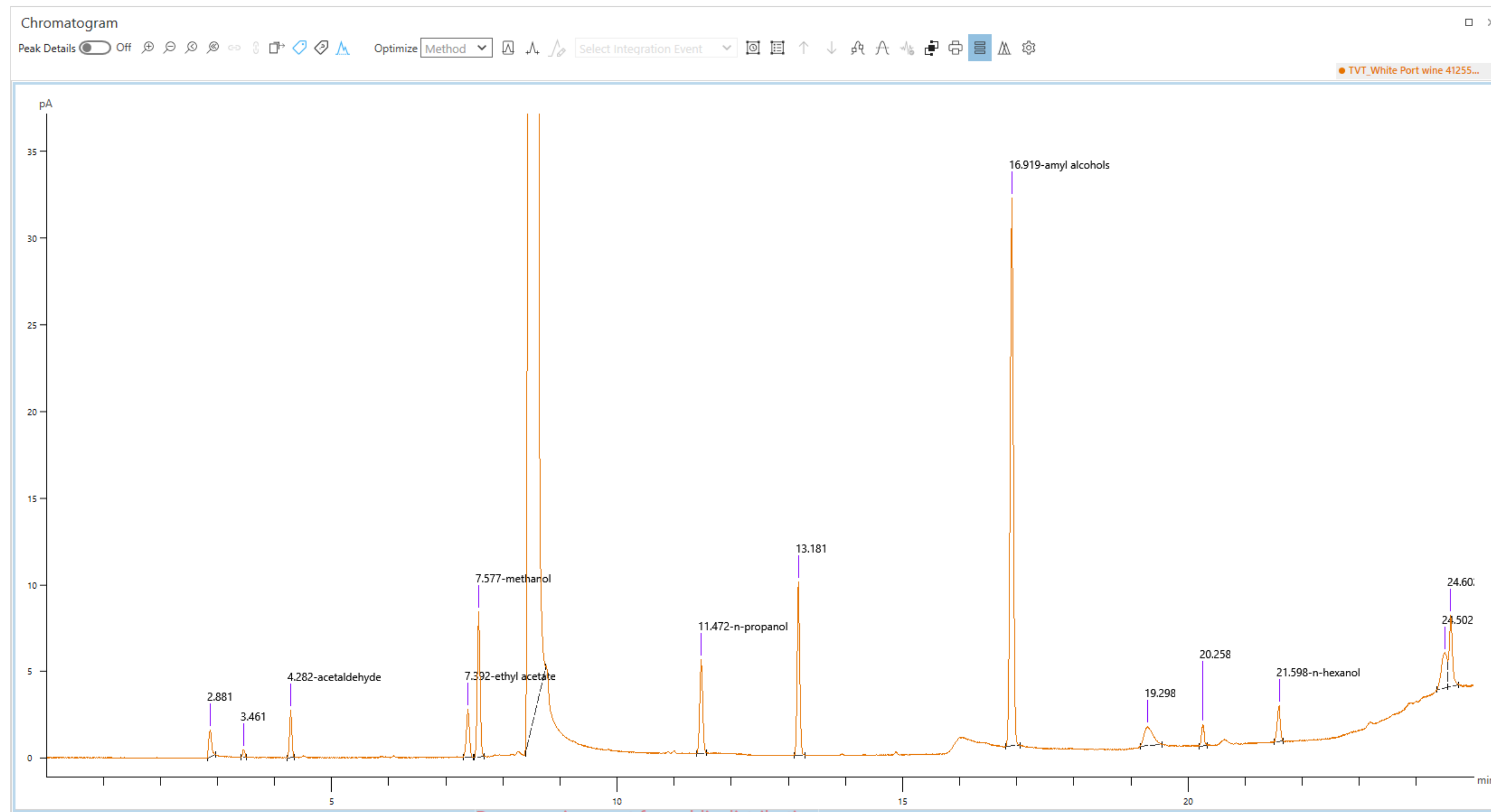
Superposition des 6 points de calibration

Analyte	Concentration (ppm)
1 acetaldehyde	780
2 ethyl acetate	900
3 methanol	791
4 n-propanol	800
5 2-methyl-1-butanol	815
6 3-methyl-1-butanol	830
7 n-pentanol	816
9 n-hexanol	820
Solvent	EtOH/H ₂ O (50:50)

