Chromatographe en phase gazeuse Agilent 6890N

Guide d'utilisation

Sommaire

- Tâches opérationnelles de base
- Méthodes et séquences
- Injecteurs
- Détecteurs
- Four et colonnes
- L'échantillonneur automatique de liquides
- Contrôle des vannes
- Messages
- Dépannage
- Maintenance
- Index intégral
- Table des matières intégrale
- Préparation du site et Installation
- Informations de sécurité et Publications



Agilent Technologies

Edition : avril 2001
Réf. : G1530-90210

Tâches opérationnelles de base

 Fonctionnement de base

 Informations générales

 Clavier et affichage

 Contrôle des débits et des pressions

 Traitement des signaux

 Contrôle des vannes

Méthodes et séquences


Méthodes analytiques


Séquences analytiques

Rubriques connexes


Automatisation des instruments


Contrôle des débits et des pressions


L'échantillonneur automatique de liquides


Le compartiment à colonne


Traitement des signaux


Contrôle des vannes

Injecteurs

- Généralités sur les injecteurs
- L'injecteur avec ou sans division
- L'injecteur pour colonne remplie avec purge
- L'injecteur à froid en tête de colonne
- L'injecteur vaporisateur à température programmable
- Interface pour composés volatils
- Injecteurs non EPC
- Le module de régulation des gaz

Détecteurs

- Utilisation des détecteurs
- Le détecteur à ionisation de flamme
- Le détecteur à conductivité thermique (TCD)
- Le détecteur azote phosphore (NPD)
- Le micro-détecteur à capture d'électrons
- Détecteur à photométrie de flamme

Préparation du site


Préparation du site


Installation


Connexions SWAGELOK

Dépannage

Problèmes liés au débit et à la pression

- Maintenance de l'étalonnage EPC
- Procédure : réglage de zéro des capteurs de débit et de pression
- Mesure des débits
- Interprétation des mesures effectuées
- Un gaz n'atteint pas son point de consigne de pression ou de débit
- Un gaz dépasse son point de consigne de pression ou de débit
- La pression ou de débit d'injecteur n'est pas stable
- Le débit mesuré est différent du débit affiché

Problèmes liés au signal

- Tracés d'essai

Problèmes liés à la méthode

- Non-concordance de méthode

Problèmes liés à l'injecteur

L'injecteur avec/sans division

- Procédure : test des fuites du circuit gazeux
- Procédure : test des fuites d'un injecteur EPC avec/sans division
- Procédure : test des fuites d'un injecteur non EPC avec/sans division
- Procédure : élimination des fuites

Injecteur pour colonne remplie avec purge

- Procédure : test des fuites du circuit gazeux
- Procédure : test des fuites d'un injecteur pour colonne remplie avec purge EPC
- Procédure : test des fuites d'un injecteur pour colonne remplie avec purge non EPC
- Procédure : élimination des fuites
- Procédure : nettoyage de l'injecteur

L'injecteur à froid en tête de colonne

- Problème matériel de l'injecteur à froid en tête de colonne
- L'injecteur refroidit très lentement
- L'injecteur n'atteint pas sa température de consignes
- L'aiguille de la seringue se tord en cours d'injections
- Procédure : élimination des fuites

Injecteur vaporisateur à température programmable

- Procédure : test des fuites du circuit gazeux
- Procédure : test des fuites de l'injecteur PTV
- Elimination des fuites

Procédures de l'interface pour produits volatils : test des fuites du circuit gazeux

- Procédure : test des fuites du système
- Procédure : préparation de l'interface pour tester des fuites
- Procédure : élimination des fuites

Module de régulation électronique des gaz

- Procédure : test des fuites du circuit gazeux

Problèmes liés aux détecteurs

Détecteur à ionisation de flamme

- Conditions empêchant le détecteur FID de fonctionner
- Arrêt du détecteur
- Conditions de test et chromatogramme de contrôle

Détecteur à conductivité thermique

- Conditions empêchant le détecteur TCD de fonctionner
- Maintenance curative des problèmes de performance des TCD
- Procédure : nettoyage thermique
- Conditions de test et chromatogramme de contrôle

Détecteur azote-phosphore

- Conditions empêchant le détecteur NPD de fonctionner
- Conditions de test et chromatogramme de contrôle

Micro-détecteur à capture d'électrons
Conditions de test et chromatogramme de contrôle
Détecteur à photométrie de flamme
Conditions empêchant le détecteur TCD de fonctionner
Procédure : utilisation du FPD
Problèmes d'allumage de la flamme
Test des fuites
Conditions de test et chromatogramme de contrôle

Maintenance

Conseils de maintenance générale

- Fusibles et batteries
- Calendrier de maintenance

Remplacement des pièces du four et des colonnes

- Installation des colonnes et des pièges
- Utilisation de l'insert de four pour la chromatographie rapide

Remplacement des pièces de l'injecteur

- L'injecteur avec ou sans division
- L'injecteur pour colonne remplie avec purge
- L'injecteur à froid en tête de colonne
- L'injecteur vaporisateur à température programmable
- Interface pour composés volatils
- Le module de régulation des gaz

Remplacement des pièces du détecteur

- Le détecteur à ionisation de flamme
- Le détecteur à conductivité thermique (TCD)
- Le détecteur azote phosphore (NPD)
- Le micro-détecteur à capture d'électrons
- Le détecteur à photométrie de flamme

Module électronique de régulation de pression

- Procédure : remplacement du fritté de la voie auxiliaire
- Maintien de l'étalonnage EPC
- Procédure : réglage du zéro des capteurs de débit et de pression

Mesure des débits

- Mesure des débits avec un débitmètre à bulle
- Emplacements de mesure
- Procédure : mesure des débits gazeux avec un débitmètre à bulle
- Interprétation des mesures effectuées

Four et colonnes



Colonnes et pièges



Le compartiment à colonne

Table des matières intégrale

1. Informations générales

Tableaux de commandes 24
Utilisation des tableaux de commandes 25
Quelques points spécifiques 27
- Contrôle de gaz 27
- Colonnes 27
- Signaux 27
- Automatisation 27
- Méthodes et séquences 27
- Vannes 28

Stratégie 28
Informations sur la maintenance et l'entretien 29
- Fusibles et batteries 29
- Calendrier de maintenance 30

Avertissements de caractère général 31
- De nombreuses pièces internes du CPG présentent des tensions dangereuses 31
- La décharge électrostatique menace l'électronique du CPG 31
- De nombreuses pièces sont dangereusement chaudes 32

Arrêt du CPG 33
- Pendant moins d'une semaine 33
- Pendant plus d'une semaine 33

2. Clavier et affichage

L'affichage 36
Le tableau d'état 39
Le clavier 40
Touches d'action immédiate [Start], [Stop] et [Prep Run] 41
Touches de fonction 42
Touches de raccourci [Temp], [Pres], [Flow], [Det Control], [Ram p#] 44
- [Temp], [Pres] et [Flow] 44
- [Det Control] 45
- [Ramp #] 46

[Info] 47
[Status] 49
- Le tableau d'état Ready/Not Ready 49
- Le tableau d'état des points de consigne 50
- Procédure : Configuration du tableau d'état des points de consigne 50

Touches diverses 51
[Time] 51
Procédure : Réglage de l'heure et de la date 51
Procédure : Utilisation du chronomètre 52
Procédure : Définition de [Post Run] 52
[Run Log] 53
[Options] 54
[Config] 57
Touches de modification 58
[Mode/Type] 58
[Clear] 59
[Delete] 59
[.] 60
[–] 60
Stockage et automatisation 60
Paramètres par défaut 62
Procédure : Chargement des paramètres par défaut 62

3. Contrôle des débits et des pressions

Fermeture de l'hydrogène 66
Protection de la colonne 66
Ouverture et fermeture des débits de gaz 67
Flux contrôlés électroniquement 67
Flux non contrôlés électroniquement 67
Régulation électronique des gaz (EPC) 68
Interprétation des valeurs de débit et de pression affichées 68
Configuration 69
Colonnes et injecteurs 70
Configuration de la colonne 71
Procédure : Configuration d'une colonne 72
Remarques supplémentaires sur la configuration de colonne 73
Configuration du gaz vecteur 74
Procédure : Configuration du gaz vecteur 74
Sélection d'un mode de colonne 75
Les modes de débit 75
Les modes de pression 75
Procédure : Sélection d'un mode de colonne 76

Pour entrer le débit, la pression ou la vitesse linéaire moyenne initial(e) 77
Procédure : Pour définir le débit, la pression ou la vitesse linéaire moyenne initial(e) 79
Pour entrer un programme de débit ou de pression (facultatif) 80
Procédure : Pour entrer un programme de pression ou de débit 81
Pour entrer la suite des paramètres d'injecteur 82
Procédure : Pour entrer les autres paramètres de l'injecteur 83
Détecteurs 85
Configuration de gaz 88
Gaz d'appoint 88
Canaux auxiliaires 89
Procédure : Changement d'un fritté de canal auxiliaire 92
Maintenance de l'étalonnage EPC 93
Capteurs de débit 93
Capteurs de pression 93
Conditions zéro 93
Procédure : Mise à zéro des capteurs de débit et de pression 95
Commande non EPC 96
Injecteurs 96
Purge septum 96
Mesure des débits 98
Mesure des débits avec un débitmètre à bulle 98
Où mesurer les débits 99
Adaptateurs de mesure des débits 99
Procédure : Mesure des débits de gaz avec un débitmètre à bulle 100
Interprétation des mesures du débitmètre 101
Problèmes de débit et de pression 102
Un gaz n'atteint pas la pression ou le débit du point de consigne 102
Un gaz dépasse la pression ou le débit du point de consigne 103
La pression ou le débit de l'injecteur fluctue 104
Le débit mesuré n'est pas identique au débit affiché 104

4. Le compartiment à colonne

Caractéristiques du four 107
Sécurité du four 108
Configuration du four 109
Procédure : Pour effectuer une analyse isotherme 110

Réaliser une analyse en programmation de température 111
Points de consigne en programmation de température du four 112
Vitesses de rampe du four 113
Procédure : Préparation d'un programme à une seule rampe 114
Procédure : Préparation d'un programme à plusieurs rampes 115
Chromatographie rapide 116
Four à chauffage rapide 116
Configuration du four 116
Utilisation de l'insert de four pour chromatographie rapide 117
Pour installer l'insert de four 118
Pour retirer l'insert 119
Fonctionnement cryogénique 120
Points de consigne de contrôle cryogénique 120

5. Colonnes et pièges

Colonnes capillaires 124
Support de colonne 124
Procédure : Préparation des colonnes capillaires 125
Procédure : Installation des colonnes capillaires dans l'injecteur avec/sans division 127
Procédure : Installation des colonnes capillaires dans l'injecteur à froid en tête de colonne 130
Procédure : Installation des colonnes capillaires dans l'injecteur pour colonne remplie avec purge 131
Procédure : Installation des colonnes capillaires dans l'injecteur PTV et dans l'interface pour composés volatils 134
Procédure : Installation des colonnes capillaires dans les détecteurs NPD et FID 134
Procédure : Installation des colonnes capillaires dans le TCD 138
Procédure : Installation des colonnes capillaires dans le µ-ECD 139
Procédure : Installation des colonnes capillaires dans le FPD 142
Bagues pour colonnes capillaires 145
Bagues graphitées et bagues Vespel graphitées 145
Bagues Vespel 145
Colonnes métalliques remplies 146
Généralités : Installation des colonnes métalliques remplies 146
Raccords 147
Préparation des colonnes métalliques remplies 149
Procédure : Fabrication d'une entretoise avec un tuyau en Téflon 150
Procédure : Installation de bagues sur une colonne métallique 152

Procédure : Installation d'un adaptateur dans un raccord de détecteur 153
Procédure : Installation de colonnes métalliques remplies 154
Bagues pour colonnes métalliques remplies 155
Colonnes remplies en verre 157
Généralités : Installation de colonnes en verre remplies 157
Procédure : Installation des colonnes en verre remplies 159
Bagues et joints toriques pour des colonnes en verre remplies 161
Conditionnement des colonnes 162
Procédure : Etapes préliminaires du conditionnement des colonnes 163
Procédure : Conditionnement d'une colonne capillaire 164
Procédure : Conditionnement des colonnes remplies 165
Conditionnement des pièges chimiques 166
Etalonnage de votre colonne capillaire (en option) 167
Modes d'étalonnage 167
Procédures d'étalonnage de colonne 168
Procédure : Estimation de la longueur ou du diamètre réel de la colonne à partir d'un temps d'élution 168
Procédure : Estimation de la longueur ou du diamètre réel de la colonne à partir de la mesure du débit 170
Procédure : Estimation de la longueur et du diamètre réels de la colonne 172

6. Traitement des signaux

Utilisation des tableaux de commandes des signaux 175
Type de signal 175
Value 176
Paramètres de sortie analogique : zero, range et attenuation 179
Analog Zero 179
Procédure : Mise à zéro de la sortie du signal 179
Range : pour sorties analogiques seulement 180
Attenuation : pour sorties analogiques seulement 182
Vitesses des données 182
Procédure : Utilisation de la fonction Fast peaks 183
Traitement des données numériques 183
Zéro numérique 183
Décalages du niveau de la ligne de base 183
Cerity\ChemStation 185

Compensation de colonne 187
Procédure : Création d'un profil de compensation de colonne 188
Procédure : Exécution d'une analyse en utilisant la compensation de colonne 188
Procédure : Traçage d'un profil de compensation de colonne stocké 190
Test plot (Tracé de test) 191

7. Automatisation des instruments

Exécution d'événements pendant l'analyse 193
Programmation dans l'analyse 193
Utilisation des événements commandés dans l'analyse 194
Procédure : Programmation d'événements sur 2 4heures 195
La table d'analyse (run table) 196
Procédure : Ajout d'événements à la table d'analyse (run table) 196
Procédure : Modification des événements dans la table d'analyse 197
Procédure : Suppression d'événements sur 24 heures 197
Programmation d'événements sur 24 heures 198
Utilisation d'événements sur 24 heures 199
Procédure : Programmation d'événements sur 24 heures 199
Procédure : Ajout d'événements sur 24 heures 202
Procédure : Edition d'événements sur 24 heures 202
Procédure : Suppression d'événements sur 24 heures 203

8. Méthodes analytiques

Qu'est-ce qu'une méthode ? 205
Que pouvez-vous en faire ? 205
Création d'une méthode 206
Procédure : Stockage d'une méthode 207
Procédure : Chargement d'une méthode stockée précédemment 208
Procédure : Chargement de la méthode par défaut 209
Non-concordance de méthode 210
Changements de configuration entrés par l'utilisateur 210
Changements de configuration du matériel 211
Procédure : Modification d'une méthode stockée précédemment 211
Procédure : Suppression d'une méthode 211
Listes des méthodes 212

9. L'échantillonneur automatique de liquides

Tableau de commandes de l'injecteur 216
Procédure : Modification des points de consigne de l'injecteur 217
Configuration de l'injecteur 218
Procédure : Configuration d'un injecteur avec une tourelle à huit positions 219
Procédure : Configuration d'un injecteur avec une tourelle à trois positions 219
Points de consigne du plateau d'échantillons 220
Procédure : Modification des points de consigne du plateau d'échantillons 220
Procédure : Configuration du lecteur de codes-barres 220
Stockage des points de consigne de l'injecteur 221

10. Contrôle des vannes

Le boîtier de vannes 223
Chauffage des vannes 223
Programmation en température des vannes 224
Configuration de la température d'une zone Aux 224
Contrôle des vannes 225
Le pilotage de vannes 225
Le pilotage des vannes internes 225
Les pilotages des vannes externes 226
Configurations des vannes 227
Procédure : Pour configurer une vanne 228
Contrôle des vannes 229
Procédure : Contrôle des vannes à partir du clavier 229
A partir des tables d'événements commandés dans l'analyse (run) ou d'événements sur 24 heures (clock) 229
Exemples de contrôle des vannes 230
Vanne unique : sélection de colonne 230
Vanne d'échantillonnage de gaz 231
Vanne de sélection de débit multipositions et vanne d'échantillonnage 232

11. Séquences analytiques

Qu'est-ce qu'une séquence ? 236
Que pouvez-vous en faire ? 236

Définition d'une séquence 238
Séquence prioritaire 239
Sous-séquences 239
Post-séquence 240
Procédure : Création d'une séquence 240
Procédure : Création d'une sous-séquence d'échantillonneur 240
Procédure : Création d'une sous-séquence de vanne 241
Procédure : Définition des événements Post Sequence 242
Procédure : Stockage d'une séquence 243
Procédure : Chargement d'une séquence précédemment stockée 244
Procédure : Modification d'une procédure précédemment stockée 245
Procédure : Suppression d'une séquence 245
Contrôle des séquences 246
Statut de séquence 246
Procédure : Démarrage/exécution d'une séquence 247
Procédure : Pause et relance d'une séquence 248
Procédure : Arrêt d'une séquence 248
Interruption d'une séquence 249
Considérations spéciales pour l'utilisation d'un intégrateur 250

12. Messages

Messages Not Ready (non prêt) 255
Temperature zone not ready 258
Pressure and/or flow not ready 259
Detector not ready 260
Valve not ready 262
Autres messages not ready (non prêt) 263
Messages Shutdown (Arrêt) 265
Messages Warning (avertissement) 272
Messages Fault (Erreur) 277

13. Généralités sur les injecteurs

Types d'injecteurs 287
Utilisation de l'hydrogène 287
Procédure : Unités de pression : psi, kPa, bar 290
Les tableaux de commande d'injecteur et de colonne 291

Les tableaux de commandes de colonne 292
Le tableau de commandes de colonne : colonnes capillaires définies 292
Le tableau de commandes de colonne : colonnes remplies ou capillaires non définies 294
Qu'est-ce qu'un économiseur de gaz ? 296
Procédure : Comment utiliser l'économiseur de gaz 297
Pre Run et Prep Run 298
La touche [Prep Run] 299
Procédure : Auto Prep Run 299
Purge septum 299

14. L'injecteur avec ou sans division

Utilisation d'un injecteur avec/sans division 303
Versions standard et haute pression 303
Serrage du septum 303
Inserts 304
Procédure : Changement du septum 304
Régulation des gaz en mode avec division 306
Le tableau de commandes : fonctionnement avec division 307
Procédure : Utilisation en mode division avec la colonne définie 308
Procédure : Utilisation en mode division avec la colonne non définie 309
Régulation des gaz en mode sans division 310
Le tableau de commandes : fonctionnement sans division 311
Paramètres de fonctionnement 312
Procédure : Utilisation du mode sans division avec la colonne définie 313
Procédure : Utilisation du mode sans division avec la colonne non définie 314
Modes à-coup de pression pour les injections avec et sans division de l'échantillon 315
Le tableau de commandes : mode à-coup de pression avec division 316
Procédure : Utilisation en mode à-coup de pression avec division 317
Le tableau de commandes : mode à-coup de pression sans division 319
Procédure : Utilisation en mode à-coup de pression sans division 320
Maintenance d'un injecteur avec/sans division 321
Changement des septa 322
Procédure : Changement du septum 323
Remplacement du joint torique 325
Procédure : Changement du joint torique 326

Remplacement du joint d'embase de l'injecteur 328
Procédure : Remplacement du joint d'embase de l'injecteur 329
Remplacement de la cartouche filtrante du piège de l'orifice de division 331
Procédure : Test d'étanchéité de la canalisation de gaz 332
Procédure : Test de l'étanchéité d'un injecteur avec/sans division EPC 333
Procédure : Test d'étanchéité d'un injecteur avec/sans division non EPC 335
Procédure : Elimination des fuites 337
Procédure : Nettoyage de l'injecteur 338

15. L'injecteur pour colonne remplie avec purge

Utilisation d'un injecteur pour colonne remplie avec purge 340
Adaptateurs et inserts 342
Procédure : Installation des adaptateurs 344
Procédure : Installation d'un insert en verre 345
Le tableau de commandes 347
Colonnes remplies ou colonne non définie 347
Colonnes capillaires définies 347
Procédure : Utilisation de colonnes capillaires remplies et non définies 348
Procédure : Utilisation de colonnes capillaires définies 348
Maintenance d'un injecteur pour colonne remplie avec purge 349
Procédure : Changement des septa 350
Procédure : Changement du joint torique 353
Procédure : Test d'étanchéité de la canalisation de gaz 355
Procédure : Test d'étanchéité d'un injecteur pour colonne remplie avec purge EPC ..355
Procédure : Test d'étanchéité d'un injecteur pour colonne remplie avec purge non EPC 357
Procédure : Elimination des fuites 359
Procédure : Nettoyage de l'injecteur 360

16. L'injecteur à froid en tête de colonne

Utilisation de l'injecteur à froid en tête de colonne 364
Matériel 365
Injection automatique ou manuelle avec écrou de serrage du septum 367
Ecrous de serrage du septum 367
Septa 368
Injection manuelle avec une tour de refroidissement et un septum à bec de canard ..369
Procédure : Changement de l'écrou du septum ou de l'ensemble tour de refroidissement et septum 370

Procédure : Installation d'un manchon 371
Procédure : Vérification de la compatibilité entre l'aiguille et la colonne 372
Procédure : Technique d'injection manuelle avec écrou de serrage du septum 373
Procédure : Technique d'injection manuelle avec tour de refroidissement 373
Précolonnes 375
Température de l'injecteur 375
CryoBlast (facultatif) 375
Mode suivi de la température du four 375
Mode programmation de température 376
Considérations cryogéniques 376
Gammes de points de consigne 376
Procédure : Programmation de la température 377
Procédure : Utilisation de l'injecteur à froid en tête de colonne 378
L'injecteur à froid en tête de colonne 379
Problèmes matériels de l'injecteur à froid en tête de colonne 381
L'injecteur refroidit très lentement 381
L'injecteur ne parvient pas à atteindre un point de consigne de température 381
L'aiguille de la seringue se tord pendant les injections 381
Procédure : Remplacement de l'aiguille en silice fondue 382
Procédure : Installation d'une aiguille en silice fondue 383
Changement des septa 384
Procédure : Changement des septa 385
Procédure : Nettoyage de l'injecteur 387
Procédure : Test d'étanchéité des circuits de gaz 390
Procédure : Test d'étanchéité d'un injecteur à froid en tête de colonne 391
Procédure : Elimination des fuites 392

17. L'injecteur vaporisateur à température programmable

Présentation du PTV Agilent 396
Modes de fonctionnement 396
Exigences du système 396
Composants du système 397
Têtes d'échantillonnage 398
Chauffage de l'injecteur 399
Rampes de température supplémentaires 399
Refroidissement de l'injecteur 400
Configuration du PTV 400
Comportement de l'arrêt 402

Utilisation des modes division 403
Profil d'écoulement 403
Considérations sur la température 404
Introduction avec division d'un échantillon à froid 404
Introduction avec division d'un échantillon à chaud 404
Paramètres du tableau de commandes — fonctionnement en mode avec division 405
Procédure : Utilisation du mode avec division avec la colonne définie 406
Procédure : Utilisation du mode avec division avec la colonne non définie 407
Modes pulsés 408
Paramètres du tableau de commandes : mode avec division pulsé 409
Procédure : Utilisation du mode avec division pulsé avec la colonne définie 410
Procédure : Utilisation du mode avec division pulsé avec la colonne non définie 411
Utilisation des modes sans division 412
Profils d'écoulement 412
Considérations sur la température 415
Introduction de l'échantillon sans division à froid 415
Introduction de l'échantillon sans division à chaud 415
Paramètres du tableau de commandes — fonctionnement sans division 416
Valeurs de départ 416
Procédure : Utilisation du mode sans division avec la colonne définie 418
Procédure : Utilisation du mode sans division avec la colonne non définie 419
Fonctionnement en mode sans division pulsé 420
Paramètres du tableau de commandes : fonctionnement en mode sans division pulsé 420
Procédure : Utilisation du mode sans division pulsé avec la colonne définie 421
Procédure : Utilisation du mode sans division pulsé avec la colonne non définie 422
Utilisation du mode élimination de solvant 423
Profils d'écoulement 423
Considérations sur la température, la pression et le débit 425
Séquence des opérations 426
Chronogrammes 428
A quel moment se situe Start Run (début de l'analyse) ? 429
Paramètres du tableau de commandes — fonctionnement en élimination de solvant 430
Procédure : Utilisation du mode élimination de solvant avec la colonne définie .432
Procédure : Utilisation du mode élimination de solvant avec la colonne non définie 433

Injection de volumes importants 434
Exigences en matière de ChemStation 434
Valeurs calculées 436
Ajustements possibles 439
Maintenance d'un injecteur PTV 442
Adaptateurs d'injecteur 442
Procédure : Remplacement des adaptateurs d'injecteur 442
Procédure : Installation des colonnes 443
La tête sans septum 444
Procédure : Retrait de la tête sans septum 444
Procédure : Nettoyage de la tête sans septum 445
Procédure : Remplacement de la bague en Téflon 447
La tête de septum 448
Procédure : Retrait de la tête avec septum 448
Procédure : Changement du septum 449
Inserts d'injecteur en verre 450
Procédure : Remplacement des inserts 451
Remplacement de la cartouche filtrante du piège de l'orifice de division 453
Procédure : Contrôle de l'étanchéité des circuits de gaz 454
Procédure : Contrôle de l'étanchéité de l'injecteur PTV 455
Elimination des fuites 458
Sources de fuite potentielles 458
Consommables et pièces de rechange 459

18. Interface pour composés volatils

Utilisation d'une interface pour composés volatils 463
Mode avec division 465
Comprendre la régulation des gaz 465
Utilisation du tableau de commandes 466
Paramètres de fonctionnement 468
Rapport de division 468
Procédure : Fonctionnement en mode avec division avec la colonne définie 469
Procédure : Fonctionnement en mode avec division avec la colonne non définie 470
Mode sans division 471
Comprendre la régulation des gaz 471
Utilisation du tableau de commandes 472
Paramètres de fonctionnement 475
Procédure : Fonctionnement en mode sans division 476

Mode direct 477
Comprendre la régulation des gaz 477
Préparation de votre interface pour introduction directe de l'échantillon 479
Procédure : Déconnexion du tuyau de l'orifice de division 479
Procédure : Configuration pour une injection directe 482
Utilisation du tableau de commandes 482
Paramètres de fonctionnement 484
Procédure : Fonctionnement en mode direct 484
Maintenance d'une interface pour composés volatils 485
Procédure : Installation des colonnes 486
Procédure : Remplacement ou nettoyage de l'interface 491
Remplacement de la cartouche filtrante du piège de l'orifice de division 494
Procédure : Contrôle d'étanchéité des circuits de gaz 495
Procédure : Contrôle d'étanchéité du système 496
Procédure : Préparation de l'interface pour un contrôle d'étanchéité 498
Procédure : Elimination des fuites 499
Raccordement à une source de gaz externe 500
Procédure : Connexion de l'échantillonneur d'espace de tête 7694 501
Procédure : Connexion du concentrateur à purge et piégeage 7695 504

19. Injecteurs non EPC

Injecteur pour colonne remplie avec purge 509
Injecteur avec ou sans division : mode avec division 509
Injecteur avec ou sans division : mode sans division 509
Configuration 509
Procédure : Configuration d'un injecteur non EPC 510
Tableaux de commandes d'injecteur 511
Tableaux de commandes de colonne 512
Procédure : Réglage du débit de gaz vecteur pour l'injecteur pour colonne remplie avec purge 512
Procédure : Réglage des débits de l'injecteur pour le mode avec division 513
Procédure : Réglage des débits pour le mode sans division 515

20. Le module de régulation des gaz

Utilisation d'un module de régulation des gaz 518
Utilisation du PCM (Pneumatics control module) 520
Avec un injecteur 520
Avec une vanne ou un autre dispositif 521
Les tableaux de commandes 521
Colonne remplie ou colonne non définie 521
Colonnes capillaires définies 522
Procédure : Utilisation de colonnes capillaires non définies et de colonnes remplies 522
Procédure : Utilisation des colonnes capillaires définies 523
Maintenance d'un PCM 524
Procédure : Contrôle de l'étanchéité des circuits de gaz 524

21. Utilisation des détecteurs

Utilisation de l'hydrogène 526
Procédure : préparation des tableaux de commandes du détecteur 527
Débit de gaz d'appoint 530
Gaz d'appoint 530
Procédure : Définition du gaz d'appoint 531
Procédure : Changement du mode de débit de gaz d'appoint 531
Débits maximum 532
Raccourci clavier [Det Control] 533

22. Le détecteur à ionisation de flamme

Informations générales 536
Régulation des gaz du FID 536
Considérations spéciales 537
Conditions qui empêchent le détecteur de fonctionner 537
Arrêt du détecteur 537
Buses 538
Réallumage automatique : décalage avec flamme allumée 539
Procédure : Changement du point de consigne de réallumage automatique 539
Electromètre 540
Vitesses des données 540
Procédure : Utilisation de la fonction Fast peaks 540

Fonctionnement du FID 541
Pressions de gaz 542
Fonctionnement avec EPC 543
Procédure : Utilisation du FID 544
Conditions de vérification et chromatogramme 545
Conditions de vérification du FID 546
Chromatogramme type de vérification du FID 548
Maintenance d'un détecteur à ionisation de flamme 549
Correction des problèmes matériels du FID 550
Remplacement ou nettoyage de la buse 550
Procédure : Retrait et inspection de la buse 551
Procédure: Nettoyage de la buse 554
Procédure : Installation de la buse 555
Nettoyage du collecteur 557
Procédure : Retrait du collecteur 558
Procédure : Nettoyage du collecteur 560
Procédure : Réassemblage du détecteur 561
Procédure: Remplacement du câble de briquet d'allumage du FID 563
Le tube catalytique au nickel 566
Débits de gaz 566
Température 567
Remplacement du remplissage du catalyseur 567

23. Le détecteur à conductivité thermique (TCD)

Informations générales 572
Régulation des gaz du TCD 574
Conditions qui empêchent le détecteur de fonctionner 574
Passivation du filament 575
Gaz vecteur, gaz de référence et gaz d'appoint 575
Polarité négative 576
Recherche d'hydrogène 576
Fonctionnement du TCD 577
Pressions de gaz 578
Fonctionnement du TCD 579
Procédure : Utilisation du TCD 580

Conditions de vérification et chromatogramme 581
Conditions de vérification du TCD 581
Chromatogramme de vérification type du TCD 583
Maintenance d'un détecteur à conductivité thermique (TCD) 584
Correction des problèmes de performances du TCD 584
Procédure : Nettoyage thermique 585

24. Le détecteur azote phosphore (NPD)

Informations générales 588
Configuration logicielle 588
Régulation des gaz du NPD 589
Conditions qui empêchent le NPD de fonctionner 589
Pureté des gaz 590
L'élément actif 590
Réglage du décalage (offset) 590
Interruption de adjust offset 592
Arrêt du détecteur 592
Réglage d'adjust offset sur la table d'événements (clock table) 592
Temps de stabilisation 593
Procédure : Changement du temps de stabilisation 593
Fermeture de l'hydrogène pendant un pic de solvant 593
Fermeture du débit d'hydrogène entre les analyses 594
Tension de l'élément actif 594
Allongement de la vie de l'élément actif 595
Programmation de la température 595
Electromètre 596
Vitesse des données 596
Procédure : Définition de la vitesse des données pour le NPD 596
Buses et collecteurs 597
Fonctionnement du NPD 598
Pressions de gaz 599
Utilisation avec EPC 600
Procédure : Utilisation du NPD 601
Conditions de vérification et chromatogramme 602
Conditions de vérification du NPD 602
Chromatogramme de vérification type du NPD 604

Le détecteur azote/phosphore (NPD) 605
Vue éclatée des pièces composant le NPD 605
Correction des problèmes matériels du NPD 606
Procédure : Remplacement de l'ensemble élément actif 609
Procédure : Nettoyage du détecteur et du collecteur ; changement des isolants et des joints 614
Remplacement ou nettoyage de la buse 621
Procédure : Retrait et inspection de la buse 622
Procédure: Nettoyage de la buse 624
Procédure : Remplacement de la buse et réassemblage du détecteur 625

25. Le micro-détecteur à capture d'électrons

Informations relatives à la réglementation et à la sécurité 627
L'isotope Ni_{63} 628
Licences ECD 628
Licence spécifique 628
Licence générale 629
Avertissements relatifs au µ-ECD 630
Précautions à prendre pour la manipulation du µ-ECD 631
Informations générales 632
Linéarité 632
Gaz du détecteur 633
Température 633
Electromètre 633
Fonctionnement du µ-ECD 634
Procédure : Utilisation du µ-ECD 635
Conditions de vérification et chromatogramme 637
Conditions de vérification du µ-ECD 637
Chromatogramme type de vérification du µ-ECD 639
Maintenance du détecteur 640
Correction des problèmes de performances 641
Vérification des fuites de gaz 644
Nettoyage thermique 646
Test par essuyage (test de fuite radioactive) 647

26. Détecteur à photométrie de flamme

Informations générales 649
Linéarité 650
Effets de quenching (extinction) 651
Saturation du PMT 651
Filtres optiques 651
Insert en silice fondue 652
Conditions qui empêchent le détecteur de fonctionner 652
Arrêt du détecteur 652
Configuration logicielle 652
FPD à deux longueurs d'onde 653
Utilisation du détecteur 654
Considérations relatives à la température du détecteur 654
Configuration du chauffage 654
Décalage avec flamme allumée 655
Procédure : Modification du point de consigne Lit offset 655
Séquence d'allumage de la flamme 656
Allumage de la flamme 657
Electromètre on/off 657
Débits de données de l'électromètre 658
Procédure : Utilisation de la fonction Fast peaks 658
Fonctionnement du FPD 659
Procédure : Utilisation du FPD 661
Conditions de vérification et chromatogramme 662
Conditions de vérification du FPD 662
Chromatogrammes types de vérification du FPD 665
Maintenance du détecteur 666
Problèmes d'allumage de la flamme 666
Remplacement des filtres de longueur d'onde 668
Contrôle d’étanchéité 669
Nomenclatures 670
Nettoyage/remplacement des fenêtres, des filtres et des joints 674
Nettoyage/remplacement de la buse 676
Remplacement de l'adaptateur en silice fondue de la ligne de transfert 678
Remplacement du tube photomultiplicateur 681

27. Fonctionnement de base

Echantillons 684
Préparation du CPG pour analyser les échantillons 684
Analyse des échantillons - Injection manuelle 684
Analyses en cours - Injection ALS ou Vanne 685
Méthodes 686
Création des méthodes 686
Réglage du débit et de la pression de la colonne 687
Séquences 688
Création des séquences 688
Démarrage/Arrêt/Pause d'une séquence 690
Maintenance 691
Changement de la colonne 691
Vérification des performances 694

28. Préparation du site

Plages de température et d'humidité 698
Exigences en matière de ventilation 698
Orifice de sortie d'air chaud du four 699
Evacuation des gaz toxiques ou nocifs 699
Exigences en matière de paillasse 700
Exigences en matière d'alimentation électrique 703
Mise à la terre 703
Tension du secteur 703
Etats-Unis - Four à chauffage rapide, 240V 705
Installation au Canada 706
Configuration du CPG pour utilisation avec un MSD 706
Exigences en matière de gaz 706
Gaz pour colonnes remplies 706
Gaz pour colonnes capillaires 707
Pureté du gaz 709
Circuit d'alimentation en gaz 712
Tuyaux d'alimentation en gaz vecteur et en gaz de détecteur 713
Manodétendeurs à double détente 714
Manodétendeur - raccordement des tuyaux d'alimentation en gaz 715
Pièges 715

Exigences en matière de refroidissement cryogénique 717
Choisir un réfrigérant 718
Utilisation du dioxyde de carbone 718
Utilisation de l'azote liquide 720
Alimentation en air des actionneurs de vanne 721

29. Installation

Etape 1. Déballage du CPG 727
Etape 2. Placement du système CPG sur la paillasse 728
Etape 3. Mise sous tension du système 729
Etape 4. Connexion du tuyau à la bouteille de gaz 731
Etape 5. Connexion des pièges au tuyau d'alimentation en gaz 732
Etape 6. Connexion d'un SWAGELOK™ en T au tuyau 733
Etape 7. Connexion du tuyau à la chambre d'injection 734
Etape 8. Raccordement des tuyaux aux détecteurs 735
6890 avec régulation électronique des gaz (EPC) 735
Etape 9. Vérification de l'étanchéité 737
Etape 10. Connexion des alimentations en liquide cryogénique 738
Raccordement du dioxyde de carbone liquide 738
Raccordement de l'azote liquide 739
Etape 11. Connexion de l'actionneur de vanne à gaz 741
Etape 12. Réglage des pressions de la source 742
Etape 13. Connexion des câbles 743
Schémas des câbles 747
Câble analogique, usage général 747
Câble marche/arrêt à distance 748
Câble code décimal binaire 750
Câble d'événements externes 751
Etape 14. Configuration du CPG 753
Procédure : Définition d'une configuration en réseau local (LAN) 753

30. Connexions SWAGELOK

©Agilent Technologies 2001

Tous droits réservés. La reproduction, l'adaptation ou la traduction sans autorisation écrite préalable est interdite, sauf dans le cadre des lois sur le copyright.

Réf. G1530-93467

Première édition, juin 2001

Fabriqué aux Etats-Unis

Remplace les numéros de références G1530-90307, G1530-90447, G1530-90457 et G1530-90467.

HP® est une marque déposée de Hewlett-Packard Co.

Microsoft®, Windows® et Windows NT® sont des marques déposées de Microsoft Corp.

Informations de sécurité

Le chromatographe en phase gazeuse 6890 satisfait aux classifications IEC (International Electrotechnical Commission) suivantes : Sécurité Classe 1, Surtension passagère Catégorie II et Degré de Pollution 2.

Cet appareil a été conçu et testé conformément aux normes de sécurité reconnues et pour un usage intérieur. Si l'instrument est utilisé d'une manière non spécifiée par le fabricant, la protection fournie par l'instrument peut être diminuée. Si la protection de sécurité du 6890 a été compromise, débranchez l'appareil de toutes les sources d'alimentation et protégez-le contre toute utilisation imprévue.

Ne confiez les interventions sur cet appareil qu'à des techniciens qualifiés. Echanger des pièces ou effectuer des modifications non autorisées sur l'instrument peut mettre la sécurité en danger. Avant d'enlever les capots, débranchez le cordon d'alimentation. Le client ne doit pas remplacer la batterie ou les fusibles de cet instrument. La batterie contenue dans cet instrument est recyclable.

Symboles de sécurité

Les avertissements qui se trouvent dans le manuel ou sur l'instrument doivent être observés pendant toutes les phases d'utilisation, d'entretien et de réparation de celui-ci. Le non-respect de ces précautions viole les normes de sécurité et l'utilisation prévue de l'instrument.
Agilent Technologies décline toute responsabilité si ces consignes ne sont pas respectées.

AVERTISSEMENT

Un avertissement attire l'attention sur une condition ou une situation susceptible de blesser l'utilisateur.

ATTENTION

Une telle mise en garde attire l'attention sur une condition ou une situation susceptible d'endommager ou de détruire le produit ou le travail de l'utilisateur.

Se référer aux documents joints.



Surface chaude.



Tensions dangereuses.



Terminaison terre (masse).



Danger radio-actif.



Danger d'explosion.



Compatibilité électromagnétique

Cet appareil satisfait aux exigences de la publication CISPR 11. Son utilisation est soumise aux deux conditions suivantes :

1. Cet appareil ne doit pas produire de perturbations intolérables.
2. Cet appareil doit supporter sans dégradation les perturbations, notamment celles pouvant causer des dysfonctionnements.

Si cet appareil perturbe effectivement la réception des programmes de radiodiffusion sonore ou visuelle - ce que l'on peut déterminer en éteignant, puis en rallumant l'appareil - l'utilisateur peut tenter d'y remédier :

1. en déplaçant l'antenne du récepteur ;
2. en éloignant l'appareil du récepteur ;
3. en branchant l'appareil sur une autre prise de courant, pour que l'appareil et le récepteur fonctionnent sur des circuits électriques distinct ;
4. en vérifiant si tous les périphériques sont également certifiés ;
5. en vérifiant que les câbles utilisés pour relier l'appareil aux périphériques sont appropriés.
6. Contactez votre distributeur Agilent Technologies ou un technicien expérimenté.
7. La réalisation de changements ou de modifications non expressément approuvés par Agilent Technologies risque de priver l'utilisateur du droit d'utiliser l'appareil.

Certification d'émission acoustique pour la République fédérale d'Allemagne

Pression sonore Lp < 65 dB(A)
En fonctionnement normal
A la place de l'opérateur
D'après ISO 7779 (essai de type)

Lorsque le 6890 est utilisé avec l'option vanne cryogénique, la pression acoustique est de 74,6 dB(A) pendant le fonctionnement en vanne cryogénique pour de courtes impulsions.

Schallemission

Schalldruckpegel LP < 65 dB(A)
Am Arbeitsplatz
Normaler Betrieb
Nach DIN 45635 T. 19
(Typprüfung)

Bei Betrieb des 6890 mit Cryo Ventil Option treten beim Oeffnen des Ventils impulsfoermig Schalldrucke Lp bis ca. 74.6 dB(A) auf.

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

1 Informations générales

Tableaux de commandes

Utilisation des tableaux de commandes

Quelques points spécifiques

- Contrôle de gaz
- Colonnes
- Signaux
- Automatisation
- Méthodes et séquences
- Vannes

Stratégie

Informations sur la maintenance et l'entretien

- Fusibles et batteries
- Calendrier de maintenance

Avertissements de caractère général

- De nombreuses pièces internes du CPG présentent des tensions dangereuses
- La décharge électrostatique menace l'électronique du CPG
- De nombreuses pièces sont dangereusement chaudes

Arrêt du CPG

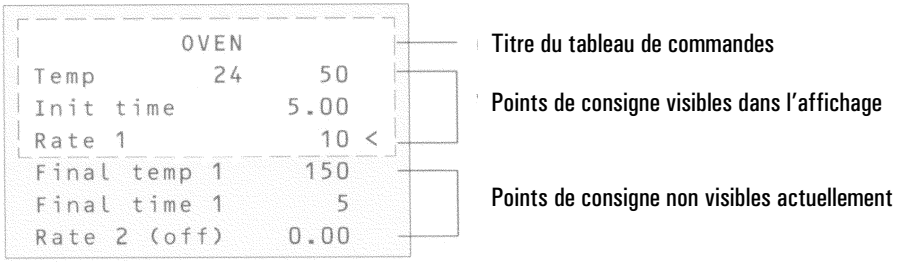
- Pendant moins d'une semaine
- Pendant plus d'une semaine

Chromatographe en phase gazeuse série 6890

Le chromatographe en phase gazeuse 6890 est appelé “le CPG” dans ce manuel.

Tableaux de commandes

Le CPG est contrôlé par une longue liste de points de consigne (températures, temps, choix de signal, etc.), eux-mêmes organisés en tableaux de commandes. Par exemple, ceci est un tableau de commandes de four classique :



- Titre du tableau de commandes : cette ligne identifie le tableau. Elle ne suit pas le déplacement vertical du tableau.
- Points de consigne visibles dans l’affichage : l’affichage occupe quatre lignes. La première pour le titre, les trois autres montrant des points de consigne et, dans la ligne `Temp`, la valeur réelle en cours.
- Points de consigne visibles actuellement : ce tableau contient six lignes de points de consigne. Les trois dernières peuvent être amenées dans la fenêtre de visualisation au moment voulu.

Equipement installé

Votre instrument n’affiche que les tableaux de commandes des éléments présents. Il est donc impossible de voir un tableau de commandes pour un injecteur, détecteur ou une autre unité non installée.

Les tableaux de commandes contenant de nombreuses fonctions d’instrument, telles que [Status] ou [Config], ne montrent que les éléments installés. C’est pourquoi de nombreux affichages d’exemples de ce manuel seront différents de ceux de votre instrument.

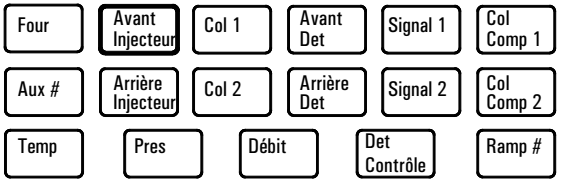
Utilisation des tableaux de commandes

Pour démarrer l'instrument, procédez ainsi :

1. actionnez une touche pour afficher un tableau de commandes. Le tableau s'affiche. La première ligne correspond au titre du tableau ;
2. inspectez les points de consigne du tableau (si le tableau est long, il faudra le faire défiler) ;
3. modifiez les points de consigne sélectionnés dans le tableau ;
4. recommencez avec les autres tableaux selon les besoins ;
5. analysez l'échantillon.

Un tableau a pour avantage de contenir des groupes de points de consigne associés. Vous pouvez les inspecter et les modifier facilement, sans être obligé d'exécuter des séquences de touches.

Par exemple, appuyez sur la touche [Front Inlet]



Vous obtenez un tableau contenant les points de consigne s'appliquant à l'injecteur avant du CPG. Les tableaux de commandes pour les trois types d'injecteurs, tous avec régulation électronique des gaz (EPC), sont illustrés Figure 1.

A froid en tête de colonne

```
   FRONT INLET (COC)
Mode:    Track oven
Temp        53     53
Pressure 10.0   10.0 <
```

Rempli avec purge

```
   FRONT INLET (PP)
Temp        250    250 <
Pressure 10.0   10.0
Total flow          5.0
```

Avec/sans division

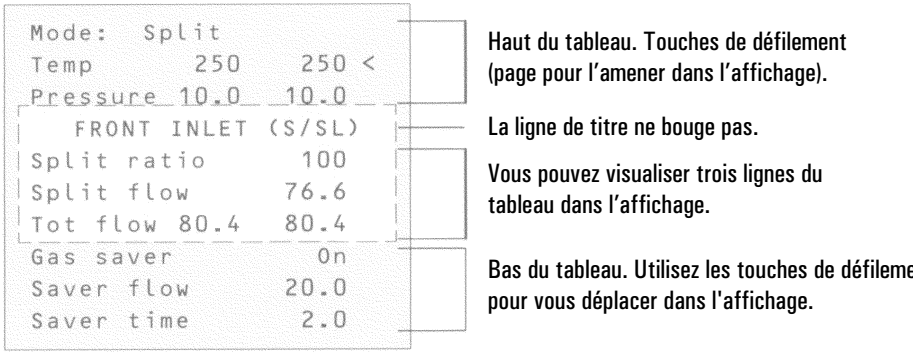


Figure 1 Quelques tableaux de commandes de l'injecteur

Utilisez les touches de défilement (▲ et ▼) pour amener le curseur (<) sur la ligne que vous souhaitez modifier, tapez la nouvelle valeur et appuyez sur [Enter]. Répétez jusqu'à ce que le tableau vous convienne.

Les tableaux changent selon les modes sélectionnés et la configuration de l'instrument. Les vôtres seront probablement différents.

Quelques points spécifiques

Contrôle de gaz

Le CPG peut contrôler tous les flux de gaz (injecteurs, détecteurs et trois flux auxiliaires) à partir du clavier grâce à la régulation électronique des gaz (EPC). L'EPC permet de régler le débit et la pression, et propose divers modes de programmes.

Certains injecteurs et détecteurs non EPC sont également disponibles. Ils fonctionnent normalement au moyen de contrôleurs de débit et de régulateurs de pression et d'un débitmètre séparé. La marche/arrêt peut être commandée à partir du clavier.

Colonnes

Vous pouvez contrôler le comportement du gaz vecteur dans la colonne, en spécifiant : débit ou pression constant(e) ou programmable dans le temps. Les injecteurs EPC maintiennent ce comportement pendant toute l'analyse, même avec la programmation de température.

Vous devez entrer les informations concernant la colonne avant celles de l'injecteur !

Signaux

Les signaux sont les flux de données qui quittent le CPG pour être traités par une autre unité. Il en existe un large choix, aussi bien analogiques que numériques.

Automatisation

La table d'événements commandés dans l'analyse exécute les commandes à des moments spécifiés après l'injection. La table d'événements sur 24 heures exécute les commandes à certaines heures du jour.

Méthodes et séquences

La méthode active est l'ensemble de tableaux de commandes et de valeurs qui contrôlent actuellement le CPG. Jusqu'à cinq méthodes peuvent être stockées en mémoire.

Une séquence est une liste des positions des échantillons et des méthodes stockées à utiliser pour les exécuter. Jusqu'à cinq séquences peuvent être stockées. Les échantillons peuvent provenir d'un échantillonneur automatique d'échantillons liquides ou d'une vanne d'échantillonnage avec une vanne de sélection de circuit pneumatique. Les séquences peuvent être interrompues pour analyser des échantillons urgents.

Vannes

Des vannes de commutation peuvent être utilisées pour diverses opérations de colonnes. Les vannes d'échantillonnage de gaz peuvent être utilisées manuellement ou avec une vanne de sélection de débit à plusieurs positions. Si cette dernière est utilisée, on peut la combiner avec une séquence pour contrôler la sélection et l'analyse d'échantillons.

Stratégie

Le CPG est organisé autour d'un ensemble de tableaux de commande, dont chacun contient un groupe de points de consigne associés. Vous le contrôlez en visualisant et en modifiant les tableaux d'après vos besoins analytiques. Voici quelques suggestions à ce sujet:

- le contenu de nombreux tableaux dépend de l'équipement présent. Bien que le CPG puisse détecter bon nombre de ses composants, vous devez fournir certaines informations (telles que le gaz vecteur utilisé). Vous devez toujours configurer (définir) les éléments de l'instrument avant de les utiliser ;
- lorsque vous mettez au point une analyse, configurez d'abord le gaz vecteur, puis le mode colonne, et finalement l'injecteur. Les détecteurs peuvent être validés à tout momen t;
- utilisez la touche [Config] pour vérifier régulièrement que la configuration est conforme à vos souhait s;
- utilisez la touche [Info] pour obtenir de l'aide sur les gammes de points de consigne, l'action suivante à exécuter, et autres conseils ;
- de nombreux points de consigne vous demandent de choisir d'abord dans une liste. La touche [Mode/Type] ouvre ces listes. Si un point de consigne semble demander une entrée autre que numérique ou [On] ou [Off], essayez [Mode/Type] pour voir s'il existe un menu sous-jacent.

Informations sur la maintenance et l'entretien

Fusibles et batteries

Le CPG nécessite des fusibles et des batteries dont l'accès est réservé à l'ingénieur de maintenance Agilent.

Tableau 1. Fusibles et batteries de la carte principale

Désignation du fusible	**Puissance et type**
F1, F2, F3, F4	8 A, 250 Vca, IEC 127 Type F (non temporisé), corps en verre
Désignation de la batterie	**Puissance et type**
BT1	Batterie au lithium 3 volts, Panasonic BR3032

Tableau 2. Fusibles de la carte CA

Désignation du fusible	**Tension du secteur**	**Puissance et type**
F1, F2	120 V	20 A, 250 Vca, IEC 127 Type F (non temporisé), céramique
F1, F2	200 V - 240 V	15 A, 250 Vca, IEC Type F (non temporisé), céramique
F3, F4	Tous	8 A, 250 Vca, IEC Type F (non temporisé), verre

Calendrier de maintenance

La fréquence dépend des facteurs suivant s:

- niveau d'utilisation du CPG ;
- type des échantillons injectés ;
- nature des injections : manuelles ou automatiques ;
- instrument utilisé pour des applications multiples ou consacré à une seule ;
- autres facteurs de l'environnement : poussière, température ambiante, etc.

Tableau 3. Calendrier de maintenance

Fréquence de maintenance	Actions
Quotidienne	Changer les septa, passer un échantillon d'étalonnage, vérifier le serrage des écrous de l'insert et de la colonne[1].
Hebdomadaire	Changer les inserts en verre et les joints toriques, le cas échéant.
Mensuelle	Nettoyer le piège de la ligne de division de l'injecteur avec/sans division. Vérifier l'étanchéité pour l'hydrogène. Vérifier toutes les connexions en provenance de l'alimentation initiale. Sur le CPG, vérifier l'étanchéité de l'injecteur et des connexions de colonnes vers l'injecteur et le détecteur.
Trimestrielle	Renouveler des bouteilles de gaz[2].
Semi-annuelle	Nettoyer les détecteurs, effectuer un test par essuyage sur le μ-ECD.
Annuelle	Reconditionner ou remplacer les pièges et filtres chimiques internes et externes.

[1] Très important pour la programmation de température avec des bagues Vespel ou Vespel/graphitées.

[2] En utilisation normale, des cylindres de taille A alimenteront deux chromatographes bi voies pendant environ trois mois. Remplacez le cylindre quand sa pression devient inférieure à 500 psig.

Avertissements de caractère général

De nombreuses pièces internes du CPG présentent des tensions dangereuses

Dès lors que le CPG est branché au secteur, et même s'il est hors tension (interrupteur en position arrêt), il existe des tensions dangereuses aux points suivants :

- câblage entre le cordon d'alimentation du détecteur et l'interrupteur ;
- câblage entre le cordon d'alimentation du CPG et l'alimentation ca, l'alimentation ca elle-même, et le câblage entre l'alimentation ca et l'interrupteur.

Lorsque l'appareil est sous tension (interrupteur en position de marche), il existe aussi des tensions dangereuses su r:

- toutes les cartes électroniques de l'instrument ;
- les fils et câbles internes connectés à ces cartes.

Avertissement Toutes ces pièces sont protégées par des capots. Quand ces derniers sont en place, il est difficile d'entrer en contact par accident avec des tensions dangereuses. Sauf instruction expresse, ne retirez un capot que si le détecteur, l'injecteur ou le four est hors tension.

Remplacez tout cordon d'alimentation dont l'isolation est détériorée ou usée. Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.

La décharge électrostatique menace l'électronique du CPG

La décharge électrostatique peut endommager les cartes de circuits imprimés du CPG. Ne touchez ces cartes que si c'est absolument nécessaire. Si vous devez les manipuler, munissez-vous d'un bracelet antistatique et prenez d'autres précautions antistatiques. Portez également un bracelet antistatique chaque fois que vous devez retirer le panneau latéral de l'électronique.

De nombreuses pièces sont dangereusement chaudes

De nombreuses pièces du CPG fonctionnent à des températures suffisamment hautes pour provoquer de graves brûlures. En voici la liste, non limitative:

- les injecteurs ;
- le four ;
- les détecteurs ;
- les écrous qui fixent la colonne à un port d'injection ou à un détecteur.

Avant de travailler sur ces pièces, laissez toujours ces zones du CPG revenir à la température ambiante. Elles refroidiront plus rapidement si vous réglez d'abord la température de la zone chauffée sur la température de la pièce.
Dès que la zone a atteint le point de consigne, désactivez-la. Si vous devez intervenir sur des pièces chaudes, utilisez une clé anglaise et portez des gants. Dans la mesure du possible, avant de commencer à travailler sur une pièce de l'instrument, laissez-la refroidir.

Avertissement Soyez prudent lorsque vous travaillez derrière l'instrument. Pendant les cycles de refroidissement, le CPG évacue des gaz chauds, susceptibles de provoquer des brûlures.

L'isolation autour des injecteurs, détecteurs, boîtier de vannes et de l'isolation thermique des buses, est faite de fibres en céramique réfractaire. Pour éviter d'inhaler des particules de fibres, nous préconisons les procédures de sécurité suivantes : aérez votre zone de travail, portez des vêtements à manches longues, des gants, des lunettes de sécurité et un masque anti-poussière/humidité jetable, débarrassez-vous du bloc d'isolation dans un sac en plastique scellé. Après avoir manipulé le bloc d'isolation, lavez-vous les mains à l'eau froide et avec un savon doux.

Arrêt du CPG

Pendant moins d'une semaine

En général, vous pouvez toujours laisser votre CPG sous tension lorsque vous ne l'utilisez pas. Si vous n'utilisez pas le CPG pendant environ une semaine, économisez les gaz et l'énergie en procédant comme sui t:

- abaissez les températures du détecteur, de l'injecteur et de la colonne à 150 - 200 °C pour économiser de l'énergie ;
- fermez les débits de gaz corrosifs ou potentiellement dangereux comme l'oxygène et l'hydrogène ;
- réduisez les débits de gaz vecteur et de gaz d'appoi nt;
- fermez les sources de réfrigérant.

Avertissement Si vous laissez le CPG sans surveillance pendant de longues périodes, fermez les débits de gaz inflammables. Si une fuite apparaissait, elle entraînerait un risque d'incendie ou d'explosion.

Abaisser la température de l'instrument et réduire les débits de gaz vecteur et de gaz d'appoint évite l'accumulation d'impuretés dans votre colonne, votre injecteur et votre détecteur.

Pendant plus d'une semaine

1. Réglez la température de toutes les zones chauffées sur l'ambiante et fermez le débit de gaz d'appoint du détecteur. Laissez le gaz vecteur s'écouler.
2. Quand le CPG est froid, mettez le hors tension.
3. Fermez toutes les sources de gaz et de réfrigérant.
4. Retirez la colonne et bouchez ses extrémités pour éviter toute contamination. Conservez la colonne dans un endroit frais et sec.
5. Pour éviter toute contamination, bouchez les raccords de colonne de l'injecteur et du détecteur.
6. Si les gaz ne sont plus raccordés au CPG, bouchez les raccords d'entrée à l'arrière du CPG et sur le chambre d'injection.
7. Si vous le souhaitez, remplacez le filtre du piège de l'évent de division (s'il y en a un).

2 Clavier et affichage

L'affichage

Le tableau d'état

Le clavier

Touches d'action immédiate [Start], [Stop] et [Prep Run]

Touches de fonction

Touches de raccourci [Temp], [Pres], [Flow], [Det Control], [Ramp #]
[Temp], [Pres] et [Flow]
[Det Control]
[Ramp #]

[Info]

[Status]
Le tableau d'état Ready/Not Ready
Le tableau d'état des points de consigne
Procédure : Configuration du tableau d'état des points de consigne

Touches diverses
[Time]
Procédure : Réglage de l'heure et de la date
Procédure : Utilisation du chronomètre
Procédure : Définition de [Post Run]
[Run Log]
[Options]
[Config]

Touches de modification
[Mode/Type]
[Clear]
[Delete]
[.]
[–]

Stockage et automatisation

Paramètres par défaut
Procédure : Chargement des paramètres par défaut

Clavier et affichage

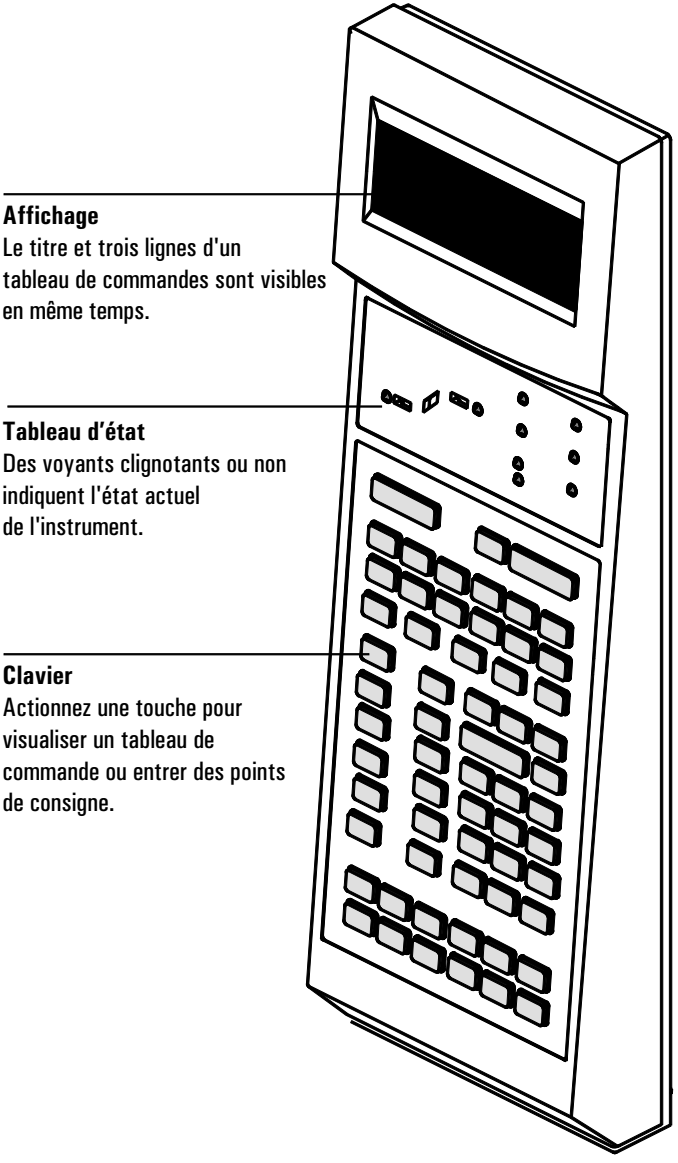


Figure 2 Les commandes du CPG

L'affichage

Il s'agit d'une fenêtre ouvrant sur les tableaux de commandes. La première ligne contient un titre ; les autres lignes, le contenu du tableau. Au-delà de trois lignes, utilisez les touches de défilement.

Touches de défilement (▲,▼)

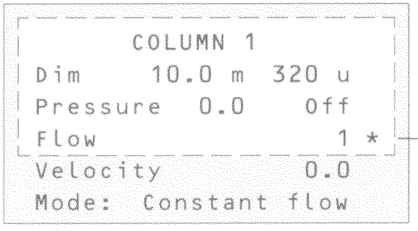
Servent à inspecter les points de consigne dans le tableau de commandes.

Le curseur (<)

Pointe sur la ligne en position d'édition. Les changements tapés au clavier s'appliquent à la ligne contenant le "curseur".

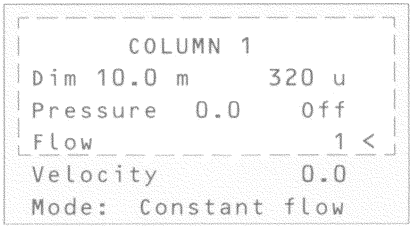
Astérisque (*)

Un astérisque clignotant vous invite à appuyer sur [Enter] pour stocker un point de consigne ou sur [Clear] pour annuler l'entrée. Tant que cela n'est pas fait, toute autre tâche vous est interdite.

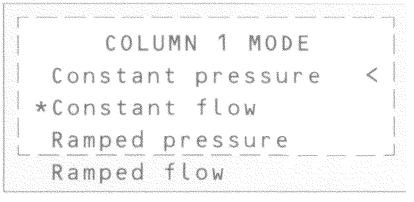


Si cet astérisque clignote, vous devez appeler une autre fonction jusqu'à ce que vous appuyez sur [Enter] ou [Clear].

L'astérisque à gauche d'un tableau Mode/Type indique la sélection en cours.



Appuyez deux fois [Mode/Type].



Instrument émettant un bip

Si le débit des gaz ne peut pas atteindre le point de consigne, plusieurs bips sont émis. Le débit s'arrête après une ou deux minutes.

Si le débit d'hydrogène est fermé ou si un arrêt thermique se produit, un bip continu retentit. Pour l'arrêter, appuyez sur [Clear].

Toute autre faute, avertissement ou fermeture émet un seul bip.

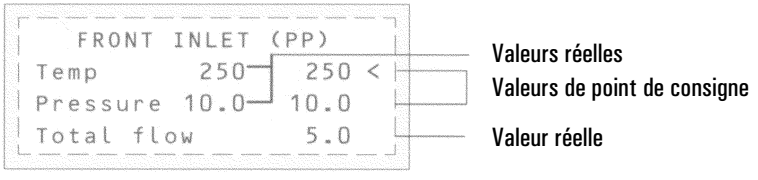
Point de consigne clignotant

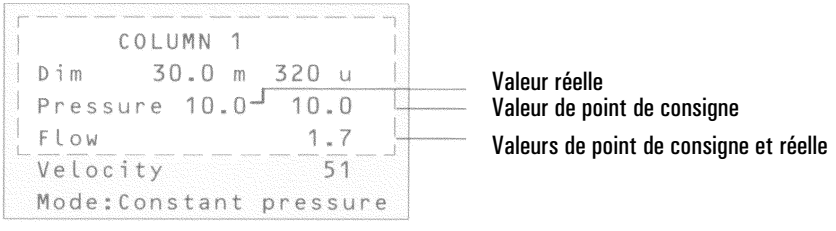
Si le système ferme un débit de gaz, une vanne multiposition ou le four, `Off` clignote sur la ligne appropriée du tableau de commandes. Vous savez ainsi où se situe le problème.

La ligne On/Off (Marche/Arrêt) du détecteur clignote en cas de fermeture des circuits pneumatiques ou de défaillance dans une autre partie du détecteur, comme le filament du TCD.

Valeurs réelles et de point de consigne

Si une ligne d'un tableau de commandes comporte deux valeurs, celle de gauche est toujours réelle et celle de droite toujours un point de consigne. S'il n'y en a qu'une, elle peut être l'une ou l'autre, selon le tableau. Dans certains tableaux de commandes (par exemple, ceux qui contrôlent des colonnes) le nombre d'extrême droite est réel et correspond au point de consigne.



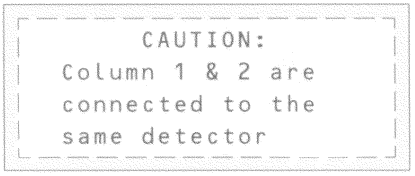


Messages

Les **messages d'avertissement** vous signalent que l'instrument est peut-être mal configuré. Ce message apparaît lorsque :

- [Column 1] et [Column 2] sont configurés pour un injecteur ou un détecteur ;
- un circuit de gaz vecteur auxiliaire est utilisé comme injecteur et le type de gaz vecteur auxiliaire est de l'air. L'air est interdit comme gaz vecteur.

Message d'avertissement :

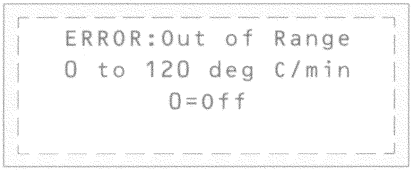


Appuyez sur [Clear] pour supprimer le message. Vous pouvez alors reconfigurer l'instrument ou continuer avec la configuration actuelle.

Les **messages d'erreur** signifient que :

- le point de consigne entré se situe hors de la gamme autorisée ;
- votre instrument ne possède pas le matériel capable d'exécuter l'opération que vous avez demandée.

Message d'erreur :



Appuyez sur [Clear] pour supprimer le message. Vous devez entrer une nouvelle consigne, changer ce matériel ou reconfigurer l'instrument avant de continuer.

Les **messages surgissants** apparaissent en cas de Shutdown (Panne d'alimentation), Fault (Défaut) ou Warning (Avertissement). Ils contiennent le type et le numéro de l'erreur ainsi qu'une brève description. Pour plus d'informations sur les messages surgissants, voir "Avertissement".

Message surgissant :



Appuyez sur [Clear] pour supprimer le message.

Le tableau d'état

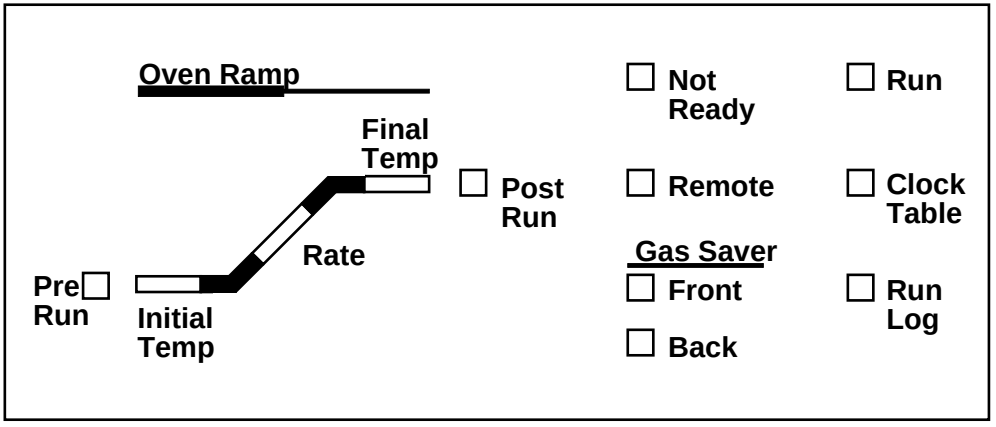


Figure 3 Le tableau d'état

Tableau 4 Les voyants de l'affichage

Voyant	Description
Pre Run	Allumé lorsque le CPG est en état *Pre Run* (après enfoncement de [Prep Run]). Pour des informations complémentaires, voir page 298.
Oven Ramp LEDs (LED de programmation du four)	Montrent la progression du programme de température du four. Si le four ne peut suivre le programme, le voyant Rate clignote.
Post Run	Allumé lorsque l'instrument exécute une post-analyse.
Not Ready	Allumé lorsque le CPG n'est pas encore prêt à réaliser une analyse. Clignote lorsque l'instrument présente un ou plusieurs défauts. Appuyez sur la touche [Status] pour voir quels paramètres ne sont pas prêts, ou quels défauts se sont produits.
Run	Indique qu'une analyse chromatographique est en cours.
Remote	Indique que la communication avec une unité distante a été établie.
Clock Table	Indique que la table d'événements horaires contient des entrées.
Gas Saver	Indique que l'économiseur de gaz avant ou arrière est actif.
Run Log	Indique que le journal d'exécution contient des entrées. Utile pour les Bonnes Pratiques de Laboratoire (BPL).

Le clavier

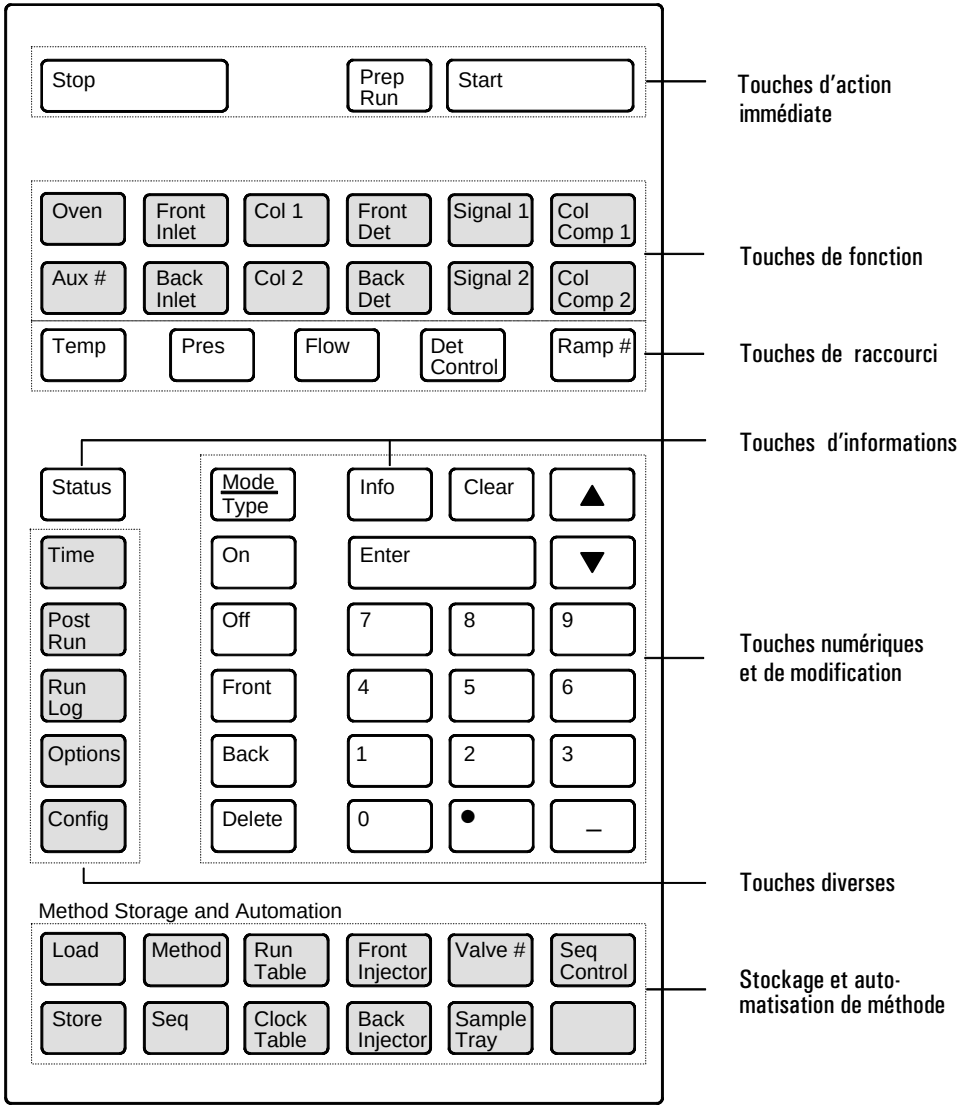


Figure 4 Le clavier

Touches d'action immédiate [Start], [Stop] et [Prep Run]

Ces touches font agir l'instrument immédiatement.

[Start] et **[Stop]**

Démarre et arrête tout type d'exécution. [Stop] annule un Pre Run, Post Run ou une reprise sur panne d'alimentation et annule une séquence locale.

[Prep Run]

Si vous utilisez une ou plusieurs des fonctions suivantes, vous devez appuyer sur [Prep Run] pour préparer une analyse :

- économiseur de gaz : annule le débit de l'économiseur de gaz et amène le débit de l'injecteur à sa valeur de point de consigne ;
- injection sans division : ferme la vanne de purge ;
- à-coup de pression pour les injections avec ou sans division de l'échantillon : augmente la pression de l'injecteur jusqu'à la consigne pour l'à-coup de pression ;
- injection avec élimination de solvan t: transforme la pression de l'injecteur en point de consigne de pression d'évacuation et le débit de l'orifice de division en point de consigne de débit de l'orifice.

En appuyant sur [Prep Run], vous allumez le voyant *Pre Run*. Lorsque celui-ci clignote, l'instrument se prépare pour une analyse et attend que les points de consigne d'instrument (autres que ceux associés au Prep Run) soient atteints. Une fois ceux-ci atteints, le voyant reste allumé et les événements Prep Run se produisent. Après un temps de stabilisation de 6 secondes, l'instrument est prêt pour une analyse et le voyant *Not Ready* s'éteint.

Si vous actionnez la touche [Prep Run] pendant que le voyant *Pre Run* clignote, ce dernier cesse de clignoter avant que tous les points de consigne d'instrument ne soient prêts. A ce stade, les parties économiseur de gaz et vanne de purge de votre injecteur avec/sans division sont prêtes pour une analyse .

Avec la plupart des systèmes d'injection automatique, vous n'avez pas besoin d'utiliser la touche [Prep Run]. Si votre échantillonneur ou contrôleur d'automatisation (par exemple, un intégrateur ou une station de travail) ne supporte pas la fonction Prep Run, vous devez régler l'instrument sur Auto Prep Run. Pour des instructions, voir l'exemple "[Config]" page 57.

Touches de fonction

Le Tableau 5 contient la liste des touches de fonction, une brève description de leur utilisation et où trouver des informations détaillées.

Tableau 5 Les touches de fonction

Touche	A utiliser pour :	Pour plus d'informations :
[Oven]	Régler les températures du four, isotherme et température programmée.	Voir "Le compartiment à colonne".
[Aux #] [1] et [Aux #] [2]	Contrôler d'autres zones de température telles qu'un boîtier de vanne chauffée, un détecteur de masse, une ligne de transfert de détecteur d'émission atomique ou une unité "inconnue". Peut effectuer la programmation de température.	Voir "Contrôle des vannes".
[Aux #] [3], [Aux #] [4] et [Aux #] [5]	Fournir des circuits de régulation de gaz auxiliaires à un injecteur, détecteur ou à une autre unité. Peut effectuer la programmation de pression.	Voir "Contrôle des débits et des pressions" et "Contrôle des vannes".
[Front Inlet] et [Back Inlet]	Contrôler les paramètres de fonctionnement de l'injecteur.	Voir "L'injecteur avec ou sans division", "L'injecteur pour colonne remplie avec purge", "L'injecteur à froid en tête de colonne", "L'injecteur vaporisateur à température programmable", "Interface pour composés volatils", "Injecteurs non EPC", "Le module de régulation des gaz".
[Col 1] et [Col 2]	Contrôler la pression, le débit ou la vitesse des colonnes. Peut définir la pression ou le débit programmables dans le temps.	Voir "Contrôle des débits et des pressions", "L'injecteur avec ou sans division", "L'injecteur pour colonne remplie avec purge", "L'injecteur à froid en tête de colonne", "L'injecteur vaporisateur à température programmable", "Interface pour composés volatils", "Injecteurs non EPC", "Le module de régulation des gaz", "Le détecteur à ionisation de flamme", "Le détecteur à conductivité thermique (TCD)", "Le détecteur azote phosphore (NPD)", "Le micro-détecteur à capture d'électrons", "Détecteur à photométrie de flamme", .
[Front Det] et [Back Det]	Contrôler les paramètres de fonctionnement du détecteur.	Voir "Le détecteur à ionisation de flamme", "Le détecteur à conductivité thermique (TCD)", "Le détecteur azote phosphore (NPD)", "Le micro-détecteur à capture d'électrons", "Détecteur à photométrie de flamme".
[Signal 1] et [Signal 2]	Attribuer un signal, généralement au détecteur avant ou arrière.	Voir "Traitement des signaux".
[Col Comp 1] et [Col Comp 2]	Créer un profil de compensation de colonne.	Voir "Traitement des signaux".

Touches de raccourci [Temp], [Pres], [Flow], [Det Control], [Ramp #]

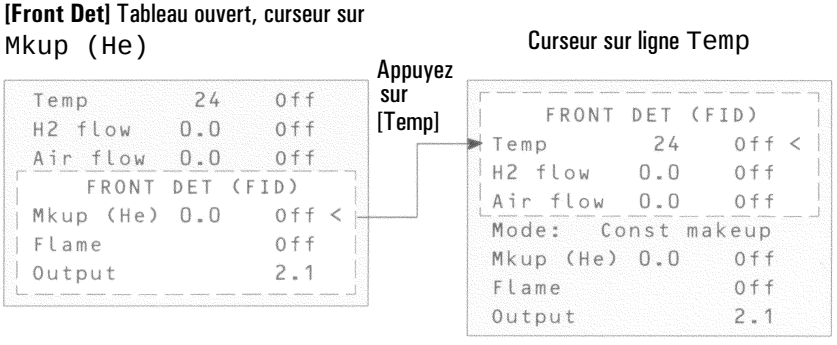
Pour accéder rapidement à un point de consigne à partir d'un tableau.

[Temp], [Pres] et [Flow]

Si un tableau de commandes n'est pas affiché, en appuyant sur ces touches de raccourci, vous obtenez :

[Temp]	La température du four
[Pres]	La pression de l'injecteur (pression de l'injecteur arrière ou auxiliaire si l'injecteur avant n'est pas installé)
[Flow]	Le débit de la colonne 1 ou colonne 2 si l'injecteur est EPC. Si l'injecteur n'est pas EPC, passe par défaut au débit de détecteur avant ou arrière.

Si le tableau de commandes ouvert contient le paramètre de raccourci, le curseur va se positionner sur le paramètre demandé :



Si le tableau ouvert ne contient pas le paramètre demandé, ces touches vous amènent dans un tableau de commandes approprié. Par exemple, si le tableau de commandes du four est ouvert et si vous appuyez sur [Pres], le tableau de commandes de l'injecteur avant s'ouvre avec le curseur sur la ligne `Pressure`.

[Oven] Tableau ouvert

```
          OVEN
Temp        24      50
Init time           5.00
Rate 1             10 <
Final temp 1       150
Final time 1         5
Rate 2 (off)      0.00
```

Appuyez sur [Pres]

[Front inlet] Tableau ouvert

```
   FRONT INLET (S/SL)
Mode:        Splitless
Temp         24     Off
Pressure   0.0    Off <
Purge time          0.00
Purge flow           0.0
Total flow           0.0
Gas saver            Off
```

[Det Control]

En cas de visualisation d'un tableau de commandes de détecteur, [Det Control] déplace le curseur sur la commande on/off pour ce détecteur.

[Front Det] Tableau ouvert, curseur sur `Temp`

```
    FRONT DET (TCD)
Temp         24     Off <
Ref flow   0.0     Off
Mkup (He)  0.0     Off
Filament           Off
Output             2.1
Negative polarity  Off
```

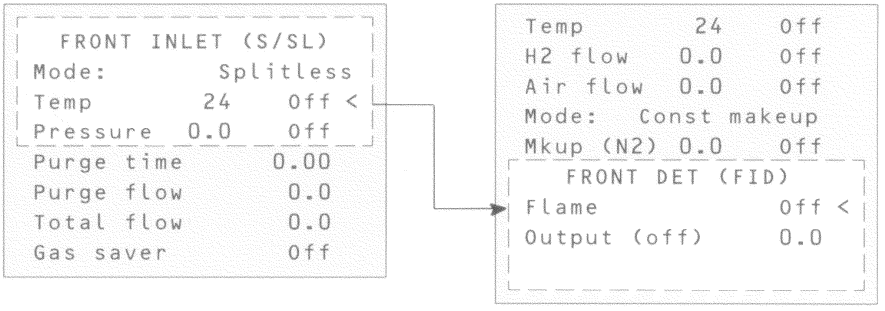
Appuyez sur [Det Control]

```
Temp         24     Off
Ref flow   0.0     Off
Mkup (He)  0.0     Off
    FRONT DET (TCD)
Filament           Off <
Output             2.1
Negative polarity  Off
```

Curseur sur `Filament`, la ligne On/Off pour le détecteur de conductivité thermique.

Avec un tableau de commandes non détecteur, [Det Control] ouvre le tableau de commandes du détecteur avant (ou arrière si un détecteur avant n'est pas installé). Le curseur se positionne sur les commandes on/off pour ce détecteur.

[Front Inlet] **[Det Control]**

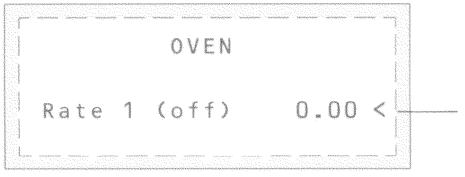


Curseur sur `Flame`, la commande on/off pour le détecteur à ionisation de flamme.

[Ramp #]

Avec un tableau de commandes ouvert n'ayant pas de rampes de température, débit ou pression, [Ramp #] plus un nombre ouvre le tableau de commandes Oven. Si aucune rampe n'est spécifiée, le curseur est sur la ligne `Rate 1 (off)`.

Appuyez sur [Ramp # [2]

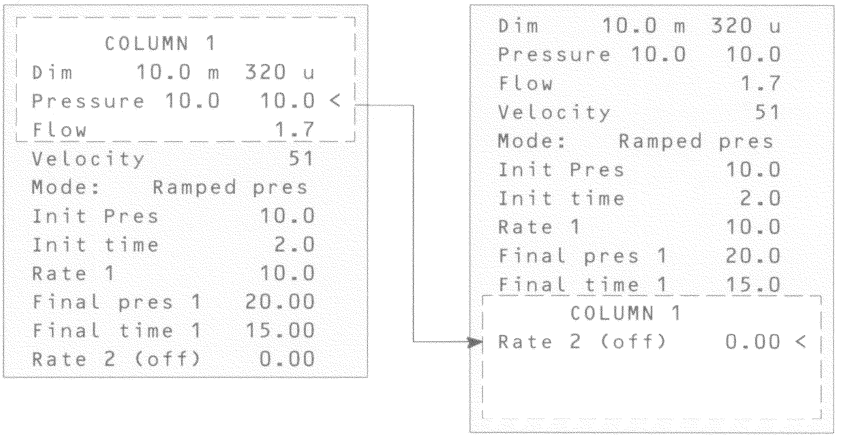


Le tableau de commandes Oven s'ouvre. Parce qu'aucune rampe de température n'est définie sur ce tableau, le curseur est sur la ligne `Rate 1 (off)`

Avec un tableau de commandes qui contient des rampes de température, débit ou pression, [Ramp #] (1-6) déplace le curseur sur la première ligne du numéro de rampe spécifiée. Si le numéro de rampe n'existe pas, le curseur va sur le numéro de rampe le plus élevé dans le tableau de commandes.

[Col 1] Tableau ouvert, curseur sur ligne `Pression.`

Appuyez sur [Ramp #] [2]



Curseur sur ligne `Vitesse 2.`

[Info]

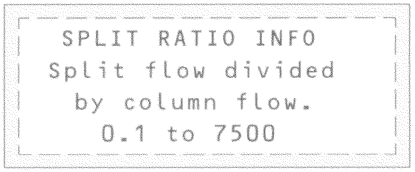
Aide contextuelle qui fournit des informations sur un paramètre actif (ligne contenant le curseur).

Ces messages d'information peuvent présenter plusieurs formes :

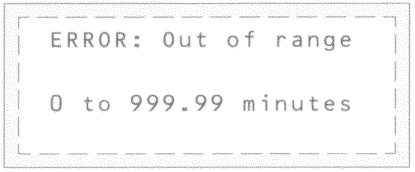
- définitions ;
- gammes de points de consigne ;
- actions à effectuer.

Les exemples suivants sont possibles, selon le tableau de commandes dans lequel vous vous trouvez. Appuyez sur [Info].

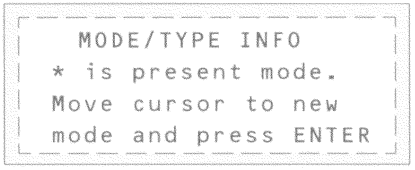
Définition :



Gammes de points de consigne :



Effectuer une action :



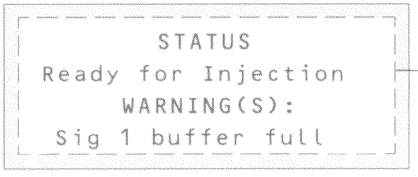
[Status]

Deux tableaux sont associés à cette touche. Vous pouvez les faire alterner en appuyant sur la touche une ou deux fois.

Le tableau d'état Ready/Not Ready

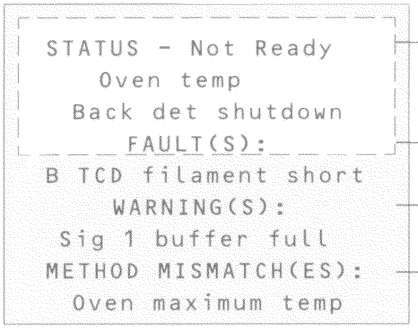
Ce tableau présente la liste des paramètres non prêts *Not Ready* ou un affichage *Ready for Injection*. Si des *faults (défauts)*, *warnings (avertissements)* ou *method mismatches (discordances de méthodes)* sont présents, ils sont affichés ici. Pour plus d'informations sur les affichages d'état not ready, fault et warning, voir page 210 et page 252 . Les affichages method mismatch sont décrits à la section page 210.

Affichage Ready for injection



Ready display—vérifier les avertissements**.**

Affichage Not Ready



Not Ready : éléments non prêts.
Si le message *not ready* est affiché, vérifiez les messages de défaut et/ou d'avertissement.

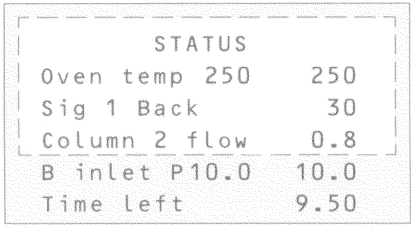
Fault : un problème matériel nécessite une intervention de l'utilisateur.

Warning : problèmes dont l'utilisateur doit être informé mais qui n'empêcheront pas d'exécuter une analyse.

Method mismatch : ce message apparaît si la configuration matérielle ou entrée par l'utilisateur a changé après le chargement d'une méthode ou la mise sous tension.

Le tableau d'état des points de consigne

Ce tableau dresse la liste des points de consigne compilés à partir des tableaux de commandes actifs sur l'instrument. Il s'agit d'une méthode rapide pour visualiser les points de consigne actifs pendant une exécution, sans être obligé d'ouvrir plusieurs tableaux de commandes.



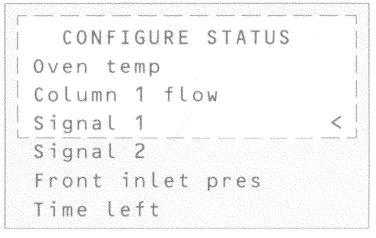
Procédure : Configuration du tableau d'état des points de consigne

Vous pouvez changer l'ordre de la liste. Peut-être souhaitez-vous que les trois points de consigne les plus importants soient dans la fenêtre lorsque vous ouvrez le tableau.

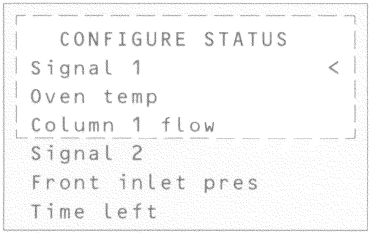
1. Appuyez sur [Config] [Status].
2. Faites défiler jusqu'au point de consigne qui doit apparaître en premier, puis appuyez sur [Enter].
3. Faites défiler jusqu'au point de consigne qui doit apparaître en second, puis appuyez sur [Enter].
4. Continuez jusqu'à ce que la liste soit dans l'ordre souhaité.

Appuyez sur [Config][Status]

a. Faites défiler jusqu'à Signal 1, puis [Enter]



b. Signal 1 est maintenant en tête de liste.

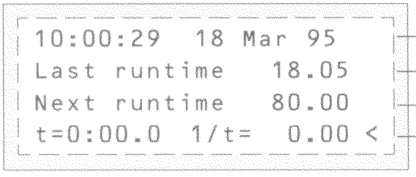


Touches diverses

[Time]

La touche time n'a pas de titre. La première ligne affiche toujours la date et l'heure courante, et la dernière toujours un chronomètre. Les deux lignes du milieu varient selon le mode.

Affichage du temps entre les analyses



Heure et date réelles

Affichage statique du dernier et du prochain temps d'analyse, en minutes

Chronomètre

Affichage du temps pendant une analyse



Compte le temps écoulé pendant l'analyse

Compte à rebours du temps d'analyse

Affichage du temps pendant le Post Run

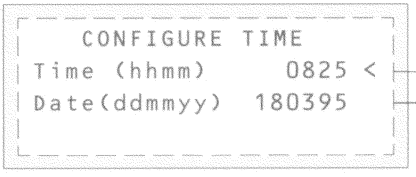


Affichage statique de la durée de la dernière analyse

Compte à rebours du temps restant dans le Post Run

Procédure : Réglage de l'heure et de la date

Appuyez sur [Config][Time]



Entrez la nouvelle heure.

Entrez la nouvelle date.

Procédure : Utilisation du chronomètre

En mode chronomètre, à la fois l'heure (jusqu'à 0,1 seconde) et la réciproque de l'heure (jusqu'à 0,01 min^{-1}) sont affichées. Le chronomètre est utilisé pour mesurer des débits avec un débitmètre à bulle.

1. Faites défiler jusqu'à la ligne Chronomètre du tableau de commandes Time.
2. Appuyez sur [Enter] pour démarrer le chronomètre.
3. Appuyez à nouveau sur [Enter] pour l'arrêter.
4. Appuyez sur [Enter] pour remettre à zéro.

Pendant que le chronomètre tourne, vous pouvez accéder à d'autres fonctions. Pour visualiser l'affichage du chronomètre, appuyez à nouveau sur [Time].

Procédure : Définition de [Post Run]

Utilisez cette touche pour programmer l'instrument afin qu'il purge une colonne après une analyse. Pour définir un Post Run :

1. Appuyez sur [Post Run]



Lorsque le temps `Time` est réglé sur 0,00, les autres lignes de la table de commande ne sont pas disponibles.

2. Entrez le temps (`Time`) de post-analyse (nettoyage de colonne), en minutes.



Une fois qu'une consigne pour le temps `Time` est saisie, les autres lignes du tableau de commande deviennent disponibles.

3. Entrez `Oven temp` et `Column pres`.



L'instrument est maintenant programmé pour maintenir la température du four à 250 °C pendant dix minutes après l'analyse avec une pression en-tête de colonne 2 de 15,0 psi.

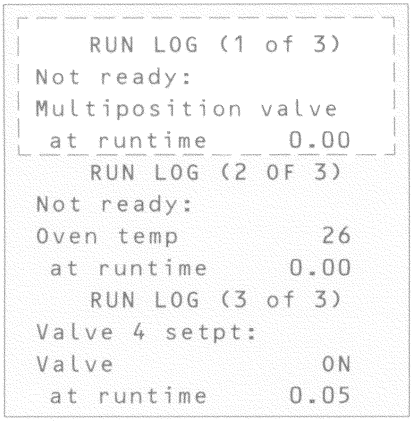
Le voyant Post Run du tableau d'état reste allumé pendant une post-analyse.

Si vous appuyez sur [Time] pendant qu'un Post Run est en cours, vous pouvez visualiser le temps restant.

[Run Log]

Les écarts par rapport à la méthode planifiée (y compris l'intervention au clavier) pendant la dernière analyse figurent dans le journal de l'analyse. Jusqu'à 50 entrées peuvent être stockées. Les informations du journal de l'analyse peuvent être utilisées pour les normes des Bonnes Pratiques de Laboratoire (BPL). Le journal de l'analyse peut être téléchargé sur une station de travail ou imprimé sur un intégrateur.

Appuyez sur [Run Log]



Le voyant Run Log allumé indique une ou plusieurs entrées dans le journal pour l'analyse en cours. Le journal de l'analyse est effacé au début d'une nouvelle exécution.

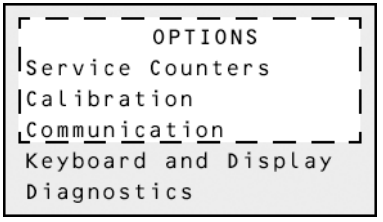
Si aucun écart d'exécution n'a été enregistré, l'affichage est le suivant :



[Options]

Cette touche permet d'accéder aux options des paramètres de l'instrument.

Appuyez sur [Options]



Faites défiler jusqu'à la ligne appropriée et appuyez sur [Enter] pour obtenir le tableau de commandes associé.

Calibration (Etalonnage)

Dresse la liste des paramètres qui peuvent être étalonnés. Les affichages d'étalonnage sont expliqués dans le Manuel de maintenance Agilent 6890.

L'une des options d'étalonnage utile est `Auto flow zero`. Lorsqu'elle est active, après la fin d'une analyse, le CPG ferme le débit des gaz vers un injecteur, attend qu'il tombe à zéro, mesure et stocke la sortie du capteur de débit, puis ouvre à nouveau le gaz. Cela en deux secondes environ. Le décalage zéro sert à corriger les mesures de débit futures.

Pour l'activer, sélectionnez `Calibration` sur le menu `OPTIONS`, choisissez Front inlet ou Back inlet, puis activez `Auto flow zero`.

Communication

Permet d'accéder aux paramètres de point de consigne de communications. Les affichages de communication sont expliqués à la section "Installation".

Diagnostics

Les paramètres de diagnostic sont destinés à votre ingénieur de maintenance. Ils sont expliqués dans le Manuel de maintenance Agilent 6890.

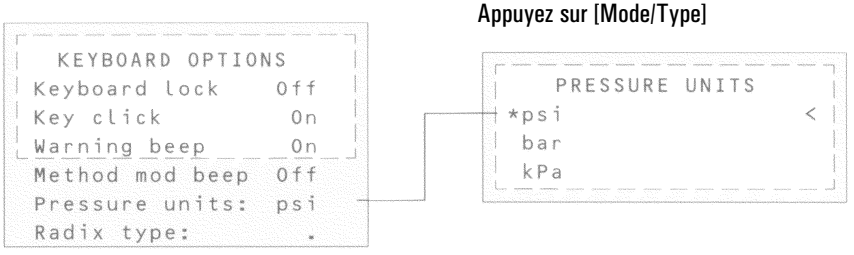
Keyboard and display (Clavier et affichage)

On accède aux points de consigne de l'interface utilisateur dans le tableau de commandes du clavier et de l'affichage. Les paramètres suivants sont activés et désactivés en appuyant sur les touches [On] ou [Off].

- `Keyboard lock` : les touches et fonctions suivantes sont opérationnelles lorsque le verrouillage du clavier reste actif (O N):
  [Start], [Stop] et [Prep Run];
  [Load][Method] et [Load][Seq];
  [Seq] : modification des séquences existantes;
  [Seq Control] : démarrage ou arrêt des séquences.
- `Key click` : clic sonore des touches actionnées, peut être activé ou désactivé.
- `Warning beep` : permet d'entendre les bips d'avertissement.
- `Method mod beep` : permet d'activer un bip très aigu lorsque le point de consigne de méthode est modifié.

Appuyez sur [Mode/Type] pour changer les unités de pression et les types de séparateurs décimaux.

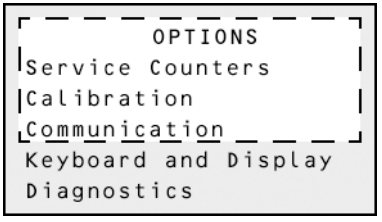
- `Pressure units`
  psi : pounds per square inch (livres par pouce carré), lb/in^2
  bar : unité de pression cgs absolue, $dyne/cm^2$
  kPa : unité de pression mks, $10^3 N/m^2$
- `Radix type` : détermine le type de séparateur numérique, 1.00 *ou* 1,00



Compteurs de service

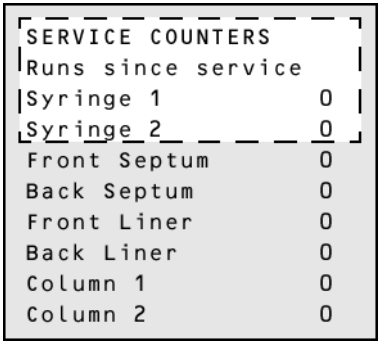
Permet de suivre la seringue, le septum et l'insert en comptant chacune des injections (indépendamment du type d'injecteur avant ou arrière).

1. Sur le clavier, appuyez sur [Options].



2. A partir du tableau de commandes ouvert, sélectionnez les compteurs (Service Counters). Appuyez sur [Enter].

3. Faites défiler jusqu'au compteur souhaité. Appuyez sur [Clear] pour remettre le compteur à 0.

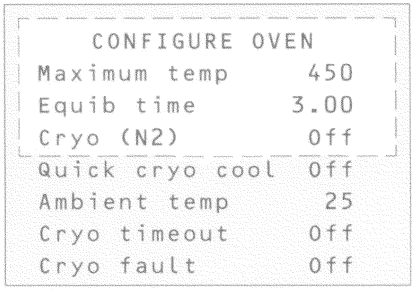


[Config]

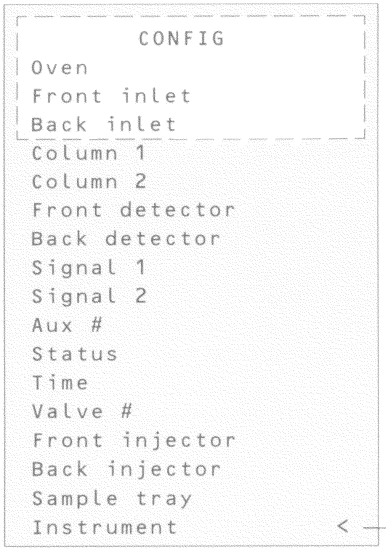
Cette touche [Config] est utilisée pour la configuration de l'instrument. Les paramètres de colonne, les configurations de l'injecteur et des gaz d'appoint sont importants pour une bonne utilisation de l'EPC.

Utilisez [Config] avec d'autres touches pour des paramètres peu modifiés.

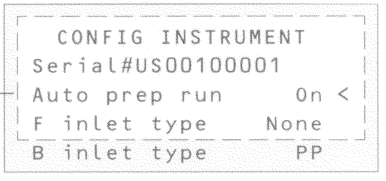
Appuyez sur [Config] [Oven]



Appuyez sur [Config] pour obtenir la liste des paramètres configurables:



Faites défiler jusqu'au paramètre `Instrument`. Appuyez sur [Enter] pour accéder au tableau de contrôle de la `Config Instrument`. Les types affichés dépendent de l'équipement installé.



Touches de modification

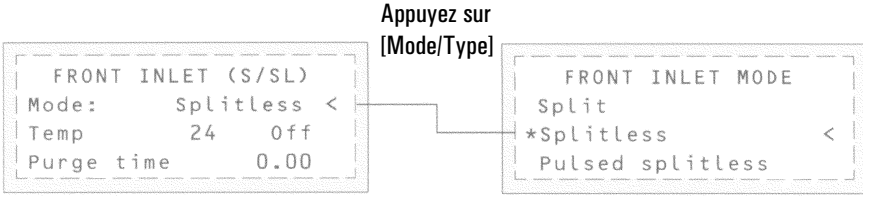
Les touches de modification étendent les fonctions de certaines touches de contrôle de point de consigne.

[Mode/Type]

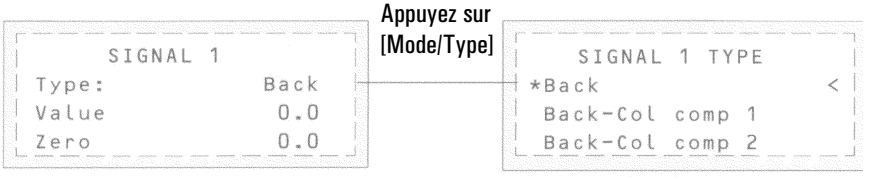
Utilisez cette touche pour obtenir une liste de modes ou de types possibles associés aux points de consigne non numériques. Pour changer le mode ou le type, faites défiler jusqu'à la ligne souhaitée et appuyez sur [Enter]. Un astérisque (*) dénote le mode ou le type présent.

Voici plusieurs exemples de fonctions **Mode/Type**.

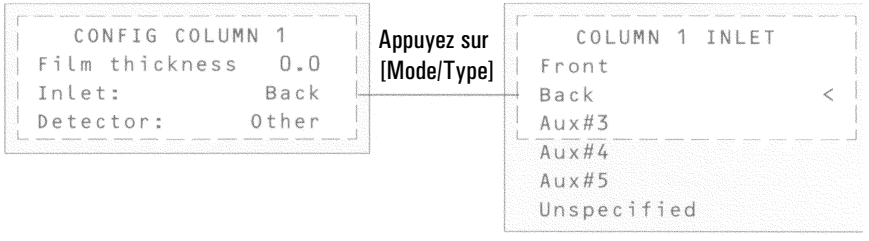
Mode :



Type :



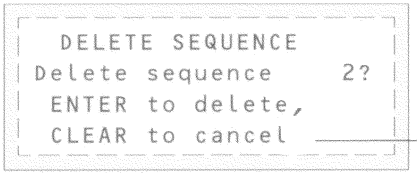
Exemples de cas où les mots “Mode” ou “Type” n’apparaissent pas.
En cas de doute, appuyez sur [Info] pour trouver s’il faut utiliser [Mode/Type].



[Clear]

La touche [Clear] est utilisée pour :

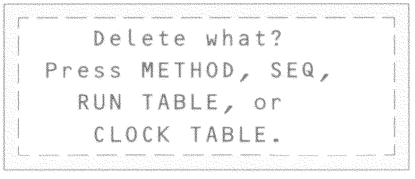
- supprimer les points de consigne entrés incorrectement dans un tableau de commandes *avant* d'appuyer sur [Enter] (lorsque le * clignote encore);
- sortir du Mode/Type sélectionné avant d'appuyer sur [Enter] ;
- revenir au niveau supérieur dans des tableaux de commandes imbriqués (config, option) ;
- remettre le chronomètre à zéro ;
- effacer le message d'information et revenir à l'affichage précédent ;
- effacer les messages d'erreur (messages surgissants, erreurs sur des entrées de points de consigne, etc.) ;
- annuler une fonction pendant une séquence, méthode, table de chronoprogrammation ou tableau d'exécution et le chargement ou le stockage de séquences et de méthodes.



[Delete]

Supprime les méthodes et les séquences ou le tableau d'exécution et la table d'événements chronoprogrammés.

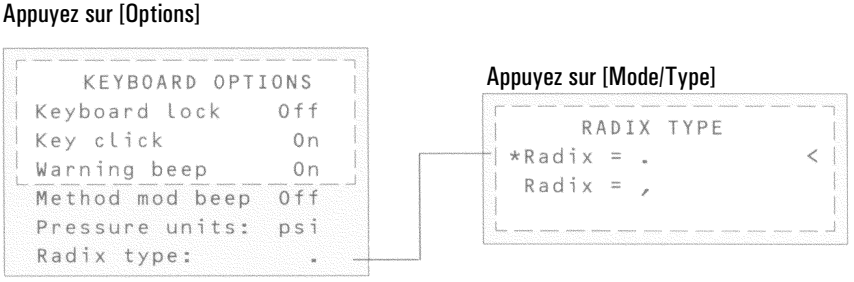
Appuyez sur [Delete]



[Delete] annule le processus de décalage d'ajustement pour les détecteurs azote-phosphore (NPD) et à capture d'électrons (ECD), sans interrompre les paramètres des autres détecteurs.

[.]

Le séparateur décimal est le point. Il peut être remplacé par la virgule dans le tableau de commandes des options du clavier, sous le tableau de commandes Options.



[–]

La touche tiret est utilisée pour indiquer des suites de nombres (inclus).

Gamme d'échantillons : de 1 à 3, tapez [1] [–] [3]

Gamme No de flacon : de 1 à 10, tapez [1] [–] [1] [0]

Elle sert aussi de signe moins pour des valeurs négatives.

Pour –5, tapez [–] [5]

Stockage et automatisation

Le Tableau 6 dresse la liste des touches de stockage et d'automatisation, une brève description de leur utilisation et l'endroit où se trouvent des informations détaillées.