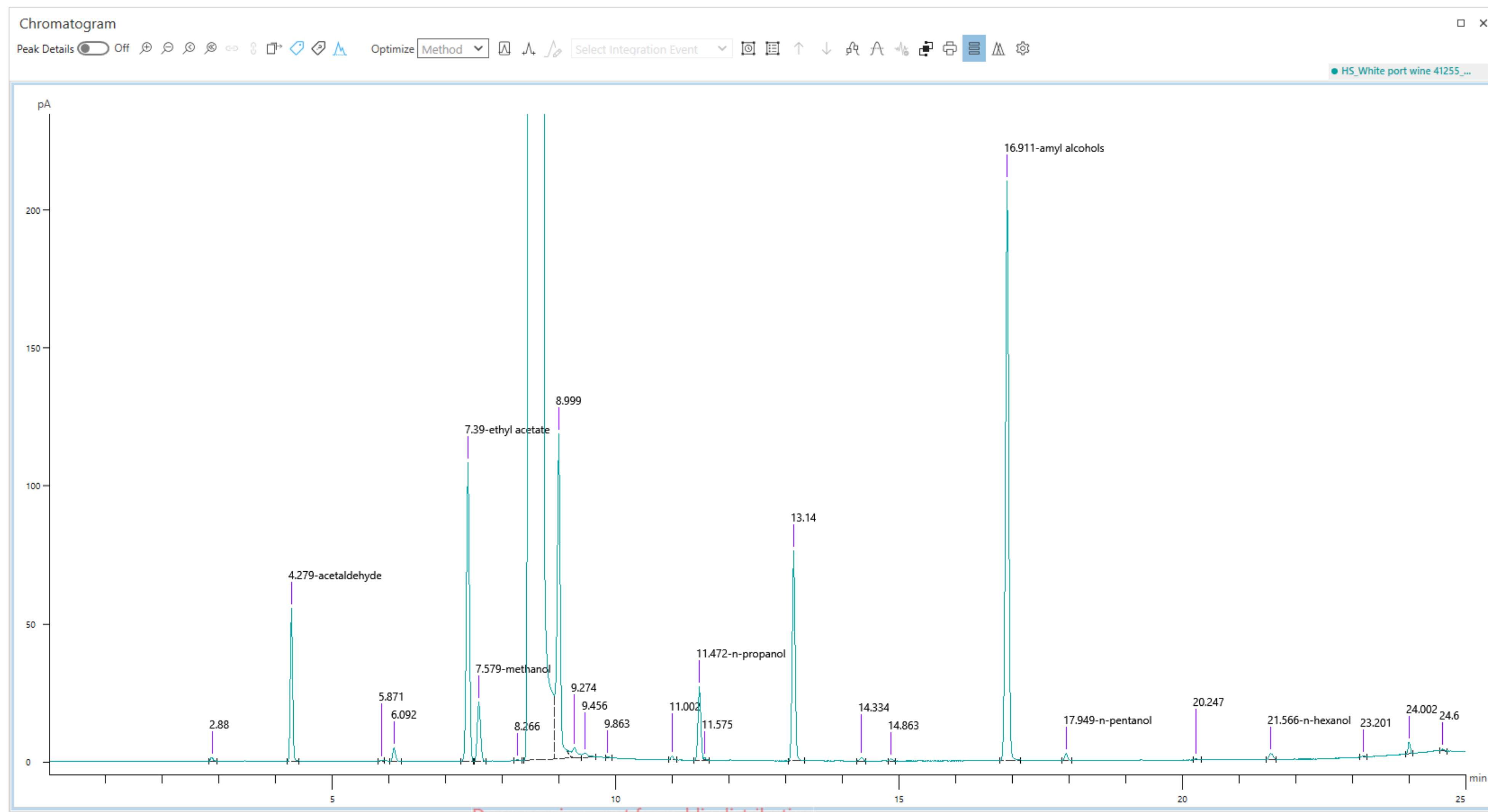
	vol. Stock Std. Sol. (μL)	vol. H ₂ O (μL)	Total vol. (μL)	dilution factor (x)
STD5	200	800	1000	5
STD4	100	900	1000	10
STD3	50	950	1000	20
STD2	25	975	1000	40
STD1	20	980	1000	50



Analyse d'un porto blanc par FET



Analyse d'un porto blanc par Head Space classique



Merci pour votre attention



The Smart Behind Separations

Q&A Session