Tableau 6 Touches de stockage et d'automatisation de méthodes et séquences

Touche	A utiliser pour :	Pour plus d'informations :
[Load]	Charger jusqu'à neuf méthodes stockées et cinq séquences stockées.	"Méthodes analytiques" "Séquences analytiques"
[Store]	Stocker jusqu'à cinq méthodes et cinq séquences. Les méthodes et les séquences stockées sont libellées par des numéros et par les heures et dates de stockage.	"Méthodes analytiques" "Séquences analytiques"
[Method]	Examiner un tableau de méthodes stockées. A partir de ce tableau, vous pouvez exécuter un chargement, un stockage, une suppression ou une définition de méthode par défaut.	"Méthodes analytiques"
[Seq]	Examiner un tableau de séquences stockées. La touche [Seq] fait le va-et-vient entre le tableau des séquences stockées et celui des définitions de séquences.	"Séquences analytiques"
[Run Table]	Visualiser une table des événements et le moment d'exécution auquel ils se produisent.	"Automatisation des instruments"
[Clock Table]	Afficher la table d'événements chronoprogrammés sur 24 heures dans l'ordre où ils se produisent sur 24 heures. Vous pouvez exécuter un chargement, un stockage ou une suppression.	"Automatisation des instruments"
[Front Injector] ou [Back Injector]	Modifier les paramètres de contrôle de l'injecteur tels que volumes d'injection, rinçages d'échantillon et de solvant, etc.	"L'échantillonneur automatique de liquides"
[Valve#]	Activer ou désactiver les VEG (vannes d'échantillonnage de gaz) et de sélection 1 à 8. Définit le point de consigne des positions de vanne multiposition.	"Contrôle des vannes"
[Sample Tray]	Afficher l'état du plateau.	"L'échantillonneur automatique de liquides"
[Seq Control]	Démarrer, arrêter, suspendre ou reprendre une séquence et visualiser l'état des séquences.	"Séquences analytiques"

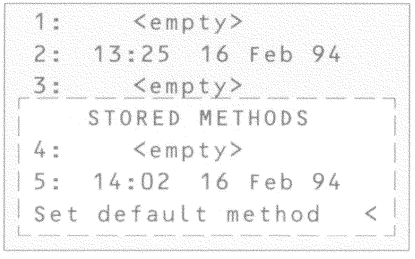
Paramètres par défaut

Les valeurs par défaut de la plupart des paramètres sont fournies avec le logiciel CPG si vous ne les spécifiez pas. Ce sont des paramètres de fonctionnement raisonnables pour injecteurs et détecteurs. Si vous changez un paramètre, sa valeur par défaut est effacée.

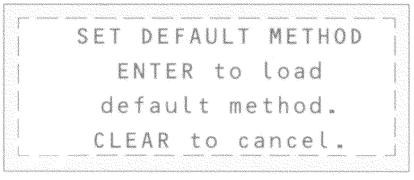
Parfois, vous souhaiterez recharger les paramètres par défaut. Ce faisant, vous effacerez tous les paramètres en cours, à l'exception des méthodes éventuelles que vous avez stockées et vous les remplacerez par le jeu de valeurs par défaut.

Procédure : Chargement des paramètres par défaut

1. Appuyez sur [Method].
2. Faites défiler jusqu'à la ligne `Set default method` et appuyez sur [Enter].



3. Le message suivant apparaît :



4. Appuyez sur [Enter] pour charger les paramètres par défaut.

3 Contrôle des débits et des pressions

Fermeture de l'hydrogène

Protection de la colonne

Ouverture et fermeture des débits de gaz

Flux contrôlés électroniquement

Flux non contrôlés électroniquement

Régulation électronique des gaz (EPC)

Interprétation des valeurs de débit et de pression affichées

Configuration

Colonnes et injecteurs

Configuration de la colonne

Procédure : Configuration d'une colonne

Remarques supplémentaires sur la configuration de colonne

Configuration du gaz vecteur

Procédure : Configuration du gaz vecteur

Sélection d'un mode de colonne

Les modes de débit

Les modes de pression

Procédure : Sélection d'un mode de colonne

Pour entrer le débit, la pression ou la vitesse linéaire moyenne initial(e)

Procédure : Pour définir le débit, la pression ou la vitesse linéaire moyenne initial(e)

Pour entrer un programme de débit ou de pression (facultatif)

Procédure : Pour entrer un programme de pression ou de débit

Pour entrer la suite des paramètres d'injecteur

Procédure : Pour entrer les autres paramètres de l'injecteur

Détecteurs

Configuration de gaz

Gaz d'appoint

Canaux auxiliaires

Procédure : Changement d'un fritté de canal auxiliaire

Maintenance de l'étalonnage EPC
Capteurs de débit
Capteurs de pression
Conditions zéro
Procédure : Mise à zéro des capteurs de débit et de pression

Commande non EPC

Injecteurs
Purge septum

Mesure des débits

Mesure des débits avec un débitmètre à bulle

Où mesurer les débits
Adaptateurs de mesure des débits
Procédure : Mesure des débits de gaz avec un débitmètre à bulle
Interprétation des mesures du débitmètre

Problèmes de débit et de pression

Un gaz n'atteint pas la pression ou le débit du point de consigne

Un gaz dépasse la pression ou le débit du point de consigne

La pression ou le débit de l'injecteur fluctue

Le débit mesuré n'est pas identique au débit affiché

Contrôle des débits et des pressions

Le CPG Série 6890 possède deux types de contrôle de gaz. Tous deux peuvent être présents sur le même instrument.

- EPC : régulation électronique des gaz. Les débits et les pressions (injecteurs, détecteurs, et jusqu'à trois débits de gaz auxiliaire) sont définis au clavier.
- Non EPC : contrôle de débit/pression conventionnel. Les injecteurs utilisent les contrôleurs de débit et les régulateurs de pression dans un module pneumatique situé à gauche du CPG. Les contrôles du détecteur se trouvent au-dessus du CPG, derrière les détecteurs. Les débits sont mesurés avec un débitmètre à bulle ou un autre accessoire.

Tableau 7 Contrôles de détecteur et d'injecteur

Type de module	Type de contrôle	Emplacement du contrôle
Injecteur	EPC	Interne, par le clavier
Injecteur	non EPC	Module du côté gauche
Détecteur	EPC	Interne, par le clavier
Détecteur	non EPC	Capot supérieur, derrière les détecteurs
Auxiliaire	EPC	Interne, par le clavier

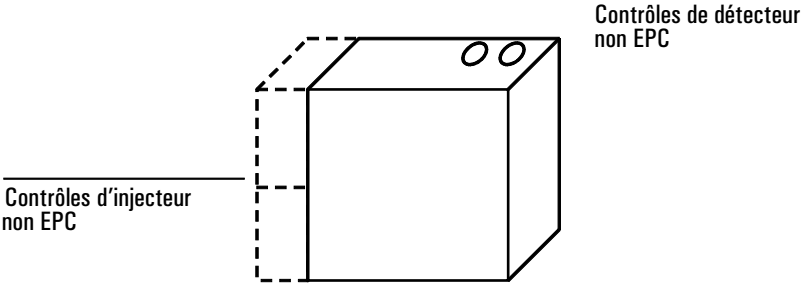


Figure 5 Emplacement du contrôle

Le module pneumatique (lignes pointillées) est présent si un injecteur non EPC est installé.

Fermeture de l'hydrogène

L'hydrogène peut être utilisé comme vecteur ou comme carburant pour certains détecteurs. Mélangé à l'air, il peut exploser.

Le CPG contrôle les débits des gaz d'injecteur et auxiliaire. Si un débit s'arrête parce qu'il ne peut atteindre son point de consigne ou de pression, et s'il est configuré pour utiliser de l'hydrogène, le CPG suppose une fuite et déclare une *fermeture d'hydrogène par sécurité*. Les effets sont les suivan ts:

- la vanne d'alimentation du gaz vecteur vers l'injecteur se ferme et le contrôle des débits et des pressions est désactivé ;
- la vanne de division dans l'injecteur avec/sans division s'ouvre ;
- le chauffage du four et le ventilateur s'arrêtent. Les volets à l'arrière s'ouvrent complètement ;
- le chauffage des petites zones chauffées est coupé.

Remédiez à la cause de la fermeture (robinet du four fermé, fuite grave, etc.). Mettez l'instrument hors tension, puis sous tension.

Avertissement Le CPG ne peut pas détecter de fuites dans les débits de gaz du détecteur. Les raccords de colonne des FID, NPD et autres détecteurs utilisant de l'hydrogène doivent toujours être connectés à une colonne ou munis d'un capuchon ou d'un bouchon, et les débits d'hydrogène doivent être connus du CPG.

Protection de la colonne

Si la source de gaz vecteur se ferme, le chauffage du four s'arrête pour éviter d'endommager la colonne. Les volets à l'arrière s'ouvrent à moitié.

Remédiez à la cause de la fermeture (robinet du four fermé, fuite grave, etc.). Remettez en marche le four et l'injecteur ou le canal auxiliaire à l'origine du problème.

Ouverture et fermeture des débits de gaz

Tous les débits de gaz peuvent être ouverts ou fermés à partir du clavier sans perturber les réglages de débit ou de pression. Toutefois, l'effet d'une commande Off varie selon que le flux de gaz est contrôlé électroniquement ou non.

Flux contrôlés électroniquement

Les vannes d'un module de contrôle de gaz EPC sont conçues pour la mesure des gaz plutôt que pour un fonctionnement On/Off. Quand ce type de vanne est mis à l'état inactif (Off), elle peut encore laisser passer un petit débit, jusqu'à 0,2 mL/min. L'affichage montrera ce débit bien que `Off` apparaisse également. Sachez qu'il s'agit là d'une fuite interne, et non d'une fuite vers l'extérieur.

Flux non contrôlés électroniquement

Les vannes d'un module de contrôle de gaz non EPC ne sont conçues que pour une action On/Off. En position Off, elles ne laissent passer aucun gaz.

Régulation électronique des gaz (EPC)

Le CPG peut contrôler électroniquement l'ensemble des débits et des pressions de gaz dans l'instrument. Il fournit :

- un contrôle de débit et/ou de pression pour tous les injecteurs, y compris la programmation de débit et de pression pour le gaz vecteur dans la colonne ;
- un contrôle de débit par régulation de pression au travers des restricteurs pour tous les gaz de détecteur ;
- un contrôle de pression pour trois canaux auxiliaires ;
- un mode économiseur de gaz pour réduire la consommation de gaz vecteur avec l'injecteur avec/sans division, avec l'injecteur vaporisateur programmable en température et avec l'interface pour composés volatils ;
- l'entrée directe des rapports de division, si la colonne est configurée.

Le matériel de contrôle est monté à l'intérieur de l'instrument, dans sa partie arrière supérieure. Les points de consigne sont entrés dans les tableaux de commandes injecteur, détecteur ou auxiliaires.

Interprétation des valeurs de débit et de pression affichées

Le tableau de commandes de l'EPC utilise des détecteurs de pression atmosphérique et de température ambiante, pour éliminer les conditions locales faisant varier les temps de rétention.

Tous les affichages de débit et de pression sont corrigés d'après un ensemble défini de conditions. Ces conditions, que nous appellerons Température et Pression normales (NTP), sont de 25 °C et une pression de 1 atmosphère. De même, les points de consigne sont adaptés aux conditions locales.

Ainsi, le débit affiché sur l'instrument et le débit mesuré par un débitmètre à bulle peuvent différer, parce que les valeurs de ce dernier représentent les conditions locales, et non des conditions NTP. Les temps de rétention deviennent indépendants de l'environnement local.

TRES IMPORTANT

Le 6890 avec EPC mesure les débits et les pressions en continu. Ceci influence fortement la manière dont l'utilisateur prépare l'instrument, et les règles pour le faire, diffèrent de l'approche classique s'appliquant à la chromatographie en phase gazeuse. Les différences sont décrites ci-après.

Configuration

Le CPG identifie les injecteurs et détecteurs EPC, ainsi que la plupart des autres unités, en effectuant des contrôles de présence à la mise sous tension. Certaines informations doivent être entrées manuellement, on parlera de configuration. Voici quelques-uns des points à configurer :

- une description de la colonne (facultative, mais très utile pour des colonnes capillaires) ;
- les injecteurs et détecteurs non EPC (configurés en usine, s'ils ont été installés) ;
- le gaz vecteur utilisé ;
- certains gaz de détecteur (s'il y a le choix).

Les informations de configuration sont stockées dans une section de la mémoire alimentée par batterie indépendante du secteur.

Colonnes et injecteurs

Le CPG, équipé d'un injecteur EPC, vous permet de spécifier directement le débit de gaz à travers les colonnes capillaires. Pour utiliser cette fonction :

1. configurez la colonne (longueur, diamètre intérieur et épaisseur du film) ;
1. configurez le gaz vecteur (Quel gaz utilisez-vous ?);
1. sélectionnez un mode de colonne (débit ou pression constant(e), débit ou pression programmé(e) dans le temps) ;
1. entrez le débit ou la pression initial(e) ou la vitesse linéaire moyenne ;
1. entrez un programme de débit ou de pression (facultatif) ;
2. entrez les autres paramètres de l'injecteur.

Le reste de ce chapitre suppose que vous possédez un injecteur pour colonne capillaire avec/sans division. Si votre injecteur est différent, les généralités demeurent mais quelques détails diffèrent. Les procédures qui illustrent le reste de ce chapitre sont simplifiées, parce qu'elles montrent les façons les plus courantes de procéder, mais pas toutes les possibilités. Pour des détails complets, voir les sections "Généralités sur les injecteurs" et "Utilisation des détecteurs".

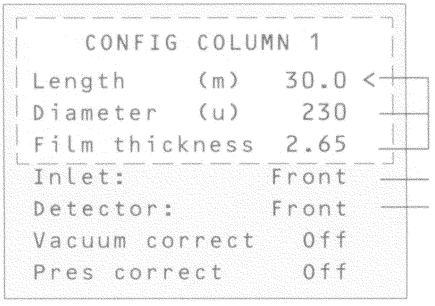
Configuration de la colonne

Vous définissez (configurez) une colonne capillaire en entrant sa longueur, son diamètre et son épaisseur de film. Muni de ces informations, l'instrument peut calculer le débit au travers de la colonne. C'est très utile dans le cas de colonnes capillaires, parce qu'il devient possible :

- d'entrer directement des rapports de division pour que l'instrument calcule et définisse les débits appropriés ;
- d'entrer le débit ou la pression de tête ou la vitesse linéaire moyenne. L'instrument calcule la pression nécessaire pour obtenir le débit ou la vitesse, la définit et rapporte les trois valeurs ;
- d'effectuer des injections sans division, sans devoir mesurer les débit s;
- de choisir l'un des quatre modes de débit (expliqués ci-après). Si la colonne n'est pas définie, vos choix sont limités et dépendent de l'injecteur.

Procédure : Configuration d'une colonne

1. Appuyez sur [Config] [Col 1] ou [Config] [Col 2]. L'écran de configuration de colonne apparaît.
2. Si nécessaire, utilisez les touches ▲ et ▼ pour amener le curseur sur la ligne `Length`.



3. Tapez la longueur de colonne, en mètres, suivie de [Enter].
4. Faites défiler jusqu'à `Diameter`, entrez le diamètre de la colonne en microns, suivi de [Enter].
5. Faites défiler jusqu'à `Film thickness`, entrez l'épaisseur du film en microns, suivie de [Enter]. La colonne est maintenant *définie*.

Si vous ne connaissez pas les dimensions de la colonne (elles sont généralement fournies avec cette dernière) ou si vous ne souhaitez pas utiliser les fonctions de calcul du CPG, entrez 0 comme longueur ou diamètre. La colonne sera *non définie*.

6. Faites défiler jusqu'à `Inlet` et appuyez sur [Front] ou [Back] pour identifier l'injecteur auquel la colonne est raccordée.
7. Faites défiler jusqu'à `Detector` et appuyez sur [Front] ou [Back] pour identifier le détecteur auquel la colonne est raccordée.

La configuration de la colonne capillaire est maintenant terminée. Pour plus de détails, voir les sections *"Généralités sur les injecteurs"* et *"Utilisation des détecteurs"*.

Remarques supplémentaires sur la configuration de colonne

- `Vacuum correct` : si le détecteur évacue dans l'atmosphère, ce paramètre doit être sur Off. Si une colonne est connectée directement à un détecteur donnant une réponse proportionnelle à la masse, le paramètre doit être sur On. Cela permet au CPG de compenser en fonction de la pression atmosphérique locale (Off) ou de la pression réduite dans un détecteur de masse (On).
- `Pres correct` : certains détecteurs, tel que le détecteur d'émission atomique, fonctionnent à des pressions intermédiaires entre atmosphère et vide. Ce paramètre permet à l'utilisateur d'entrer une valeur de pression appropriée.
- Les colonnes remplies doivent être entrées comme colonnes non définies. Pour cela, entrez `0` comme longueur ou diamètre de colonne.
- Vous devez contrôler les configurations des deux colonnes pour vérifier qu'elles spécifient des injecteurs séparés. Si vous n'utilisez qu'une colonne, il demeure important que la seconde soit indiquée pour un injecteur différent, même s'il est indéfini. Faute de quoi, vous obtiendrez des calculs de débit très inhabituels.

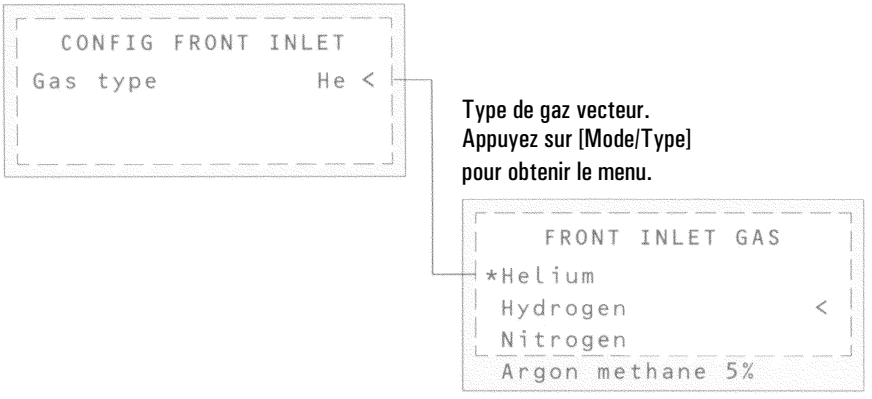
  Il est possible, et parfois approprié, de configurer les deux colonnes installées sur le même injecteur.
- Certains points de consigne pneumatiques changent parfois avec la température du four à cause de la modification de la perte de charge de la colonne et de la viscosité du gaz. Certains utilisateurs non avertis peuvent s'étonner de voir les points de consigne changer lorsqu'ils changent la température de la colonne. Cependant, les conditions de débit de la colonne restent telles que spécifiées par le mode (débit ou pression constant, rampe de débits ou de pression) et les points de consigne initiaux.

Configuration du gaz vecteur

Le CPG doit savoir quel gaz vecteur est utilisé.

Procédure : Configuration du gaz vecteur

1. Appuyez sur [Config] [Front Inlet] ou [Config] [Back Inlet].
2. Appuyez sur [Mode/Type] pour voir le menu du gaz vecteur.



3. Faites défiler jusqu'au gaz que vous utiliserez. Appuyez sur [Enter].

La configuration du gaz vecteur est terminée. Pour plus de détails, voir la section *"Le tableau de commandes de colonne : colonnes remplies ou capillaires non définies"*.

Sélection d'un mode de colonne

Les modes de débit

Les débits sont corrigés d'après la TPN (température et pression normales, 25 °C et 1 atmosphère). Pour plus de détails, voir les pages 68 et 101.

- **Débit constant** : maintient un débit constant de gaz vecteur dans la colonne pendant toute l'analyse. Si la résistance de la colonne change à cause d'un programme de température, la pression en tête de colonne est ajustée pour garder le débit constant. Cela peut raccourcir nettement les analyses.
- **Débit programmé dans le temps** : augmente le débit massique dans la colonne pendant l'analyse, d'après un programme que vous aurez entré. Un profil de débit de colonne peut avoir jusqu'à trois rampes, chacune constituée d'une augmentation programmée suivie d'une période de temporisation.

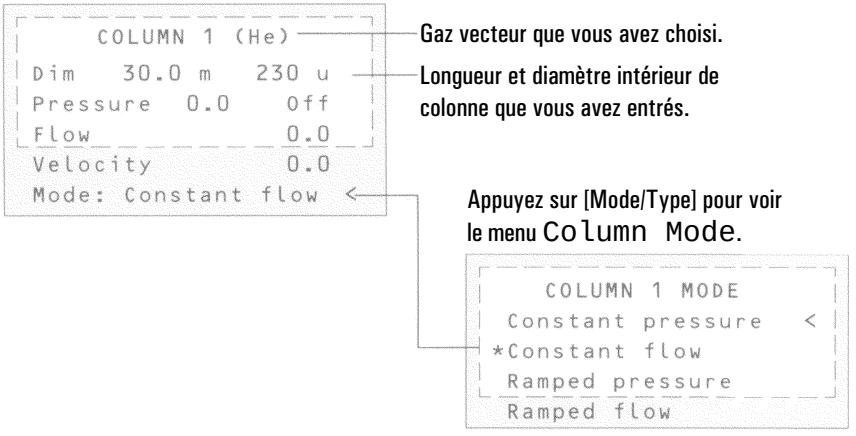
Les modes de pression

Les pressions affichées sont des pressions mesurées : la différence entre la pression absolue et la pression atmosphérique locale. Comme la plupart des détecteurs opposent peu de résistance au débit, la pression en tête de colonne est généralement la même que la différence de pression entre l'injecteur et la sortie de colonne. Le détecteur de masse et le détecteur à émission atomique sont les exceptions.

- **Pression constante** : maintient une pression constante en tête de colonne pendant l'analyse. Si la résistance de la colonne change, la pression ne change pas mais le débit massique change.
- **Pression programmée dans le temps** : augmente la pression en tête de colonne pendant l'analyse, d'après un programme que vous aurez entré. Un profil de pression peut avoir jusqu'à trois rampes, chacune constituée d'une augmentation programmée suivie d'une période de temporisation.

Procédure : Sélection d'un mode de colonne

1. Appuyez sur [Col 1] ou [Col 2].
2. Faites défiler jusqu'à la ligne `Mode`.
3. Appuyez sur [Mode/Type] pour visualiser le menu mode de colonne.



4. Faites défiler jusqu'au mode de colonne souhaité. Appuyez sur [Enter].

La sélection du mode de colonne est terminée. Il vous faut ensuite spécifier les conditions de l'injecteur, soit pendant toute l'analyse (si vous avez sélectionné l'un des modes constants), soit au début de l'analyse (si vous avez sélectionné l'un des modes programmables dans le temps).

Pour entrer le débit, la pression ou la vitesse linéaire moyenne initial(e)

Si la colonne est *définie*, vous pouvez entrer n'importe laquelle de ces valeurs : le CPG calculera et affichera les deux autres.

Supposons que vous ayez sélectionné `Constant pressure` comme mode de colonne. Comme condition de démarrage, vous décidez de spécifier le débit de colonne. Le CPG calculera la pression nécessaire pour obtenir ce débit (ainsi que la vitesse linéaire moyenne) et gardera cette *pression* constante pendant l'analyse.

Si vous sélectionnez `Constant flow` comme mode et spécifiez le débit de colonne comme condition initiale, le CPG calculera aussi la pression nécessaire pour obtenir ce débit, mais en ajustant la pression afin de maintenir un débit constant.

Si la colonne n'est *pas définie*, vous ne pouvez entrer que la pression. Le débit constant peut néanmoins être spécifié, mais le CPG ne peut pas le connaître.

Reportez-vous au tableau ci-après pour les débits recommandés pour les divers diamètres de colonnes. Ils sont proches des valeurs optimales pour une grande variété de composants.

Tableau 8 Taille de colonne et débit de gaz vecteur

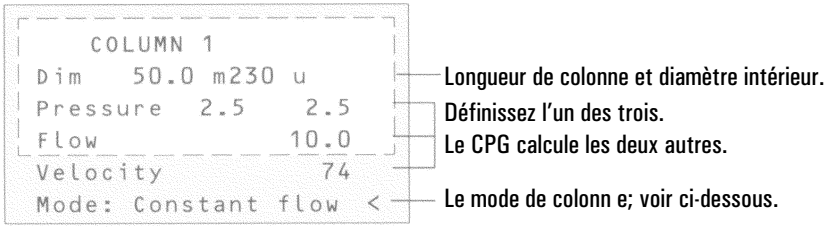
		Débit de gaz vecteur	
Type de colonne	**Taille de colonne**	**Hydrogène**	**Hélium**
Remplie	1/8 de pouce		30
	1/4 de pouce		60
Capillaire	50 µm d.i.	0,5	0,4
	100 µm d.i.	1,0	0,8
	200 µm d.i.	2,0	1,6
	250 µm d.i.	2,5	2,0
	320 µm d.i.	3,2	2,6
	530 µm d.i.	5,3	4,2

Ces débits, en mL/min à une température et une pression normales (25 °C et 1 atm) sont recommandés pour toutes les températures d'utilisation de colonnes.

Pour des colonnes capillaires, les débits sont proportionnels au diamètre de la colonne et sont inférieurs de 2 0% pour l'hélium par rapport à l'hydrogène.

Procédure : Pour définir le débit, la pression ou la vitesse linéaire moyenne initial(e)

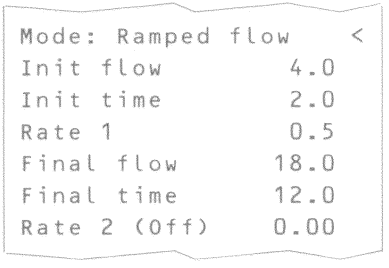
1. Appuyez sur [Col 1] ou [Col 2].

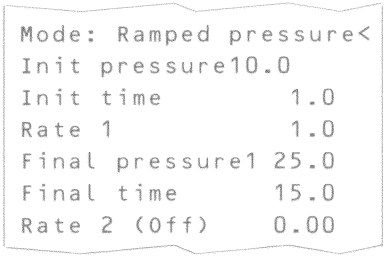


Le tableau de commandes contiendra l'une de ces informations, selon le mode de colonne sélectionné :









2. Faites défiler jusqu'à la ligne `Pressure` ou `Flow` ou `Velocity`.
3. Saisissez la valeur initiale désirée suivie de [Enter]. Le CPG calculera et affichera les deux autres valeurs. Ajustez-les en répétant les étapes 2 et 3, si vous le jugez nécessaire, tout en sachant que les trois seront changées solidairement.

La définition de la condition initiale du gaz vecteur est terminée.

Pour entrer un programme de débit ou de pression (facultatif)

Si vous avez sélectionné le mode de pression ou de débit programmable dans le temps, le tableau de commandes de colonne contient des entrées pour préparer le programme de rampe.

Commencez avec une valeur initiale, `Init Pres` ou `Init Flow`, et un `Init time`. A la fin de ce temps, `Rate 1` commence et s'exécute jusqu'à ce qu'il atteigne `Final pres` (ou `Final flow`) puis reste à cette valeur pendant `Final time 1`. Vous pouvez alors ajouter une seconde et une troisième rampe, chacune constituée d'un `Rate`, d'un `Final value` (pression ou débit), et d'un `Final time`.

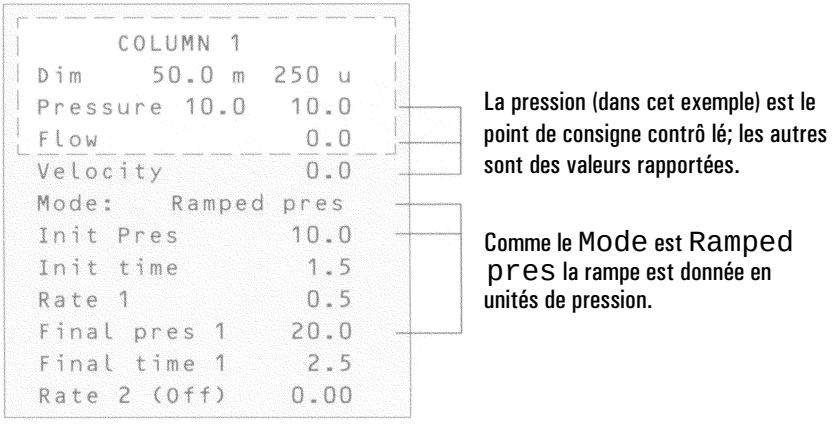
Le programme se termine lorsqu'il atteint un `Rate` de valeur 0 (off).

Pendant l'exécution d'un programme de débit ou de pression, les lignes `Pressure`, `Flow` et `Velocity` utilisées pour définir des conditions constantes montreront la progression du programme.

Le programme de four détermine la durée de l'analyse. Si un programme de débit ou de pression se termine avant la session analytique, le débit (ou la pression) reste à la valeur finale.

Procédure : Pour entrer un programme de pression ou de débit

1. Appuyez sur [Col 1] ou [Col 2].



2. Faites défiler jusqu'à `Init Pres` (ou `Init flow`). Tapez la valeur désirée et appuyez sur [Enter].
3. De la même manière, entrez une valeur pour `Init time`. La partie initiale (pression constante) du programme est terminée.
4. Pour commencer une rampe, entrez une valeur positive pour `Rate 1`. Peu importe que vous programmiez vers le haut ou vers le bas : la valeur est toujours positive.
5. Si `Rate 1` est égale à zéro, le programme se termine ici. Si vous entrez une autre valeur, les lignes de valeur Finale pour la première rampe apparaissent et le curseur se déplace sur la ligne.
6. Entrez les valeurs pour `Final pres 1` (ou `Final flow 1`) et `Final time 1`. Cela termine la première rampe.
7. Pour entrer une deuxième (ou troisième) rampe, faites défiler jusqu'à la ligne `Rate` appropriée et répétez les étapes 5 et 6.

RESUME

Notez que, sauf pour la définition du type de gaz vecteur, nous ne nous sommes intéressés que par les tableaux de colonne. C'est fondamental pour le bon fonctionnement du 6890 avec des injecteurs EPC.

D'ABORD : Préparez la colonne
ENSUITE : Préparez le reste de l'instrument

Pour entrer la suite des paramètres d'injecteur

L'injecteur avec/sans division possède quatre modes de fonctionnement :

- Avec division : l'échantillon est divisé entre la colonne et un évent de débit ;
- Sans division : l'échantillon n'est pas divisé. La plus grande partie entre dans la colonne. Une petite quantité est purgée de l'injecteur pour éviter un élargissement des pics et une traîne de solvant excessifs ;
- Pulsed split : à-coup de pression pour les injections avec division de l'échantillon. Semblable à "avec division", à cela près que la pression de l'injecteur est élevée avant et pendant l'injection et ramenée à la normale au moment spécifié par l'utilisateur. Le débit total est augmenté également afin que le rapport de division ne change pas. Ce type spécial de "programmation" est indépendant de la programmation du débit ou de la pression à trois rampes.
- A-coup de pression pour les injections sans division de l'échantillon : comme ci-dessus mais sans division.

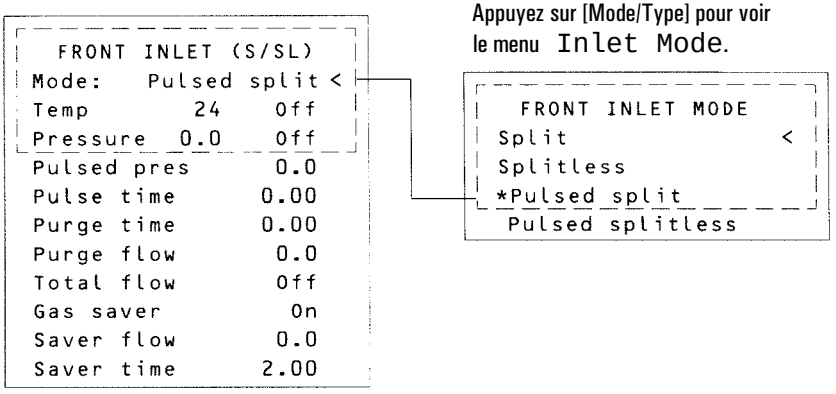
L'injecteur avec/sans division possède une fonction d'économiseur de gaz qui réduit le débit du gaz vecteur dans l'injecteur et hors de l'évent de division, une fois l'injection terminée, sans modifier le débit dans la colonne.

Le débit de purge de septum est défini automatiquement sur tous les injecteurs EPC.

Et, bien entendu, il est possible de contrôler la température de l'injecteur.

Procédure : Pour entrer les autres paramètres de l'injecteur

1. Appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet].
2. Faites défiler jusqu'à la ligne `Mode`.
3. Appuyez sur [Mode/Type] pour voir le menu Inlet mode.



4. Déplacez le curseur jusqu'au mode d'injecteur souhaité. Appuyez sur [Enter]. Le tableau de l'injecteur peut changer selon votre choix. Les possibilités pour le cas de colonne définie sont présentées en page suivante.
5. Faites défiler jusqu'à `Temp`. Entrez la température souhaitée. Appuyez sur [Enter].
6. Si vous sélectionnez `Split` et si la colonne est définie, vous pouvez entrer le rapport de division directement.

Pour plus de détails sur les paramètres d'injecteurs, voir la section *"Généralités sur les injecteurs"*.

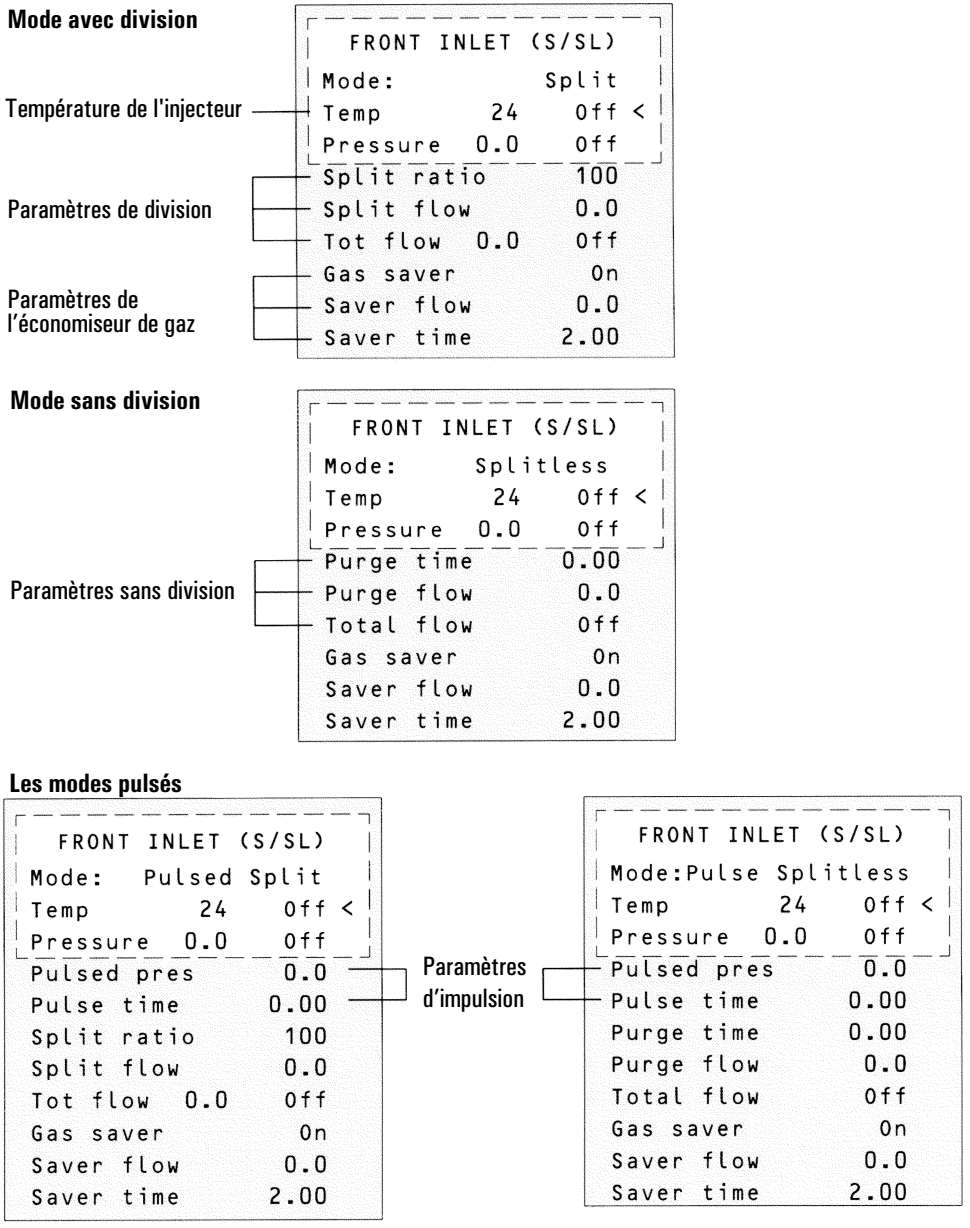


Figure 6 Tableaux de commandes de l'injecteur avec/sans division

Détecteurs

Bien que les détecteurs EPC aient une régulation de pression intégrée, vous devez quand même utiliser des régulateurs externes afin que le contrôle électronique dispose d'une alimentation en gaz stable.

Vous pouvez aussi utiliser des pièges pour éliminer les contaminants du gaz fourni. Placez-les le plus près possible de l'arrière du CPG.

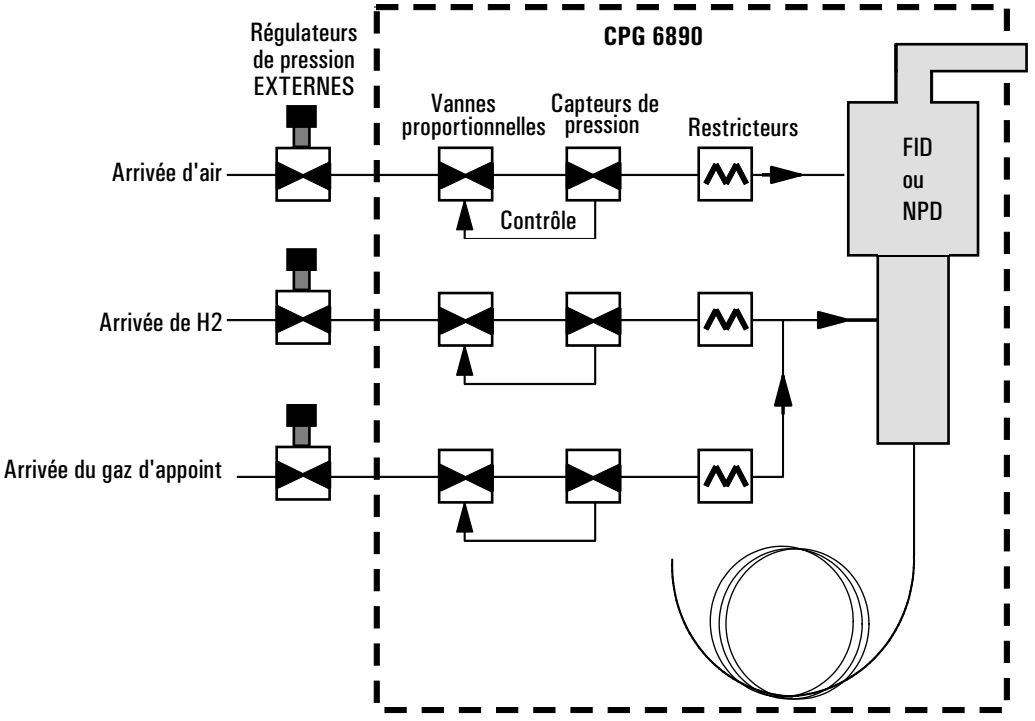


Figure 7 Tuyaux internes/externes : FID et NPD *avec* EPC

Pour plus d'informations, voir "Le détecteur à ionisation de flamme", "Le détecteur azote phosphore (NPD)"

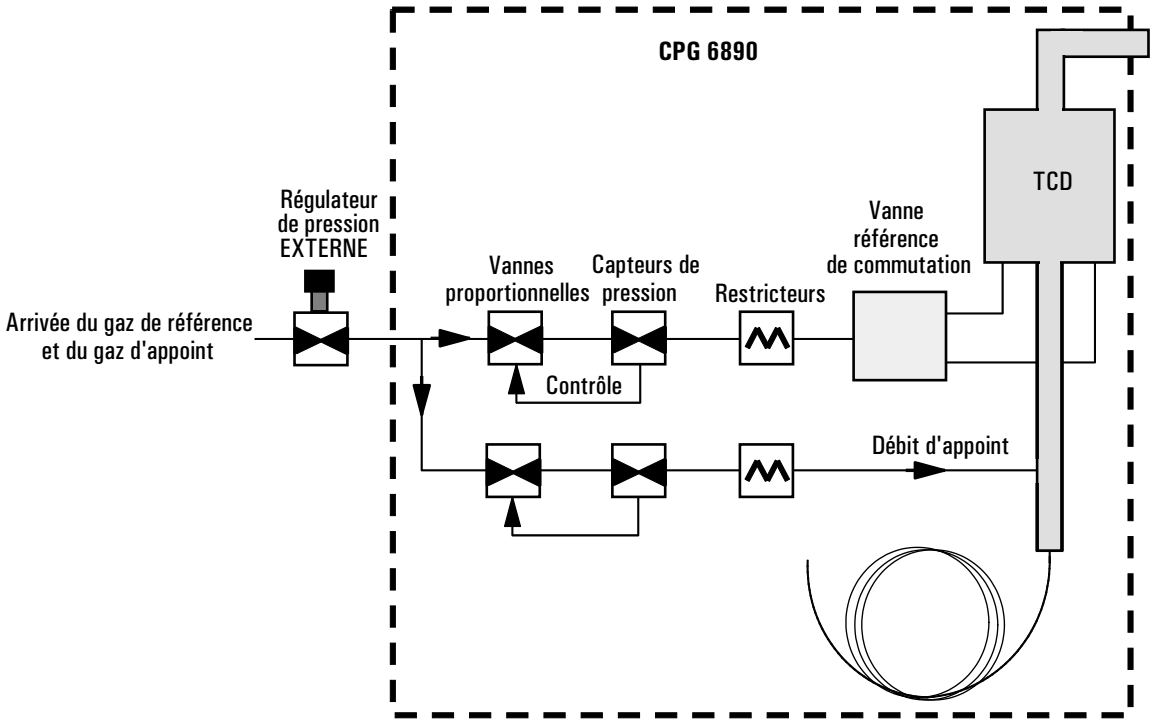


Figure 8 Tuyaux internes/externes : TCD *avec* EPC

Pour plus d'informations, voir "Le détecteur à conductivité thermique (TCD)".

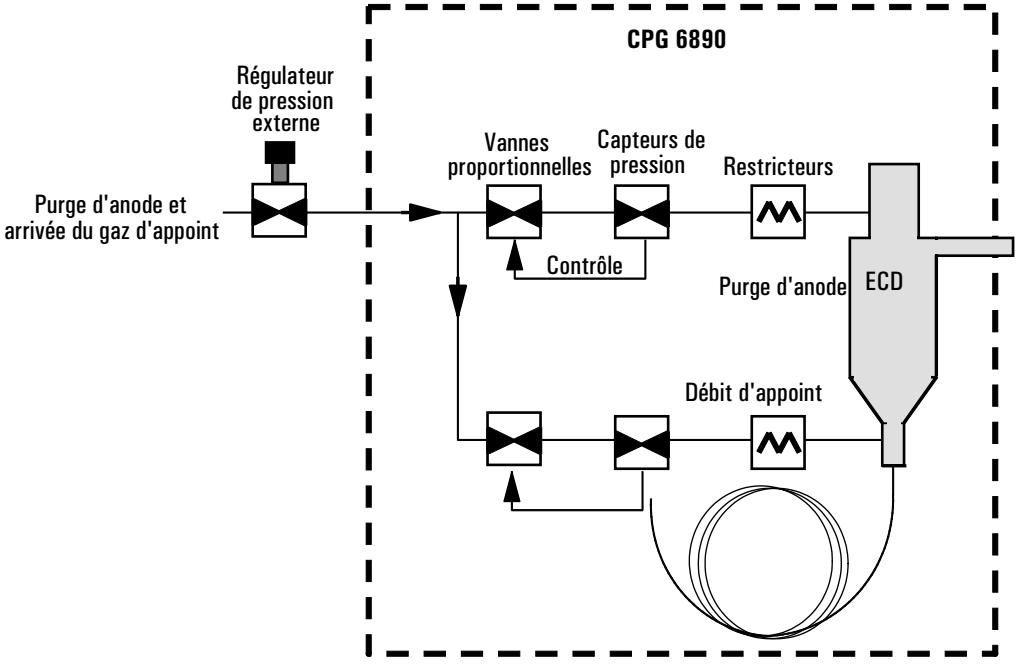


Figure 9 Tuyaux internes/externes : ECD *avec* EPC

Pour plus d'informations, voir "Le micro-détecteur à capture d'électrons"

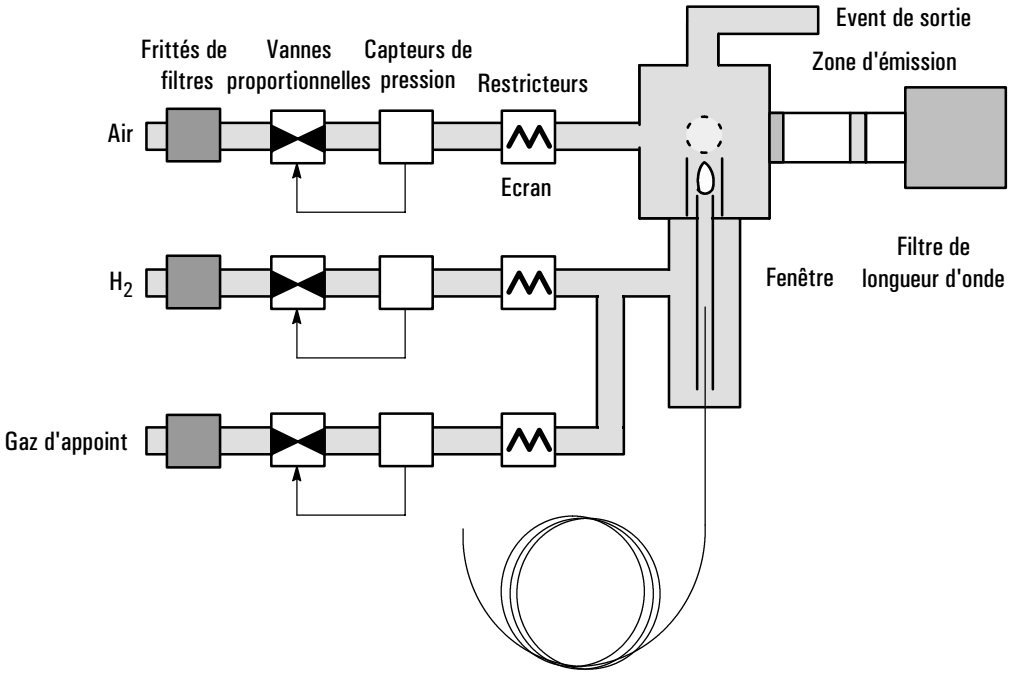


Figure 10 Tuyaux internes/externes : FPD *avec* EPC
Pour plus d'informations, voir "Détecteur à photométrie de flamme"

Configuration de gaz

Le CPG suppose que l'hydrogène est raccordé aux emplacements FID, FPD et NPD H_2 et que l'air est raccordé aux emplacements d'air (voir les étiquettes sur les modules de gaz EPC).

Certains emplacements permettent un choix de gaz. Dans ces cas (essentiellement des gaz d'appoint), vous devez identifier le gaz à l'aide du processus [Config].

Gaz d'appoint

Vous pouvez sélectionner un débit d'appoint constant ou un débit constant (appoint + colonne). Comme les gaz varient selon le type de détecteur, voir les sections "Le détecteur à ionisation de flamme", "Le détecteur à conductivité thermique (TCD)", "Le détecteur azote phosphore (NPD)","Le micro-détecteur à capture d'électrons","Détecteur à photométrie de flamme"

Canaux auxiliaires

En option, trois canaux de contrôle de pression auxiliaires supplémentaires sont proposés. Ils sont contrôlés par les tableaux Aux 3, Aux 4 et Aux 5 (Aux 1 et 2 étant des contrôles de chauffage).

Si le canal auxiliaire est spécifié comme `Inlet` pendant la configuration de colonne, le canal autorise la programmation d'exécution ainsi que la programmation à trois rampes. Le cas le plus courant reste l'utilisation d'une vanne d'échantillonnage de gaz.

Les canaux auxiliaires sont contrôlés par un point de consigne de pression. Pour un bon fonctionnement, il doit y avoir une résistance adéquate au débit en aval du capteur de pression. L'enceinte de régulation des gaz du canal auxiliaire fournit un restricteur de type fritté pour chaque canal. Quatre frittés sont disponibles :

Marquage du fritté	Résistance au débit	Réf.
Point bleu	Haute	19234-60660
Point rouge	Moyenne	19231-60770
Point marron	Basse	19231-60610
Aucun (tuyau en laiton)	Zéro	G1570-20540

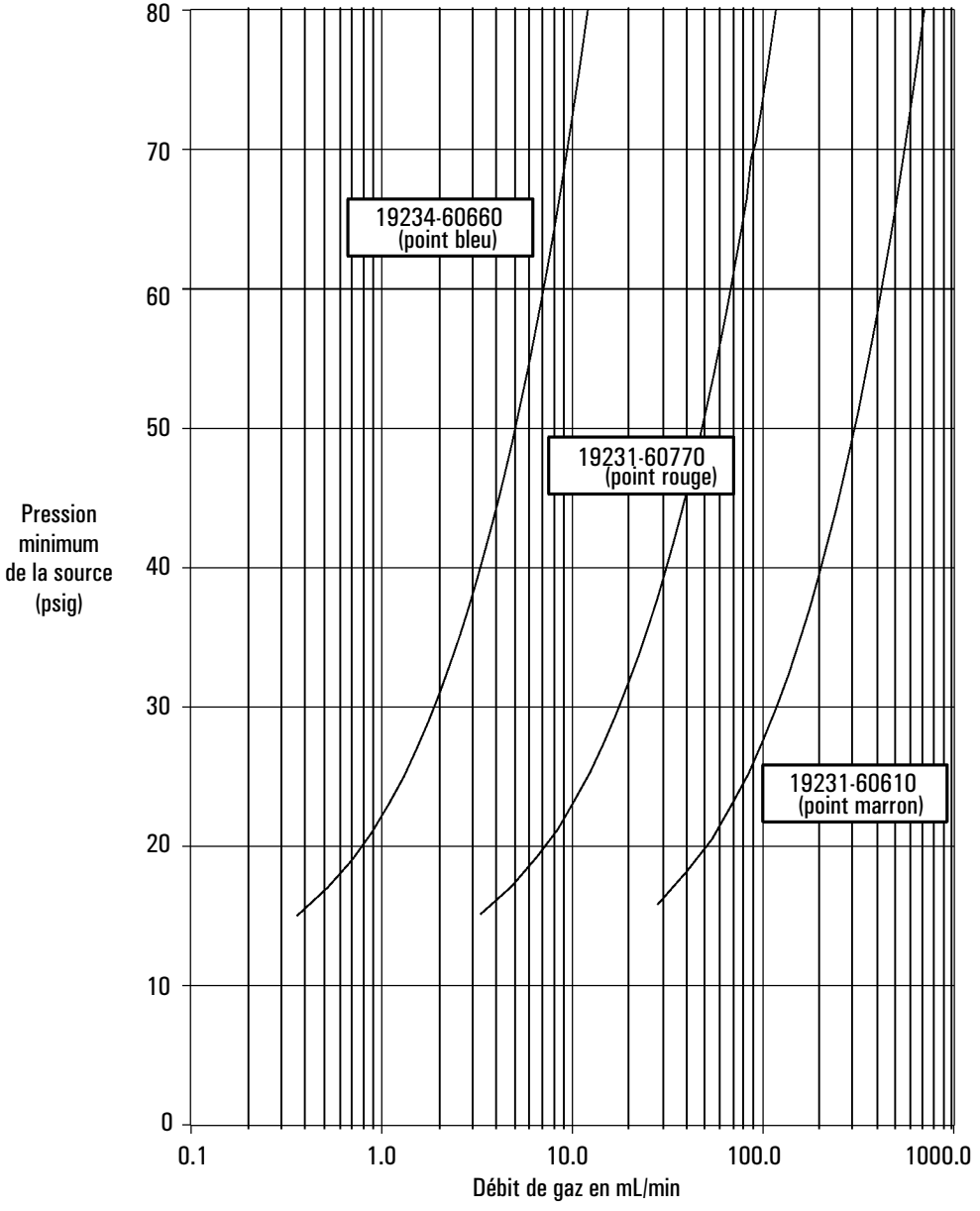
Les trois canaux comportent un fritté à point rouge à la livraison de l'instrument.

Les figures des deux pages suivantes montrent les relations de pression/débit approximatives pour les trois frittés comportant un point, en supposant qu'il n'y a pas de résistance supplémentaire significative en aval des frittés.

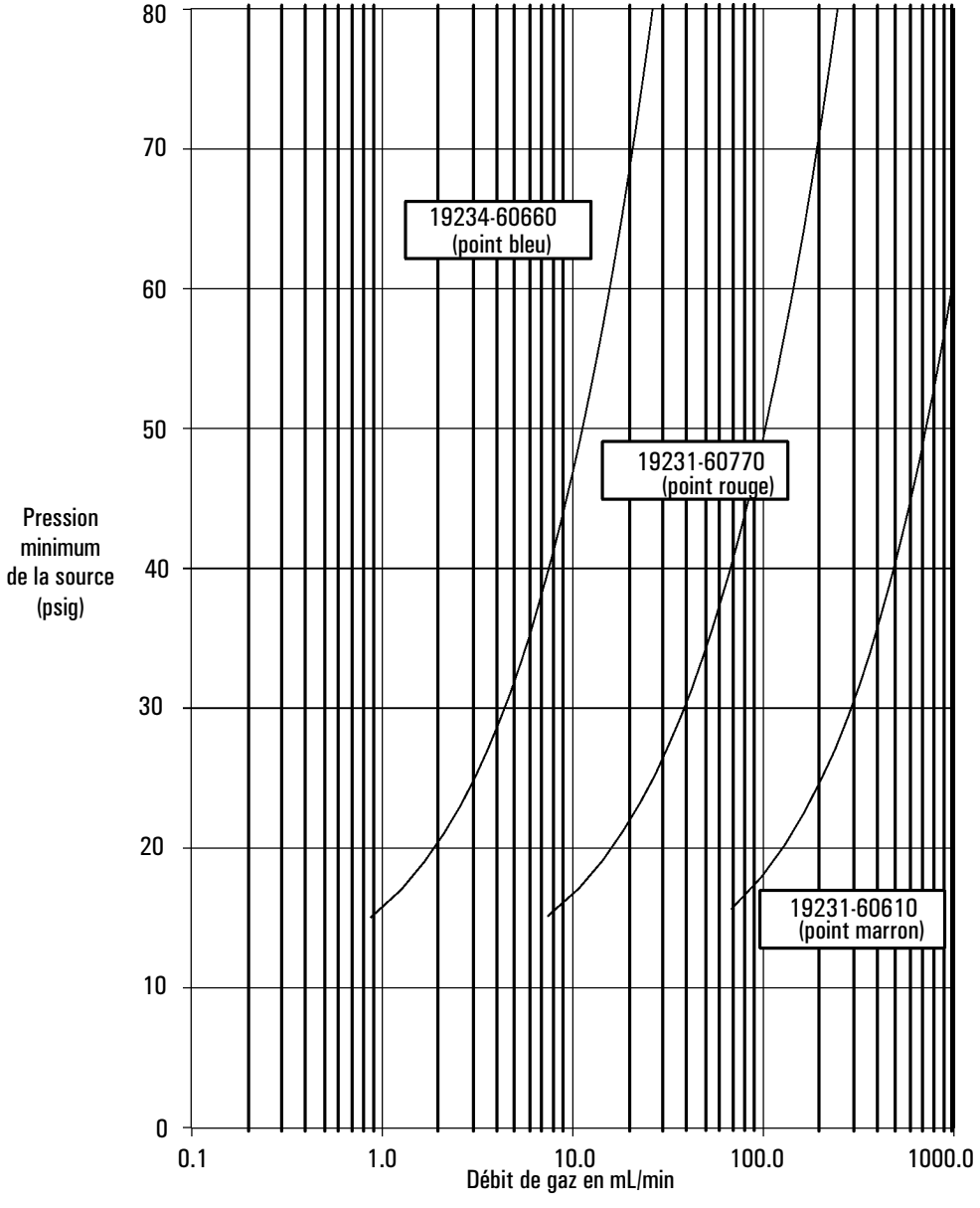
Si le fritté de résistance zéro est installé, l'utilisateur doit fournir la résistance au débit en aval et générer les relations pression/débit.

Avertissement Avec de l'hydrogène, il est possible de rencontrer des débits dangereusement hauts si la résistance au débit en aval du tuyau d'alimentation est insuffisante. Avec de l'hydrogène, utilisez toujours le fritté Haut (Point bleu) ou Moyen (Point rouge).

Pression nécessaire pour restricteurs de débit EPC AUX
avec air, azote ou hélium
(conditions ambiantes : 25°C, 14,7 psia)

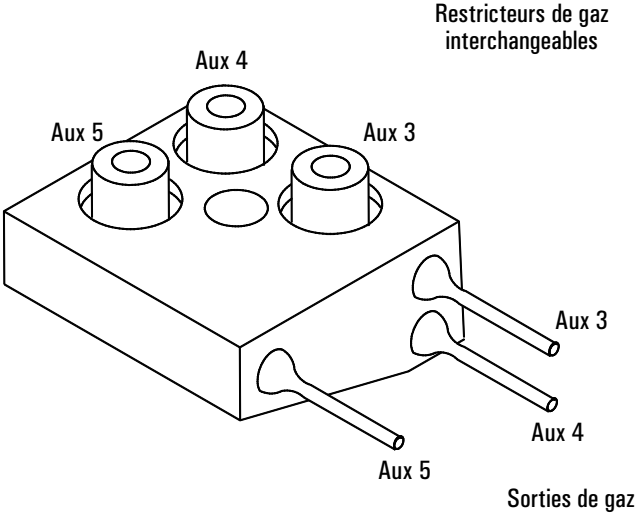


Pression nécessaire pour restricteurs de débit EPC AUX
avec hydrogène
(conditions ambiantes : 25°C, 14,7 psia)



Procédure : Changement d'un fritté de canal auxiliaire

1. Repérez le bloc qui connecte les trois tuyaux de sortie de gaz pour les canaux auxiliaires au module de régulation des gaz.
2. Retirez la vis de fixation du bloc au module de régulation des gaz. Dégagez le bloc du module et retournez-le pour que les frittés se trouvent au-dessus.



3. Retirez du bloc le fritté à changer. Retirez aussi son joint torique d'étanchéité.
4. Placez un joint torique sur le nouveau fritté. Placez la combinaison joint torique/fritté dans le bloc.
5. Reconnectez le bloc au module de régulation des gaz. Serrez fermement la vis.

Maintenance de l'étalonnage EPC

Les modules de contrôle du gaz EPC contiennent des capteurs de débit et/ou de pression étalonnés en usine. La sensibilité (pente de la courbe) est très stable, mais le décalage zéro requiert une mise à jour périodique.

Capteurs de débit

Les modules d'injecteurs avec/sans division et pour colonne remplie avec purge utilisent des capteurs de débit. Si la fonction `Auto flow zero` (voir page 54) est active, ils sont mis à zéro automatiquement après chaque analyse. C'est la méthode recommandée. Ils peuvent aussi être mis à zéro manuellement, voir en page suivante.

Capteurs de pression

Tous les modules de contrôle EPC utilisent des capteurs de pression. Ils peuvent être mis à zéro en groupe ou individuellement. Il n'existe pas de zéro automatique pour les capteurs de pression.

Conditions zéro

IMPORTANT La mise à zéro des capteurs de débit s'effectue gaz vecteur connecté et circulant. Celle des capteurs de pression s'effectue avec l'arrivée de gaz déconnectée du module de contrôle des gaz.

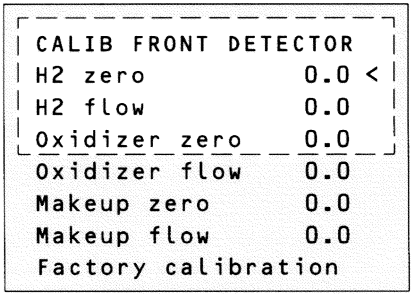
Tableau 9 Intervalles zéro du capteur de débit et de pression

Type de capteur	Type de module	Intervalle zéro
Débit	Tous	Utiliser `Auto flow zero`
Pression	Injecteurs	
	Colonnes remplies	Tous les 12 mois
	Petites colonnes capillaires (d.i. 320 µm ou moins)	Tous les 12 mois
	Grandes colonnes capillaires (d.i. > 530 µm)	A 3 mois, à 6 mois, puis tous les 12 mois
	Canaux auxiliaires	Tous les 12 mois
	Gaz du détecteur	Tous les 12 mois

Procédure : Mise à zéro des capteurs de débit et de pression

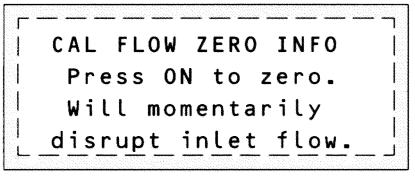
Pour mettre à zéro un capteur de débit ou de pression dans un module spécifique

1. Appuyez sur [Options], faites défiler jusqu'à Calibration et appuyez sur [Enter].
2. Faites défiler jusqu'au module à mettre à zéro et appuyez sur [Enter].

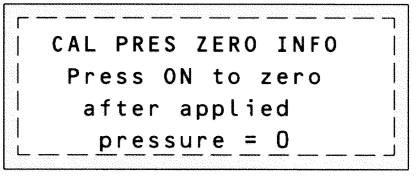


Remarque : après la mise à zéro ou l'étalonnage du débit, la ligne `Factory Calibration` est remplacée par l'heure et la date du réétalonnage.
Pour restaurer l'étalonnage d'usine, sélectionnez la ligne d'heure et de date et appuyez sur [Delete]. Cela détruit l'étalonnage utilisateur.

3. Faites défiler jusqu'à une ligne zéro et appuyez sur [Info].



ou

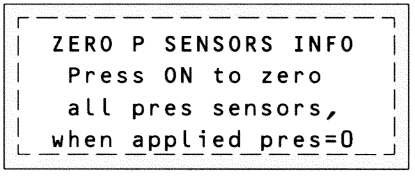


4. Pour annuler, appuyez sur [Clear].
5. Pour mettre tous les débits à zéro, vérifiez que le gaz vecteur est raccordé et ouvert.
6. Appuyez sur [On] pour mettre à zéro ou sur [Clear] pour annuler.

4. Pour annuler, appuyez sur [Clear].
5. Pour mettre la pression à zéro, vérifiez que l'alimentation en gaz n'est pas connectée.
6. Appuyez sur [On] pour mettre à zéro ou sur [Clear] pour annuler.

Pour mettre tous les capteurs de pression à zéro dans tous les modules

1. Appuyez sur [Options], faites défiler jusqu'à Diagnostics et appuyez sur [Enter] et appuyez sur [Enter].
2. Faites défiler jusqu'à `Electronics` et appuyez sur [Enter].
3. Faites défiler jusqu'à `Pneumatics Board` et appuyez sur [Enter].
4. Faites défiler jusqu'à `Zero all p sensors` et appuyez sur [Info].



5. Pour annuler, appuyez sur [Clear].
6. Pour mettre à zéro, vérifiez que l'alimentation en gaz n'est pas connectée.
7. Appuyez sur [On] pour mettre à zéro ou sur [Clear] pour annuler.

Commande non EPC

Les tableaux de commandes pour des gaz d'injecteur et de détecteur non EPC contrôlent la marche/arrêt (on/off) mais ne contrôlent pas les débits, ni les pressions. Ces derniers doivent être définis manuellement et vérifiés à l'aide d'un débitmètre à bulle ou autre. Le fonctionnement du débitmètre à bulle est expliqué page 98.

Injecteurs

Les régulateurs de pression, contrôleurs de débit et autres contrôles pour injecteurs d'échantillon non EPC sont montés dans un module placé à gauche du CPG. Pour des informations d'utilisation, voir la section "Généralités sur les injecteurs"

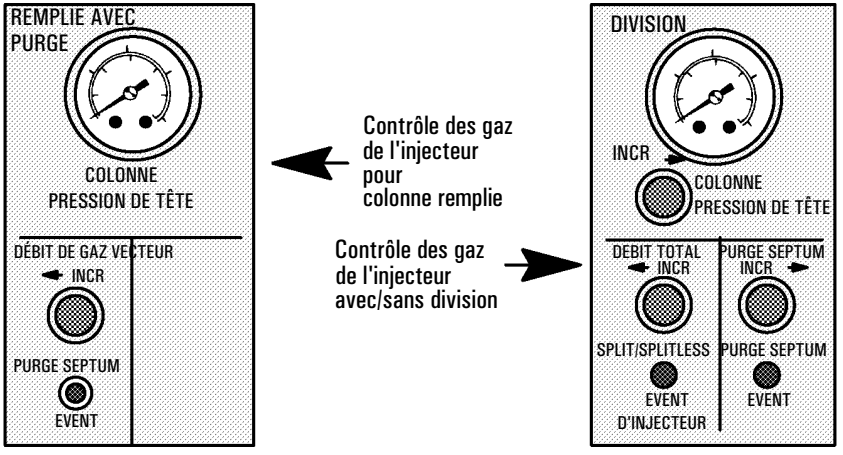


Figure 11 Contrôles de gaz d'injecteur non EPC

Purge septum

Le débit de purge de septum est défini automatiquement sur l'injecteur pour colonne remplie avec purge non EPC ; il peut être mesuré à un orifice du panneau

avant. La purge de septum est réglée par l'utilisateur sur l'injecteur avec/sans division.

Mesure des débits

Cette section décrit comment mesurer les débits et comment corriger les mesures selon les conditions d'analyse. Si votre CPG est équipé d'un système de régulation des gaz, notez que les capteurs de débit et de pression dans le CPG sont souvent plus exacts que les débitmètres coûteux du commerce. Si vous parvenez à établir un débit ou une pression **étalonné(e)** dans le CPG, une mesure conforme à celle du CPG à quelques pourcents près (après correction selon les conditions NTP ; voir page 101) prouve que les enceintes du CPG fonctionnent correctement et n'ont pas à être remplacées.

Mesure des débits avec un débitmètre à bulle

Un débitmètre à bulle est un outil simple et fiable de mesure du débit de gaz. Il crée une bulle au travers d'un tuyau dans lequel le gaz circule. Le ménisque agit comme une barrière et son mouvement indique la vitesse du gaz dans le tuyau. La plupart des débitmètres à bulle ont des sections de différents diamètres et peuvent donc mesurer une large gamme de débits dans de bonnes conditions.

Un débitmètre à bulle de 1, 10 et 100 mL/min convient pour mesurer aussi bien des débits faibles (tels que des gaz vecteurs) et des débits élevés (tels que l'air pour un FID).

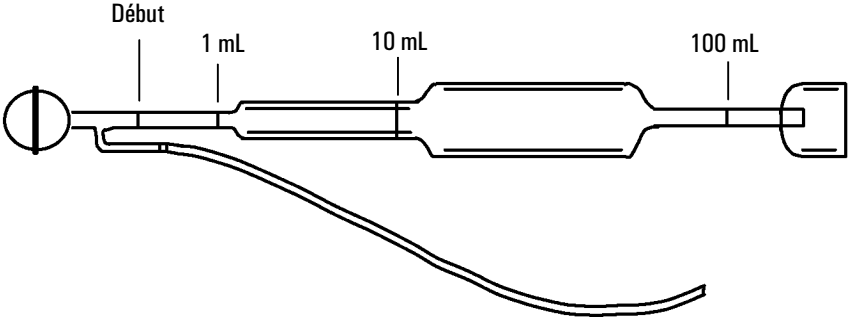
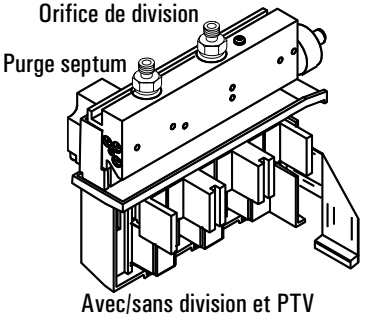


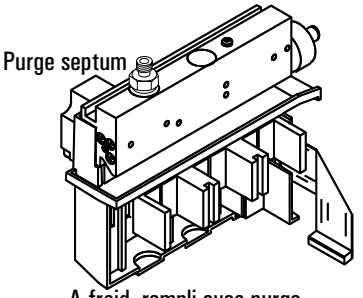
Figure 12 Un débitmètre à bulle à trois volumes

Où mesurer les débits

Injecteurs EPC : les débits de purge de septum et d'évents de division sortent par le module de régulation des gaz à l'arrière et en haut du CPG.



Avec/sans division et PTV
module de régulation des gaz



A froid, rempli avec purge
module de régulation des gaz on-column

Détecteurs : mesurer tous les débits, y compris celui du vecteur, à la sortie du détecteur. Utilisez les tableaux de commandes pour sélectionner un gaz à la fois.

Injecteurs non EPC : les évents de débit se trouvent sur le panneau avant. Voir Figure 11.

Adaptateurs de mesure des débits

Un tuyau adaptateur en caoutchouc se raccorde directement sur l'orifice de ventilation NPD, ECD ou TCD.



Un adaptateur séparé est fourni pour les détecteurs FID et similaires. Insérez l'adaptateur dans l'orifice de ventilation du détecteur, le plus loin possible. Vous sentirez une résistance au moment où la bague de l'adaptateur entre en force dans l'orifice. Pendant l'insertion, tournez et poussez l'adaptateur pour obtenir une bonne étanchéité.



Procédure : Mesure des débits de gaz avec un débitmètre à bulle

Outils :

- débitmètre à bulle gradué à 1, 10 et 1 0 0mL. Poire à moitié remplie d'eau savonneuse ;
- adaptateur pour détecteur ou orifice;
- chronomètre interne CPG.

Avertissement Ne mesurez pas l'hydrogène en même temps que l'air ou l'oxygène. Vous risquez de créer des mélanges que l'allumage automatique pourrait faire exploser.

Pour éviter ce danger :
Mettez le bouton d'allumage automatique en position d'arrêt avant de commencer.
Mesurez toujours les gaz séparément.

1. Connectez le tuyau d'entrée du débitmètre à bulle sur le raccord où vous voulez mesurer le débit. Utilisez au besoin l'adaptateur approprié.
2. Maintenez le débitmètre à bulle en position verticale : pressez et relâchez la poire pour créer un ménisque dans le débitmètre à bulle. Faites cela plusieurs fois pour humidifier les parois avant de prendre des mesures.
3. Appuyez sur [Time] pour afficher le chronomètre. Pressez la poire.
4. Appuyez sur [Enter] pour démarrer le chronomètre au moment où le ménisque franchit la ligne START (la plus basse) dans le débitmètre à bulle.
5. Appuyez de nouveau sur [Enter] pour arrêter le chronomètre quand le ménisque franchit la ligne 1 mL, 10 mL ou 100 mL.
6. Calculez le débit en mL/min à partir de la valeur 1/t :
   - si vous avez utilisé la marque 1 mL, le débit en mL/min = 1/t ;
   - si vous avez utilisé la marque 10 mL, le débit en mL/min = $10 \times 1/t$;
   - si vous avez utilisé la marque 100 mL, le débit en mL/min = $100 \times 1/t$.
7. Appuyez sur [Clear] pour remettre le chronomètre au départ. Répétez la mesure une fois au moins pour vérifier le débit.

Interprétation des mesures du débitmètre

Les mesures du débitmètre à bulle donnent des débits à la température et à la pression atmosphérique locales. Certains débitmètres électroniques sont étalonnés pour des températures ou des pression autres que 25 °C et 1 atm. Le CPG affiche des valeurs corrigées selon les conditions de température et de pression normales (TPN). Si vous ne corrigez pas les mesures du débitmètre selon les conditions NTP, elles ne seront pas conformes aux mesures du CPG.

Pour convertir les mesures du débitmètre à bulle en TPN (25°C et 1 atmosphère), vous devez connaître :

- la pression atmosphérique locale ou la pression d'étalonnage du débitmètre électronique ;
- la température du débitmètre à bulle au moment de la mesure ou la température d'étalonnage du débitmètre électronique.

La conversion est la suivante :

$$\textbf{Débit à TPN} = \frac{\textbf{Débit}_{\textbf{local}} \textbf{ x 298 x Pression}_{\textbf{locale}}}{\textbf{Température}_{\textbf{locale}}}$$

où :

Débit à TPN	est le débit en mL/min corrigé en température (25°) et pression (1 atmosphère) normale
$\text{Débit}_{\text{local}}$	est le débit en mL/min mesuré par le débitmètre à bulle
$\text{Température}_{\text{locale}}$	est la température du débitmètre à bulle au moment de la mesure ou la température d'étalonnage du débitmètre électronique. La valeur est en Kelvins (Kelvin = Centigrade + 273).
$\text{Pression}_{\text{locale}}$	est la pression atmosphérique locale au moment de la mesure ou la température d'étalonnage de l'appareil de mesure. La valeur est en atmosphères (1 atm = 1,01325 bars = 760 Torr = 760 mm Hg (à 0°C) = 101,325 kPa = 14,7 psi).

Problèmes de débit et de pression

Un gaz n'atteint pas la pression ou le débit du point de consigne

Le gaz ne peut pas atteindre la pression entrée au clavier. Si un injecteur EPC n'atteint pas son point de consigne de pression, il se fermera dans un délai déterminé par le type d'injecteur :

Type d'injecteur	Délai avant fermeture
Colonne remplie avec purge, à froid en tête de colonne	2 minutes
Avec/sans division, PTV, interface pour composés volatils	5,5 minutes
Auxiliaire	4 minutes

- la pression d'arrivée de gaz est trop basse pour atteindre le point de consigne. La pression d'arrivée de gaz doit être supérieure d'au moins 10 psi à la pression de consigne désiré e;
- une fuite importante est présente dans le système. A l'aide d'un détecteur de fuites électronique, repérez les fuites et corrigez-les. N'oubliez pas de vérifier la colonne : une colonne cassée est la cause d'une très grande fuite ;
- si vous utilisez un économiseur de gaz, assurez-vous que son débit est suffisamment élevé pour maintenir la pression la plus importante possible en tête de colonne pendant une analyse ;
- le débit est trop bas pour la colonne utilisée;
- la colonne est bouchée ou mal installée ;
- le capteur de pression de l'injecteur ou du détecteur ne fonctionne pas correctement. Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.

Si vous utilisez un injecteur avec/sans division, un injecteur PTV ou interface pour composés volatils :

- le rapport de division est trop faible. Augmentez la quantité de débit avec division ;
- la vanne de contrôle proportionnelle de l'injecteur est bloquée par suite de contamination ou d'un autre défaut. Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.

Si vous utilisez un injecteur pour colonne remplie avec purge ou à refroidissement en tête de colonne :

- la vanne de contrôle de l'injecteur est bloquée en position fermée par suite de contamination ou d'un autre défaut. Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.

Un gaz dépasse la pression ou le débit du point de consigne

- Le capteur de pression pour cette unité ne fonctionne pas correctement. Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.

Si vous utilisez un injecteur avec/sans division, un injecteur PTV ou interface pour composés volatils :

- le rapport de division est trop important. Diminuez-l e;
- la vanne de contrôle proportionnelle de l'injecteur est bloquée en position fermée. Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent ;
- le piège sur la ligne de l'orifice de division est contaminé. Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.

Si vous utilisez un injecteur pour colonne remplie avec purge ou à refroidissement en tête de colonne :

- la vanne de contrôle proportionnelle de l'injecteur est bloquée en position fermée. Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.

La pression ou le débit de l'injecteur fluctue

Une fluctuation dans la pression de l'injecteur entraînera des écarts du débit et des temps de rétention pendant une analyse.

- Le système de débit présente une petite fuite. A l'aide d'un détecteur de fuites électronique, repérez les fuites et corrigez-les. Recherchez aussi des fuites dans le raccordement d'arrivée du gaz.
- D'importantes restrictions sont présentes dans l'injecteur avec/sans division ou PTV, telles qu'un blocage dans un insert ou dans le piège de l'orifice de division. Assurez-vous que vous utilisez le bon insert. Remplacez l'insert qui pourrait être à l'origine de grandes chutes de pression en raison de sa conception ou s'il est trop serré. Si l'insert ne semble pas être la cause du problème, le piège de l'orifice de division est peut-être bloqué. Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.
- Changements extrêmes de la température ambiante pendant des analyses. Corrigez le problème de température du laboratoire ou déplacez l'instrument dans un endroit plus approprié.
- De grands volumes ont été ajoutés au système (cela peut se produire si vous utilisez une vanne d'échantillonnage). Diminuez le volume de l'échantillon. Utilisez des injecteurs EPC qui corrigent les écarts de température et de pression.

Le débit mesuré n'est pas identique au débit affiché

Vous avez vérifié le débit à un injecteur avec un débitmètre à bulle, corrigé la mesure d'après les conditions TPN, et constaté qu'il ne correspond pas au débit calculé affiché sur le CPG.

- La longueur de colonne, le diamètre interne ou le type de gaz est configuré incorrectement. Entrez l'information correcte. Appuyez sur [Config] [Column 1] ou [Config] [Column 2] pour entrer les spécifications de colonne. Appuyez sur [Config] [Front Inlet] ou [Config] [Back Inlet] pour entrer le type de gaz. Si une grande quantité de colonne capillaire a été coupée, sa longueur réelle ne correspond peut-être plus à ses caractéristiques d'origine. Configurez la colonne avec une nouvelle longueur.

- Un nouveau point de consigne de pression n'a pas été entré après sélection du mode de débit constant. Entrez un nouveau point de consigne de pression chaque fois que le débit constant est activé ou désactivé.
- Une colonne WCOT courte (<15 m) de 0,58 à 0,75 mm de d.i., est utilisée avec un injecteur capillaire avec/sans division. Le contrôleur de débit total est réglé pour un débit élevé, ce qui crée quelque pression dans l'injecteur et indique un débit de colonne équivalent à une pression de point de consigne de zéro. (Dans ces circonstances, une pression réelle peut être affichée, même avec un point de consigne zéro). Avec des colonnes courtes, de 530 à 750 mm, gardez le débit total aussi bas que possible (par exemple, de 20 à 30 mL/min). Installez une colonne plus longue et plus résistante (par exemple, de 15 à 30 m).
- La ligne de l'orifice de division est peut-être partiellement bouchée, créant une pression d'injection réelle supérieure à la pression du point de consigne. Remplacez la ligne de l'orifice de division.
- Un détecteur de masse est utilisé et la compensation de vide n'est pas sélectionnée.

4 Le compartiment à colonne

Caractéristiques du four

Sécurité du four

Configuration du four

Procédure : Pour effectuer une analyse isotherme

Réaliser une analyse en programmation de température

Points de consigne en programmation de température du four

Vitesses de rampe du four

Procédure : Préparation d'un programme à une seule rampe

Procédure : Préparation d'un programme à plusieurs rampes

Chromatographie rapide

Four à chauffage rapide

Configuration du four

Utilisation de l'insert de four pour chromatographie rapide

Pour installer l'insert de four

Pour retirer l'insert

Fonctionnement cryogénique

Points de consigne de contrôle cryogénique

Le compartiment à colonne

Caractéristiques du four

Caractéristique	Gamme
Plage de température	– 80 °C (N_2 liquide) ou – 60 °C (CO_2) jusqu'à la limite configurée
Température maximale	450 °C
Programmation de la température	Jusqu'à six rampes
Durée maximum d'analyse	999,99 minutes
Rampes de température	de 0 à 120 °C/min, selon la configuration de l'instrument

Le four contient deux injecteurs et deux détecteurs, jusqu'à quatre vannes dans un boîtier chauffé au-dessus du four et deux vannes à l'intérieur, ainsi que des colonnes capillaires ou remplies.

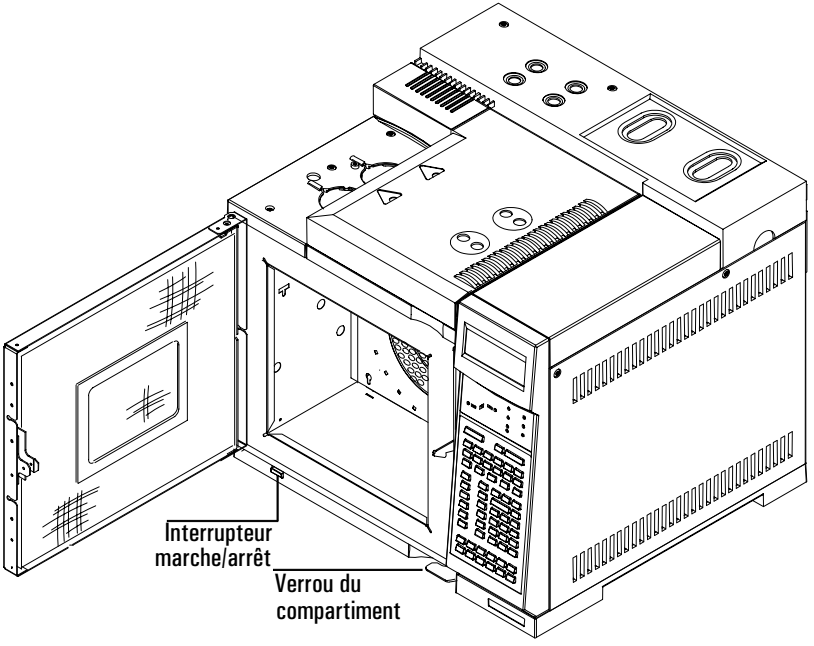


Figure 13 Four à colonne

Sécurité du four

Par sécurité, l'ouverture de la porte du four coupe l'alimentation du four, du ventilateur et de la vanne cryogénique (si installée), mais maintient les points de consigne en mémoire.



Le fonctionnement normal du four est rétabli aussitôt la porte refermée.

Si le four ne peut atteindre ou maintenir, pendant le fonctionnement normal au-dessus de la température ambiante, la température de point de consigne entrée, le four est arrêté car un problème est supposé.

Les raisons peuvent être :

- le non fonctionnement des volets d'aération du four ;
- un mauvais fonctionnement du ventilateur, du chauffage ou du détecteur de température du four ;
- un problème électronique.

Quand un arrêt survient, la ligne `Off` du tableau de commandes du four clignote et le four reste arrêté jusqu'à ce qu'il soit remis en marche par [Oven] [On] ou en modifiant le point de consigne `Temp` dans le tableau de commandes du four.

Lorsque le four s'arrête automatiquement, l'affichage suivant apparaît :

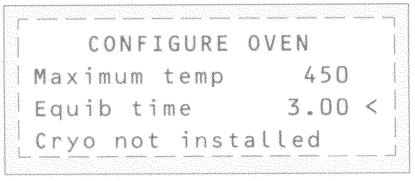


Pour plus d'informations sur les arrêts, voir "Shutdown (Arrêt)".

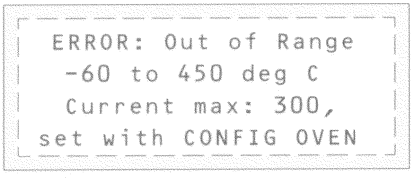
Configuration du four

La configuration du four définit la température maximale, le temps d'équilibre, et les points de consigne cryogéniques, si la cryogénie est installée.

Appuyez sur [Config] [Oven] Gamme de points de consigne Température maximal e: 70 à 450 °C



`Maximum temp` : point de consigne de température maximale autorisée pour le four. Certains accessoires, tels que le boîtier de vanne, les vannes et les colonnes, ont des limites de température spécifiques. Lorsque vous configurez `Maximum temp`, respectez ces limites pour ne pas endommager les accessoires. Pendant leur saisie, les points de consigne sont vérifiés et si l'un d'eux est en contradiction avec un point de consigne défini précédemment, un message le signale.

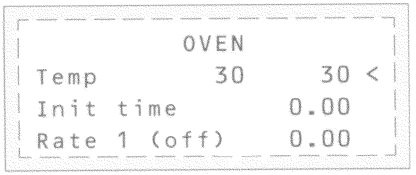


`Equib time` : temps nécessaire pour que la température du four se stabilise après modification de la température. Le temps de stabilisation commence lorsque la température du four réelle s'approche de 1°C de la température de consigne. Le point de consigne `Equib time` peut être de 0 à 999,99 minutes.

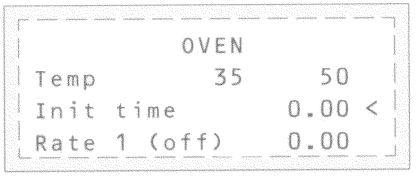
Procédure : Pour effectuer une analyse isotherme

Une analyse est dite isotherme quand le four est maintenu à une température constante. Pour créer une analyse isotherme, réglez `Rate 1` sur zéro.

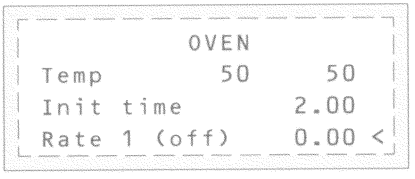
1. Appuyez sur [Oven] pour appeler le tableau de commandes du four.



2. Entrez la température du four pour l'analyse isotherme. Vos valeurs réelles et de point de consigne seront probablement différentes de celles de l'exemple.



3. Entrez le nombre de minutes (`Init time`) pendant lesquelles le four doit rester à cette température. C'est la durée de l'analyse.



4. Si `Rate 1` est différent de 0, entrez zéro pour une analyse isotherme.

Réaliser une analyse en programmation de température

Vous pouvez programmer la température du four, d'une température initiale à une température finale, en utilisant jusqu'à six rampes pendant une analyse.

Un programme de température à une seule rampe élève la température initiale du four à une température finale spécifiée, à une vitesse spécifiée et reste à la température finale pendant une durée déterminée.

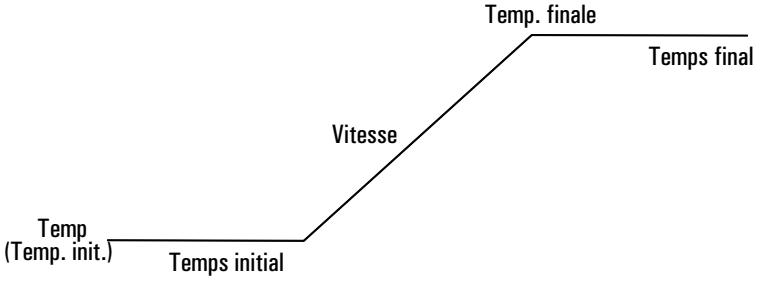


Figure 14 Une seule rampe

Le programme de température à plusieurs rampes est similaire. Vous pouvez programmer le four d'une température initiale à une température finale, séparées par des vitesses, temps et températures intermédiaires. Vous pouvez aussi programmer plusieurs rampes pour des *diminutions* de température aussi bien que pour des augmentations.

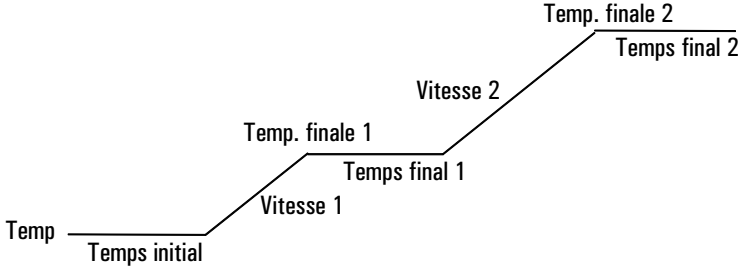


Figure 15 Plusieurs rampes

Points de consigne en programmation de température du four

`Temp` : température de départ d'une analyse en programmation de température. Au début du programme, cette valeur est copiée en tant que point de consigne temporaire appelé `Init temp`. A la fin de l'analyse, `Temp` retrouve sa valeur `Init temp` et le four revient à sa température d'origine.

`Init temp` : ce paramètre est égal à `Temp` sauf pendant une analyse chromatographique programmée (`Init temp` reste constant ; `Temp` change selon le programme). Le fait de changer la valeur de `Init temp` change la température de départ pour l'analyse suivante. Le fait de changer la valeur de `Temp` provoque un changement immédiat, mais la valeur n'est pas sauvegardée pour la prochaine analyse.

`Init time` : nombre de minutes pendant lesquelles le four restera à la température de départ après qu'une analyse programmée ait commencé.

`Rate` : vitesse, en °C/min, à laquelle le four sera chauffé ou refroidi.

`Final temp` : température que le four atteindra à la fin d'une programmation de température de chauffage ou de refroidissement.

`Final time` : nombre de minutes pendant lesquelles le four sera maintenu à la température finale lors d'une programmation de température.

La longueur totale d’une analyse est déterminée par son programme de température du four. Le temps maximum autorisé pour une analyse est de 999,99 minutes. Si le programme s’exécute encore à ce moment-là, l’analyse s’arrête.

Vitesses de rampe du four

Pour utiliser la programmation rapide du four (une option 240 V est requise), il faut que vous puissiez obtenir une alimentation électrique ≥ 200 V ≥ 15 Amp.

La plus grande vitesse possible dépend de nombreux facteurs : température de la pièce, températures des injecteurs et des détecteurs, quantité de matériel à l'intérieur du four (colonnes, vannes, etc.), et s'il s'agit ou non de la première analyse de la journée. L'insert de four optionnel pour chromatographie rapide (voir page 117) permet d'augmenter les vitesses de rampe de four pour la colonne arrière. Le Tableau 10 fournit une liste de vitesses de rampe types.

Tableau 10 Vitesses de rampe du four

	Vitesse de rampe du four100/120 V (°C/min)		Vitesse de rampe du four 200/220/230/240 V (°C/min)	
Gamme de température (°C)	Sans insert	Avec insert en option	Sans insert	Avec insert en option
50 à 70	75	120	120	120
70 à 115	45	95	95	120
115 à 175	40	65	65	110
175 à 300	30	45	45	80
300 à 450	20	35	35	65

Procédure : Préparation d'un programme à une seule rampe

Cet exemple augmente la température du four de 50° C à 150 °C, à la vitesse de 10 °C/minute.

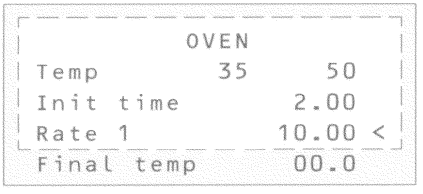
1. Appuyez sur [Oven] pour appeler le tableau de commandes du four.
2. Entrez une température de départ (`Temp`).



3. Entrez le temps (`Init time`) pendant lequel le four doit rester à Temp.



4. Entrez la vitesse (`Rate 1`) à laquelle la température du four doit augmenter.



5. Entrez la température finale (`Final temp 1`).
6. Entrez le temps (`Final time 1`) pendant lequel le four doit conserver `Final temp 1`.



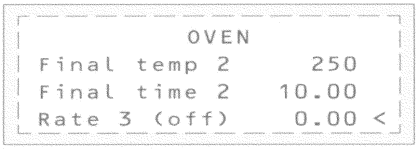
7. Pour terminer le programme de rampe du four après `Ramp 1`, donnez la valeur zéro à `Rate 2`.

Procédure : Préparation d'un programme à plusieurs rampes

Préparez la première rampe, comme décrit à la page précédente.

Dans un programme de température à plusieurs rampes, le `Final time` d'une rampe est aussi le `Init time` de la suivante. Par conséquent, il n'y a qu'un `Init time` (avant `Ramp 1`).

1. Entrez la vitesse (`Rate 2`) à laquelle vous voulez que la température du four augmente pour la seconde rampe du four.
2. Entrez la température finale (`Final temp 2`).
3. Entrez le nombre de minutes (`Final time 2`) pendant lesquelles le four doit conserver la température finale.



4. Pour terminer le programme de température après `Ramp 2`, donnez la valeur zéro à `Rate 3`.

Pour ajouter d'autres rampes de four, répétez les étapes décrites ci-dessus.

Chromatographie rapide

Le CPG 6890 offre plusieurs options pour augmenter la productivité et réduire le temps de cycle. Ces options sont le four à chauffage rapide (en option dans certains pays), l'insert de four pour chromatographie rapide (voir page 117) et le refroidissement cryogénique (voir page 120).

Four à chauffage rapide

L'utilisation du four à chauffage rapide, nécessite :

- un CPG équipé d'un four à chauffage rapide. La plupart des CPG 200-240 V sont équipés en standard d'un four à chauffage rapide. Un CPG commandé aux Etats-Unis, au Canada, en Suisse, en Chine et en Australie doit être commandé avec l'option four à chauffage rapide ou doit être transformé (contactez Agilent) ;
- une alimentation électrique ≥ 200 V et ≥ 15 A ;
- aux Etats-Unis, une tension d'alimentation de 240 V.

Configuration du four

Les CPG commandés avec le four à chauffage rapide sont correctement configurés en usine. Si vous transformez un four normal en four à chauffage rapide et que vous disposez d'une alimentation électrique convenable, vous devez configurer le CPG pour pouvoir correctement utiliser le nouveau four.

Avertissement N'utilisez pas cette procédure si votre CPG ne satisfait pas à **tous** les critères de la section "Four à chauffage rapide" ci-dessus. La conversion d'un four normal en four à chauffage rapide (et inversement) implique le remplacement du chauffage du four, des fusibles internes et des circuits d'alimentation par un technicien Agilent qualifié. Modifier la configuration du four à l'aide du clavier sans effectuer les modifications matérielles appropriées peut endommager votre instrument et entraîner des risques d'incendie.

1. Appuyez sur [Config], faites défiler jusqu'à [Instrument] et appuyez sur [Enter].
2. Pour changer le type de four, appuyez sur [.][.] puis sur [Mode/Type].
3. Sélectionnez le type de four correct (normal ou à chauffage rapide) puis appuyez sur [Enter].

Utilisation de l'insert de four pour chromatographie rapide

L'insert de four 6890 pour chromatographie rapide réduit le volume du four de sorte que la colonne et l'échantillon chauffent plus rapidement, ce qui accélère la séparation et réduit le temps d'analyse. De plus, le four de volume inférieur refroidit plus rapidement qu'un four de taille standard, ce qui diminue le temps de cycle analytique total.

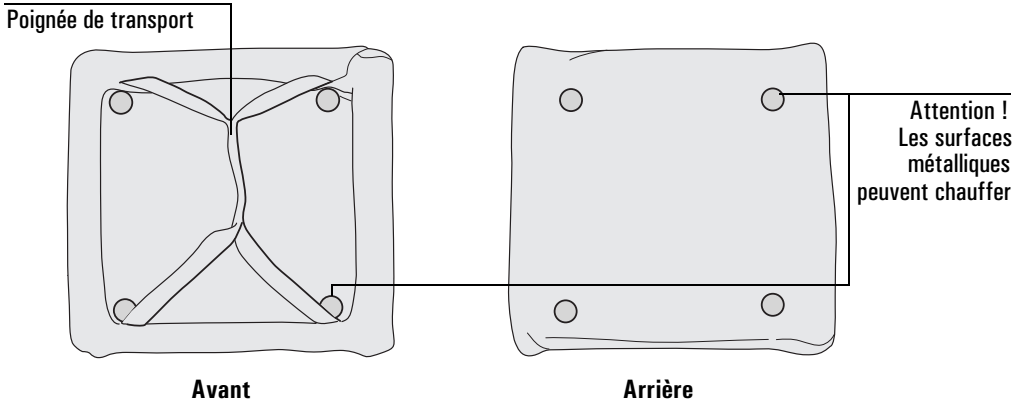


Figure 16 Insert de four

L'insert de four s'utilise avec n'importe quel injecteur, n'importe quelle colonne et n'importe quel détecteur en position **arrière**. Il n'est compatible avec aucun accessoire obstruant l'arrière du four ou nécessitant l'utilisation de l'injecteur avant ou de la partie avant du four.

Pour installer l'insert de four

1. Eteignez le four de votre CPG et laissez-le refroidir.

Attention Les parois internes du four peuvent comporter des ouvertures aux bords tranchants pouvant endommager le tissu de l'insert de four.

2. Orientez l'insert de four comme sur la Figure 17 ci-dessous. Inclinez le bord supérieur de l'insert vers l'avant et insérez-le entre les raccords de colonne prévus pour l'injecteur avant/le détecteur et le support de colonne arrière.

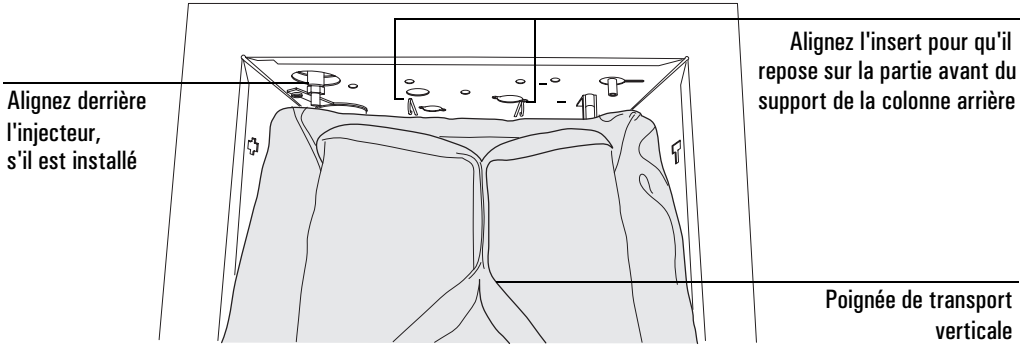


Figure 17 Installation de l'insert devant le support de colonne arrière

3. Poussez le bas de l'insert dans le four comme le montre la Figure 18. Maintenez l'insert en position verticale.

4. Si un TCD, un µECD ou un NPD est installé en position avant, bouchez le raccord de gaz d'appoint et établissez un débit de purge.

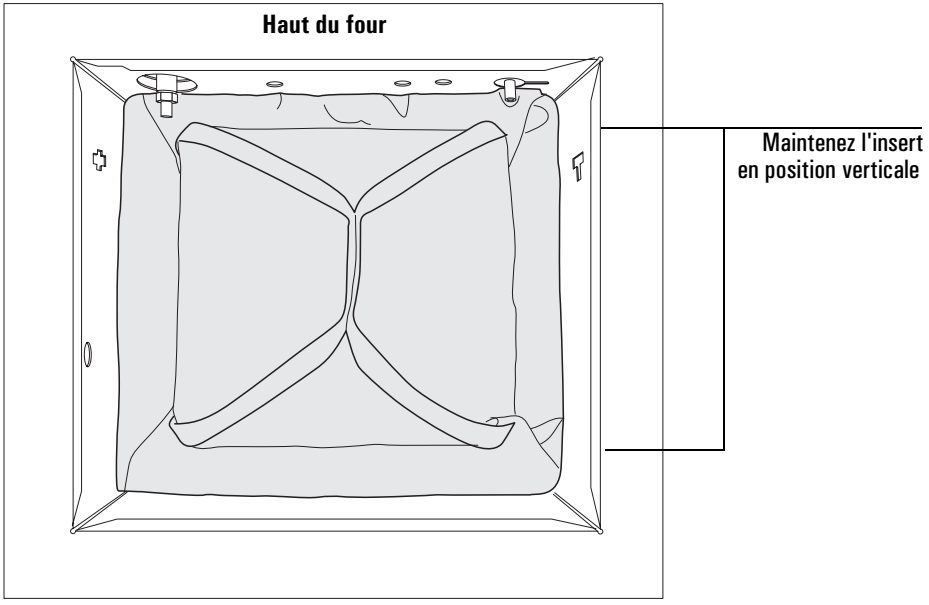


Figure 18 Insert installé dans le four

Pour retirer l'insert

1. Pour retirer l'insert, coupez le chauffage des zones chauffées du détecteur et laissez refroidir.

Avertissement Les parties métalliques de l'insert de four peuvent rester chaudes même après que le four ait refroidi. Tenez toujours l'insert par sa poignée ou portez des gants isolants.

2. Utilisez la poignée pour retirer l'insert du four en dégageant d'abord la partie inférieure.

Fonctionnement cryogénique

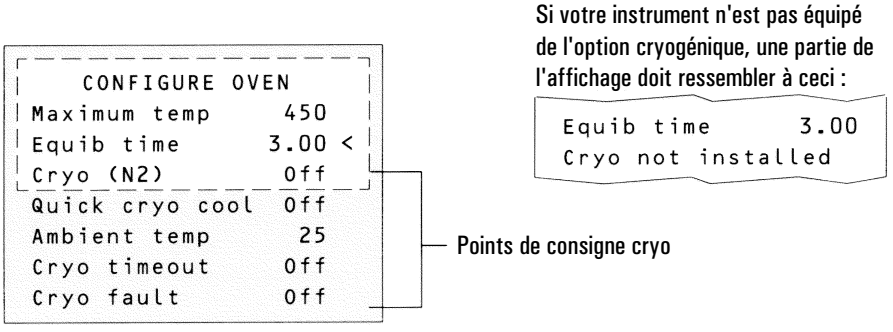
La vanne cryogénique vous permet d'utiliser le four au-dessous de la température ambiante. La température minimale possible de four varie selon le type de vanne installée.

Le CPG détecte la présence et le type de vanne cryogénique et interdit les points de consigne en l'absence de vanne installée. Si le refroidissement cryogénique n'est pas nécessaire ou si l'on ne dispose pas de liquide de refroidissement cryogénique, il faut en désactiver le fonctionnement. Faute de quoi, il ne sera pas possible de contrôler correctement la température du four, particulièrement à des températures proches de l'ambiante.

Pour plus de détails sur l'installation et les réfrigérants, voir "Exigences en matière de refroidissement cryogénique".

Points de consigne de contrôle cryogénique

Tous les points de consigne cryogéniques se trouvent dans le tableau de commandes [Config] [Oven].



`Cryo` : [ON] et [OFF] activent et désactivent, respectivement, le refroidissement cryogénique.

`Quick cryo cool` : cette fonction est distincte de `Cryo`. Elle permet, après une analyse, de refoidir le four plus rapidement. Elle est utile lorsqu'on a besoin d'analyser un maximum d'échantillon, mais elle utilise davantage de réfrigérant. Quick cryo cool se désactive peu après que le four ait atteint son point de consigne et Cryo prend le relais, si nécessaire.

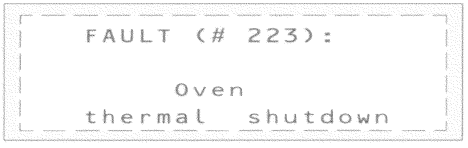
`Ambient temp` : température ambiante du laboratoire. Ce point de consigne détermine la température à laquelle le refroidissement cryogénique est activé :

- température ambiante + 25 °C, pour un fonctionnement cryogénique normal ;
- température ambiante + 45 °C, pour un refroidissement cryogénique rapide (Quick Cryo Cool).

`Cryo timeout` : Cryo timeout se produit et le four s'arrête lorsqu'une analyse ne commence pas dans un délai spécifié (10 à 120 minutes) après la stabilisation du four. Si cryo timeout est désactivé, cette fonction est neutralisée. Nous conseillons de l'activer car cryo timeout conserve le réfrigérant à la fin d'une séquence ou si l'automatisation échoue.

`Cryo fault` : arrête le four après 16 minutes de fonctionnement cryogénique continu, s'il n'atteint pas la température du point de consigne. Notez que c'est le temps nécessaire pour *atteindre* le point de consigne, et non pour stabiliser et devenir prêt au point de consigne. Par exemple, avec une injection à froid en tête de colonne et un contrôle cryogénique en mode suivi de la température du four, le four aura peut-être besoin de 20 à 30 minutes avant d'être prêt.

Si la température descend au dessous de la température minimale autorisée (- 90 °C pour de l'azote liquide, - 70 °C pour le CO_2 liquide), le four s'arrêtera avec l'affichage suivant :



5 Colonnes et pièges

Colonnes capillaires

Support de colonne

Procédure : Préparation des colonnes capillaires

Procédure : Installation des colonnes capillaires dans l'injecteur avec/sans division

Procédure : Installation des colonnes capillaires dans l'injecteur à froid en tête de colonne

Procédure : Installation des colonnes capillaires dans l'injecteur pour colonne remplie avec purge

Procédure : Installation des colonnes capillaires dans l'injecteur PTV et dans l'interface pour composés volatils

Procédure : Installation des colonnes capillaires dans les détecteurs NPD et FID

Procédure : Installation des colonnes capillaires dans le TCD

Procédure : Installation des colonnes capillaires dans le μ-ECD

Procédure : Installation des colonnes capillaires dans le FPD

Bagues pour colonnes capillaires

Bagues graphitées et bagues Vespel graphitées

Bagues Vespel

Colonnes métalliques remplies

Généralités : Installation des colonnes métalliques remplies

Raccords

Préparation des colonnes métalliques remplies

Procédure : Fabrication d'une entretoise avec un tuyau en Téflon

Procédure : Installation de bagues sur une colonne métallique

Procédure: Installation d'un adaptateur dans un raccord de détecteur

Procédure : Installation de colonnes métalliques remplies

Bagues pour colonnes métalliques remplies

Colonnes remplies en verre

Généralités : Installation de colonnes en verre remplies

Procédure : Installation de colonnes en verre remplies

Bagues et joints toriques pour des colonnes en verre remplies

Conditionnement des colonnes

Procédure : Préliminaire de conditionnement de la colonne

Procédure : Conditionnement d'une colonne capillaire

Procédure : Conditionnement des colonnes remplies

Conditionnement des pièges chimiques

Etalonnage de votre colonne capillaire (en option)

Modes d'étalonnage

Procédures d'étalonnage de colonne

Procédure : Estimation de la longueur ou du diamètre réel de la colonne à partir d'un temps d'élution

Procédure : Estimation de la longueur ou du diamètre réel de la colonne à partir de la mesure du débit

Procédure : Estimation de la longueur et du diamètre réels de la colonne

Colonnes et pièges

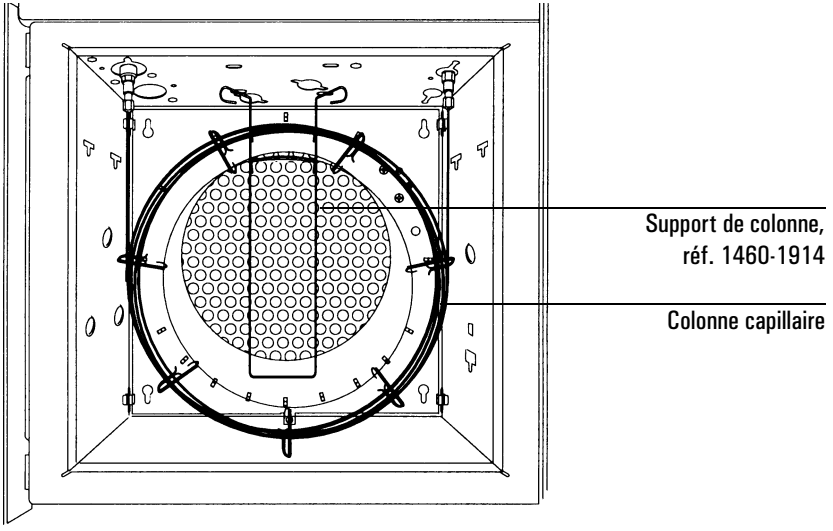
Colonnes capillaires

Cette section décrit la préparation et l'installation de colonnes capillaires dans les injecteurs et les détecteurs. Voir page 146 pour les colonnes métalliques remplies et page 157 pour les colonnes en verre remplies.

Support de colonne

Les colonnes capillaires Agilent sont fixées sur des grilles qui se montent sur un support connecté à la partie supérieure de l'intérieur du four.

Vous pouvez connecter le support de colonne en deux positions. Choisissez celle qui centre le mieux la colonne dans le four. Les extrémités de la colonne doivent former des courbes douces avec les raccords de l'injecteur et du détecteur. Aucune section de la colonne ne doit entrer en contact avec les surfaces du four.



Procédure : Préparation des colonnes capillaires

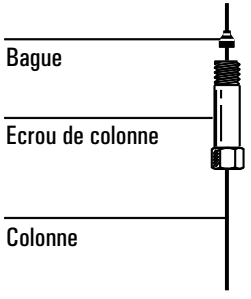
Vous devez préparer votre colonne capillaire avant de l'installer. Une bonne préparation assure que l'extrémité de la colonne est parfaitement régulière et qu'elle n'est pas contaminée avec du graphite ou un autre matériau.

Avertissement Portez des lunettes de sécurité lorsque vous manipulez, coupez ou installez des colonnes capillaires en verre ou en silice fondue. Manipulez ces colonnes avec précaution pour ne pas vous piquer.

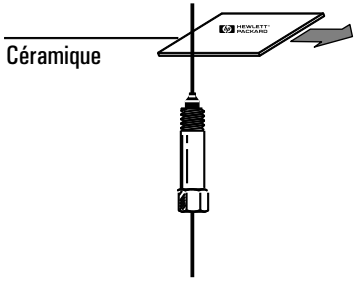
Matériel nécessaire

Ecrou de colonne et bague
Colonne capillaire
Coupe-colonne
Loupe
Isopropanol
Papier absorbant

1. Placez un écrou de colonne capillaire et une bague sur la colonne.



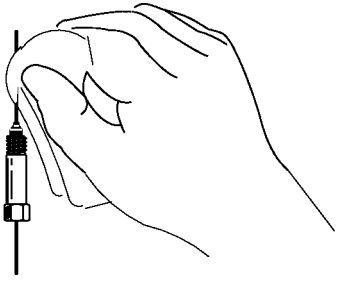
2. Marquez la colonne à l'aide d'une céramique. Le trait doit être à angle droit pour que la coupure soit d'équerre.



3. Coupez le bout de la colonne en l'appuyant contre le coupe-colonne, à l'opposé de la céramique. A l'aide d'une loupe, vérifiez que les bords sont parfaitement réguliers.



4. Essuyez les parois de la colonne avec un papier absorbant humecté d'isopropanol pour enlever les traces de doigts et de poussière.



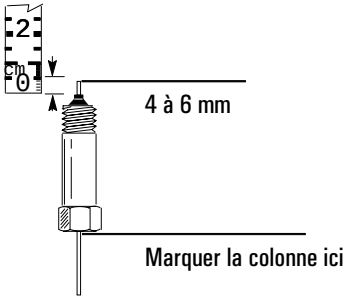
Procédure : Installation des colonnes capillaires dans l'injecteur avec/sans division

Avant d'installer une colonne, assurez-vous que le bon insert en verre s'y trouve déjà. Vous trouverez des instructions sur le choix et l'installation des inserts dans le volume "Inserts".

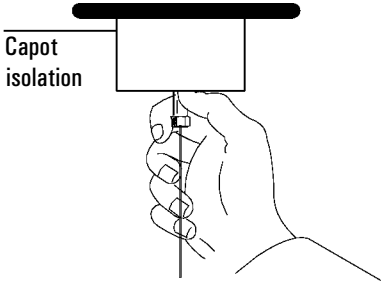
Matériel nécessaire

Ecrou de colonne et bague
Coupe-colonne
Liquide correcteur
Clé de 1/4 de pouce
Règle métrique

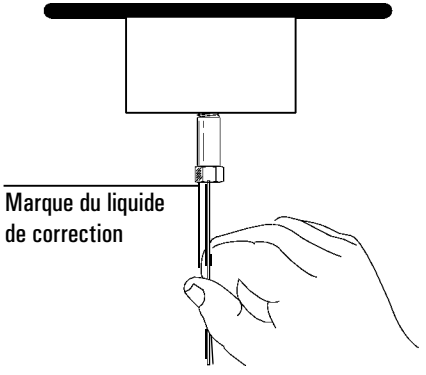
1. Préparez la colonne. Pour obtenir les instructions, voir page 125.
2. Placez la colonne de telle sorte qu'elle dépasse de 4 à 6 mm au-dessus de la bague. Marquez la colonne avec le liquide correcteur en un point aligné avec l'écrou de colonne.



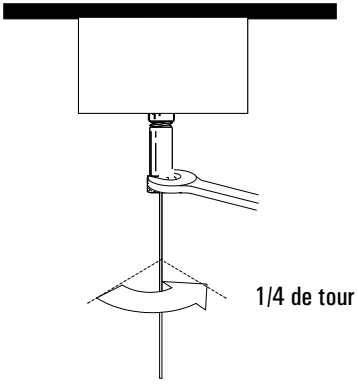
3. Insérez la colonne dans l'injecteur et faites remonter l'écrou et la bague dans la colonne jusqu'à la base de l'injecteur. Serrez l'écrou jusqu'à ce qu'il commence à saisir la colonne.



4. Ajustez la position de la colonne de telle sorte que le repère du liquide de correction tracé sur la colonne soit aligné avec le bas de l'écrou.



5. Donnez 1/4 ou 1/2 tour de plus à l'écrou afin que la colonne ne puisse être retirée du raccord par une pression modérée.



6. Une fois la colonne installée dans l'injecteur et le détecteur, établissez un débit de gaz vecteur dans l'injecteur. Chauffez le four, l'injecteur et le détecteur à la température de fonctionnement. Laissez-les refroidir puis resserrez les raccords.

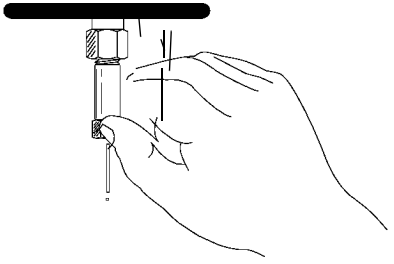
Procédure : Installation des colonnes capillaires dans l'injecteur à froid en tête de colonne

Avant d'installer la colonne, assurez-vous que le matériel installé convient bien à la colonne et au type d'injection prévus. Pour plus de détails, voir le volume "Matériel pour l'injecteur à froid en tête de colonne".

Matériel nécessaire

Ecrou de colonne et bague
Coupe-colonne
Clé de 1/4 de pouce

1. Préparez la colonne. Pour obtenir les instructions, voir page 125.
2. Insérez délicatement la colonne dans l'injecteur le plus loin possible, jusqu'à ce qu'elle vienne en butée. Insérez l'écrou dans le raccord de l'injecteur et serrez-le avec les doigts.



3. Donnez un 1/4 de tour supplémentaire avec une clé ou jusqu'à ce que la colonne s'immobilise.
4. Si vous utilisez un système d'injection automatique avec des colonnes de 250 µm ou 320 µm , vérifiez l'installation en poussant la seringue manuellement dans l'injecteur.
5. Une fois la colonne installée dans l'injecteur et le détecteur, établissez un débit de gaz vecteur dans l'injecteur. Chauffez le four, l'injecteur et le détecteur aux températures de fonctionnement. Laissez-les refroidir puis resserrez les raccords.

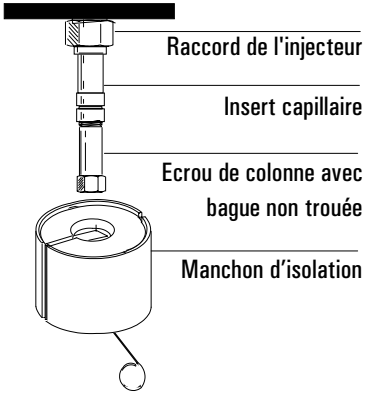
Procédure : Installation des colonnes capillaires dans l'injecteur pour colonne remplie avec purge

Avant d'installer une colonne dans cet injecteur, assurez-vous qu'un insert capillaire et une garniture en verre s'y trouvent déjà. Vous trouverez des instructions sur le choix et l'installation de ce matériel dans le volume "Adaptateurs et inserts". Si le manchon d'isolation n'est pas installé, commencez à l'étape 1. Sinon, commencez à l'étape 4.

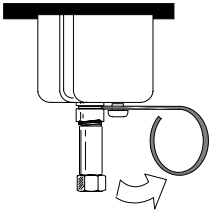
Matériel nécessaire

Ecrou de colonne et bague
Coupe-colonne
Liquide correcteur
Clé de 1/4 de pouce
Règle métrique
Manchon d'isolation
Bague non trouée servant de bouchon lors de l'installation du manchon d'isolation

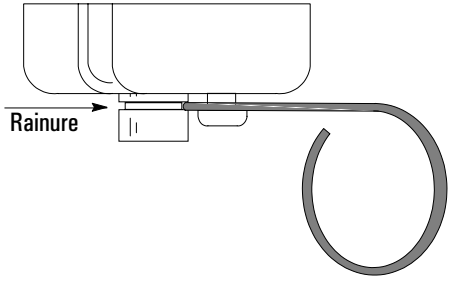
1. Installez un bouchon dans le raccord de l'injecteur.



2. Installez le manchon si nécessaire. Poussez le ressort du manchon vers la droite. Faites glisser le manchon sur le raccord de l'injecteur afin que l'isolation en haut du manchon soit alignée avec le haut du four.

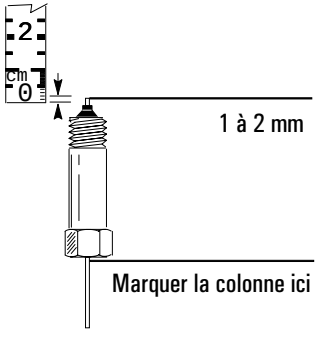


3. Placez le ressort dans la rainure de l'insert de l'injecteur. Retirez l'écrou de colonne et mettez la bague non trouée de côté.

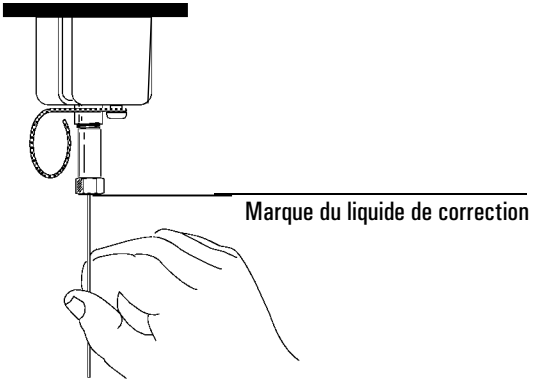


4. Préparez la colonne. Pour obtenir les instructions, voir page 125.

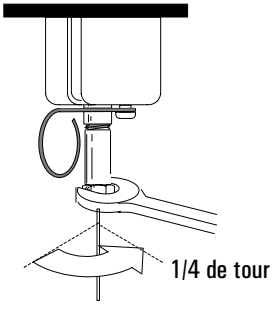
5. Placez la colonne de telle sorte qu'elle dépasse de 1 à 2 mm au-dessus de l'extrémité de l'écrou de colonne. Marquez la colonne avec le liquide correcteur en un point aligné avec l'écrou de colonne.



6. Poussez la colonne de 1 cm vers le haut et guidez-la dans l'insert de l'injecteur. Faites remonter l'écrou et la bague dans la colonne jusqu'à la base de l'injecteur. Ajustez la position de la colonne de telle sorte que le repère du liquide de correction tracé sur la colonne soit aligné avec le bas de l'écrou. Serrez l'écrou jusqu'à ce qu'il commence à saisir la colonne.



7. Donnez 1/4 ou 1/2 tour de plus à l'écrou afin que la colonne ne puisse être retirée du raccord par une pression modérée.



8. Une fois la colonne installée dans l'injecteur et le détecteur, établissez un débit de gaz vecteur dans l'injecteur. Chauffez le four, l'injecteur et le détecteur aux températures de fonctionnement. Laissez-les refroidir puis resserrez les raccords.

Procédure : Installation des colonnes capillaires dans l'injecteur PTV et dans l'interface pour composés volatils

La procédure d'installation de la colonne est spécifique pour les deux injecteurs. Vous trouverez plus d'informations dans les sections "Procédure : Installation des colonnes" et "Procédure : Installation des colonnes".

Procédure : Installation des colonnes capillaires dans les détecteurs NPD et FID

Avant d'installer une colonne, vérifiez que la buse correcte est installée dans votre détecteur. Vous trouverez des détails sur le choix et l'installation des buses de détecteur plus loin dans ce chapitre.

Il existe deux types de raccords de détecteur NPD/FID :

- *adaptable* : destiné à des colonnes remplies et capillaires ;
- *optimisé pour capillaire* : destiné aux seules colonnes capillaires. Si votre raccord adaptable n'est pas doté d'un adaptateur capillaire, commencez à l'étape 1. Si vous avez un raccord optimisé pour capillaire ou si l'adaptateur capillaire est déjà installé dans votre raccord adaptable, commencez à l'étape 5.

Matériel nécessaire

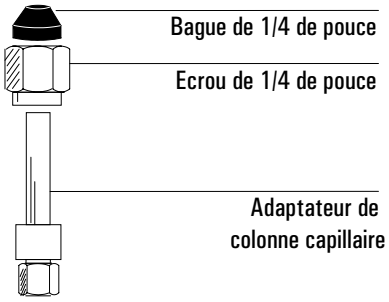
Pour les deux types de raccords :

Ecrou de colonne et bague
Coupe-colonne
Clé de 1/4 de pouce
Règle métrique
Liquide correcteur

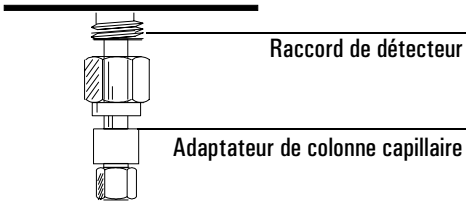
Pour raccord adaptable seulement :

Ecrou et bague 1/4 de pouce
Adaptateur de colonne capillaire
Une clé de 9/16 de pouce

1. Montez un écrou en laiton et une bague Vespel/graphitée sur l'adaptateur.

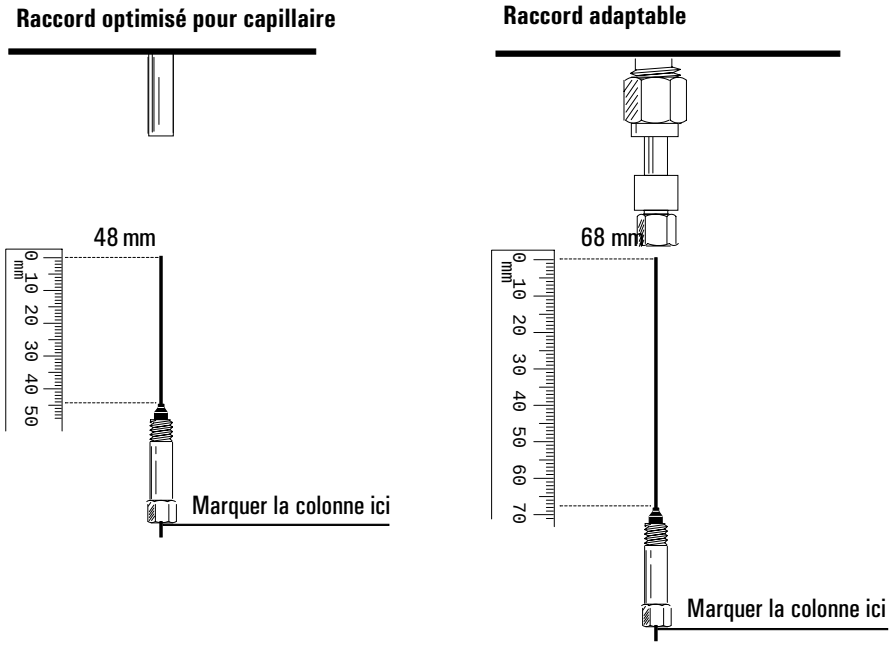


2. Introduisez l'adaptateur droit dans la base du détecteur, le plus loin possible. Maintenez l'adaptateur dans cette position et serrez l'écrou avec les doigts. Avec une clé, donnez 1/4 de tour supplémentaire à l'écrou.



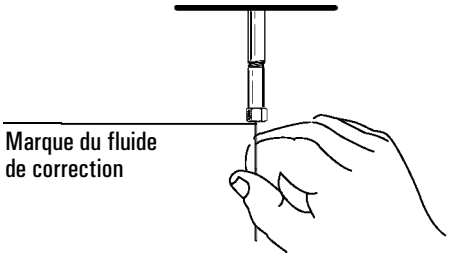
3. Préparez la colonne en suivant les indications de la page 125. Si le diamètre interne de la colonne est supérieur à 100 µm, suivez les étapes 7 à 9. S'il est inférieur à 100 µm, suivez les étapes 4 à 6, puis passez aux étapes 8 et 9.

4. Si le diamètre interne de la colonne est inférieur à 10 0µm :
   Placez-la pour qu'elle dépasse au-dessus de la bague de 48 mm (raccord *optimisé pour capillaire*) ou 68 mm (raccord *adaptable*). Marquez la colonne avec le liquide correcteur à un point aligné avec l'écrou.



5. Insérez la colonne dans le détecteur. Glissez l'écrou et la bague vers le haut de la colonne jusqu'à la base du détecteur. Serrez l'écrou jusqu'à ce qu'il commence à saisir la colonne.

6. Ajustez la position de la colonne de telle sorte que le repère du fluide de correction tracé sur la colonne soit aligné avec le bas de l'écrou. Passez à l'étape 8.



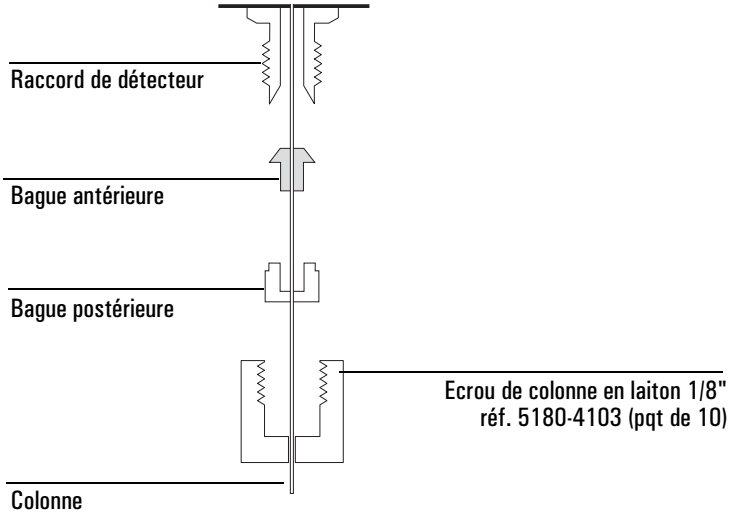
7. Insérez la colonne le plus loin possible dans le détecteur, sans forcer.
8. Serrez l'écrou de la colonne avec les doigts, puis retirez la colonne d'environ 1 mm. Avec une clé, donnez 1/4 de tour supplémentaire à l'écrou.
9. Une fois la colonne installée dans l'injecteur et le détecteur, établissez un débit de gaz vecteur dans l'injecteur. Chauffez le four, l'injecteur et le détecteur aux températures de fonctionnement. Laissez refroidir puis resserrez les raccords.

Procédure : Installation des colonnes capillaires dans le TCD

Matériel nécessaire

Adaptateur de colonne capillaire
Ecrou de colonne et bague
Coupe-colonne
Clés

1. Montez les bagues et un écrou en laiton de 1/8" sur la colonne comme indiqué.



   Les bagues à utiliser sont indiquées dans le Tableau 11. Coupez un petit bout de la colonne pour éliminer les fragments de bague éventuellement présents à l'intérieur de la colonne.

2. Enfoncez la colonne dans le détecteur, jusqu'en butée. Ne forcez pas.
3. Faites glisser l'écrou de colonne et la bague le long de la colonne jusqu'au détecteur et serrez l'écrou avec les doigts.
4. Tirez la colonne d'environ 1 mm. A l'aide d'une clé, resserrez l'écrou d'1/4 tour supplémentaire. La colonne ne doit plus bouger.

Tableau 11 Bagues pour détecteur à conductivité thermique

Diamètre extérieur de la colonne	Bague postérieure	Bague antérieure
0,8 mm	G1530-80400	G1530-80410
0,53 mm	G1530-80400	G1530-80420
0,45 mm	G1530-80400	G1530-80430
Bague non trouée	G1530-80400	G1530-80440

Procédure : Installation des colonnes capillaires dans le µ-ECD

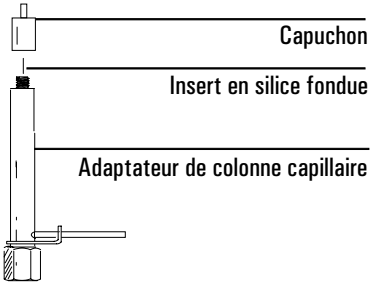
Les détecteurs vous parviennent avec un adaptateur de colonne capillaire installé. S'il a été retiré, il vous faudra le remettre en place avant d'installer une colonne capillaire.

Le µ-ECD a besoin d'un insert adéquat, évasé à une extrémité et libre à l'autre.

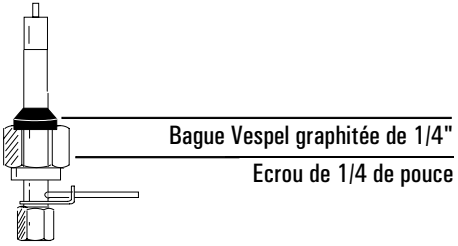
Matériel nécessaire

Adaptateur de colonne capillaire
Insert en silice fondue, cranté
Ecrou de 1/4 de pouce et bague Vespel graphitée
Ecrou de colonne et bague
Coupe-colonne
Clés de 1/4 et de 9/16 de pouce

1. Retirez le capuchon de l'adaptateur et vérifiez l'insert. Si l'insert est coupé, remplacez-le et repositionnez le capuchon. Le crantage doit se trouver côté capuchon de l'adaptateur.



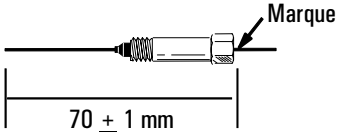
2. Installez un écrou de 1/4 de pouce et une bague Vespel graphitée sur l'adaptateur.



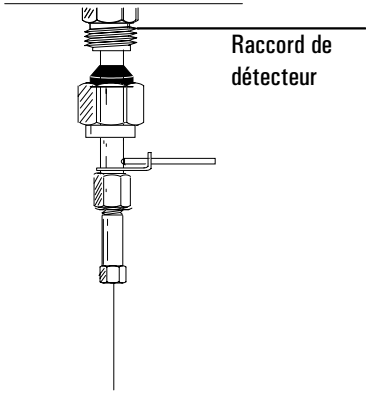
3. Préparez la colonne. Pour obtenir les instructions, voir page 125.

4. Si le diamètre intérieur de la colonne est de 200 µm ou plus, poussez la colonne dans l'adaptateur jusqu'au crantage. Reculez-la de 1 à 2 mm et serrez fermement l'écrou de la colonne.

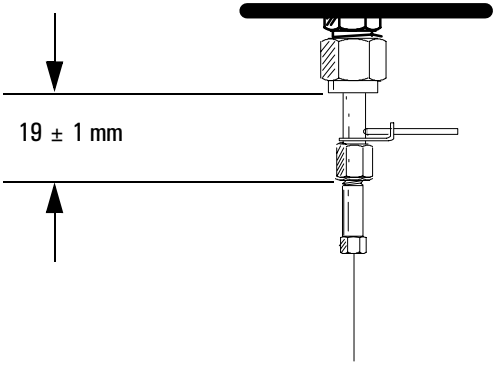
   Si le diamètre intérieur est inférieur à 200 µm, marquez la colonne à 70 ± 1 mm de l'extrémité. Insérez la colonne et l'écrou dans l'adaptateur avec la marque à l'arrière de l'écrou de colonne et serrez celui-ci fermement.



5. Insérez doucement l'adaptateur droit dans le raccord du détecteur. Assurez-vous que l'adaptateur reste à tout moment en place dans le raccord du détecteur : secouez-le légèrement si nécessaire. Attention à ne pas briser l'extrémité de la colonne.



Si l'adaptateur est installé correctement, la distance entre l'écrou de 1/4 de pouce et la base de l'adaptateur est de 19 ± 1 mm. Si la distance est de 22–23 mm, réinstallez l'adaptateur dans le raccord du détecteur.



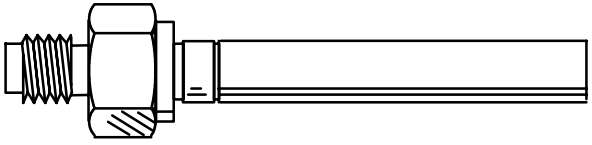
6. Glissez l'écrou et la bague vers le haut jusqu'au raccord du détecteur et serrez l'écrou avec les doigts. Avec une clé de 9/16 de pouce, donnez 1/4 de tour supplémentaire.

7. Une fois la colonne installée dans l'injecteur et le détecteur, établissez un débit de gaz vecteur dans l'injecteur. Chauffez le four, l'injecteur et le détecteur aux températures de fonctionnement. Laissez-les refroidir puis resserrez les raccords.

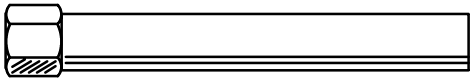
Procédure : Installation des colonnes capillaires dans le FPD

Le FPD utilise un raccord adaptable qui convient aux colonnes remplies et aux colonnes capillaires. Si votre raccord adaptable n'est pas équipé d'un adaptateur capillaire, commencez à l'étape 1. Si l'adaptateur capillaire est déjà installé dans votre raccord adaptable, commencez à l'étape 5.

Le FPD utilise un adaptateur spécial pour colonnes capillaires. L'adaptateur capillaire, réf. 19256-80570, permet d'installer des colonnes en silice fondue de diamètre interne allant jusqu'à 5 3 0µm juste à la base de la flamme du FPD, réduisant ainsi au minimum l'asymétrie des pics des composés de l'échantillon et la perte de sites chimiques actifs.



19256-80590
Adaptateur de 1/8 de pouce pour FPD

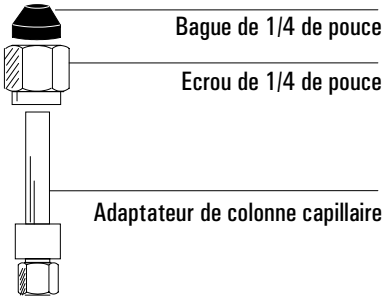


19256-80570
Adaptateur de capillaire pour FPD

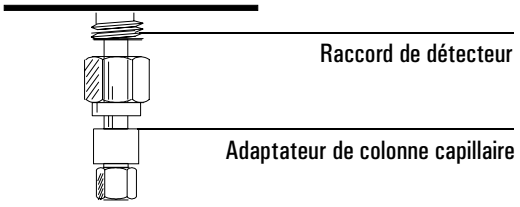
Matériel nécessaire

Ecrou de colonne et bague
Adaptateur de colonne capillaire pour FPD
Ecrou et bague 1/4 de pouce
Coupe-colonne
Clé de 1/4 de pouce
Une clé de 9/16 de pouce
Règle métrique
Liquide correcteur

1. Montez un écrou en laiton et une bague Vespel/graphitée sur l'adaptateur.



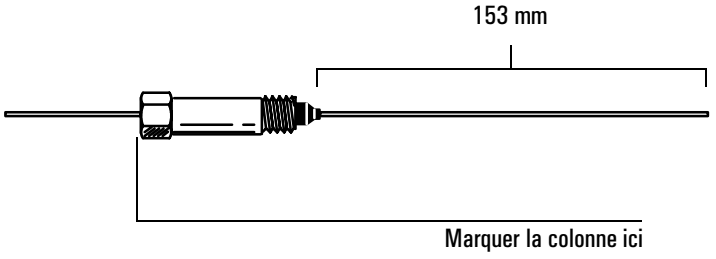
2. Introduisez l'adaptateur droit dans la base du détecteur, le plus loin possible. Maintenez l'adaptateur dans cette position et serrez l'écrou avec les doigts. Avec une clé, donnez 1/4 de tour supplémentaire à l'écrou.



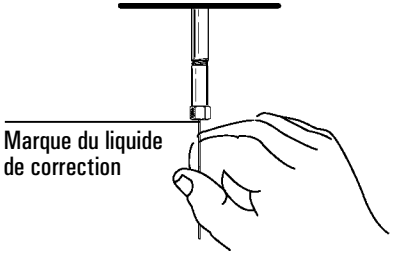
3. Installez un écrou de colonne (réf. 18740-20870) et une bague en graphite (1,0 mm d.i., réf. 5080-8773 ou 0,5 mm d.i., réf. 5080-8853) sur la colonne.
4. Après avoir installé l'écrou et la bague, effectuez une nouvelle coupe de l'extrémité de la colonne. Pour obtenir les instructions, voir page 125.
5. Positionnez la bague à environ 153 mm de l'extrémité de la colonne.

   La hauteur optimale dépend du type d'échantillon et des débits de gaz. Si la bague est trop haute, l'extrémité de la colonne est exposée à la flamme. Si elle est trop basse, l'échantillon peut entrer en contact avec de l'acier inoxydable chaud, ce qui cause une légère asymétrie des pics.

Marquez la colonne en un point aligné avec l'écrou de colonne. A cet effet, utilisez, par exemple, du liquide correcteur.



6. Insérez la colonne dans le détecteur. Glissez l'écrou et la bague vers le haut de la colonne jusqu'à la base du détecteur. Serrez l'écrou jusqu'à ce qu'il commence à saisir la colonne.
7. Ajustez la position de la colonne de telle sorte que le repère tracé sur la colonne soit aligné avec le bas de l'écrou. Passez à l'étape 8.



8. Serrez l'écrou de la colonne avec les doigts, puis retirez la colonne d'environ 1 mm. A l'aide d'une clé, donnez 1/4 de tour supplémentaire.
9. Une fois la colonne installée dans l'injecteur et le détecteur, établissez un débit de gaz vecteur dans l'injecteur. Chauffez le four, l'injecteur et le détecteur aux températures de fonctionnement. Laissez refroidir puis resserrez les raccords.

Bagues pour colonnes capillaires

Le Tableau 12 fournit la liste de certaines bagues utilisées avec des colonnes capillaires et des inserts/adaptateurs d'injecteur et de détecteur. Vous trouverez une liste complète dans le Catalogue des consommables et fournitures Agilent.

Bagues graphitées et bagues Vespel graphitées

Pour éliminer les composés organiques absorbés par le graphite, placez ces bagues dans une boîte de Pétri dans le four CPG chauffé entre 250 et 300 °C pendant 30 minutes avant toute utilisation. Pour garantir un approvisionnement propre, laissez une boîte de Pétri contenant un assortiment de bagues dans le four du CPG.

La bague doit glisser facilement sur la colonne sans s'échapper sous l'effet de son propre poids. Si la bague s'ajuste correctement, 1/4 de tour avec les doigts suffit pour obtenir une bonne étanchéité. Si le diamètre extérieur de la colonne est nettement inférieur à celui de la bague, il faudra serrer l'écrou de la colonne suffisamment pour compresser la bague autour de la colonne. Cela ne pose généralement pas de problème avec des bagues graphitées. Des bagues plus dures peuvent exiger une telle force qu'elles risquent d'endommager le raccord de l'injecteur, l'écrou ou la bague et de provoquer une fuite. Avec des bagues dures, il vaut mieux commencer avec un trou trop petit et le meuler pour l'ajuster à la colonne.

Bagues Vespel

Ces bagues peuvent donner plus d'étanchéité que le graphite mais leur limite de température est inférieure. Il faudra les resserrer après quelques cycles de température du four.

Tableau 12 Matériel utilisé avec les colonnes capillaires

Désignation*	Utilisation classique	Réf.
Bague Vespel graphitée de 1/4", pqt de 10	Inserts/adaptateurs d'injecteur/détecteur	5080-8774
Bague graphitée, pqt de 10 de 1 mm	Colonnes capillaires	5080-8773
Bague graphitée, pqt de 10 de 0,5 mm	Colonnes capillaires	5080-8853
Ecrou de colonne	Pour connecter une colonne capillaire à un injecteur ou à un détecteur	5181-8831
Coupe-colonne	Pour couper des colonnes capillaires	5181-8836

* Diamètres intérieurs de bagues et joints toriques

Colonnes métalliques remplies

Généralités : Installation des colonnes métalliques remplies

Il existe deux tailles courantes de colonnes métalliques remplies : 1/4 de pouce et 1/8 de pouce. Procédez comme suit pour installer les deux tailles ainsi que les colonnes PTFE utilisées avec le FPD.

1. Préparez votre colonne remplie (page 149).
2. Consultez le Tableau 13 ou le Tableau 14 pour les raccords nécessaires.
3. Installez l'adaptateur, si nécessaire (page 153).
4. Installez la colonne (page 154).
5. Etablissez un débit de gaz vecteur dans l'injecteur. Chauffez le four, l'injecteur et le détecteur aux températures de fonctionnement. Laissez-les refroidir puis resserrez les raccords.

Raccords

Tableau 13 Raccords pour colonnes métalliques de 1/4 et 1/8 de pouce

Injecteur ou détecteur	Colonne métallique remplie de 1/4 de pouce		Colonne métallique remplie de 1/8 de pouce	
	Où installer	**Commentaires**	**Où installer**	**Commentaires**
Rempli avec purge injecteur	Insert de 1/4 de pouce	Voir l'installation de l'insert section *"Procédure : Installation des adaptateurs"*.	Insert de 1/8 de pouce	Voir l'installation de l'insert section *"Procédure : Installation des adaptateurs"*.
NPD*, FID ou FPD adaptable	Adaptateur de 1/4 de pouce (réf. 19231-80530)	Retirer ou installer l'adaptateur selon le cas. Pour obtenir les instructions sur l'installation d'un adaptateur, voir page 153.	Adaptateur de 1/8 de pouce (réf. 19231-80520)	Pour obtenir les instructions sur l'installation d'un adaptateur, voir page 153.
ECD	Raccord de détecteur	Retirer l'adaptateur si nécessaire.	Adaptateur de 1/8 de pouce (réf. 19301-80530)	Pour obtenir les instructions sur l'installation d'un adaptateur, voir page 153.
TCD	Adaptateur de 1/4 de pouce (réf. G1532-20710)	Pour obtenir les instructions sur l'installation d'un adaptateur, voir page 153.	Raccord de détecteur	Retirer l'adaptateur si nécessaire.

*Ne retirez pas les bouchons de votre NPD tant que vous n'êtes pas prêt à connecter la colonne et à utiliser le détecteur. Si vous ne respectez pas cette simple procédure, vous risquez de diminuer l'efficacité du collecteur ou de ralentir la période de stabilisation de l'élément actif la première fois que le détecteur sera utilisé.

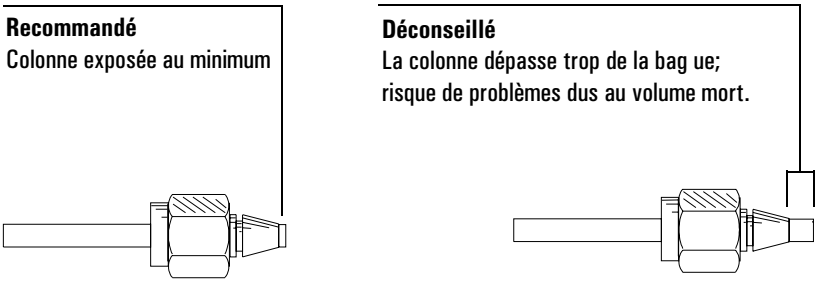
L'adaptateur pour FPD de 1/8 de pouce de diamètre extérieur, réf. 19256-80590, permet d'installer des colonnes PTFE concentriquement autour de l'insert en silice fondue du FPD afin d'éviter le contact de l'échantillon avec de l'acier inoxydable chaud.

Tableau 14 Raccords pour FPD et colonne PTFE

Colonne PTFE de 1/4 de pouce		Colonne PTFE de 1/8 de pouce	
Où installer	**Commentaires**	**Où installer**	**Commentaires**
Adaptateur de 1/4 de pouce (réf. 19231-80530)	Retirer ou installer l'adaptateur selon le cas. Pour obtenir les instructions sur l'installation d'un adaptateur, voir page 153.	Adaptateur de 1/8 de pouce (réf. 19256-80590)	Pour obtenir les instructions sur l'installation d'un adaptateur, voir page 153.

Préparation des colonnes métalliques remplies

Avant d'installer ces colonnes, vous devez bloquer une bague sur l'extrémité de la colonne, de façon à ce qu'elle soit alignée avec cette dernière. Cela évite les problèmes causés par le volume mort dans le raccord.



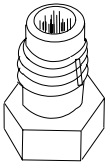
Utilisez les instructions ci-après pour installer de nouveaux écrous et bagues SWAGELOK sur des colonnes métalliques de 1/8 ou 1/4 de pouce. Si votre colonne est déjà munie de bagues, passez aux instructions sur l'installation des adaptateurs (page 153) ou sur l'installation des colonnes métalliques remplies (page 154).

Procédure : Fabrication d'une entretoise avec un tuyau en Téflon

Matériel nécessaire

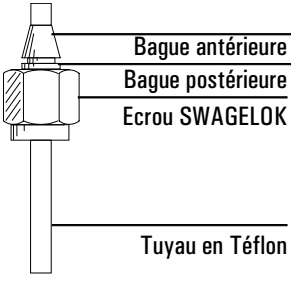
Tuyau en Téflon de 1/4 ou de 1/8 de pouce
Cône et bague de 1/4 ou de 1/8 de pouce
Etau
Raccord SWAGELOK mâle
Clé de 9/16 ou de 7/16 de pouce
Rasoir ou couteau affûté

1. Bloquez un nouveau raccord SWAGELOK mâle dans un étau.

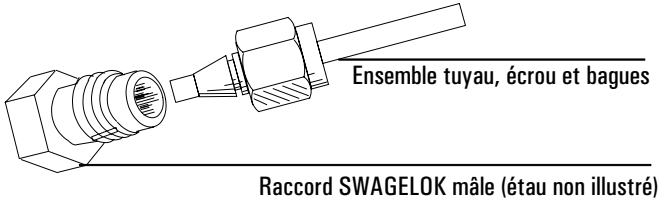


Raccord SWAGELOK mâle

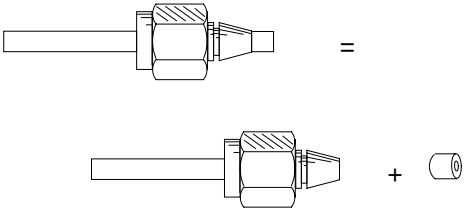
2. Glissez un écrou SWAGELOK, une bague antérieure et une bague postérieure sur un morceau de tuyau en Téflon. Si l'extrémité du tuyau n'est pas à angle droit, utilisez un rasoir ou un couteau affûté pour obtenir une extrémité plate et lisse.



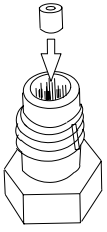
3. Insérez le tuyau en Téflon, les bagues et l'écrou dans le raccord SWAGELOK maintenu dans l'étau. Serrez l'écrou de 3/4 de tour en plus du serrage manuel, pour fixer les bagues sur le tuyau.



4. Desserrez l'écrou et retirez l'ensemble du raccord SWAGELOK mâle.
5. Coupez l'extrémité du tuyau dépassant de la bague avec un rasoir ou un couteau affûté. Ce morceau de tuyau constitue l'entretoise.



6. Introduisez l'entretoise dans le raccord SWAGELOK maintenu par l'étau.



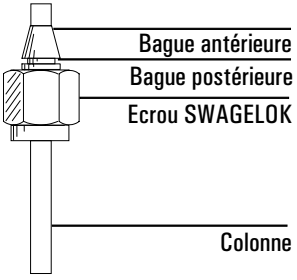
Gardez à portée de la main le raccord SWAGELOK et l'entretoise pour les utiliser lorsque de nouvelles bagues seront installées sur une colonne.

Procédure : Installation de bagues sur une colonne métallique

Matériel nécessaire

Raccord SWAGELOK mâle avec entretoise de tuyau en Téflon
Ecrou et bague SWAGELOK
Clés

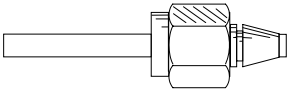
1. Installez un nouvel écrou et de nouvelles bagues SWAGELOK sur la colonne.



2. Installez l'entretoise de tuyau en Téflon dans le raccord. Insérez complètement la colonne avec son écrou et ses bagues dans le raccord maintenu par l'étau. Serrez l'écrou avec les doigts.

   A l'aide d'une clé, serrez l'écrou de 1/4 de tour supplémentaire pour des colonnes de 1/4 de pouce ou de 3/4 de tour pour des colonnes de 1/8 de pouce.

3. Dévissez l'écrou de colonne du raccord maintenu par l'étau et retirez la colonne. Les bagues doivent maintenant être en place sur la colonne, celle-ci étant correctement positionnée.



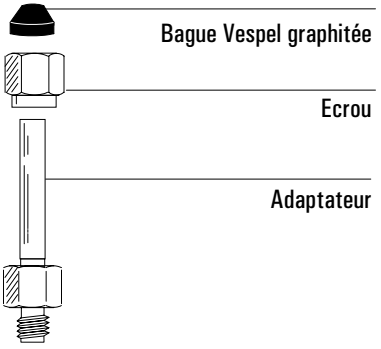
Procédure : Installation d'un adaptateur dans un raccord de détecteur

Cette procédure générale permet d'installer de nombreux types d'adaptateurs sur des raccords de détecteurs. Vous trouverez les numéros de références des adaptateurs dans le Tableau 13.

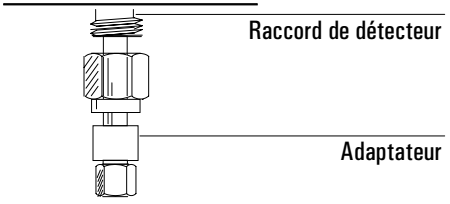
Matériel nécessaire

Clé de 7/16 ou de 9/16 de pouce
Bague Vespel graphitée
Ecrou
Adaptateur

1. Assemblez un écrou en laiton et une bague Vespel graphitée sur l'adaptateur.



2. Introduisez l'adaptateur droit dans la base du détecteur, le plus loin possible. Maintenez l'adaptateur dans cette position et serrez l'écrou avec les doigts.



   Colonne de 1/4 de pouce, donnez 3/4 de tour supplémentaire avec une clé de 9/16 de pouce.

   Colonne de 1/8 de pouce, donnez 1/4 de tour supplémentaire avec une clé de 7/16 de pouce.

3. Passez à la section "Installation de colonnes métalliques remplies", page 154.

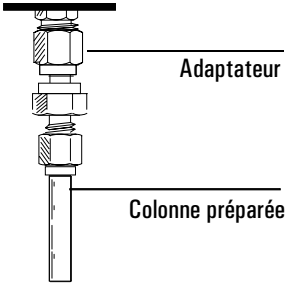
Procédure : Installation de colonnes métalliques remplies

Avant de suivre cette procédure, vérifiez qu'un adapteur ou un insert est installé (page 153), si nécessaire, et que votre colonne est préparée (page 149.)

Matériel nécessaire

Colonne métallique préparée
Adaptateur de colonne, si nécessaire
Clé

1. Insérez la colonne dans l'adaptateur, le détecteur ou l'insert de l'injecteur, jusqu'à ce qu'elle vienne en butée. Serrez l'écrou avec les doigts.



2. Si vous installez une colonne directement dans le raccord du détecteur :
   Colonne de 1/4 de pouce, donnez 3/4 de tour supplémentaire avec une clé de 9/16 de pouce.
   Colonne de 1/8 de pouce, donnez 1/4 de tour supplémentaire avec une clé de 7/16 de pouce.

3. Si vous installez une colonne sur un adaptateur :
   Serrez l'écrou de la colonne en utilisant deux clés en sens opposé, l'une sur l'écrou de la colonne et l'autre sur le corps de l'insert ou de l'adaptateur. Vous empêcherez ainsi l'insert ou l'adaptateur de tourner pendant le serrage.
   Colonne de 1/4 de pouce, donnez 3/4 de tour supplémentaire avec une clé de 9/16 de pouce.
   Colonne de 1/8 de pouce, donnez 1/4 de tour supplémentaire avec une clé de 7/16 de pouce.

4. Etablissez un débit de gaz vecteur dans l'injecteur. Chauffez le four, l'injecteur et le détecteur aux températures de fonctionnement. Laissez-les refroidir puis resserrez les raccords.

Bagues pour colonnes métalliques remplies

Le Tableau 15 contient la liste des écrous et bagues utilisés avec des colonnes métalliques remplies. Vous trouverez une liste complète dans le Catalogue des consommables et fournitures Agilent.

Des bagues mal préparées causeront fuites et contamination. Voici quelques conseils précieux.

Bagues graphitées et Vespel graphitées. Pour éliminer les composés organiques absorbés par le graphique, placez-les dans une boîte de Pétri et chauffez-les dans le four CPG entre 250 et 300 °C pendant 30 minutes avant toute utilisation. Pour garantir un approvisionnement propre, laissez une boîte de Pétri contenant un assortiment de bagues dans le four du CPG.

Bagues Vespel. Ces bagues peuvent donner plus d'étanchéité que celles en graphite, mais leur limite de température est inférieure. Il faudra les resserrer après quelques cycles de température du four, pour garantir une bonne étanchéité. Veillez à utilisez une bague adaptée à la taille de la colonne.

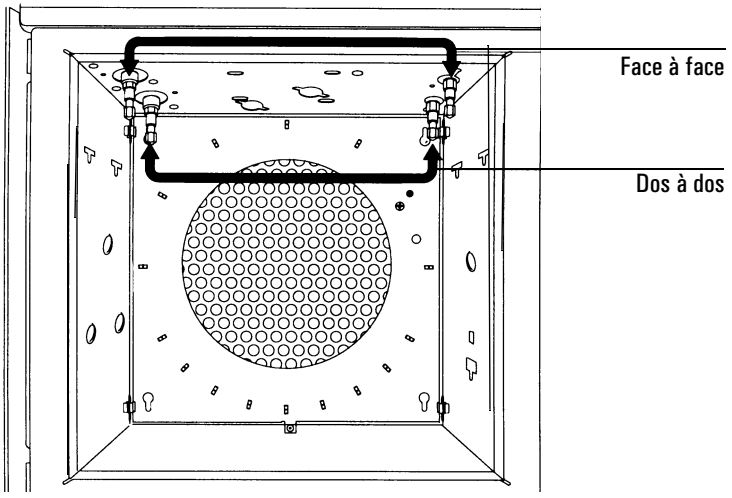
Tableau 15 Ecrous et bagues utilisés avec des colonnes métalliques remplies

Désignation*	Utilisation classique	Réf.
Swagelok acier inoxydable 1/4 de pouce, pqt de 20 (*écrou, bague antérieure, bague postérieure*)	1/4 de pouce	5080-8753
Swagelok acier inoxydable 1/8 de pouce, pqt de 20 (*écrou, bague antérieure, bague postérieure*)	1/8 de pouce	5080-8751
Swagelok laiton 1/4 de pouce, pqt de 20 (*écrou, bague antérieure, bague postérieure*)	1/4 de pouce	5080-8752
Swagelok laiton 1/8 de pouce, pqt de 20 (*écrou, bague antérieure, bague postérieure*)	1/8 de pouce	5080-8750
Bague Vespel graphitée de 1/4 de pouce, pqt de 10	inserts/adaptateurs pour injecteur/détecteur colonnes de 1/4 de pouce	5080-8774
Bague Vespel graphitée de 1/8 de pouce, pqt de 10	colonnes de 1/8 de pouce	0100-1107

* Diamètre intérieur de joints toriques et bagues

Colonnes remplies en verre

Les colonnes en verre remplies doivent être installées simultanément sur l'injecteur et le détecteur, et parallèles à la porte du four :



Vous pouvez installer des colonnes en verre remplies directement dans les raccords suivant s: injecteur pour colonne remplie avec purge et µ-ECD, NPD, FID et FPD adaptable. Le TCD nécessite un adaptateur.

Il existe trois types de colonnes en verre remplies. Vérifiez que votre colonne est compatible avec le raccord d'injecteur et de détecteur utilisé. Le Tableau 16 récapitule les raccords d'injecteur et de détecteur requis ainsi que la configuration de colonne appropriée.

Généralités : Installation de colonnes en verre remplies

1. Consultez le Tableau 16 pour des informations sur les raccords et la configuration de colonne nécessaires.
2. Retirez ou installez un adaptateur, si nécessaire (voir page 153).
3. Suivez la procédure générale d'installation des colonnes en verre, page 159.

Tableau 16 Installation de colonnes en verre remplies

Injecteur ou détecteur	Où installer	Configuration de colonne	Commentaires
Rempli avec purge injecteur	Raccord d'injecteur (pas d'insert installé) *ou* insert de 1/4 de pouce*	A ou B, selon le détecteur C (fonctionne avec tous les détecteurs)	Laisser au moins 50 mm de colonne vide pour empêcher qu'une aiguille de seringue insérée n'entre en contact avec le bouchon en laine de verre ou le remplissage de colonne.
Adaptable NPD, FID ou FPD Ne pas utiliser avec un détecteur *optimisé capillaire*	Raccord de détecteur	A	Retirez l'adaptateur, si installé. Il doit y avoir au moins 40 mm de colonne vide pour empêcher l'extrémité inférieure de la buse de toucher le remplissage de colonne ou le bouchon en laine de verre.
μ-ECD	Raccord de détecteur	A	Retirez l'adaptateur de colonne capillaire, si installé.
TCD	Adaptateur de 1/4 de pouce (Réf. G1532-20710)	B	Les instructions d'installation des adaptateurs se trouvent page 153.

* Pour obtenir les instructions sur l'installation des inserts, voir la section "Procédure : Installation des adaptateurs"

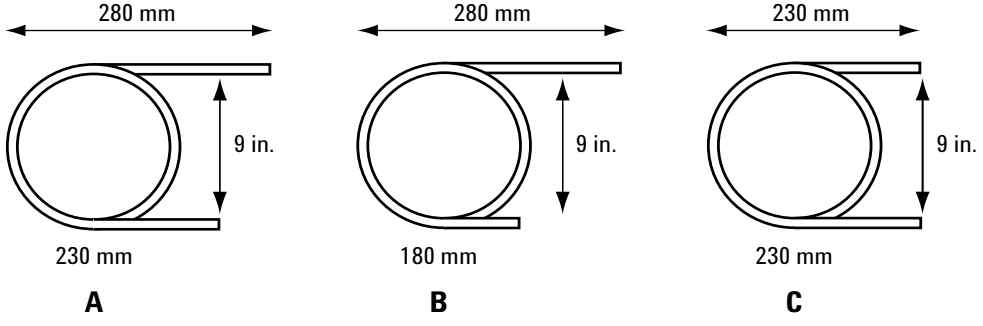


Figure 19. Configurations de colonnes

Procédure : Installation des colonnes en verre remplies

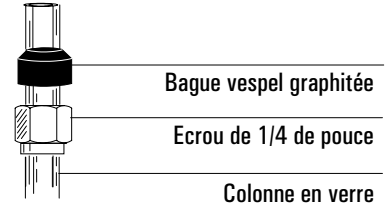
Matériel nécessaire

Recommandé :
Deux bagues Vespel graphitées 1/4 de pouce
Deux écrous de 1/4 de pouce
Une clé de 9/16 de pouce

Autre possibilité :
Quatre joints toriques
Deux bagues arrière
Deux écrous de 1/4 de pouce
Une clé de 9/16 de pouce

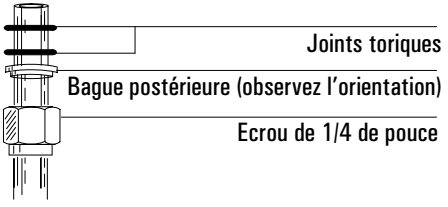
1. Assemblez un écrou en laiton et une bague Vespel graphitée sur chaque extrémité de la colonne. Autre méthode : installez un écrou de 1/4 de pouce, une bague postérieure et deux joints toriques sur chaque extrémité de la colonne. Un autre joint torique placé au-dessous de l'écrou l'empêchera de tomber dans la partie en spirale de colonne.

Recommandé

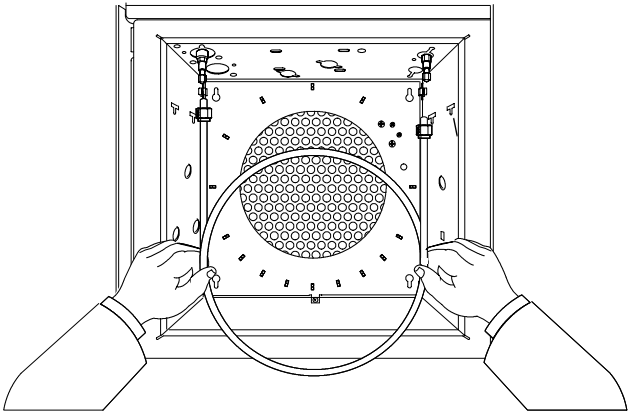


bague postérieure de 1/4 de pouce de d.e

Autre méthode d'installation



2. Insérez la colonne aussi loin que possible dans l'injecteur. Insérez-la dans le raccord du détecteur *sans* forcer. Il faudra peut-être engager l'extrémité longue de la colonne dans l'injecteur avec un angle faible pour éviter de toucher la semelle du four.



3. Retirez la colonne de 1 à 2 mm de l'injecteur et du détecteur. Serrez les deux écrous de colonne avec les doigts.
4. Serrez les deux écrous de colonne de 1/4 de tour avec la clé. Si vous utilisez des bagues Vespel graphitées, passez à l'étape 5. Si vous utilisez des joints toriques, passez à l'étape 6.

Attention Si vous serrez trop l'écrou de la colonne ou si vous le forcez vers le bas dans l'injecteur et le détecteur, vous risquez de briser la colonne.

5. Démarrez le débit dans la colonne et faites monter la température de l'injecteur, du détecteur et du four jusqu'à la température de fonctionnement. Amenez ensuite le four à la température ambiante et laissez-le refroidir.
6. Avec la clé, resserrez l'écrou de 1/2 tour supplémentaire. Complétez le serrage pour obtenir une bonne étanchéité.

Bagues et joints toriques pour des colonnes en verre remplies

Le Tableau 17 fournit la liste des bagues et joints toriques utilisés avec les colonnes en verre remplies. Vous trouverez une liste complète dans le Catalogue des consommables et fournitures Agilent.

Des bagues mal préparées causeront fuites et contamination. Pour éliminer les composés organiques absorbés par le graphite, placez-les dans une boîte de Pétri et chauffez-les dans le four CPG entre 250 et 300 °C pendant 30 minutes avant toute utilisation. Pour garantir un approvisionnement propre, laissez une boîte de Pétri contenant un assortiment de bagues dans le four du CPG.

Tableau 17 Consommables pour colonnes remplies en verre

Désignation*	Utilisation classique	Réf.
Bague Vespel graphitée de 1/4 de pouce, pqt de 10	Inserts pour injecteur/ détecteur, colonnes en verre remplies de 1/4 de pouce	5080-8774
Joint torique en silicone, 6mm	colonnes en verre remplies de 1/4 de pouce	0905-0322

* Diamètre intérieur de joints toriques et bagues

Conditionnement des colonnes

Le conditionnement consiste à faire passer un débit de gaz vecteur par une colonne puis à la chauffer : pendant une demi-heure pour des colonnes capillaires et pendant une nuit pour des colonnes remplies. Cette opération élimine les contaminants et rend la colonne apte à un usage analytique.

Des colonnes remplies neuves doivent être conditionnées car elles contiennent souvent des contaminants volatils provenant du processus de fabrication. Le conditionnement peut aussi s'avérer nécessaire pour une colonne qui a déjà été utilisée et entreposée pendant un certain temps sans capuchons ou bouchons.

Le conditionnement est moins important pour des colonnes capillaires car elles contiennent une quantité minime de phase stationnaire.

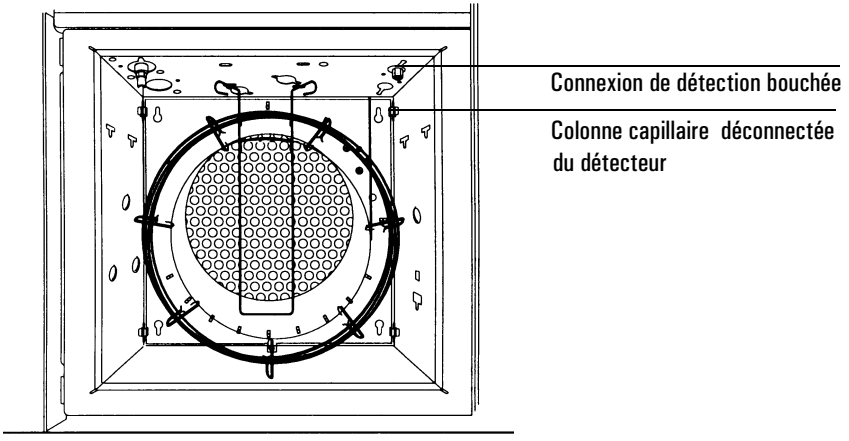
Les procédures suivantes couvrent les étapes préliminaires et le conditionnement proprement dit, celui-ci étant différent selon qu'il s'agit de colonnes remplies ou capillaires.

Procédure : Etapes préliminaires du conditionnement des colonnes

Matériel nécessaire

Deux clés de 7/16 de pouce.
Bague non trouée et écrou capillaire pour connexion au détecteur.

1. Arrêtez les détecteurs. Coupez les gaz auxiliaires du détecteur. Il est particulièrement important de couper l'arrivée d'hydrogène !
2. Si la colonne à conditionner n'est pas déjà installée, connectez l'une de ses extrémités à un injecteur disponible. Si nécessaire, reportez-vous aux instructions d'installation d'une colonne dans les pages précédentes. NE connectez PAS l'autre extrémité à un détecteur !
3. Si vous devez conditionner une colonne capillaire dans un injecteur avec/sans division, installez l'insert approprié et fixez la colonne de manière normale, en laissant dépasser 5 à 7 mm de colonne au-dessus (à l'avant de) la bague de colonne.
4. Bouchez les raccords du(des) détecteur(s) avec la bague non trouée et l'écrou de colonne.



Procédure : Conditionnement d'une colonne capillaire

Avertissement N'utilisez pas l'hydrogène comme gaz vecteur pour le conditionnement ! Il pourrait pénétrer dans le four et provoquer une explosion.

1. Sélectionnez une pression de colonne appropriée (exprimée en **psi (kPa)**) dans ce tableau.

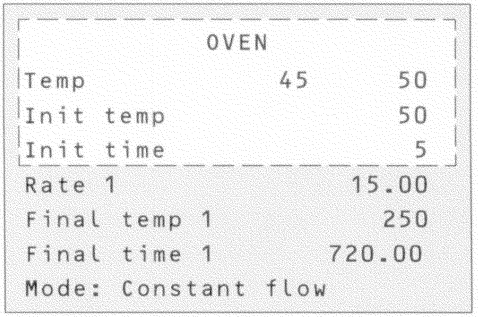
	Diamètre intérieur				
Longueur, m	**0,10 mm**	**0,20 mm**	**0,25 mm**	**0,32 mm**	**0,53 mm**
10	25 (170)	6 (40)	3,7 (26)	2,3 (16)	0,9 (6,4)
15	39 (270)	9 (61)	5,6 (39)	3,4 (24)	1,4 (9,7)
25	68 (470)	15 (104)	9,5 (65)	5,7 (40)	2,3 (16)
30	83 (570)	18 (126)	12 (80)	7 (48)	2,8 (19)
50		32 (220)	20 (135)	12 (81)	4,7 (32)
60		39 (267)	24 (164)	14 (98)	5,6 (39)

2. Entrez la pression sélectionnée. Laissez le gaz passer au travers de la colonne à la température ambiante, pendant 15 à 3 0minutes, pour chasser l'air.
3. Programmez la température du four de la température ambiante à la température maximale d'utilisation de la colonne. Augmentez la température au rythme de 10 à 15 °C/min et maintenez à la température maximale pendant 30 minutes.
4. Si vous ne devez pas utiliser la colonne conditionnée immédiatement, retirez-la du four. Bouchez les deux extrémités pour empêcher toute pénétration d'air, d'humidité et autres contaminants.

Procédure : Conditionnement des colonnes remplies

Avertissement N'utilisez pas l'hydrogène comme gaz vecteur pour le conditionnement ! Il pourrait pénétrer dans le four et provoquer une explosion.

1. Appuyez sur [Col 1] ou [Col 2] pour ouvrir le tableau de commandes de la colonne.
2. Entrez un débit de colonne approprié :
   - 20 à 30 mL/min pour des colonnes en verre de 2 mm de d.i ou colonnes métalliques de 1/8 de pouce de d.e.
   - 50 à 60 mL/min pour des colonnes en verre de 4 mm de d.i ou colonnes métalliques de 1/4 de pouce de d.e.
3. La température de conditionnement ne doit jamais être supérieure à la limite de température maximale d'utilisation de la colonne ; 30 °C de moins que le maximum est généralement suffisant. Elevez lentement la température du four jusqu'à la température de conditionnement pour la colonne.



4. Poursuivez le conditionnement jusqu'au lendemain, à la température finale. Si vous ne devez pas utiliser la colonne conditionnée immédiatement, retirez-la du four. Bouchez les deux extrémités pour empêcher toute pénétration d'air, d'humidité et autres contaminants.

Conditionnement des pièges chimiques

Cette procédure est inutile si vos pièges sont déjà préconditionnés. Toutefois, une régénération périodique de tous les pièges est nécessaire, par exemple après utilisation d'une à quatre bouteilles de gaz, ou si les gaz utilisés n'étaient pas parfaitement purs. Vous pouvez reconditionner les pièges à charbon actif et à humidité Agilent. Les pièges à oxygène Agilent ne peuvent pas être reconditionnés; en cas de contamination, vous devez les remplacer. Pour reconditionner les pièges, suivez les instructions du fabricant.

Le tamis moléculaire et les pièges à charbon actif peuvent aussi être remplis à nouveau. Les instructions pour cette opération sont livrées avec chaque piège.

Tableau 18 Informations de commande pour les pièges Agilent

Article	Réf.
Piège à humidité (rempli avec tamis moléculaire de 5A, granulométrie 45/60)	5060-9077
Piège à humidité conditionné (rempli avec du tamis moléculaire préconditionné 5A, granulométrie 45/60).	5060-9084
Piège à charbon actif	5060-9096
Tamis moléculaire de 5A (100 grammes, granulométrie 45/60)	5080-6759
Charbon actif (100 grammes, granulométrie 30/60)	5080-6751
Bouchon pour extrémités des pièges, 1/8 de pouce, 6 par pqt	5180-4124
Raccords de réduction de piège	5062-3502

Etalonnage de votre colonne capillaire (en option)

Préparation

Comme vous utilisez une colonne capillaire, il se peut qu'occasionnellement vous effectuiez des coupes qui en modifient la longueur. S'il n'est pas possible de mesurer la longueur réelle de la colonne et si vous utilisez l'EPC avec une colonne définie, vous pouvez utiliser un programme d'étalonnage interne pour estimer la longueur réelle de la colonne. De même, si vous ne connaissez pas précisément le diamètre interne de la colonne, il vous est possible de le déterminer à partir de mesures.

Avant de pouvoir étalonner la colonne, assurez-vous :

- que vous utilisez une colonne capillaire ;
- que la colonne est définie ;
- qu'aucune rampe de four n'est programmée ;
- que le débit de la source de gaz (en général l'injecteur) est `ouvert` et n'est pas nul.

Notez que l'étalonnage de la colonne échoue si la correction de longueur calculée excède ≥ 5 m ou si la correction de diamètre calculée excède ≥ 20 µm.

Modes d'étalonnage

Il existe trois façons d'étalonner la longueur et/ou le diamètre de la colonne :

- à l'aide d'un débit réel mesuré ;
- à l'aide du temps d'élution d'un pic ;
- étalonner à la fois la longueur **et** le diamètre en conservant du débit **et** du temps d'élution.

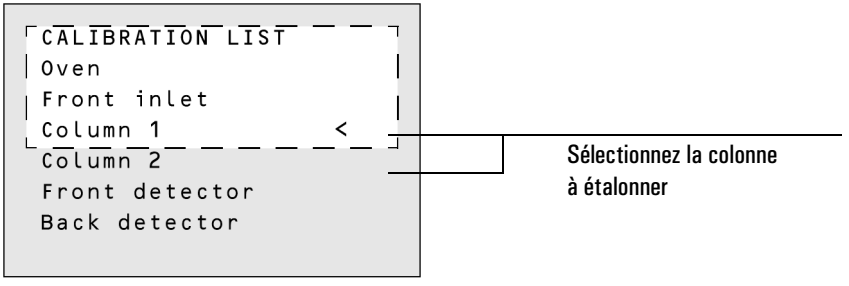
Attention Lorsque vous mesurez le débit de la colonne, n'oubliez pas de corriger les mesures selon les conditions normales de température et de pression si les mesures fournies par votre appareil ne sont pas en TPN. Si vous entrez des valeurs non corrigées, l'étalonnage sera faussé. Pour plus d'informations, voir la section ”Mesure des débits avec un débitmètre à bulle”.

Procédures d'étalonnage de colonne

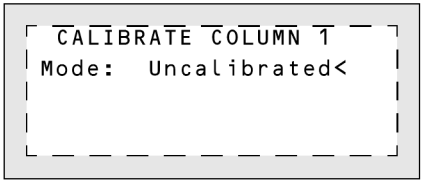
Ces procédures sont décrites ci-dessous, l'étalonnage de la colonne 1 étant utilisé comme exemple.

Procédure : Estimation de la longueur ou du diamètre réel de la colonne à partir d'un temps d'élution

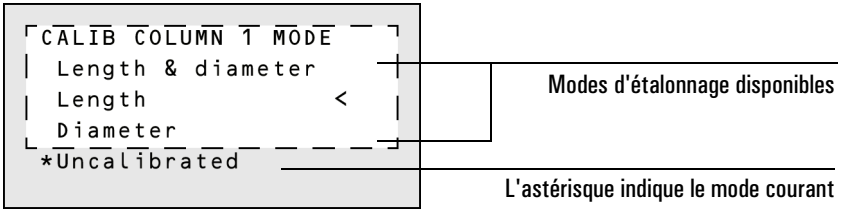
1. Réglez la rampe 1 du four sur `0.00`, vérifiez ensuite que la colonne est définie. Pour plus d'informations, voir la section "Procédure : Pour effectuer une analyse isotherme" ou "Configuration de la colonne".
2. Effectuez l'analyse d'un composé non retenu et enregistrez son temps d'élution.
3. Appuyez sur [Options]. Faites défiler jusqu'à `Calibration` et appuyez sur [Enter].
4. Dans l'écran calibration list, sélectionnez `Column 1` ou `Column 2` et appuyez sur [Enter].



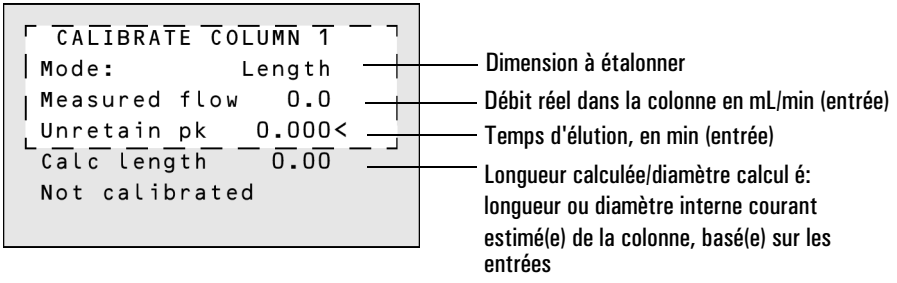
5. Le CPG affiche le mode d'étalonnage courant de la colonne. Dans cet exemple, la colonne n'est pas étalonnée.



6. Pour réétalonner la colonne ou pour changer le mode d'étalonnage, appuyez sur [Mode/Type] pour faire apparaître le menu du mode d'étalonnage de la colonne.



7. Faites défiler jusqu'à `Length` ou `Diameter` et appuyez sur [Enter]. Le menu suivant apparaît :



8. Faites défiler jusqu'à `Unretain pk` et entrez le temps d'élution réel obtenu lors de l'analyse effectuée précédemment.

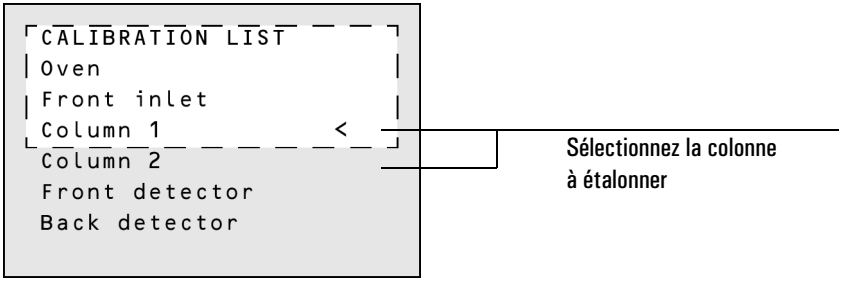
9. Si vous appuyez sur [Enter], le CPG estime la longueur ou le diamètre de la colonne en fonction du temps d'élution entré et utilise ces données pour tous les calculs.

Procédure : Estimation de la longueur ou du diamètre réel de la colonne à partir de la mesure du débit

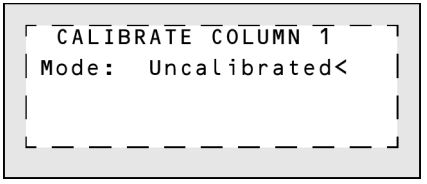
1. Réglez la rampe 1 du four sur `0.00`, vérifiez ensuite que la colonne est définie. Pour plus d'informations, voir la section "Procédure : Pour effectuer une analyse isotherme" ou "Configuration de la colonne".
2. Fixez les températures du four, de l'injecteur et des détecteurs à 35 °C et laissez-les refroidir jusqu'à la température ambiante.
3. Retirez la colonne du détecteur.

Attention Lorsque vous mesurez le débit de la colonne, n'oubliez pas de corriger les mesures selon les conditions normales de température et de pression si les mesures fournies par votre appareil ne sont pas en TPN. Si vous entrez des valeurs non corrigées, l'étalonnage sera faussé. Pour plus d'informations, voir la section "Mesure des débits avec un débitmètre à bulle".

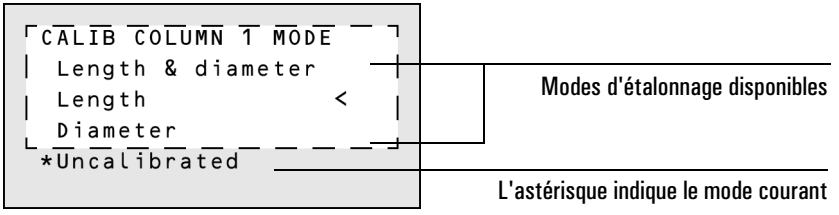
4. Mesurez le débit réel dans la colonne à l'aide d'un débitmètre à bulle. Enregistrez la valeur. Réinstallez la colonne.
5. Appuyez sur [Options]. Faites défiler jusqu'à `Calibration` et appuyez sur [Enter].
6. Dans l'écran calibration list, sélectionnez `Column 1` ou `Column 2` et appuyez sur [Enter].



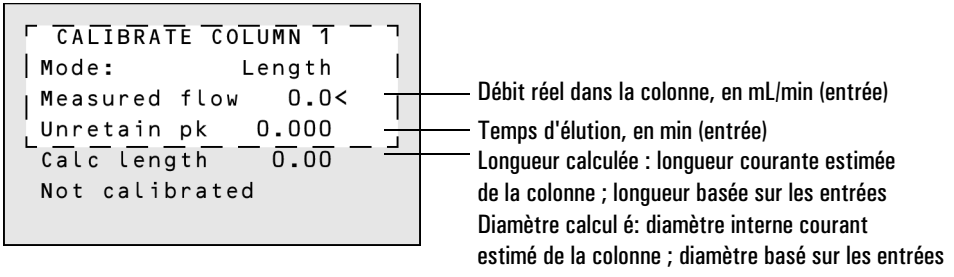
7. Le CPG affiche le mode d'étalonnage courant de la colonne. Dans cet exemple, la colonne n'est pas étalonnée.



8. Pour réétalonner la colonne ou pour changer le mode d'étalonnage, appuyez sur [Mode/Type] pour faire apparaître le menu des modes d'étalonnage de la colonne.



9. Faites défiler jusqu'à `Length` ou `Diameter` et appuyez sur [Enter]. Le menu suivant apparaît :



10. Faites défiler jusqu'à `Measured flow` et entrez la valeur corrigée du débit de la colonne (en mL/min) mesurée lors de l'analyse effectuée précédemment.

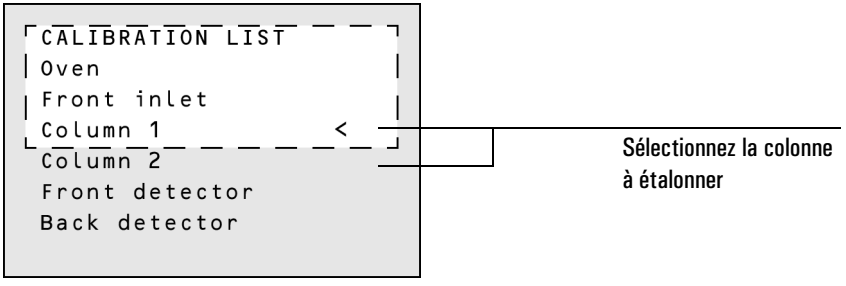
11. Si vous appuyez sur [Enter], le CPG estime la longueur ou le diamètre de la colonne en fonction du temps d'élution entré et utilise ces données pour tous les calculs.

Procédure : Estimation de la longueur et du diamètre réels de la colonne

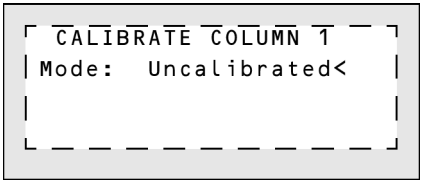
1. Réglez la rampe 1 du four sur `0.00`, vérifiez ensuite que la colonne est définie. Pour plus d'informations, voir la section "Procédure : Pour effectuer une analyse isotherme" ou "Configuration de la colonne".
2. Effectuez l'analyse d'un composé non retenu et enregistrez son temps d'élution.
3. Fixez les températures du four, de l'injecteur et des détecteurs à 35 °C et laissez-les refroidir jusqu'à la température ambiante.
4. Retirez la colonne du détecteur.

Attention Lorsque vous mesurez le débit de la colonne, n'oubliez pas de corriger les mesures selon les conditions normales de température et de pression si les mesures fournies par votre appareil ne sont pas en TPN. Si vous entrez des valeurs non corrigées, l'étalonnage sera faussé. Pour plus d'informations, voir la section "Mesure des débits avec un débitmètre à bulle".

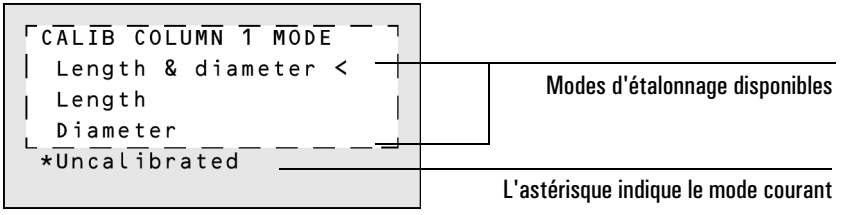
5. Mesurez le débit réel dans la colonne à l'aide d'un débitmètre à bulle. Enregistrez la valeur. Réinstallez la colonne.
6. Appuyez sur [Options]. Faites défiler jusqu'à `Calibration` et appuyez sur [Enter].
7. Dans l'écran calibration list, sélectionnez `Column 1` ou `Column 2` et appuyez sur [Enter].



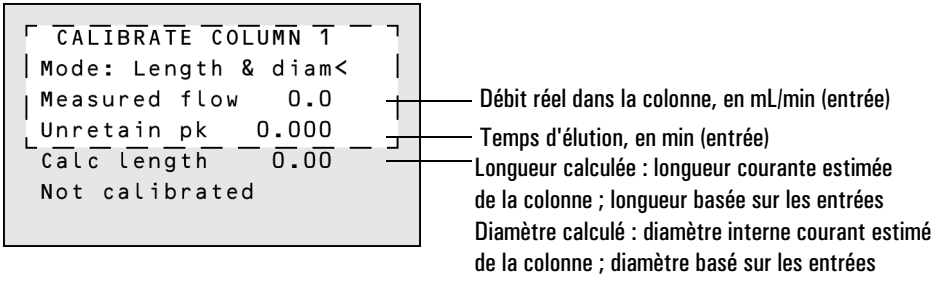
8. Le CPG affiche le mode d'étalonnage courant de la colonne. Dans cet exemple, la colonne n'est pas étalonnée.



9. Pour réétalonner la colonne ou pour changer le mode d'étalonnage, appuyez sur [Mode/Type] pour faire apparaître le menu des modes d'étalonnage de la colonne.



10. Faites défiler jusqu'à `Length` ou `Diameter` et appuyez sur [Enter]. Le menu suivant apparaît :



11. Faites défiler jusqu'à `Measured flow` et entrez la valeur corrigée du débit de la colonne (en mL§par minute) mesurée lors de l'analyse effectuée précédemment.
12. Faites défiler jusqu'à `Unretain pk` et entrez le temps d'élution réel obtenu lors de l'analyse effectuée précédemment.
13. Si vous appuyez sur [Enter], le CPG estime la longueur ou le diamètre de la colonne en fonction du temps d'élution entré et utilise ces données pour tous les calculs.

6 Traitement des signaux

Utilisation des tableaux de commandes des signaux
Type de signal
Value

Paramètres de sortie analogique : zero, range et attenuation
Analog Zero
Procédure : Mise à zéro de la sortie du signal
Range : pour sorties analogiques seulement
Attenuation : pour sorties analogiques seulement
Vitesses des données
Procédure : Utilisation de la fonction Fast peaks

Traitement des données numériques
Zéro numérique
Décalages du niveau de la ligne de base
Cerity/ChemStation

Compensation de colonne
Procédure : Création d'un profil de compensation de colonne
Procédure : Exécution d'une analyse en utilisant la compensation de colonne
Procédure : Traçage d'un profil de compensation de colonne stocké

Test Plot (Tracé de test)

Traitement des signaux

Le signal est la sortie du CPG vers une unité de traitement des données, analogique ou numérique. Ce peut être la sortie des détecteurs ou celle des capteurs de température, de débit ou de pression. Il existe deux canaux de sortie des signaux.

Selon votre unité, la sortie du signal peut être analogique ou numérique. La sortie analogique s'effectue à deux vitesses, convenant à des pics de largeurs minimum de 0,004 minute (vitesse rapide) ou 0,01 minute (vitesse normale). Les gammes de sortie analogique se situent de 0 à 1 V, 0 à 10 V et 0 à 1 mV.

La sortie numérique vers le logiciel Cerity ou ChemStation peut se faire à 11 vitesses, allant de 0 , 1Hz à 2 0 0Hz, capables de traiter des pics d'une largeur de 0,001 à 2 minutes. Fixez cette vitesse à partir de votre logiciel Cerity ou ChemStation.

Utilisation des tableaux de commandes des signaux

Type de signal

Lorsque vous attribuez des signaux de détecteurs, vous pouvez utiliser la touche [Mode/Type] et choisir dans le tableau de commandes Signal Type, ou actionner une touche ou une combinaison de touches. [Front], [Back], [–], [Col Comp 1] et [Col Comp 2] fonctionneront, seules ou en combinaison. Par exemple, appuyez sur [Back] pour le détecteur arrière ou sur [Back] [–][Front] pour le détecteur arrière moins le détecteur avant.

Les signaux non détecteur sont test plot, thermal, pneumatic et diagnostic. Pour les obtenir, appuyez sur [Mode/Type]. Les signaux de diagnostic sont destinés à votre ingénieur de maintenance et ne sont pas expliqués ici.

Le type de signal peut être programmé comme un événement d'analyse. Voir "Programmation dans l'analyse" pour plus d'informations.

Value

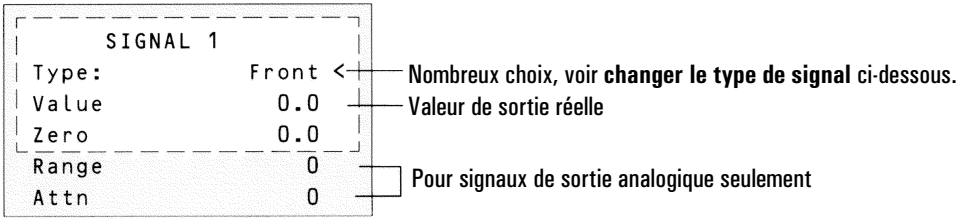
`Value` dans le tableau de commandes des signaux (Signal) est identique à Output dans le tableau de commandes du détecteur si votre type de signal est `Front` ou `Back.` Si vous soustrayez un signal d'un autre (comme dans `Front - Back`), le signal `Value` représentera la différence. Vous ne pouvez pas entrer un point de consigne pour `Value`.

Un facteur de conversion peut intervenir dans l'interprétation de `Value` (par exemple, une unité FID correspond à un picoampère), une unité ECD représente 1 Hz . Les unités pour les signaux détecteur et autres sont énumérées ci-dessous.

Tableau 19 Conversion de signaux

Type de signal	1 unité d'affichage équivaut à :
Détecteur :	
FID, NPD	1,0 pA ($1{,}0 \times 10^{-12}$ A)
FPD	150 pA (150×10^{-12} A)
TCD	25 mV ($2{,}5 \times 10^{-5}$ V)
µ-ECD	1 Hz
Carte d'entrée analogique (pour connecter le CPG à un détecteur non Agilent)	15 µV
Non détecteur :	
Thermo	1 °C
A régulation des gaz :	
Débit	1 mL/min
Pression	1 unité d'affichage de pression (psi, bar ou kPa)
Diagnostic	Mélangé, parfois non mis à l'échelle

Appuyez sur [Signal 1] ou [Signal 2]



Pour **changer le type de signal**, appuyez sur [Mode/Type] :

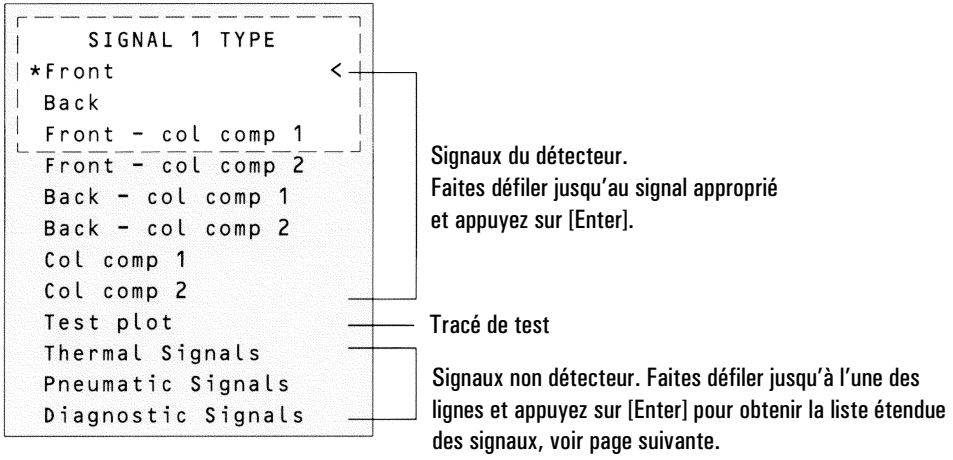


Figure 20 Tableau de commandes Signal

Signaux thermiques :

```
    SIGNAL 1 TYPE
Oven temp              <
Front inlet temp
Front det temp
Aux 1 temp
```

Signaux de régulation des gaz :

```
    SIGNAL 1 TYPE
Column 1 flow          <
Column 2 flow
Column 1 pres
Column 2 pres
F inlet flow
F inlet pres
F det H2 pres
F det air pres
F det makeup pres
F det air flow
F det makeup flow
```

Seuls les éléments installés figurent dans les sous-menus.

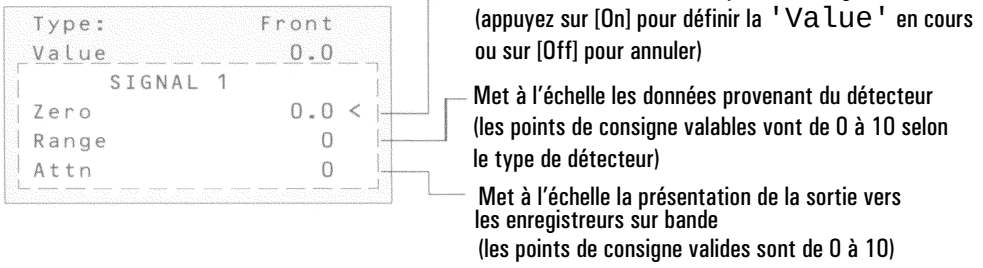
Signaux de diagnosti c:

```
    SIGNAL 1 TYPE
Test signal            <
Atm pressure
+5V monitor
+24V monitor
+15V monitor
-15V monitor
Line sense
F det ignitor V
Raw ADC reading
ADC reading noise
Mux ADC noise
Mux ADC offset
Pneu 10 volts
Pneu adc offset
Attn out 1
Attn out 2
DAC out 1
DAC out 2
F det 1st order
F det 2nd order
B det 1st order
B det 2nd order
B TCD bridge V
B TCD valve V
F det data
B det data
F det offset
B det offset
Finl module temp
B inl module temp
F det module temp
B det module temp
Aux module temp
F inl gas voltage
Oven rtd reading
F det rtd reading
B det rtd reading
F inl rtd reading
B inl rtd reading
Aux 1 rtd reading
Aux 2 rtd reading
```

Paramètres de sortie analogique : zero, range et attenuation

Si vous utilisez un enregistreur analogique, vous devrez peut-être ajuster le signal pour pouvoir mieux l'utiliser. Pour cela, utilisez `Zero`, `Range` et `Attn` dans le tableau de commandes des signaux.

Appuyez sur [Signal 1] ou [Signal 2].



Analog Zero

Cette fonction corrige l'élévation et les décalages de la ligne de base. Une application courante consiste à corriger une dérive de la ligne de base consécutive à l'utilisation d'une vanne. Après la mise à zéro, le signal de sortie analogique est égal à la ligne `Value` du tableau de commandes moins le point de consigne entré pour `Zero`.

`Zero` peut être programmé comme un événement d'analyse. Pour plus d'informations, voir le chapitre "Procédure : Programmation d'événements sur 24 heures".

Procédure : Mise à zéro de la sortie du signal

1. Vérifiez que le détecteur est en marche et prêt.

2. Appuyez sur [Signal 1] ou [Signal 2] pour obtenir le tableau de commandes signal.



3. Faites défiler jusqu'à `Zero`.
4. Appuyez sur [On] pour donner `Zero` comme valeur actuelle du signal, *ou*
   entrez un nombre compris entre - 500 000 et + 500 000. Une valeur inférieure au `Zero` en cours décale la ligne de base vers le haut.

Range : pour sorties analogiques seulement

`Range` est aussi appelé gain, mise à l'échelle ou dimensionnement. Il dimensionne les données provenant du détecteur vers les circuits de signaux analogiques pour éviter de surcharger les circuits (clamping). `Range` met à l'échelle tous les signaux analogiques (1mV, 1V, etc.)

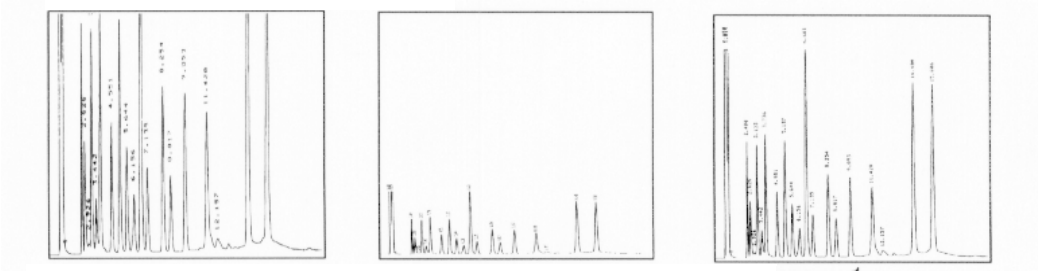
Si un chromatogramme ressemble à A ou B de la Figure 21, il faut mettre à l'échelle les données (comme dans C) afin que tous les pics soient visibles sur le papier.

Les points de consigne valides vont de 0 à 13 et représentent 2^0 (1) à 2^{13} (8192). Le fait d'augmenter un point de consigne de 1 réduit la largeur du chromatogramme de moitié, tandis que le fait de le diminuer de 1 double sa taille. Les chromatogrammes de la Figure 21 en sont l'illustration. Vous devez définir la gamme (range) avec la valeur la plus basse possible pour réduire au minimum l'erreur d'intégration.

Pour l'échelle de sortie, voir le Tableau 20.

Tableau 20 Mise à l'échelle de la sortie

Analogi-que	Une unité d'affichage =	Numérique	Un comptage d'affichage =
0 à 1 mV	$1\ mV/2^{Range}*2^{Attn}$	Logiciels Cerity et ChemStation	1 comptage de haut



A : Range = 0 **B : Range = 3** **C : Range = 1**

Figure 21 Effet du changement de gamme (range) sur le chromatogramme

Pour certains détecteurs, les valeurs de gamme (Range) utilisables sont limitées. Le tableau ci-dessous dresse la liste des points de consigne de gamme valides par détecteur.

Détecteur	Valeurs de gamme utilisables (2^x)
FID	0 à 13
NPD	0 à 13
FPD	0 à 13
TCD	0 à 6
µ-ECD	0 à 6
Entrée analogique	0 à 7

La gamme (range) peut être programmée à l'analyse. Voir le chapitre "Procédure : Programmation d'événements sur 2 4heures" pour plus d'informations.

Attenuation : pour sorties analogiques seulement

Attenuation (`Attn`) met à l'échelle la présentation de la sortie sur des enregistreurs sur bande de 0 à 1mV. Les points de consigne valides vont de 0 à 10 et représentent 2^0 à 2^{10}. Comme dans le cas de la gamme, chaque valeur de point de consigne en plus réduit la taille du chromatogramme de moitié, tandis que chaque point de consigne en moins en double la taille.

L'atténuation s'ajoute à la gamme. Par conséquent, le facteur total de mise à l'échelle est :

$$2^{\text{Range}} \times 2^{\text{Attenuation}}$$

L'atténuation peut être programmée à l'analyse. Voir le chapitre "Procédure : Programmation d'événements sur 2 4heures" pour plus d'informations.

Vitesses des données

Votre intégrateur ou enregistreur sur bande doit être suffisamment rapide pour traiter les données provenant du CPG. Si votre intégrateur ne peut pas suivre le rythme du CPG, les données risquent d'être endommagées. Cela se traduit généralement par des pics élargis et une perte de résolution.

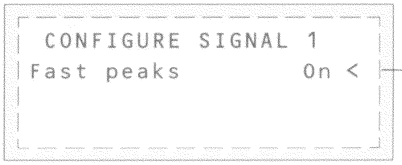
La vitesse est mesurée en bande passante. Votre enregistreur sur bande ou votre intégrateur doit posséder une bande passante double de celle du signal mesuré.

Le CPG possède deux vitesses de fonctionnement. La vitesse la plus élevée (à n'utiliser qu'avec le FID, le FPD et le NPD) permet des largeurs de pic minimum de 0,004 minutes (bande passante de 8 Hz), tandis que la vitesse standard (utilisable avec tous les détecteurs) autorise des largeurs de pic minimum de 0,01 minute (bande passante 1,6 Hz).

Si vous utilisez la fonction *fast peaks*, votre intégrateur doit fonctionner à environ 15 Hz.

Procédure : Utilisation de la fonction Fast peaks

1. Appuyez sur [Config][Signal 1] ou [Config][Signal 2].



2. Appuyez sur [ON] (FID seulement).

Traitement des données numériques

Zéro numérique

Les sorties de signal numérique répondent à la commande `Zero` en soustrayant le niveau du signal au moment de la commande, de toutes les valeurs futures.

Décalages du niveau de la ligne de base

Certaines opérations effectuées dans l'analyse, telles que le changement d'attribution des signaux ou la commutation d'une vanne, peuvent changer sensiblement la position de la ligne de base du signal. Cela peut compliquer le traitement des signaux par des unités externes. Le CPG fournit deux commandes du tableau d'analyse permettant d'atténuer ce type de problème. Voir "Programmation dans l'analyse" pour des informations sur l'utilisation du tableau d'analyse.

`Store signal value` : enregistre la valeur du signal au moment de la commande.

`Sig zero - value` : crée un nouveau zéro en soustrayant la valeur stockée de la valeur actuelle du signal et applique ce zéro à toutes les valeurs futures.

Lorsque ces commandes entourent une commande qui provoque le décalage de la ligne de base, elles ont pour effet d'amener la nouvelle ligne de base au niveau précédent, comme illustré dans la Figure 22.

L'événement `Store` doit précéder l'événement qui provoque le décalage de la ligne de base et l'événement `zero - value` doit survenir une fois que la ligne de base s'est stabilisée au niveau du décalage.

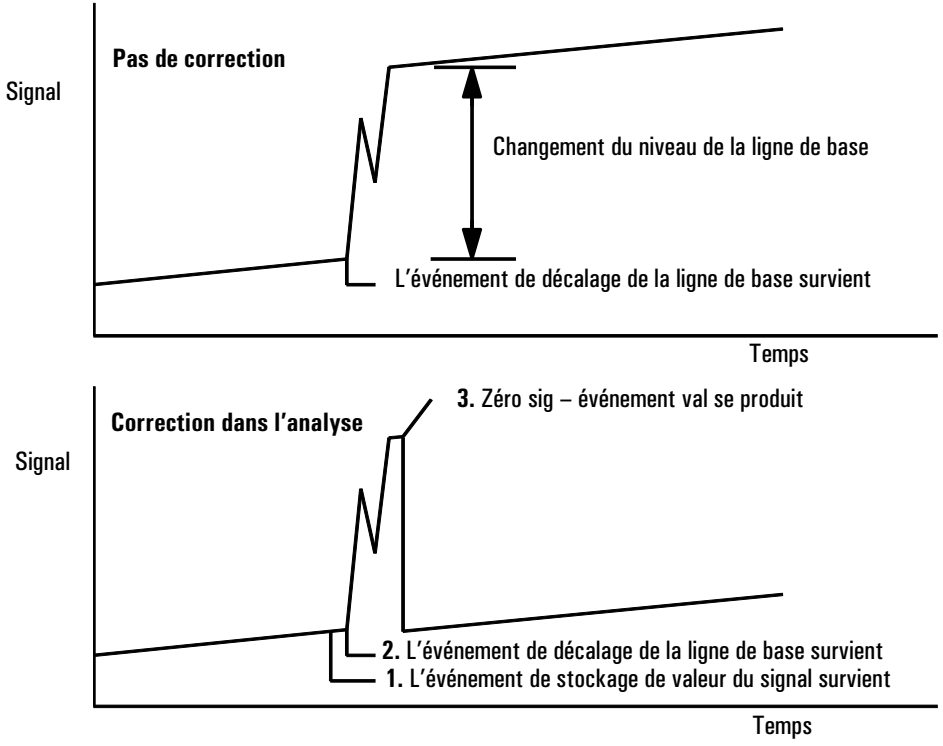


Figure 22 Correction des décalages de niveau de la ligne de base dans les signaux numériques

Cerity\ChemStation

Le CPG peut traiter des données à 11 vitesses différentes, chacune correspondant à une largeur de pic minimum. Le tableau montre l'effet de la sélection des vitesses.

Tableau 21 Traitement des signaux Cerity\ChemStation

Vitesse des données (Hz)	Largeur de pic minimum (minutes)	Bruit relatif	Détecteur	Type de colonne
200	0,001	3,1		Capillaire de faible diamètre (50 µm)
100	0,002	2,2	FID/FPD/NPD seulement	Capillaire
50	0,004	1,6		
20	0,01	1		
10	0,02	0,7		
5	0,04	0,5		en
2	0,1	0,3	Tous types	
1	0,2	0,22		
0,5	0,4	0,16		
0,2	1,0	0,10		
0,1	2,0	0,07		Remplie

Vous ne pouvez pas changer la vitesse des données pendant une analyse.

Vous observerez un bruit relatif supérieur si vous utilisez des vitesses d'échantillonnage plus rapides. Si vous doublez la vitesse des données, la hauteur du pic peut aussi doubler tandis que le bruit relatif augmente de 40 %. Malgré la plus grande augmentation du bruit, le rapport signal/bruit est en réalité amélioré à des vitesses supérieures.

L'avantage d'une vitesse plus grande des données ne se présente que si la vitesse d'origine est trop basse, entraînant un élargissement des pics et une résolution réduite. Nous suggérons de choisir des vitesses telles que le produit de la vitesse des données et de la largeur du pic en secondes soit environ de 10 à 20.

La Figure 23 montre la relation entre le bruit relatif et les vitesses de données. Vous constatez que le bruit diminue en même temps que la vitesse des données, jusqu'à ce que vous atteigniez des vitesses de données d'environ 5 Hz. Dès que la vitesse d'échantillonnage ralentit, d'autres facteurs, tels que le bruit thermique, créent des niveaux de bruit supérieurs.

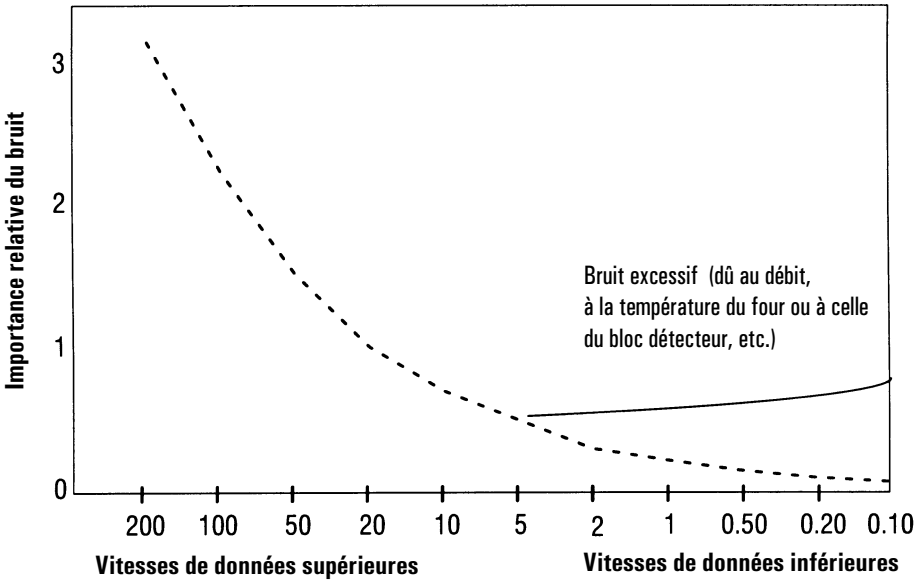


Figure 23 Relation entre le bruit et les vitesses de données

Compensation de colonne

Les pics sont intégrés de manière plus exacte et plus répétable sur une ligne de base plate que sur une ligne de base montante. Utilisez la compensation de colonne pour corriger l'élévation de la ligne de base pendant la programmation de température. La compensation de colonne est obtenue en effectuant une analyse à blanc, sans injection d'échantillon. Vous stockez cette analyse et la soustrayez à l'analyse *réelle* pour produire une ligne de base plate. La Figure 24 illustre ce concept.

Toutes les conditions chromatographiques doivent être identiques dans votre analyse de compensation de colonne et votre analyse *réelle*. Il faut utiliser le même détecteur, la même colonne, et travailler dans les mêmes conditions de température et de débit de gaz. Deux profils de ligne de base peuvent être stockés (comme [Col Comp 1] et [Col Comp 2]).

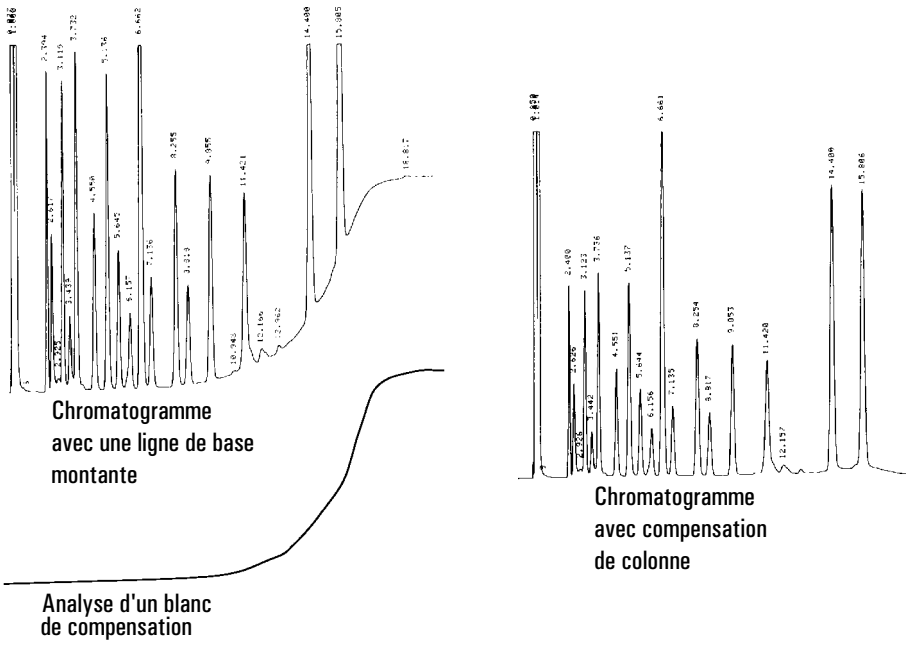
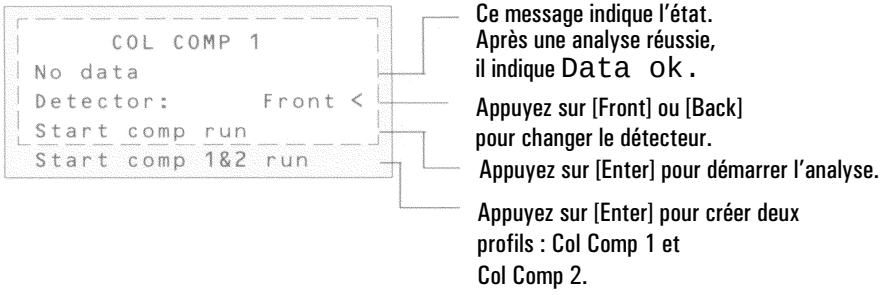


Figure 24 Compensation de colonne

Procédure : Création d'un profil de compensation de colonne

1. Préparez l'instrument pour une analyse.
2. Faites une analyse à blanc pour vérifier que la ligne de base est propre. C'est particulièrement important pour de nouvelles conditions ou si le CPG a été inactif pendant plusieurs heures.
3. Appuyez sur [Col Comp 1] ou [Col Comp 2] pour ouvrir le tableau de commandes.
4. Appuyez sur [Front] ou [Back] selon le détecteur utilisé.

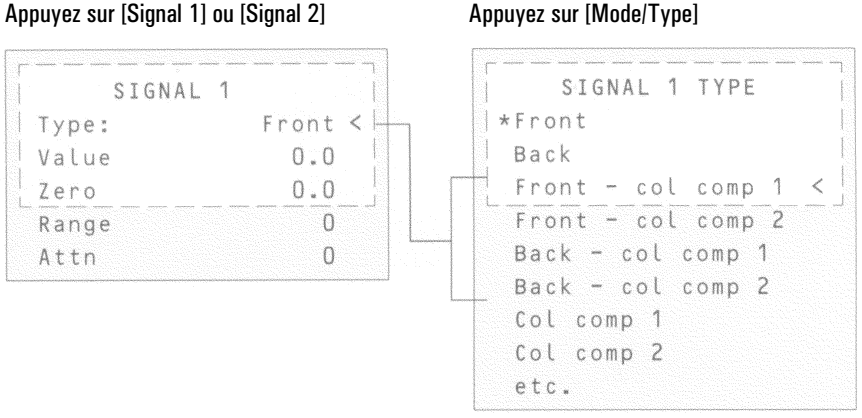


5. Choisissez `Start comp run` ou `Start comp 1&2 run.` Appuyez sur [Enter].
   a. `Start comp run` crée un profil.
   b `Start comp 1&2 run` crée deux profils (en utilisant des détecteurs et des colonnes différents, mais le même programme de température du four).
6. Si l'analyse est réussie, la première ligne du tableau de contrôle indique `Data ok,` et une heure et une date apparaissent au bas de l'écran.

Procédure : Exécution d'une analyse en utilisant la compensation de colonne

1. Définissez les conditions chromatographiques. Elles doivent être identiques à celles de l'analyse de compensation de colonne stockée, à cela près que `Final time` dans la dernière rampe du programme du four peut être plus long ou plus court.

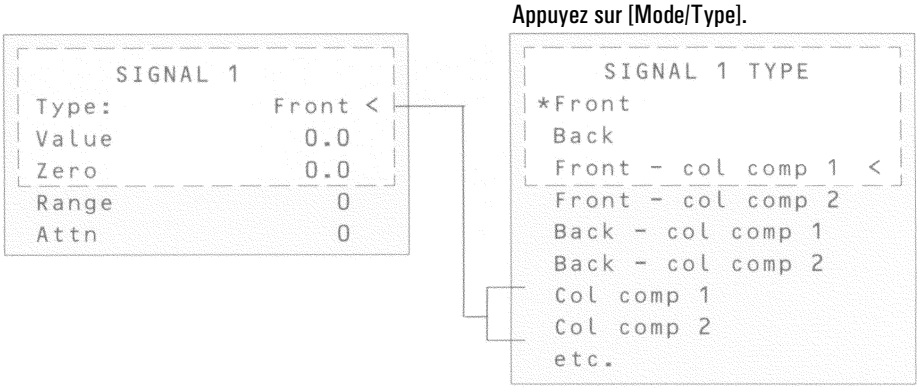
2. Appuyez sur [Signal 1] ou [Signal 2] pour obtenir le tableau de commandes signal.
3. Faites défiler jusqu'à `Type`: et appuyez sur [Mode/Type].



4. Choisissez `Front - col comp 1` ou l'une des trois autres options de compensation de colonne sur la liste.
5. Entrez les points de consigne pour `Zero`, `Range` et `Attn`, si applicable.
6. Démarrez votre analyse.

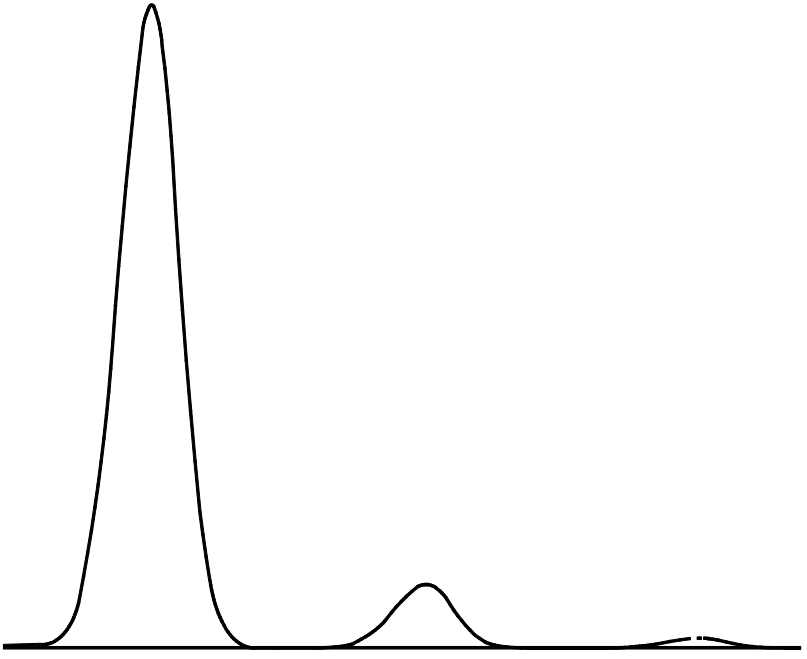
Procédure : Traçage d'un profil de compensation de colonne stocké

1. Appuyez sur [Signal 1] ou [Signal 2] pour ouvrir le tableau de commandes signal.
2. Faites défiler jusqu'à `Type:` et appuyez sur [Mode/Type].
3. Choisissez `Col comp 1` ou `Col comp 2.`
4. Appuyez sur [Start].



Test plot (Tracé de test)

`Test plot` est un "chromatogramme" généré de manière interne qui peut être affecté à un canal de sortie de signaux. Il est constitué de trois pics répétitifs résolus à la ligne de base. L'aire du plus grand est d'environ 1 Volt--sec, l'intermédiaire est le dixième (0,1) du plus grand, et le plus petit le centième (0,01) du plus grand.



Vous pouvez utiliser `Test plot` pour vérifier le fonctionnement d'unités de traitement de données externes, sans recourir à des analyses chromatographiques répétées. Vous pouvez également l'utiliser comme signal stable pour comparer les résultats de différentes unités de traitement des données.

7 Automatisation des instruments

Exécution d'événements pendant l'analyse

Programmation dans l'analyse

Utilisation des événements commandés dans l'analyse
Procédure : Programmation d'événements sur 24 heures

La table d'analyse (run table)
Procédure : Ajout d'événements à la table d'analyse (run table)
Procédure : Modification des événements dans la table d'analyse
Procédure : Suppression d'événements sur 24 heures

Programmation d'événements sur 24 heures

Utilisation d'événements sur 24 heures
Procédure : Programmation d'événements sur 24 heures
Procédure : Ajout d'événements sur 24 heures
Procédure : Edition d'événements sur 24 heures
Procédure : Suppression d'événements sur 24 heures

Automatisation des instruments

Exécution d’événements pendant l’analyse

L’automatisation des instruments vous permet de programmer des événements en utilisant la chronoprogrammation dans une méthode via la table d’événements commandés dans l’analyse, ou la chronoprogrammation d’événements sur 24 heures via la table d’événements. Jusqu’à 25événements chronoprogrammés peuvent être exécutés dans chacune de ces tables.

Programmation dans l’analyse

La programmation dans l’analyse permet à certains points de consigne de changer automatiquement durant une analyse, en tant que fonction du moment d’exécution chromatographique. Ainsi, un événement programmé pour se produire à 2 minutes, se produira 2 minutes après chaque injection.

Elle sert à :

- contrôler la commutation de colonne ou d’autres vannes;
- changer la définition, le zéro, la gamme ou l’atténuation des signau x;
- contrôler un canal de pression auxiliaire ;
- changer la polarité du détecteur à conductivité thermique (TCD) ;
- ouvrir ou fermer le débit d’hydrogène vers un détecteur azote-phosphore (NPD) ;
- marquer une pause dans l'évolution de la valeur d'un signal.

Les changements sont introduits dans un tableau d’analyse qui spécifie le point de consigne à changer, l’heure du changement et la nouvelle valeur. A la fin de l’analyse chromatographique, la plupart des points de consigne changés par une table d’événements commandés dans l’analyse retrouvent leurs valeurs d’origine.

Les vannes peuvent être programmées dans l’analyse mais *ne retrouvent pas* leur position de départ à la fin de l’analyse. Si vous souhaitez cette action, vous devez programmer la réinitialisation dans le tableau d’analyse. Pour plus d’informations, voir ”Contrôle des vannes”.

Utilisation des événements commandés dans l'analyse

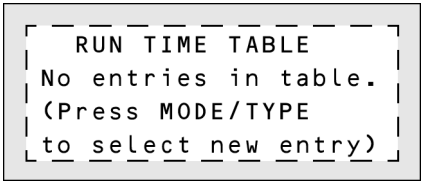
La touche [Run Table] sert à programmer les événements fonctions du temps.

Durant une analyse, vous pouvez contrôler les événements suivant s:

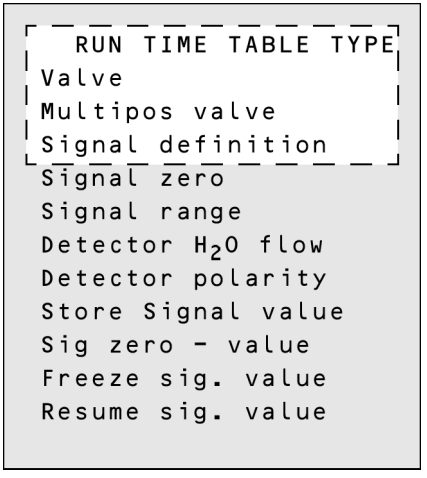
- vannes (1-8) ;
- vanne multiposition ;
- type de signal (voir page 175) ;
- zéro, atténuation et gamme du signal analogique ;
- zéro du signal numérique et décalages du niveau de la ligne de base (voir page 183) ;
- pressions auxiliaires (3, 4, 5) ;
- polarité négative du TCD (on/off) ;
- débit H_2 du NPD (on/off) ;
- marquer une pause dans l'évolution de la valeur d'un signal.

Procédure : Programmation d'événements sur 24 heures

1. Appuyez sur [Run Table] pour ouvrir la table d'événements commandés dans l'analyse. Le message suivant s'affichera s'il n'existe pas actuellement d'entrées programmées.

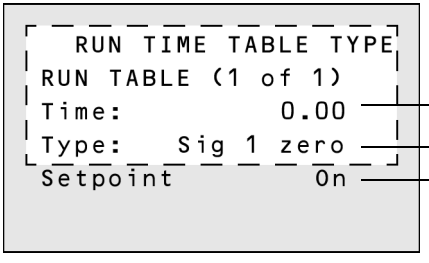


2. Appuyez sur [Mode/Type] pour voir les types d'événements commandés dans l'analyse.



Remarque : seuls les types compatibles avec votre configuration apparaîtront.

3. Faites défiler jusqu'au type d'événement à programmer.



Heure à laquelle l'événement doit se produire

Type d'événement pour l'entrée n^0 1

Le point de consigne varie selon le type d'événement

4. Entrez les valeurs pour les paramètres `Time`: et `Setpoint`:

La table d'analyse (run table)

Les événements programmés sont disposés dans l'ordre de l'heure d'exécution dans la table d'analyse. En voici un bref exemple :

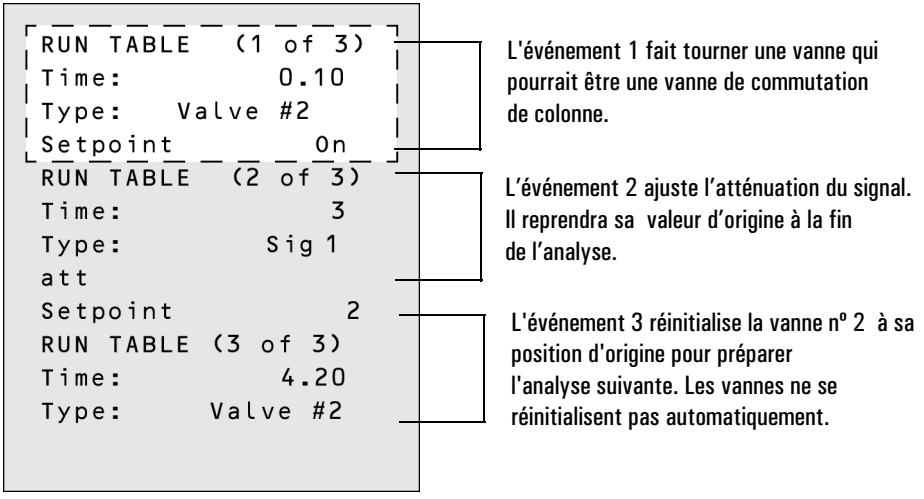


Figure 25 Exemple de table d'analyse

Procédure : Ajout d'événements à la table d'analyse (run table)

1. Pour ajouter de nouveaux événements à la table d'analyse, appuyez sur [Mode/Type] tant que vous êtes sur la ligne `Time`: ou `Type`: d'une entrée quelconque.
2. Sélectionnez le type d'événement.
3. Définissez les paramètres appropriés `Time`: et `Setpoint`: .

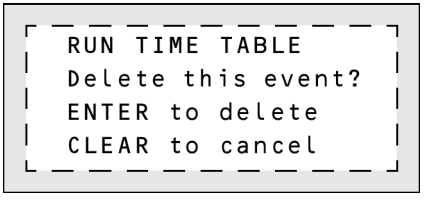
Répétez jusqu'à ce que toutes les entrées aient été ajoutées. Les événements se placent automatiquement dans l'ordre chronologique d'exécution.

Procédure : Modification des événements dans la table d'analyse

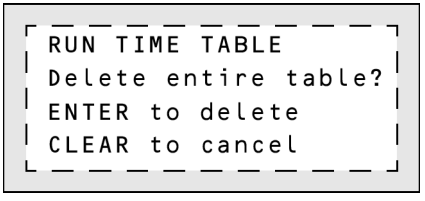
1. Appuyez sur [Run Table].
2. Déplacez le curseur sur l'événement à modifier.
3. Pour modifier l'heure d'un événement, amenez le curseur sur la ligne libellée `Time`. Tapez l'heure voulue et appuyez sur [Enter].
4. Pour modifier une valeur de point de consigne, faites défiler jusqu'à setpoint et appuyez sur la touche [On] ou [Off] ou entrez une valeur numérique pour le point de consigne. Appuyez sur [Enter].

Procédure : Suppression d'événements sur 24 heures

1. Appuyez sur [Run Table] pour accéder à la table d'analyse.
2. Dans cette table, appuyez sur la touche [Delete] pour supprimer d'éventuels événements programmés de la table d'événements commandés dans l'analyse. L'affichage suivant apparaît :



3. Appuyez sur `[Enter]` pour supprimer l'événement sur 24 heures en cours ; appuyez sur `[Clear]` pour annuler cette opération.



Programmation d'événements sur 24 heures

La programmation d’événements sur 24 heures permet à certains points de consigne de changer automatiquement à une heure spécifiée dans une journée de 24 heures. Ainsi, un événement programmé pour 14h35 heures se produira à 2h35 de l’après-midi. Une analyse ou une séquence en cours d’exécution a priorité sur les éventuels événements sur 24 heures survenant pendant ce temps. De tels événements ne sont pas exécutés.

Les événements possibles sur 24 heures sont les suivants:

- contrôle de vanne ;
- chargement de méthode et de séquence ;
- démarrage de séquences ;
- initialisation d’analyses à blanc et de mise en condition du système ;
- changements de compensation de colonne ;
- ajustements du décalage du détecteur.

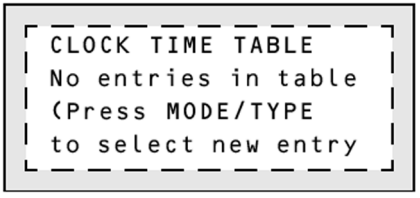
Utilisation d'événements sur 24 heures

La fonction Clock Table vous permet de programmer des événements afin qu'ils se produisent durant une journée de 24 heures. Si de tels événements surviennent pendant une analyse ou une séquence, ils sont ignorés.

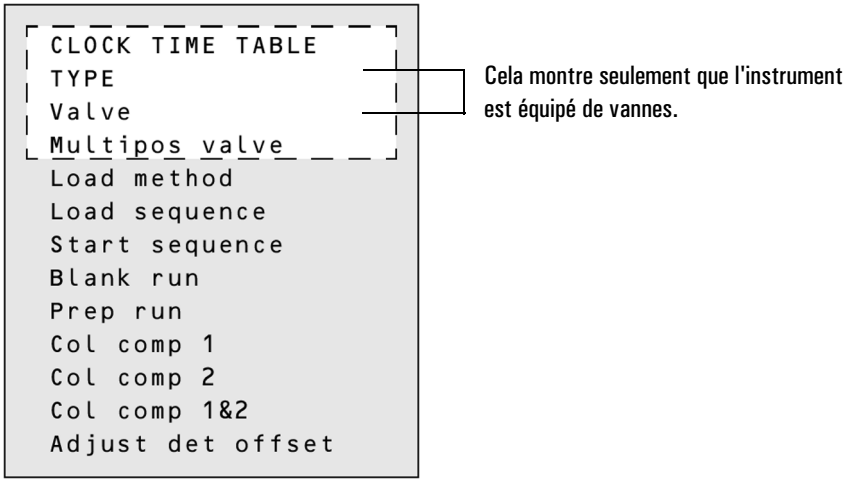
Par exemple, vous pourriez utiliser la table d'événements horaires (clock table) pour commencer une analyse le matin, avant votre arrivée.

Procédure : Programmation d'événements sur 24 heures

1. Appuyez sur [Clock Table] pour obtenir la table d'événements sur 24 heures. Si aucun événement n'est programmé, le message suivant s'affiche :



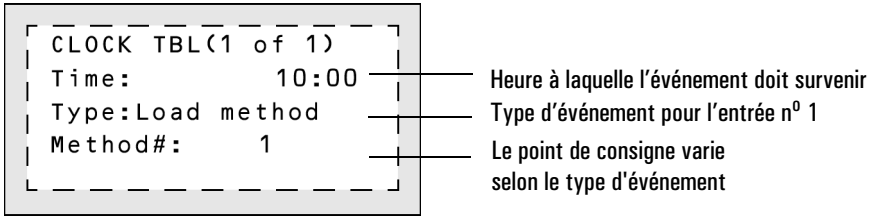
2. Appuyez sur [Mode/Type] pour visualiser les types de programme d'événements sur 24 heures.



3. Faites défiler pour sélectionner le paramètre à programmer.

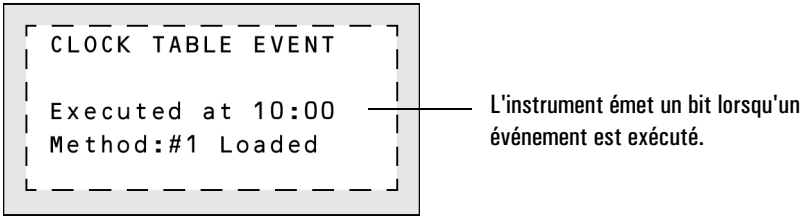
   Par exemple, si l'option "Load Method" est choisie pour l'événement sur 24 heures n° 1, l'affichage sera semblable à celui qui suit.

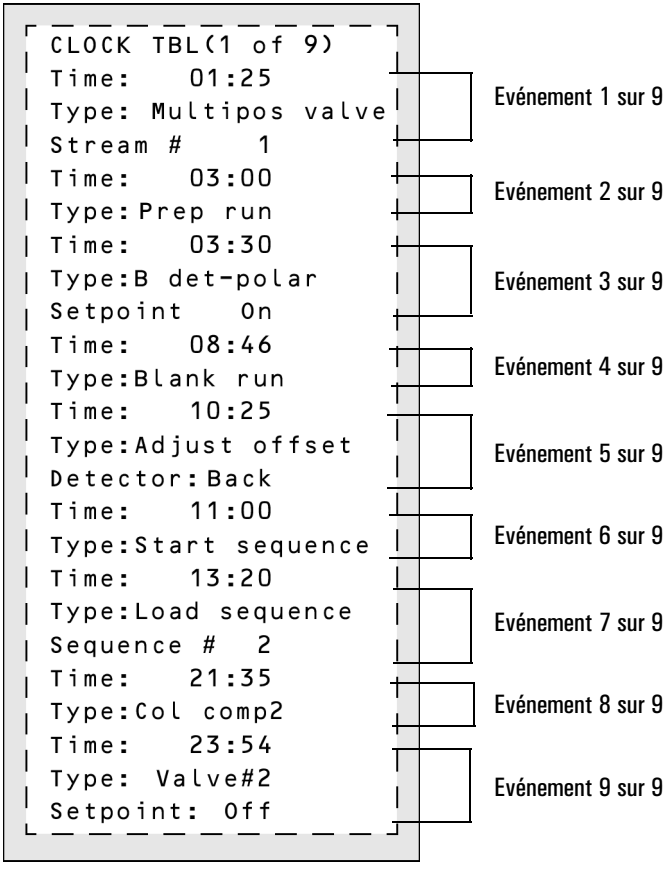
4. Modifiez les points de consigne `Time`: et `Method#`: pour cet événement.



   Vous pouvez également programmer l'heure exacte à laquelle votre CPG chargera une méthode prédéterminée.

5. Une fois l'événement sur 24 heures exécuté, l'écran suivant apparaît :





La table d'horloge redémarrera à 1h25 le matin suivant avec un événement de vanne multiposition.

Figure 26 Exemple de table d'événements horaires (clock table)
Remarque : cette table d'événements n'est *pas* "réaliste". Elle montre simplement la diversité des événements programmables et elle démontre que la taille d'une entrée quelconque dépend des paramètres requis pour cet événement.

Jusqu'à 25 événements peuvent être programmés sur 24 heures.

Procédure : Ajout d'événements sur 24 heures

1. Appuyez sur [Clock Table].
2. Pour ajouter de nouveaux événements à la table d'événements, appuyez sur [Mode/Type]. Les entrées ajoutées se classent automatiquement dans l'ordre chronologique.
3. Sélectionnez le type d'événement suivant.
4. Définissez les paramètres appropriés.

Répétez ce processus jusqu'à ce que toutes les entrées aient été ajoutées.

Procédure : Edition d'événements sur 24 heures

1. Appuyez sur [Clock Table] pour visualiser tous les événements programmés.
2. Faites défiler jusqu'à l'événement que vous souhaitez changer.
3. Pour modifier l'heure d'un événement, amenez le curseur sur la ligne libellée `Time`: et tapez l'heure souhaitée.
4. Modifiez une valeur de point de consigne en faisant défiler jusqu'au point de consigne et en appuyant sur la touche [On] ou [Off], ou entrez une valeur numérique pour le point de consigne.

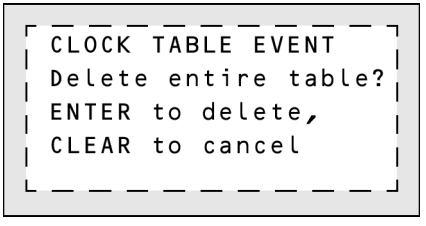
Procédure : Suppression d'événements sur 24 heures

1. Appuyez sur [Clock Table].
2. Appuyez sur la touche [Delete] pour supprimer les événements programmés dans la table des événements sur 24 heures. Si vous appuyez sur la touche [Delete] à partir d'une table d'événements existante, l'affichage suivant apparaît :



3. Appuyez sur [Enter] pour supprimer l'événement sur 24 heures en cours ; appuyez sur [Clear] pour annuler cette opération.

   Pour supprimer toute la table, appuyez sur [Delete][Clock Table]. L'affichage suivant apparaît :



8 Méthodes analytiques

Qu'est-ce qu'une méthode ?

Que pouvez-vous en faire ?

Création d'une méthode

Procédure : Stockage d'une méthode

Procédure : Chargement d'une méthode stockée précédemment

Procédure : Chargement de la méthode par défaut

Non-concordance de méthode

Changements de configuration entrés par l'utilisateur

Changements de configuration du matériel

Procédure : Modification d'une méthode stockée précédemment

Procédure : Suppression d'une méthode

Listes des méthodes

Méthodes analytiques

Qu’est-ce qu’une méthode ?

Une méthode analytique est un ensemble de points de consigne nécessaires pour analyser un échantillon unique sur le CPG 6890. Grâce aux méthodes, il est possible de ramener l’instrument à un état donné, sans être obligé de réintroduire tous les points de consigne.

Vous pouvez considérer une méthode comme un ensemble de tableaux de commandes remplis, contenant des informations telles que les programmes de température du four, les programmes de pression, les températures de l’injecteur, etc. En fait, il y a toujours une méthode active dans le CPG : il s'agit de l’ensemble de conditions qui contrôlent la machine en ce moment. Pour créer une méthode, il suffit de sauvegarder ces conditions sous un numéro de méthode, en utilisant la touche [Store].

Il existe trois types de méthodes :

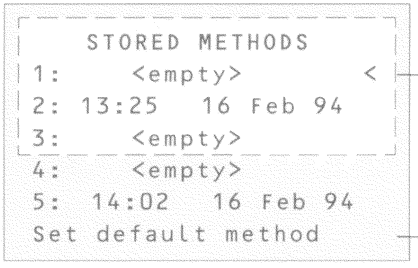
- la méthode active : la configuration que vous utilisez actuellemen t;
- les méthodes stockées : l’une des cinq méthodes que vous pouvez stocker dans le CPG ;
- la méthode par défaut : un ensemble de paramètres par défaut pour le CPG. Vous pouvez la recharger à tout moment.

Que pouvez-vous en faire ?

Les méthodes peuvent être :

- **créées** en préparant le CPG tel que vous le souhaitez. Il s'agit de la méthode active ;
- **stockées** en appuyant sur [Store] et en donnant à la méthode un numéro d’identification de 1 à 5 ;
- **chargées** en appuyant sur [Load] et en spécifiant le numéro de méthode à charger. Un tel chargement écrase les points de consigne de la méthode active ;
- **modifiées** par chargement, en procédant aux modifications nécessaires, puis en les stockant sous le numéro d’origine. La nouvelle version remplace l’ancienne.

Les méthodes sont visualisées dans un tableau de commandes d'état qui indique heures et dates de stockage des méthodes. Pour afficher ce tableau, appuyez sur [Method].



Etat de la méthode. <empty> (vide) signifie qu'aucune méthode n'est stockée. Dans le cas contraire, les heure et date de la dernière sauvegarde sont indiquées.

Set default method. Remplace la méthode active par les points de consigne par défaut.

Création d'une méthode

Une méthode étant un ensemble de tableaux de commandes de points de consigne utilisés pour l'analyse, elle dépend de la configuration de l'instrument. Voici la liste des paramètres pour lesquels vous pouvez stocker des points de consigne pendant le développement de la méthode :

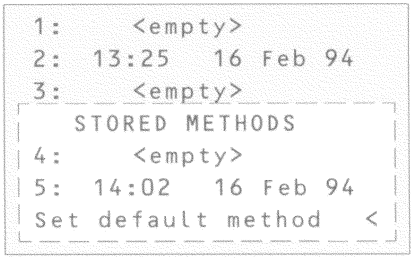
- four ;
- injecteur avant/arrière ;
- colonne 1 et 2 ;
- détecteur avant/arrière ;
- signaux 1 et 2 ;
- aux. n^{o} 1-5 ;
- post-analyse ;
- vanne n^{o} 1-8 ;
- table d'événements commandés dans l'analyse ;
- injecteurs avant et arrière ;
- plateau d'échantillons.

Ces paramètres sont sauvegardés lorsque vous mettez le CPG hors tension et rechargés dès que vous remettez l'instrument sous tension. Toutefois, si le matériel a été modifié pendant que l'instrument était hors tension, tous les points de consigne ne seront peut-être pas restaurés dans la méthode.

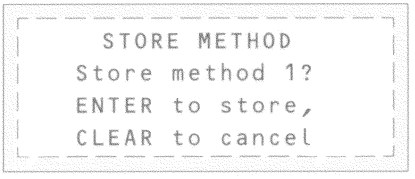
Procédure : Stockage d'une méthode

Pour stocker une méthode :

1. Appuyez sur [Method] et faites défiler jusqu'au numéro de méthode que vous souhaitez utiliser.

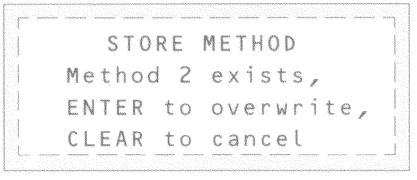


2. Appuyez sur la touche [Store]. La confirmation vous est demandée.



3. [Enter] enregistre la méthode sous le numéro choisi. [Clear] retourne à la table d'état des STORED METHODS (méthodes enregistrées) sans enregistrer la méthode.

4. Si ce numéro de méthode existe déjà, l'écran suivant apparaî t:

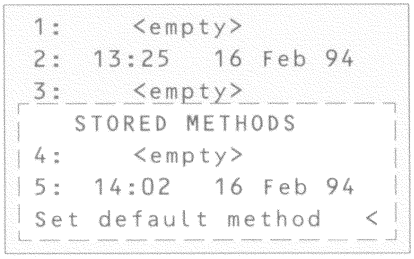


   - Appuyez sur [Enter] pour remplacer la méthode existante par la nouvelle et revenir à la table d'état STORED METHODS.
   - Appuyez sur [Clear] pour revenir à la table STORED METHODS sans stocker la méthode.

Procédure : Chargement d'une méthode stockée précédemment

Pour charger une méthode stockée :

1. Appuyez sur [Method] pour afficher le tableau de commandes `STORED METHODS`.
2. Faites défiler jusqu'à la méthode que vous voulez charger.



3. Appuyez sur la touche [Load].

   Vous êtes invité à charger la méthode en appuyant sur [Enter] ou à annuler cette fonction en appuyant sur [Clear].

4. Appuyez sur [Enter] pour charger la méthode. La méthode sélectionnée remplace la méthode active.

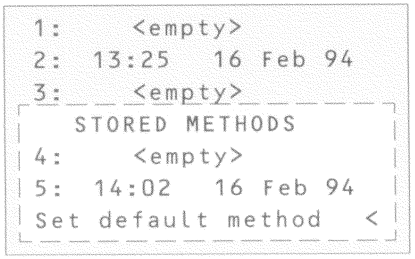


   En appuyant sur [Clear], vous quittez cette fonction et la table `STORED METHODS` s'affiche à nouveau.

Procédure : Chargement de la méthode par défaut

Vous pouvez recharger les paramètres par défaut du CPG à tout moment.

1. Appuyez sur [Method].
2. Faites défiler jusqu'à Set default method.



3. Appuyez sur [Enter].

Voir "Clavier et affichage".

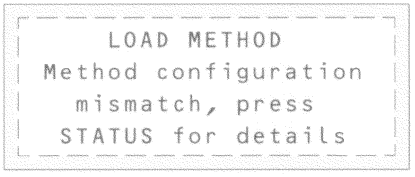
Non-concordance de méthode

Des messages de non-concordance (mismatch) de méthode apparaissent quand la méthode que vous chargez contient des paramètres en contradiction avec la configuration actuelle du CPG. Dans ce cas, il est possible d'ignorer les points de consigne qui ne correspondent pas.

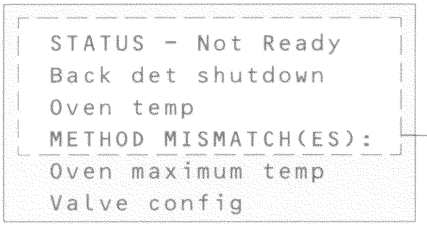
Les non-concordances peuvent être dues à des changements du fait de l'utilisateur (choix d'un gaz vecteur différent, etc.) ou à des changements du matériel (remplacement d'un TCD par un FID, etc.) effectués après le stockage de la méthode.

Changements de configuration entrés par l'utilisateur

Vous serez informé des changements entrés par l'utilisateur entre la configuration de la méthode stockée et celle de la méthode active. La méthode active aura priorité sur le changement des paramètres.



Appuyez sur [Status] pour voir quels paramètres sont à l'origine de la non-concordance de méthode.



Le message —**Method mismatch**·—apparaît si la configuration matérielle ou utilisateur a changé.

Changements de configuration du matériel

Si la configuration du matériel a changé, certaines parties de la méthode peuvent être ignorées. Vous en serez informé. Supposons par exemple que vous remplaciez le FID avant par un µ–ECD. Si vous chargez ensuite une méthode qui utilisait le FID, les points de consigne de celui-ci ne peuvent se charger. Ils seront ignorés et les points de consigne µ–ECD présents seront conservés. Tous les autres points de consigne qui peuvent être chargés le seront.

Procédure : Modification d'une méthode stockée précédemment

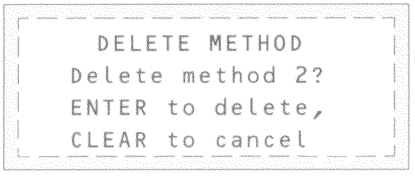
Quand une méthode est chargée, elle remplace la méthode active.

Vous pouvez modifier une méthode stockée précédemment en :

1. chargeant la méthode désirée ;
2. procédant aux modifications appropriées
3. stockant cette méthode sous le même numéro (afin de remplacer la méthode d'origine) ***ou*** sous un numéro de méthode différent.

Procédure : Suppression d'une méthode

1. Dans le tableau de commandes de méthode, faites défiler jusqu'à la méthode appropriée et appuyez sur [Delete]. Confirmation vous est demandée:



2. Pour supprimer cette méthode, appuyez sur [Enter].
3. Si vous changez d'avis et ne souhaitez plus supprimer cette méthode, appuyez sur [Clear].

Listes des méthodes

Quand le 6890 transmet une liste de méthodes formatées à une unité externe, la liste présente les points de consigne de régulation des gaz relatifs à la température du four initiale (début de l'analyse), indépendamment de la température en cours.

Cette technique fournit des listes de méthodes homogènes dépendant uniquement du contenu de la méthode et non affectées par l'état présent de l'instrument.

Par conséquent, les points de consigne de régulation des gaz listés sur un intégrateur (ou d'autres produits utilisant la liste des méthodes formatées) peuvent différer des points de consigne qui apparaissent au même moment dans l'affichage du 6890.

9 L'échantillonneur automatique de liquides

Tableau de commandes de l'injecteur

Procédure : Modification des points de consigne de l'injecteur

Configuration de l’injecteur

Procédure : Configuration d'un injecteur avec une tourelle à huit positions

Procédure : Configuration d'un injecteur avec une tourelle à trois positions

Points de consigne du plateau d’échantillons

Procédure : Modification des points de consigne du plateau d'échantillons

Procédure : Configuration du lecteur de codes-barres

Stockage des points de consigne de l’injecteur

L’échantillonneur automatique de liquide

Cette section explique comment configurer et utiliser votre échantillonneur automatique de liquides (ALS).

L’échantillonneur automatique de liquide peut inclure une ou deux tours d'injection, un lecteur de codes-barres et un plateau. Vous pouvez utiliser le clavier du CPG pour entrer les points de consigne de l’injecteur et du plateau et pour contrôler les séquences simples. Les principaux composants de l’échantillonneur sont les suivants :

- la *Tour de la seringue* : contient une seringue pour l'injection de l'échantillon. Il est possible de monter deux tours d'injection dans les deux injecteurs. La tour peut être retirée de l’injecteur et rangée sur des supports à l’arrière du CPG ;
- le *Plateau d’échantillons* : contient un maximum de 100 flacons d’échantillon ;
- la *Tourelle de l’injecteur* : contient les flacons d’échantillons, de solvant usé et de rinçage ;
- le *Lecteur de codes-barres* : lit et décode différents codes-barres.

Pour plus d’informations sur l'échantillonneur automatique de liquide, reportez-vous à son Manuel d'utilisation (réf. G2612-93117).

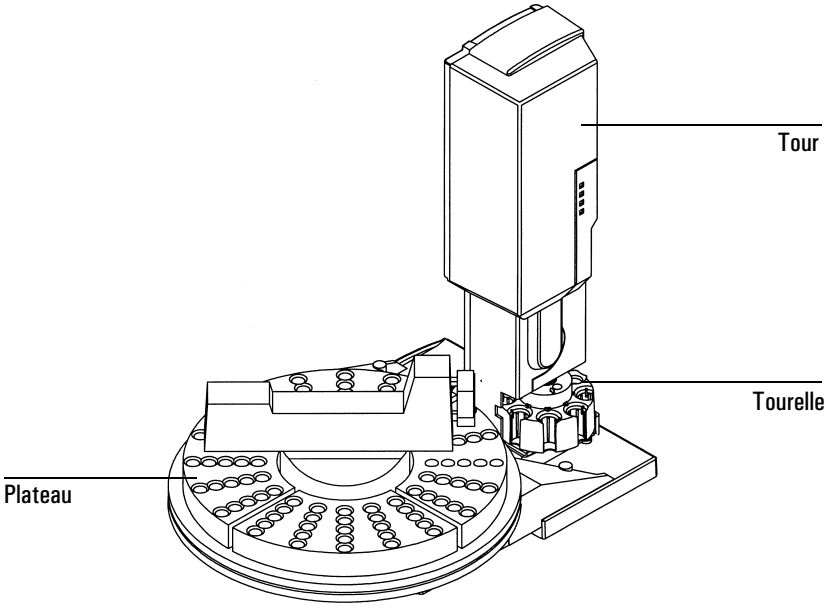
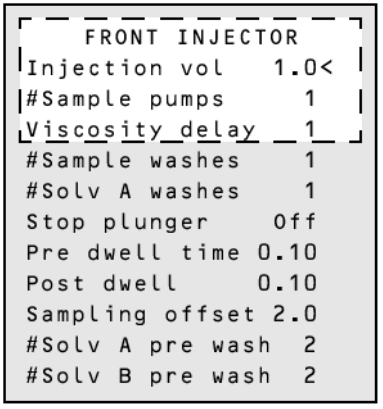


Figure 27 Composants de l'échantillonneur automatique

Tableau de commandes de l'injecteur

Appuyez sur [Front Injector] ou [Back Injector].



`Injection volume` : volume d'échantillons à injecter. Appuyez sur [Mode/Type] pour le sélectionner. Les volumes disponibles dépendent de la capacité de la seringue configurée. Voir "Configuration de l'injecteur" page 218.

- Ces sélections représentent 2 %, 10 %, 20 %, 30 %, 40 %, et 50 % de la capacité de la seringue.
- Mettre le volume d'injection sur Off pour désactiver l'injecteur.

`Number of sample pumps :` nombre de fois où le piston de la seringue monte et descend pour chasser les bulles d'air et améliorer la reproductibilité, pendant que l'aiguille est dans l'échantillon.

`Viscosity delay :` nombre de secondes pendant lesquelles le piston marque une pause en haut de ses courses de pompage et d'injection. Pour des échantillons visqueux, la pause permet à l'échantillon de s'écouler dans le vide créé dans la seringue.

`Number of sample washes` : nombre de fois où la seringue est rincée avec l'échantillon avant l'injection. L'injecteur abaisse l'aiguille dans le flacon d'échantillon, remplit la seringue aux huit-dixièmes, et la vide dans l'une des bouteilles de solvant usé.

`Number of solvent A washes :` nombres de fois où la seringue est rincée avec du solvant de la bouteille A.

`Number of solvent B washes :` nombre de fois où la seringue est rincée avec du solvant de la bouteille B.

`Slow plunger` : vitesse du piston de la seringue pendant l'injection. Vous permet de réduire la vitesse moyenne du piston et de maintenir l'aiguille de la seringue dans l'injecteur pendant 4 secondes après l'injection. Si le point de consigne est sur `On`, la poussée se fait au rythme d'environ 5 µL/sec (avec une seringue de 10 µL) ; avec `Off`, elle est environ 20 fois plus rapide. La vitesse du piston pendant la distribution de la pompe et du solvant usé ne change pas.

`Dwell times` : temps en minute pendant lequel l'aiguille reste dans l'injecteur avant ou après l'injection.

`Sampling offset` : permet de faire varier la profondeur d'échantillonnage.

Procédure : Modification des points de consigne de l'injecteur

En accédant aux touches de l'injecteur, vous pouvez modifier ses points de consigne tels que volumes d'injection, rinçages d'échantillon et de solvant, etc.

Pour modifier les points de consigne de l'injecteu r:

1. appuyez sur [Front Injector] ou [Back Injecto r];
2. faites défiler jusqu'au point de consigne souhaité ;
3. entrez une valeur de point de consigne ou activez (on) ou désactivez (off) le point de consigne.
    - Appuyez sur [Mode/Type] pour sélectionner la capacité de la seringue.

Configuration de l'injecteur

Position de la tour

Les câbles de l'injecteur sont connectés à l'un des ports `INJ1` ou `INJ2` du contrôleur. Ce point de consigne indique quelle tour est sur quel injecteur. Avec un seul injecteur, vous n'avez plus à déplacer les câbles lorsque vous déplacez la tour, il suffit de reconfigurer sa position.

Mode Waste bottle (flacon récupération de solvant)

Les positions du flacon de récupération de la tourelle sont déterminées en utilisant les touches [Mode/Type] :

- `utilisez A et B` simultanément pour alterner entre les deux flacons ;
- `utilisez seulement le flacon A` permet de n'utiliser que le flacon A ;
- `utilisez seulement le flacon B` permet de n'utiliser que le flacon B.

Utilisation de la position B2

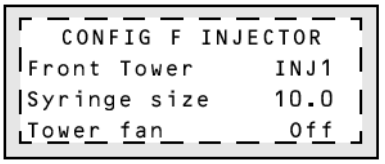
Vous pouvez activer cette option pour utiliser deux flacons de 4 mL de solvant B et effectuer davantage d'analyses avant d'avoir à remplir les flacons de solvant.

- Utilisez le même solvant en position B et en position B2. (Cette option ne permet pas d'utiliser un troisième solvant.)
- Utilisez la tourelle à trois flacons d'échantillon.
- Comme la capacité de solvant est passée à 6 mL (2 mL pour chacun des flacons de solvant A, B et B2), vous **devez** utiliser deux flacons de solvant usé. Voir *Mode Waste bottle (flacon récupération de solvant)* ci-dessus.
- Configurez chaque injecteur séparément.

Notez que le nombre de rinçages de la seringue avec du solvant du flacon B avant chaque injection ne varie pas. L'injecteur extrait alternativement du solvant des deux flacons B.

Procédure : Configuration d'un injecteur avec une tourelle à huit positions

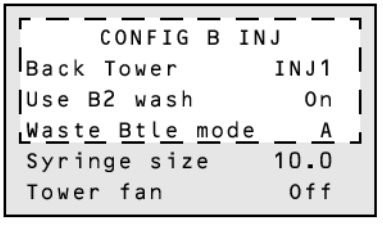
1. Appuyez sur [Config][Front Injector] ou [Config][Back Injector].



2. Le curseur étant sur une ligne de tour, utilisez la touche [On] ou [Off] pour régler la position de la tour `INJ1` ou `INJ2`.
3. Entrez une valeur en µL pour la `Syringe size` (capacité de la seringue).
4. Avec le curseur sur le ventilateur de la tourelle, utilisez la touche [On] ou [Off] pour le mettre en fonction ou non.
   - En général, vous pouvez le laisser sur On.

Procédure : Configuration d'un injecteur avec une tourelle à trois positions

1. Appuyez sur [Config] [Front Injector] ou [Config] [Back Injector].



2. Réglez l'utilisation du flacon de rinçage B2 sur On ou Off.
3. Pour sélectionner le flacon de récupération, appuyez sur [Mode/Type].
4. Entrez la capacité de la seringue installée, en µL, dans le champ `Syringe size`.
5. Avec le curseur sur le ventilateur de la tourelle, utilisez la touche [On] ou [Off] pour le mettre en fonction ou non.
   - En général, vous pouvez le laisser sur On.

Points de consigne du plateau d'échantillons

Le plateau d'échantillons délivre des flacons d'échantillon aux injecteurs avant et arrière, d'après les paramètres de séquence définis. Il existe un ensemble de paramètres de séquence distinct pour chaque injecteur. Le plateau d'échantillons délivre des flacons à l'injecteur avant en premier et à l'injecteur arrière ensuite. Vous pouvez utiliser des séquences stockées et des configurations de codes-barres pour indiquer au plateau d'échantillons lorsqu'il doit délivrer et reprendre les flacons d'échantillons.

`Enable tray` : mettre sur `On` pour une séquence de plateau, sur `Off` pour des bouteilles d'échantillons dans la tourelle de l'injecteur.

`Enable bar code` : active (on) ou désactive (off) le lecteur de codes-barres.

Procédure : Modification des points de consigne du plateau d'échantillons

1. Appuyez sur [Sample tray] pour afficher les points de consigne du plateau d'échantillons et du lecteur de codes-barres.

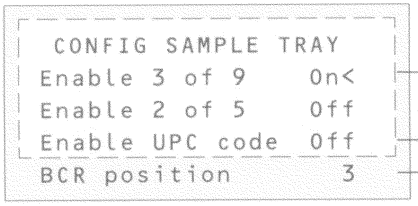


2. Appuyez sur [On] ou [Off] pour activer ou désactiver le plateau.
3. Appuyez sur [On] ou [Off] pour activer ou désactiver le lecteur de codes-barres.

Procédure : Configuration du lecteur de codes-barres

Le lecteur de codes-barres peut être configuré pour lire des codes spécifiques sur une étiquette de codes-barres.

1. Pour modifier les points de consigne du lecteur de codes-barres, appuyez sur [Config][Sample Tray].



2. Appuyez sur [On] ou [Off] pour contrôler les points de consigne de codes-barres suivants.

   `Enable 3 of 9` : le code 3 sur 9 offre la plus grande souplesse pour l'utilisation en laboratoire. Il peut coder des lettres et des nombres, plus quelques signes de ponctuation, et la longueur du message peut être adaptée à la quantité de données à encoder et à l'espace disponible.

   `Enable 2 of 5` : le code 2 sur 5 est limité aux nombres mais il ne permet pas de longueur de message variable.

   `Enable UPC code` : le Code Produit Universel (UPC) est probablement le plus répandu aujourd'hui. Les codes UPC ne contiennent que des nombres et ont une longueur de message fixe.

3. Entrez 3 comme position du lecteur de codes-barres si le lecteur de codes-barres se trouve à l'avant du plateau.

Pour plus d'informations sur le lecteur de codes-barres, consultez son Manuel d'utilisation ou son Manuel de service.

Stockage des points de consigne de l'injecteur

Après avoir préparé les points de consigne de l'injecteur, ceux du plateau d'échantillons et les configurations du lecteur de codes-barres, stockez-les dans le cadre d'une méthode en suivant les procédures "Procédure : Stockage d'une méthode". Cette méthode devient une partie de la séquence utilisée pour analyser les échantillons. Pour obtenir un complément d'informations sur les séquences de l'injecteur et le contrôle de séquence, voir "Séquences analytiques".

10 Contrôle des vannes

Le boîtier de vannes
- Chauffage des vannes
- Programmation en température des vannes
- Configuration de la température d'une zone Aux

Contrôle des vannes
- Le pilotage de vannes

Le pilotage des vannes internes

Les pilotages des vannes externes

Configurations des vannes
- Procédure : Pour configurer une vanne

Contrôle des vannes
- Procédure : Contrôle des vannes à partir du clavier
- A partir des tables d'événements commandés dans l'analyse (run) ou d'événements sur 24 heures (clock)

Exemples de contrôle des vannes
- Vanne unique : sélection de colonne
- Vanne d'échantillonnage de gaz
- Vanne de sélection de débit multipositions et vanne d'échantillonnage

Contrôle des vannes

Le chromatographe en phase gazeuse (CPG) 6890 peut contenir jusqu'à quatre vannes dans un boîtier de vannes chauffées en haut du four.

Le boîtier de vannes est l'endroit idéal parce qu'il s'agit d'une zone de température stable, isolée du four à colonne.

Le boîtier de vannes

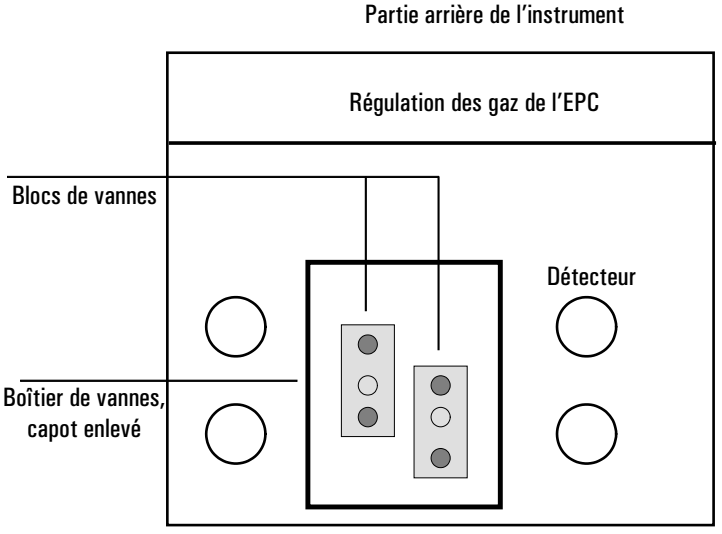


Figure 28 Le boîtier de vannes

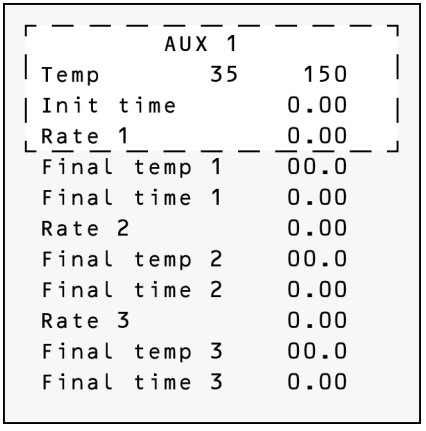
Chauffage des vannes

Le boîtier de vannes contient deux blocs chauffés, chacun comportant deux emplacements de montage de vanne (grisés). Le trou du milieu de chaque bloc permet de faire passer le tuyau dans le four.

Si vous utilisez deux vannes, montez-les sur le même bloc. Vous pourrez ainsi les chauffer en utilisant le canal de contrôle (Aux 1 ou Aux 2, selon le mode de câblage du chauffage). S'il y a plus de deux vannes, vous devez utiliser Aux 1 et Aux 2 pour chauffer les deux blocs. Réglez-les à la même température.

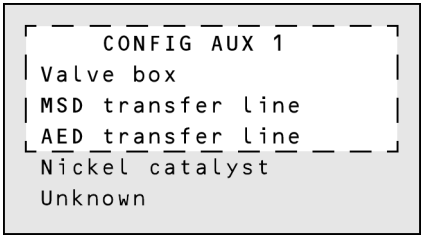
Programmation en température des vannes

La plupart des applications sont isothermes. Cependant, vous pouvez définir trois rampes de température si vous le souhaitez. Appuyez sur [Aux #], puis sur [1] ou sur [2]. Programmez cette rampe comme une rampe de four. Pour obtenir des informations complémentaires, voir *Réaliser une analyse en programmation de température* à la page 111.



Configuration de la température d'une zone Aux

Pour configurer la température des zones Aux (1 ou 2), appuyez sur [Config], puis sur [Aux #]. Appuyez sur [Mode/Type], puis sélectionnez le type de dispositif dont la température est contrôlée par cette zone et appuyez sur [Enter].



Contrôle des vannes

Les vannes peuvent être contrôlées manuellement à partir du clavier ou à l'aide d'un programme d'événements sur 24 heures (clock) ou d'événements commandés dans l'analyse (run time). Notez que si la position d'une vanne est modifiée pendant une analyse, elle n'est *pas* réinitialisée automatiquement à la fin de l'analyse, sauf si elle est configurée comme une vanne d'échantillonnage de gaz. Pour les autres types de vannes, vous devez inclure dans le programme les éventuelles réinitialisations.

Le pilotage de vannes

Le pilotage d'une vanne se fait au travers du logiciel et des circuits du CPG qui contrôlent une vanne et les fonctions associées. Il est possible de piloter huit vannes : vanne 1 à vanne 8.

Tableau 22 Caractéristiques du pilotage de vannes

Numéro de vanne	Type	Volts	Alimentation ou courant	Utilisation
1, 2, 3 et 4	Source de courant	24 Vcc	13 watts	Contrôle de vanne par régulation des gaz
5 et 6	Source de courant	24 Vcc	100 mA	Relais et unités de faible puissance
7 et 8	Fermeture de contact	48 Vcc ou 48 Vca rms		Pour contrôler une source de courant externe

Le pilotage des vannes internes

Les pilotages des vannes 1 à 4 servent généralement à contrôler les vannes pilotées par régulation des gaz montées dans le boîtier de vannes. Leur câblage se présente sous la forme d'un ensemble de connecteurs à l'intérieur du capot droit du CPG.

Les vannes pilotées par régulation des gaz sont contrôlées par des solénoïdes montés près des connecteurs qui contrôlent le débit d'air vers les activateurs de vannes.

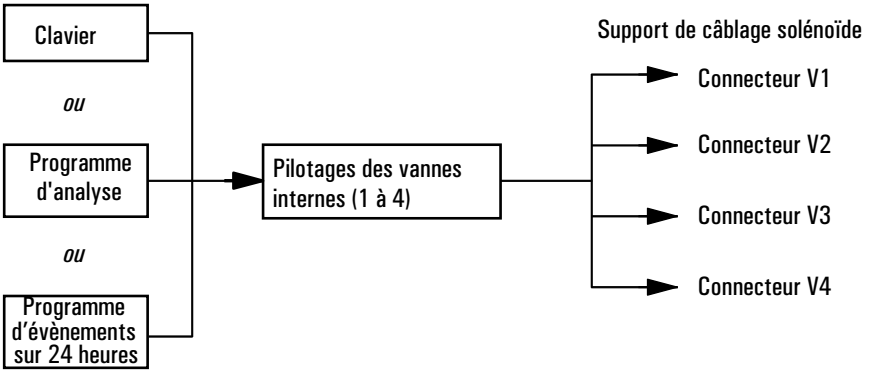


Figure 29 Pilotage des vannes internes

Il n'existe pas de relation directe entre l'emplacement d'une vanne dans le boîtier et le gestionnaire qui la contrôle. Tout dépend de la manière dont les solénoïdes sont câblés et les activateurs raccordés.

Les pilotages des vannes externes

Les pilotages des vannes 5 et 6 contrôlent un courant qui peut servir à piloter un relais ou une autre unité de faible puissance. Les pilotages des vannes 7 et 8 commutent un courant provenant d'une source externe. Les détails électriques se trouvent dans le Tableau 22 page 225.

Ces commandes, particulièrement vannes 7 et 8, peuvent servir à contrôler une vanne multipositions actionnée par moteur, pour la sélection de débit.

Ces quatre commandes apparaissent sur le connecteur External Event à l'arrière du CPG.

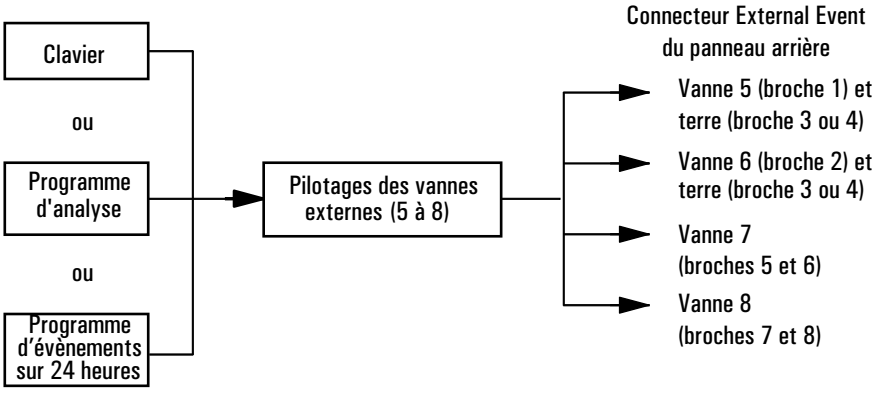


Figure 30 Pilotages des vannes externes

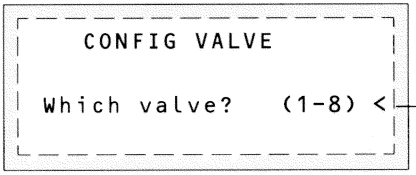
Configurations des vannes

Il existe cinq types de vannes :

- échantillonnage de gaz : vanne à deux positions (chargement et injection). En position chargement, un débit de gaz externe passe par une boucle d'échantillonnage raccordée et est évacué. En position injection, la boucle d'échantillonnage remplie bascule dans le débit du gaz vecteur. Lorsque la vanne passe de Load (chargement) à Inject (injection), elle démarre une analyse s'il n'y en a pas déjà une en cours. Voir l'exemple page 231 ;
- commutation : une vanne à deux positions avec quatre, six ou davantage de ports. Ce sont des vannes polyvalentes servant à des tâches telles que la sélection de colonne, isolation de colonne, et autres. Pour un exemple de contrôle des vannes, voir page 230 :
- multipositions : appelée aussi vanne de sélection de débit. Elle est généralement utilisée pour sélectionner l'un des multiples débits de gaz et pour l'introduire dans une vanne d'échantillonnage à des fins d'analyse. Elle possède un activateur spécial qui fait avancer la vanne d'une position chaque fois qu'elle est activée, elle peut également être pilotée par un moteur. Un exemple combinant une vanne de sélection de débit et une vanne d'échantillonnage se trouve page 233 ;
- autre : d'un type quelconque ;
- non installé : sans commentaire.

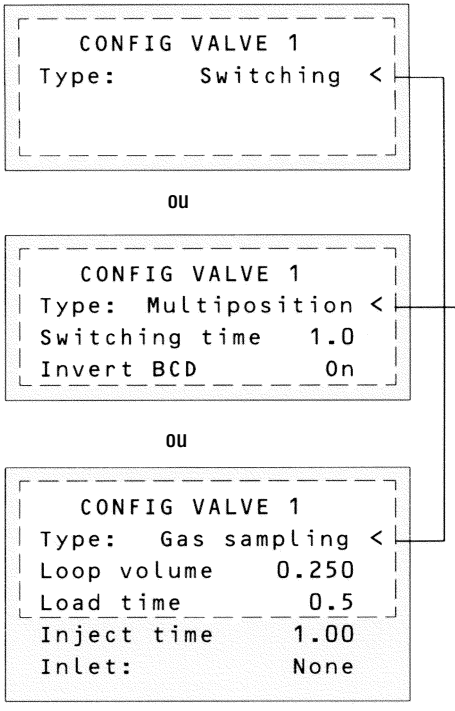
Procédure : Pour configurer une vanne

1. Appuyez sur [Config] [Valve #].

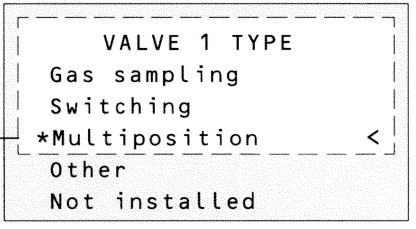


2. Spécifiez la commande de vanne à configurer. Tapez le numéro (1 dans cet exemple), puis appuyez sur [Enter].

3. Le type présent pour cette commande est affiché.



4. Appuyez sur [Mode/Type] pour les choix de vannes.



5. Sélectionnez un type de vanne, puis appuyez sur [Enter].

Contrôle des vannes

Procédure : Contrôle des vannes à partir du clavier

Les vannes (sauf les vannes multipositions) ont deux positions contrôlées par les touches [On] et [Off]. Les commandes clavier pour les vannes à deux positions sont :

[Valve #] <faire défiler jusqu'à la vanne> [On] (fait tourner la vanne jusqu'à l'arrêt)

et

[Valve #] <faire défiler jusqu'à la vanne> [Off] (fait tourner la vanne jusqu'à l'autre arrêt)

A partir des tables d'événements commandés dans l'analyse (run) ou d'événements sur 24 heures (clock)

Les commandes Valve On et Valve Off peuvent être programmées dans l'analyse ou sur 24 heures. Pour plus d'informations, voir "Procédure : Programmation d'événements sur 2 4heures". Voir "Procédure : Programmation d'événements sur 24 heures".

Si la rotation d'une vanne est gérée par un programme d'événements commandés dans l'analyse, elle ne retrouve *pas* automatiquement sa position initiale à la fin de l'analyse. C'est vous qui devez programmer cette réinitialisation.

Exemples de contrôle des vannes

Vanne unique : sélection de colonne

Il s'agit du raccordement pour une vanne unique, configurée en tant que vanne de commutation, qui sélectionne l'une des deux colonnes pour l'analyse. Elle n'a pas de paramètres de configuration.

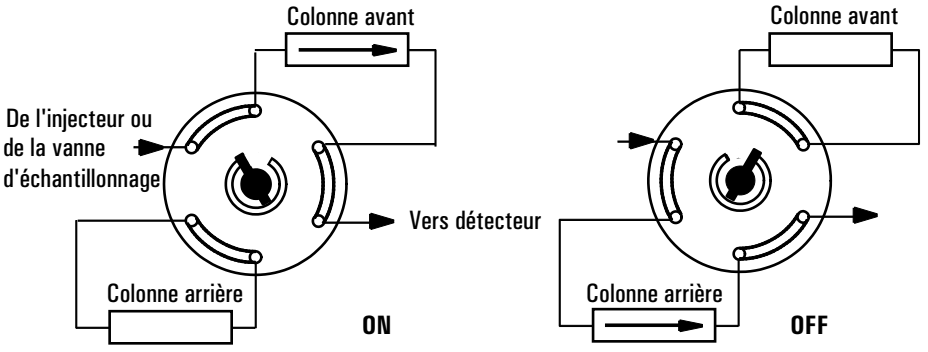
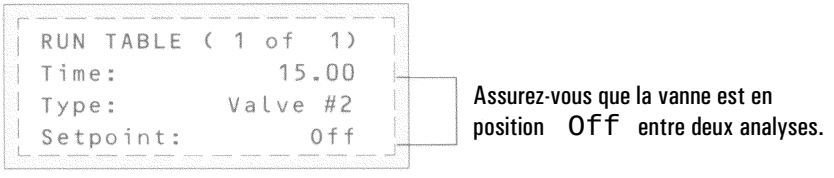


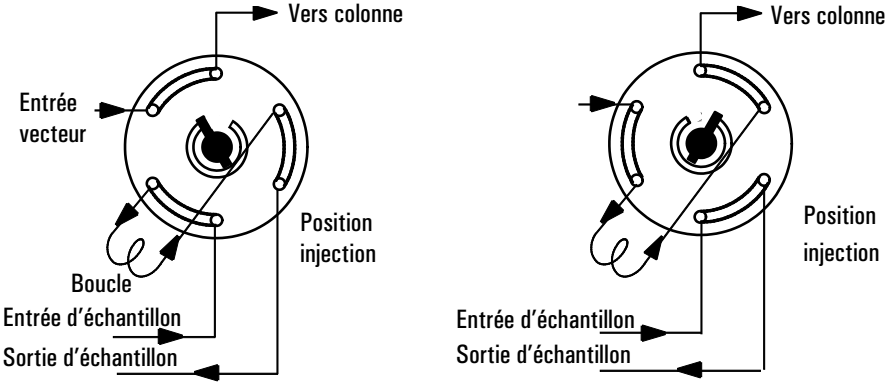
Figure 31 Une vanne de sélection de colonne

La colonne est sélectionnée en appuyant sur [Valve #] <faire défiler jusqu'à vanne 2> [On] (pour la colonne avant) ou sur [Off] (pour la colonne arrière). Cette "run table" assure que la vanne est inactive (Off) entre les analyses :



Vanne d'échantillonnage de gaz

Si une vanne est configurée en tant que vanne d'échantillonnage de gaz, elle démarre une analyse automatiquement lorsqu'elle est commutée en position Inject. Cela peut se faire par une commande clavier, par une sous-séquence ou une entrée dans la table d'événements. Deux vannes d'échantillonnage de gaz peuvent être installées.



Position chargement : la boucle est balayée par un débit de gaz d'échantillon. La colonne est balayée par le gaz vecteur.
Position injection : la boucle remplie est insérée dans le circuit de gaz vecteur. L'échantillon est injecté dans la colonne. L'analyse démarre automatiquement.

Figure 32 Une vanne d'échantillonnage de gaz

Le gaz vecteur peut provenir du canal de gaz auxiliaire (facultatif). Pour cela, configurez la colonne et spécifiez un canal Aux # comme injecteur. Ce canal devient ensuite programmable avec les quatre modes d'utilisation.

```
   CONFIG VALVE 1
Type:   Gas sampling <
Loop volume     0.250
Load time         0.5
Inject time      1.00
Inlet:           None
```

Les volumes de boucle et d'injecteur sont purement informatifs : ils ne modifient en rien le fonctionnement.

Temps en minutes pendant lequel la vanne reste en position de chargement avant d'être prête à injecter (ready)

Temps en minutes pendant lequel la vanne reste en en position d'injection avant de retourner à la position de chargement.

Le cycle de la vanne d'échantillonnage est le suivant :

1. la vanne d'échantillonnage tourne jusqu'à la position Chargement. `Load time` commence. La vanne n'est pas prête ;
2. `Load time` se termine. La vanne est prêt e;
3. si tout le reste est prêt, le CPG l'est aussi.
   Si tout le reste n'est pas prêt :
   - si vous utilisez la table d'événements horaires (Clock) ou le contrôle de séquence, le CPG attend que tout soit prêt, puis exécute la commande d'injection à partir de la vanne.
   - si vous n'utilisez pas la table d'événements horaires (Clock) ou le contrôle de séquence, l'injection à partir de la vanne peut se faire à tout moment à partir du clavier.
4. la vanne d'échantillonnage tourne (commande ou contrôle de séquence) jusqu'à la position Inject. `Inject time` commence. L'analyse démarre ;
5. `Inject time` se termine. Revenez à l'étape 1.

Vanne de sélection de débit multipositions et vanne d'échantillonnage

Plusieurs fabricants fournissent des vannes de sélection de débit multipositions qui peuvent être commandées par les commandes de vannes 1 à 4. Une seule de ces vannes peut être configurée. Voir le Tableau 22, page 225, pour obtenir des détails électriques.

Si une vanne est configurée en tant que vanne multipositions et possède une sortie en position BCD connectée au CPG, il est possible de sélectionner directement sa position.

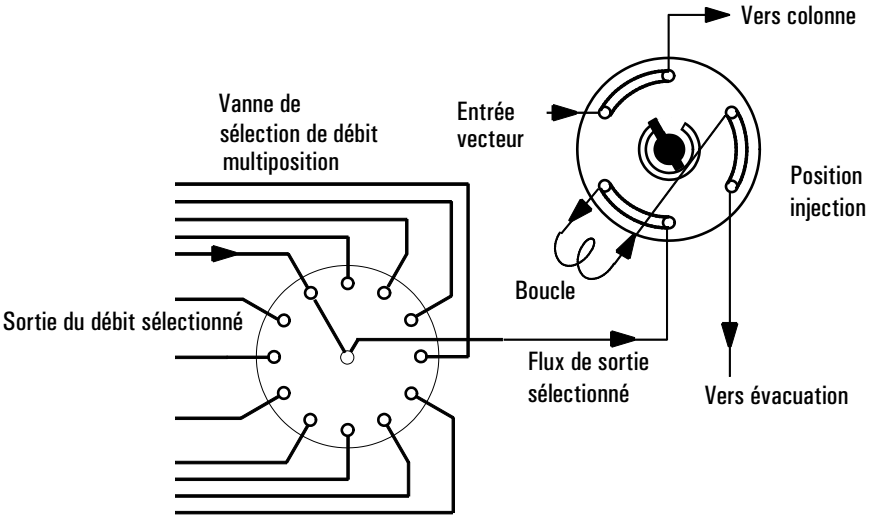


Figure 33 Vanne multipositions avec vanne d'échantillonnage de gaz

Si le CPG possède une vanne configurée en tant que vanne multipositions et une autre configurée en tant que vanne d'échantillonnage, il suppose qu'elles doivent être utilisées comme illustré à la Figure 33. Cette "double configuration" permet de remplacer un échantillonneur automatique de liquide et un plateau d'échantillons d'une séquence analytique. La vanne multipositions devient le plateau d'échantillons ; la vanne d'échantillonnage l'injecteur. Pour plus d'informations, voir le chapitre "Procédure : Création d'une sous-séquence de vanne".

Deux paramètres de configuration fournissent la compatibilité mécanique et électrique avec la plupart des activateurs de vannes multipositions.

```
   CONFIG VALVE 1
Type:  Multiposition <
Switching time   1.0
Invert BCD        On
```

Temps entre les pas de vannes

Si On, complète l'entrée BCD

- `Switching time`, en secondes, est un délai qui sépare les mouvements successifs de l'activateur. Il donne le temps au mécanisme de l'activateur de se préparer pour le mouvement suivant.
- `Invert BCD` complète l'entrée BCD : Les 1 deviennent des 0 et les 0 deviennent des 1. Cela permet de pallier les différences de convention de codage entre différents fabricants.

11 Séquences analytiques

Qu'est-ce qu'une séquence ?

Que pouvez-vous en faire ?

Définition d'une séquence

Séquence prioritaire

Sous-séquences

Post-séquence

Procédure : Création d'une séquence

Procédure : Création d'une sous-séquence d'échantillonneur

Procédure : Création d'une sous-séquence de vanne

Procédure : Définition des événements Post Sequence

Procédure : Stockage d'une séquence

Procédure : Chargement d'une séquence précédemment stockée

Procédure : Modification d'une procédure précédemment stockée

Procédure : Suppression d'une séquence

Contrôle des séquences

Statut de séquence

Procédure : Démarrage/exécution d'une séquence

Procédure : Pause et relance d'une séquence

Procédure : Arrêt d'une séquence

Interruption d'une séquence

Considérations spéciales pour l'utilisation d'un intégrateur

Séquences analytiques

Qu’est-ce qu’une séquence ?

Une séquence spécifie les échantillons à analyser et la méthode stockée à utiliser pour chacun d’eux. Elle est divisée en sous-séquences, dont chacune utilise une méthode unique, plus une séquence prioritaire et des événements post-séquence.

Une séquence peut contenir jusqu’à cinq sous-séquences et elle peut être pilotée par l’échantillonneur automatique de liquide ou par une vanne.

Que pouvez-vous en faire ?

Les séquences peuvent êtr e:

- **créées** en entrant les informations d’échantillon et de méthode au clavier ;
- **stockées** en appuyant sur [Store] [Seq] et en donnant à la séquence un numéro d’identification de 1 à 5;
- **chargées** en appuyant sur [Load] [Seq] et en spécifiant le numéro de séquence ;
- **modifiées** par chargement, en procédant aux modifications souhaitées, puis en les stockant en utilisant le même numéro. La nouvelle version remplace l’ancienne.

Le tableau de commandes des séquences stockées, Figure 34, montre les heures et les dates de stockage des séquences. Vous l'obtenez en appuyant sur [Seq]. La touche [Seq] fait alterner les deux tableaux : de commandes des séquences stockées et de commandes des définitions de séquences, Figure 35.

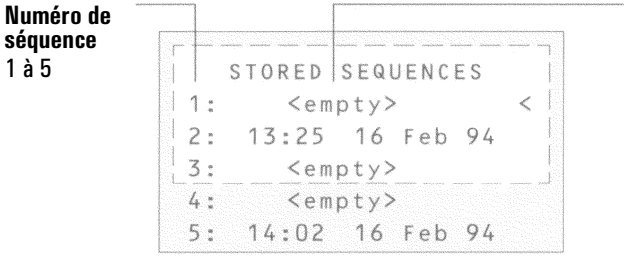


Figure 34 Tableau de commandes des séquences stockées

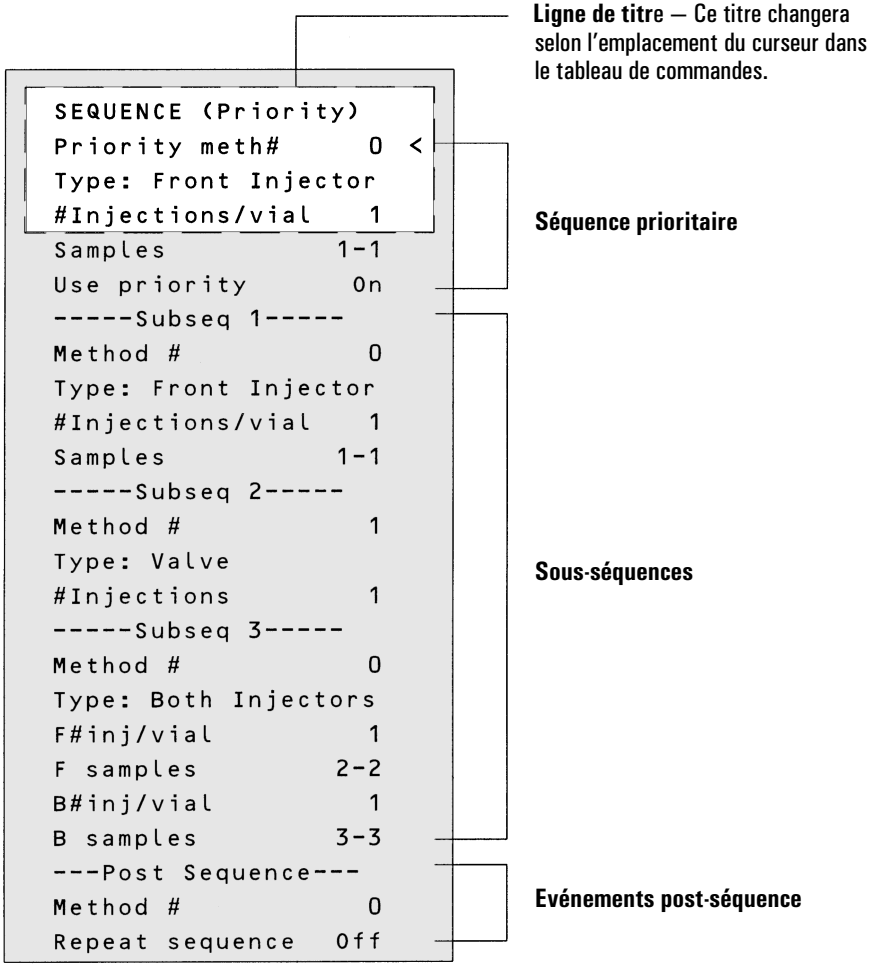


Figure 35 Tableau de commandes des définitions de séquences

Une fois dans le tableau de commandes des séquences, la touche [Info] vous sera utile pour obtenir une explication sur les paramètres de séquences.

Définition d'une séquence

Une séquence peut être constituée des parties suivantes (toutes facultatives):

- Séquence prioritaire : possibilité spéciale vous permettant d'interrompre une séquence pour analyser des échantillons urgents.
- Sous-séquences : chaque sous-séquence est constituée du numéro d'une méthode stockée et des informations qui définissent un ensemble d'échantillons et d'étalons à analyser en utilisant la méthode. Il peut y avoir jusqu'à cinq sous-séquences.
- Post-séquence *:* désigne une méthode à charger et à exécuter après la dernière analyse dans la dernière sous-séquence. Spécifie si la séquence doit être répétée indéfiniment ou arrêtée.

Séquence prioritaire

Une séquence prioritaire est le moyen d'interrompre une séquence en cours pour analyser un ou plusieurs échantillons urgents. Elle est constituée d'une sous-séquence unique, du type d'échantillonneur ou de vanne et d'un paramètre `Use priority` spécial.

- Si `Use priority` est sur `Off`, la séquence prioritaire ne fait rien. Toutefois, vous pouvez l'activer à tout moment, même quand la séquence est en train de s'exécuter, en ouvrant la séquence et en changeant la valeur en Yes.
- Si `Use priority` est sur `On` :
  1. la séquence marque une pause quand l'analyse en cours se termin e;
  2. la méthode prioritaire est chargée. Les échantillons prioritaires sont analysés, comme spécifié dans la séquence prioritaire ;
  3. le paramètre `Use priority` est désactivé (`Off`) ;
  4. la séquence principale reprend là où elle s'était arrêtée.

Echantillonneur

```
SEQUENCE (Priority)
Priority meth #    0
Type: Front injector <
#Injections/vial     1
Samples           1-1
Use priority       On
```

Vanne

```
  SEQUENCE (Priority)
Priority meth #    0
Type:          Valve<
#inj/position       1
Position rng     3-15
Times thru range    1
Use priority       On
```

Figure 36 Séquences prioritaires

Sous-séquences

Une sous-séquence peut utiliser soit un échantillonneur automatique de liquide, soit une vanne d'échantillonnage pour l'injection. Elle utilise une méthode pour analyser un groupe d'échantillons.

Post-séquence

`Post Sequence` est une paire d'événements qui peuvent s'appliquer après la dernière sous-séquence. Post Sequence peut charger une méthode (généralement pour couper les gaz et baisser les températures) et elle peut répéter l'ensemble de sous-séquences.

Procédure : Création d'une séquence

1. Appuyez sur [Seq] pour ouvrir le tableau de commandes des séquences.
2. Créez une séquence prioritaire, si nécessaire. C'est une sous-séquence de vanne ou d'échantillonneur, avec deux différences. La ligne de méthode est libellée `Priority meth #`. Une ligne supplémentaire, libellée `Use priority`, peut être sur `On` ou sur `Off`.
3. Créez une à cinq sous-séquences. Il peut s'agir de sous-séquences d'échantillonnage (ci-dessous) ou de vanne (page 241). Les deux types peuvent être utilisés dans la même séquence.
4. Changez les événements Post Sequence, si vous le souhaitez.
5. Stockez la séquence terminée.

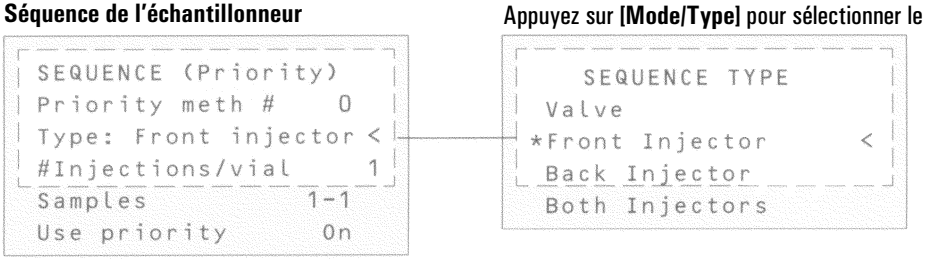
Procédure : Création d'une sous-séquence d'échantillonneur

Pour créer une sous-séquence d'échantillonneur :

1. Appuyez sur [Seq] pour ouvrir le tableau de commandes des séquences.
2. Faites défiler jusqu'à la ligne `Method #` d'une sous-séquence. S'il s'agit de la séquence prioritaire, la ligne est libellée `Priority meth #`.
3. Entrez un numéro de méthode. Utilisez 0 pour la méthode actuellement active, 1 à 5 pour les méthodes stockées, ou Off pour terminer la séquence.

   La méthode active, 0, changera durant la séquence si les sous-séquences utilisent des méthodes stockées. Par conséquent, la méthode 0 doit être choisie comme séquence prioritaire seulement si *toutes* les sous-séquences utilisent la méthode 0.

4. Appuyez sur [Mode/Type] et sélectionnez l'un des trois types d'injecteur.



5. Fournissez les autres paramètres de sous-séquence. Si vous utilisez les deux injecteurs, il y aura deux ensembles de paramètres.

   - `#Injections/vial` : nombre d'analyses répétitives à partir de chaque flacon. Entrez 0 si aucun échantillon ne doit être injecté.
   - `Samples` : gamme (premier-dernier) des flacons d'échantillons à analyser.

6. S'il s'agit de la séquence prioritaire, définissez le paramètre `Use priority` sur `On`.

7. Passez à la sous-séquence suivante ou à la `Post Sequence`.

Procédure : Création d'une sous-séquence de vanne

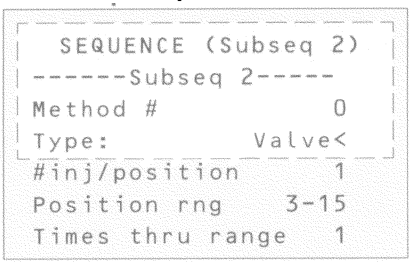
Si votre CPG est équipé d'une vanne d'échantillonnage de gaz et d'une vanne multipositions (facultative), il est possible de créer une sous-séquence de vanne.

1. Appuyez sur [Seq] pour ouvrir le tableau de commandes des séquences.
2. Faites défiler jusqu'à la ligne `Method #` d'une sous-séquence. S'il s'agit de la séquence prioritaire, la ligne est libellée `Priority meth #`.
3. Entrez un numéro de méthode. Utilisez 0 pour la méthode actuellement active, 1 à 5 pour les méthodes stockées, ou Off pour terminer la séquence.

   La méthode active, 0, changera durant la séquence si les sous-séquences utilisent des méthodes stockées. De ce fait, il faut choisir la méthod 0 pour la séquence prioritaire seulement si *toutes* les sous-séquences utilisent la méthode 0.

4. Appuyez sur [Mode/Type] et sélectionnez `Valve`.

Avec vanne multipositions



Sans vanne multipositions

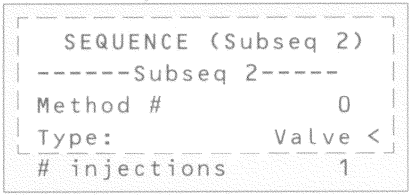


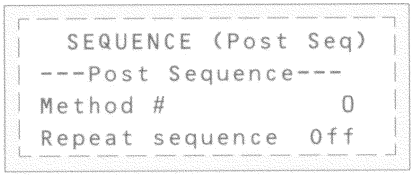
Figure 37 Sous-séquences de vannes

5. Entrez les paramètres de séquence de vanne (les trois premiers n'apparaissent que si une vanne multipositions est configurée):

`#inj/position`	nombre d'injections dans chaque position, (0-99)
`Position rng`	première-dernière positions de vanne, (1-32)
`Times thru range`	nombre de répétitions de la gamme, (1-99)
`# injections`	nombre d'injections pour chaque échantillon

Procédure : Définition des événements Post Sequence

1. Faites défiler jusqu'à la section de titre `Post Sequence`.

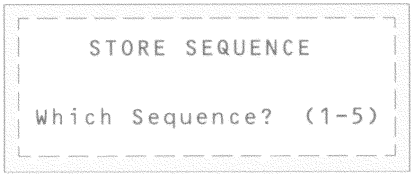


2. `Method #` est la méthode à charger et à exécuter une fois, à la fin d'une séquence. Entrez de 1 à 5 pour les méthodes stockées. S'il n'y a pas de méthode à charger, entrez 0.

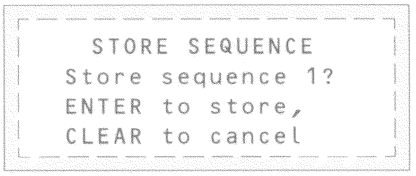
3. `Repeat sequence`—`On` continue à répéter la séquence. Cette fonction est utile pour les séquences de vannes. `Off` arrête la séquence à la fin. Mettez `Repeat sequence` sur `On` ou sur `Off`.

Procédure : Stockage d'une séquence

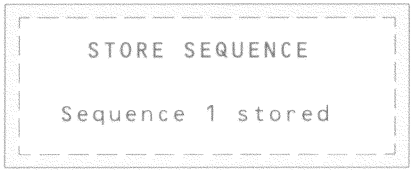
1. Appuyez sur [Store][Seq] pour ouvrir le tableau de commandes des séquences.



2. Entrez un numéro identifiant la séquence.



3. Appuyez sur [Enter] pour stocker la séquence.



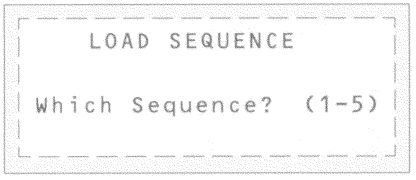
Si le numéro de séquence spécifié existe déjà, vous serez invité à effectuer l'une des deux opérations suivantes:

- remplacer la séquence existante par la nouvelle ;
- annuler le stockage et revenir au tableau d'état STORED SEQUENCES.

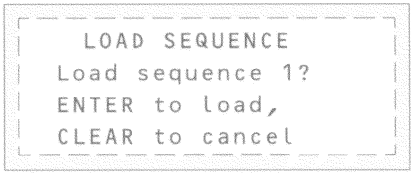
Les séquences peuvent aussi être stockées à partir du tableau d'état des points de consigne STORED SEQUENCES en faisant défiler le curseur jusqu'au numéro de séquence approprié et en appuyant sur la touche [Store].

Procédure : Chargement d'une séquence précédemment stockée

1. Vous pouvez charger les séquences en appuyant sur [Load][Seq].

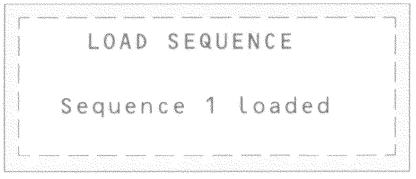


2. Appuyez sur une touche numérique pour sélectionner la séquence à charger.

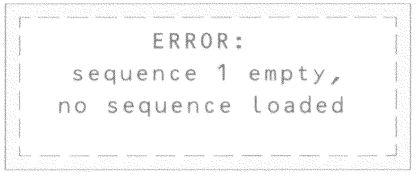


3. Appuyez sur [Enter] pour charger la séquence ou annulez l'opération en appuyant sur [Clear].

4. Si vous appuyez sur [Enter], le chargement est confirmé. C'est maintenant la séquence active.

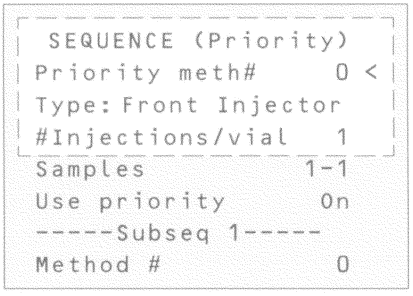


Si le numéro de séquence que vous avez spécifié n'a pas été stocké précédemment, vous en serez informé par un message ERROR: .



Procédure : Modification d'une procédure précédemment stockée

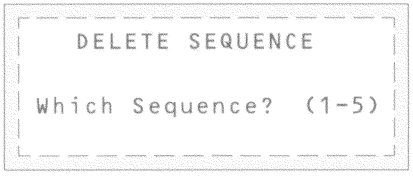
1. Chargez la séquence à modifier.
2. Ouvrez le tableau de commandes des séquences. Faites défiler jusqu'au paramètre dans la sous-séquence ou la Post Sequence que vous voulez modifier.



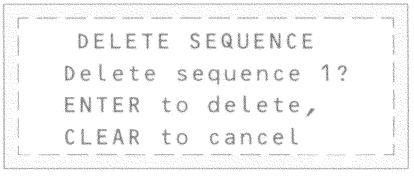
3. Effectuez les modifications.
4. Pour sauvegarder les nouvelles valeurs, stockez la séquence sous son numéro d'origine.

Procédure : Suppression d'une séquence

1. Pour supprimer une séquence, appuyez sur [Delete] [Seq]. La question suivante vous est posée :



2. Appuyez sur la touche numérique correspondant à la séquence à supprimer.

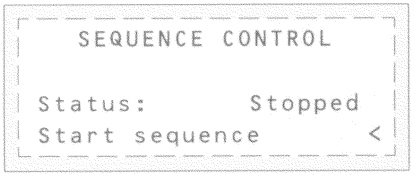


3. Pour supprimer la séquence, appuyez sur [Enter].L'affichage suivant apparaît :



Contrôle des séquences

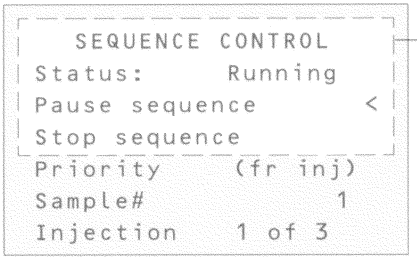
Pour afficher le tableau Sequence Control (Contrôle des séquences), appuyez sur la touche [Seq control]. L'état actuel de la séquence active s'affiche.



Statut de séquence

La séquence peut se trouver dans six modes de statu t:

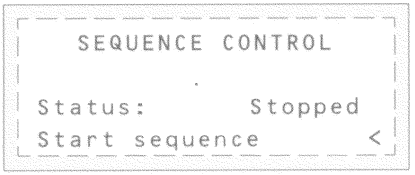
- Start/running (Démarrage/en cours) ;
- Ready wait (Attente de statut Prêt) ;
- Paused/resume (En pause/reprendre) ;
- Stopped (Arrêtée) ;
- Aborted (Interrompue) ;
- No sequence (Pas de séquence).



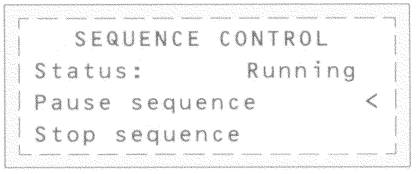
Sequence Control—affiche le statut courant de la séquence, indique la sous-séquence actuellement active, le numéro d'échantillon ou la position de vanne en cours et le numéro d'injection d'analyses multiples en cours d'exécution.

Procédure : Démarrage/exécution d'une séquence

Pour démarrer une séquence, faites défiler jusqu'à la ligne `Start sequence` et appuyez sur [Enter].



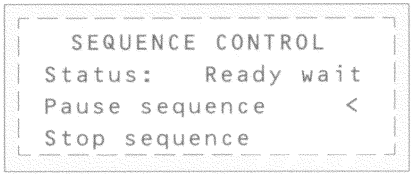
En appuyant sur [Enter], vous changez le statut de la séquence en `Running`.



La séquence continue jusqu'à ce que toutes les sous-séquences soient exécutées ou que l'un des événements décrits à la page 249 se produise.

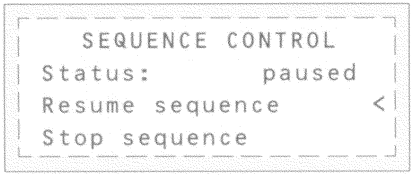
Ready wait (Attente de statut Prêt)

Si une séquence est démarrée et si l'instrument n'est pas prêt (en raison de la température du four, des temps d'équilibrage, etc), la séquence ne démarrera que lorsque tous les points de consigne de l'instrument seront prêts.



Procédure : Pause et relance d'une séquence

1. Une séquence en cours peut être suspendue momentanément en faisant défiler jusqu'à `Pause sequence` et en appuyant sur [Enter]. Le statut de la séquence se transforme en `paused` et vous avez la possibilité de la relancer ou de l'arrêter.



   Une séquence suspendue s'arrêtera quand l'analyse d'échantillon en cours sera terminée.

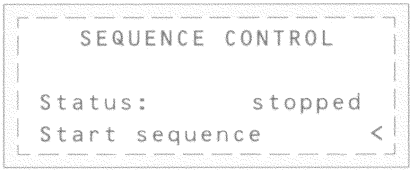
2. Pour continuer la séquence suspendue, faites défiler jusqu'à `Resume sequence` et appuyez sur [Enter].

   Quand une séquence est relancée, elle démarre avec l'échantillon suivant.

Procédure : Arrêt d'une séquence

Pour arrêter une séquence, faites défiler jusqu'à `Stop sequence` et appuyez sur [Enter].

Quand une séquence est arrêtée, elle ne peut être redémarrée qu'à partir du début et le plateau d'échantillons est stoppé immédiatement.

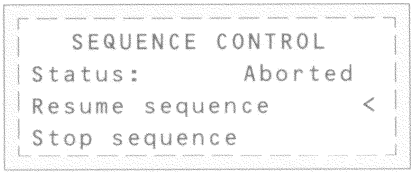


Une séquence s'arrête à la fin de la dernière sous-séquence active, sauf si `Repeat sequence` est sur `On` dans les événements Post Sequence.

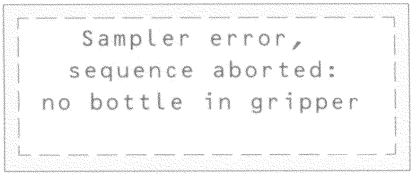
Interruption d'une séquence

Lorsqu'une séquence est interrompue, elle s'arrête immédiatement sans atteindre la fin de l'analyse en cours. Ce qui suit provoque l'interruption d'une séquence :

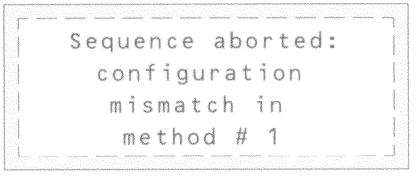
Une analyse est stoppée en appuyant sur la touche [Stop].



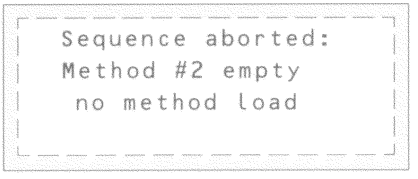
En cas d'erreur d'échantillonneur un message d'erreur est envoyé.



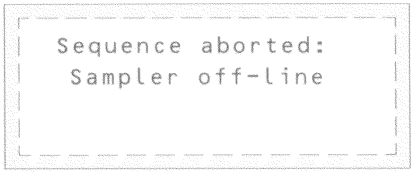
Le CPG détecte une erreur de configuration pendant un chargement de méthode



Une séquence en cours tente de charger une méthode vide.



L'échantillonneur est arrêté (off).



Vous pouvez corriger le problème puis reprendre la séquence. L'analyse d'échantillon interrompue sera répétée.

No sequence (Pas de séquence)

Si la séquence est désactivée (off) ou non définie, le statut indiquera no séquence.



Pour corriger cela, utilisez la touche [Seq] pour définir une séquence ou activez (on) les paramètres de séquence.

Considérations spéciales pour l'utilisation d'un intégrateur

Les définitions des séquences du CPG 6890 et de l'intégrateur 3396 ne sont pas les mêmes. Lorsque des séquences sont utilisées avec la combinaison CPG/ intégrateur, les points suivants doivent être pris en considératio n:

- l'intégrateur n'a qu'une sous-séquence en plus de la séquence prioritaire. Une seule méthode CPG peut être utilisée dans une séquence d'intégrateur ;
- les paramètres de méthode ALS sont préparés en utilisant les touches [Front injector] et [Bac kinjector] sur le clavier du 6890;
- la table des informations d'échantillons est préparée sur l'intégrateur ;
- les paramètres des séquences d'injection peuvent être préparés soit avec la touche [Seq] sur le clavier du 6890 soit dans le dialogue [PREP][SEQ] du 3396. Le fait de définir des paramètres de séquence pour l'un des instruments change la séquence aux deux endroits ;
- la fonction de séquence Start sur le CPG est inactive ;
- une séquence doit être démarrée à partir de l'intégrateur en utilisant [SEQ][START] ;
- les deux touches stop ont des effets différents. La touche [STOP] de l'intégrateur arrête l'analyse en cours et abandonne la séquence. La touche stop du CPG arrête l'analyse en cours mais la séquence continue jusqu'à ce que le CPG soit prêt à nouveau (Ready).

12 Messages

Messages Not Ready (Non prêt)

Temperature zone not ready

Pressure and/or flow not ready

Detector not ready

Valve not ready

Autres messages not ready (non prêt)

Messages Shutdown (Arrêt)

Messages Warning (Avertissement)

Messages Fault (Erreur)

Messages

Le CPG supervise de manière régulière l'état de ses éléments : détecteurs, régulation des gaz, four, cartes PC et autres. En cas d'anomalie, il affiche un message, émet un bip ou allume un voyant et se met en "état de sécurité" si l'utilisateur court un risque.

Outre les informations de ce chapitre, il existe des informations de dépannage et de maintenance propres à chaque unité, dans de nombreux chapitres de ce volume et les sections *Injecteurs* et *Détecteurs*.

Il existe six types de messages :

Not Ready (Non prêt)

Un message Not Ready (Non prêt) apparaît quand l'un des composants du CPG n'est pas prêt à commencer une analyse. Quand le CPG n'est pas prêt, le voyant Not Ready s'allume mais aucun message ne s'affiche. Appuyez sur [STATUS] pour afficher un message explicatif. Les messages Not ready (Non prêt) sont enregistrés dans le journal d'exécution.

Method Mismatches (Paramètres discordants)

Ces messages apparaissent si vous chargez une méthode dont les paramètres ne correspondent pas à la configuration CPG en cours. En cas de discordance entre la méthode et la configuration, il existe deux scénario s:

- si le paramètre discordant est défini au clavier, la méthode écrase le paramètre en cours et un message signale ce remplacement. Par exemple, si le type de gaz configuré diffère de celui de la méthode, ce dernier écrase le type de gaz en cours ;
- si le paramètre discordant dépend du matériel, la méthode est ignorée et les points de consigne en cours demeurent ; le message indique que le paramètre de la méthode est ignoré. Par exemple, si la méthode indique que le détecteur avant est un NPD mais que vous l'avez remplacé par un FID, les informations NPD de la méthode sont ignorées et les paramètres FID en cours conservés.

Avertissement

Un message d'avertissement signale une anomalie qui n'empêche pas l'instrument d'exécuter l'analyse. Le CPG émet un bip et affiche un message d'avertissement. Le CPG peut démarrer l'analyse et l'avertissement disparaît aussitôt, sans être enregistré dans le journal d'exécution.

Shutdown (Arrêt)

Un arrêt se produit en présence d'un problème matériel susceptible de mettre l'utilisateur en danger ou d'endommager l'instrument. Avant l'arrêt, le CPG émet une suite de bips d'avertissement. Après un délai spécifique au composant, le composant en faute s'arrête, le CPG émet un bip et affiche un message d'avertissement. Le CPG est encore en état prêt. Aucune autre information n'apparaît sous la touche [STATUS] et l'erreur n'est pas enregistrée dans le journal d'exécution.

Faults (Erreurs)

De tels messages indiquent des problèmes matériels nécessitant l'intervention de l'utilisateur. Selon le type d'erreur, le CPG n'émet aucun bip ou émet un seul bip. Le voyant Not Ready s'allume parce que le CPG ne peut pas commencer une analyse et un message d'erreur apparaît. Appuyez sur [STATUS] pour plus d'informations. L'erreur est enregistrée dans le journal d'exécution.

Il existe deux erreurs qui arrêtent la totalité du CPG : un problème de régulation des gaz sur un injecteur configuré pour de l'hydrogène et une condition de dépassement de température pour le four du CPG. Dans ces deux cas, le CPG émet des bips jusqu'à ce que vous appuyiez sur [Clear].

Messages 'Bad Mainboard' (Erreur carte mère) et 'Fatal Error' (Erreur fatale)

Ces messages indiquent presque toujours qu'il faut remplacer la carte principale. Ils ne sont pas numérotés et apparaissent généralement à la première mise sous tension de l'instrument. Le Tableau 23 contient la liste de ces messages. A quelques exceptions près, mentionnées dans le tableau, si vous obtenez l'un de ces deux messages, vous devrez contacter votre ingénieur de maintenance Agilent pour remplacer la carte.

Tableau 23 Messages 'Bad Mainboard' et 'Fatal Error'

Fenêtre de message	Commentaires
BAD MAINBOARD	
Main FPGA Failure Static RAM Failure Boot ROM Checksum	Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.
DMA FPGA Failure DRAM Failure	Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.
FATAL ERROR	
Exception Vector Bus Error Address Error Illegal Instruction Divide by Zero No 512Hz Interrupt	Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.

Messages Not Ready (non prêt)

Le Tableau 24 contient la liste des messages Not Ready.

Tableau 24 Messages Not Ready

Message d'état	Evénement consigné dans le journal d'analyse	Commentaires
Messages Temperature zone not ready (Zone température non prête)"		
Oven temp	Not ready: Oven temp ####	Voir page 258.
Front inlet temp	Not ready: F inlet temp ####	
Back inlet temp	Not ready: B inlet temp ####	
Front det temp	Not ready: Front det temp ####	Voir page 259.
Back det temp	Not ready: Back det temp ####	
Aux 1 temp	Not ready: Aux 1 temp ####	
Aux 2 temp	Not ready: Aux 2 temp ####	
Messages Pressure or flow not ready (Pression ou débit non prêt)		
Front inlet pressure	Not ready: F inl pres	
Front inlet flow	Not ready: F inlet flow ##.#	
Back inlet pressure	Not ready:	
Back inlet flow	Not ready: B inlet flow ##.#	Voir page 259.
Front det H2 flow	Not ready: F det H2 flow	
Front det gas 2	Not ready: F det gas 2	
F det makeup gas	Not ready: F det makeup	

Tableau 24, suite

Message d'état	Evénement consigné dans le journal d'analyse	Commentaires
Back det H2 flow	Not ready: F det gas 2	
Back det gas 2	Not ready: F det gas 2	
B det makeup gas	Not ready: B det makeup	
Aux 3 pressure	Not ready:	Voir page 259.
Aux 4 pressure	Not ready:	
Aux 5 pressure	Not ready:	
Messages Detector not ready (Détecteur non prêt)		
Front det waiting	Not ready: Front det on wait	Voir page 260.
Back det waiting	Not ready: Back det on wait	Voir page 260.
Front det igniting	Not ready: Front det ignite	Voir page 260.
Back det igniting	Not ready: Back det ignite	Voir page 260.
Front det adjusting	Not ready: Front det adjust	Voir page 260.
Back det adjusting	Not ready: Back det adjust	Voir page 260.
Front det equib time	Not ready: Front det equib	Voir page 261.
Back det equib time	Not ready: Back det equib time	Voir page 261.
Front det shutdown	Not ready: Front det shutdown	Voir page 261.
Back det shutdown	Not ready: Back det shutdown	Voir page 261.
F NPDBead slewing	Not ready: Front NPD slewing	Voir page 261.
F NPDBead slewing	Not ready: Back NPD slewing	Voir page 261.

Tableau 24, suite

Message d'état	Evénement consigné dans le journal d'analyse	Commentaires
Messages Inlet not ready (Injecteur non prêt)		
Gas saver	Not ready: Gas saver active	L'injecteur est en mode économiseur de gaz. Appuyez sur [Prep Run].
Front inlet purging	Not ready: F inlet purge	L'injecteur avec division est en train d'être purgé. Appuyez sur [Prep Run]. Voir page 263.
Back inlet purging	Not ready: B inlet purge	L'injecteur avec division est en train d'être purgé. Appuyez sur [Prep Run]. Voir page 263.
F inl pulse inactive	Not ready: F inlet pres pulse	Appuyez sur [Prep Run].
B inl pulse inactive	Not ready: B inlet pres pulse	Appuyez sur [Prep Run].
F inl VI flow idle	Not ready: F inlet VI flow	Appuyez sur [Prep Run].
B inl VI flow idle	Not ready: B inlet VI flow	Appuyez sur [Prep Run].
Need F inl Solv vent	Not ready: F inlet Solv. division	Appuyez sur [Prep Run].
Need B inl Solv vent	Not ready: B inlet Solv. division	Appuyez sur [Prep Run].
Messages Valve not ready (Vanne non prête)		
24V pneu valve drive	Not ready: 24V pneu valve drive	Voir page 262.
Multiposition valve	Not ready: Multiposition valve	Voir page 262.
Gas sampling valve 1	Not ready: Gas sampling valve 1	Voir page 262.
Gas sampling valve 2	Not ready: Gas sampling valve 2	Voir page 262.

Message d'état	Evénement consigné dans le journal d'analyse	Commentaires
Autres messages not ready (non prêt)		
Diagnostics mode	Not ready: Diagnostics active	Voir page 263.
Test in progress	Not ready: Test in progress	Un diagnostic est en cours. Attendez qu'il soit terminé.
Front inj door open	Not ready: Front inj door open	
Back inj door open	Not ready: Back inj door open	
Host system	Not ready: Host system	Voir page 263.
External device		Un équipement relié au connecteur de commande à distance est non prêt.
Power on in progress	Power-on restart: Blank run	Voir page 264.

Temperature zone not ready

Oven temp (température du four)

Le CPG n'est pas prêt à commencer une analyse tant que la température du four ne se situe pas à ± 1 degré du point de consigne pour le temps d'équilibrage. Le CPG n'est pas prêt si le four n'est pas sous tension.

Si le four ne peut pas atteindre le point de consigne, le CPG reste non prêt indéfiniment sauf si la température du four est hors de la gamme du four, ce qui provoque un arrêt.

Other heated zones (autres zones chauffées)

Le CPG comporte un certain nombre de zones chauffées en plus du four. Ce sont les injecteurs, les détecteurs et les zones auxiliaires ou “aux”. Le CPG n’est pas prêt à démarrer une analyse tant que toutes les zones ne sont pas à ± 1°C du point de consigne *et* ont maintenu la température du point de consigne pendant 30 secondes. Une zone désactivée est considérée prête.

Si une zone de température ne peut pas atteindre le point de consigne, le CPG reste non prêt indéfiniment. Il ne s’arrête que si une température est hors limites pour la zone.

Pressure and/or flow not ready

Le CPG ne démarrera une analyse que lorsque toutes les zones pressurisées auront atteint leurs points de consigne et les auront maintenus pendant 6 secondes. La gamme de pression acceptable pour une zone se situe entre 0,05 et 0,5 psi, selon son type de capteur.

De même, le CPG n’est prêt à commencer une analyse qu’au moment où les débits se situent dans 1 mL/min du point de consigne et restent dans ces limites pendant 6 secondes. Les zones de pression désactivées sont considérées prêtes.

Si la zone ne devient pas prête dans un délai spécifié, le CPG s’arrête. Pour plus d’informations, voir les messages Shutdown.

Si une pression ou un débit ne peut atteindre l'état prêt, vérifiez que l'alimentation en gaz est ouverte et qu'il reste assez de gaz.

Detector not ready

Front det waiting
Back det waiting

Pour empêcher la condensation, les températures du FID et du NPD doivent être d'au moins 150 °C avant de pouvoir s'allumer. Le FPD doit atteindre 120 °C ou plus avant d'être allumé. Le TCD doit être à 100 °C ou plus avant que le courant du filament ne soit activé. Si les températures sont inférieures au minimum, le CPG n'est pas prêt.

Si un détecteur ne peut pas atteindre sa température minimale, le CPG reste non prêt indéfiniment.

- Vérifiez que le point de consigne de température du détecteur est suffisamment haut pour le fonctionnement. S'il est trop bas, élevez-le.
- Si le point de consigne de température est suffisamment haut mais si le détecteur ne peut pas l'atteindre, le chauffage est peut-être défaillant ou le capteur ou la carte principale peut être défectueux(se). Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.

Front det igniting
Back det igniting

Le CPG n'est pas prêt pendant la séquence d'allumage de la flamme du FID ou du FPD. Les messages disparaissent si le détecteur est mis hors tension.

Si le FID ou le FPD ne peut pas s'allumer, le détecteur risque de s'arrêter. Voir la section "Le détecteur à ionisation de flamme" ou "Détecteur à photométrie de flamme".

Front det adjusting
Back det adjusting

Le CPG n'est pas prêt parce que le NPD ou le µ-ECD est en train d'ajuster sa ligne de base pour atteindre le point de consigne de décalage (FID) ou de sortie (µ-ECD). L'ajustement µ-ECD s'effectue généralement en 30 secondes. Celui du NPD peut demander une heure.

Le NPD risque de ne pas pouvoir atteindre le point de consigne en présence d'une contamination dans le système (par exemple, si le gaz n'est pas suffisamment pur ou si l'élément actif (bead) est humide) ou si l'élément actif est usé. S'il ne peut pas atteindre le point de consigne, vous ne recevrez pas un message d'erreur ; simplement, le CPG ne passera pas à l'état prêt.

L'arrêt du détecteur efface le message.

Front det equib time
Back det equib time

Le NPD a fini d'ajuster le décalage et attend que la valeur reste au point de consigne pendant le temps de stabilisation.

Le NPD risque de ne pas pouvoir se stabiliser si le système est contaminé ou si l'élément actif est usé. De plus, des variations de température de la pièce peuvent empêcher la stabilisation. Le CPG devient prêt si le détecteur est arrêté.

Vous pouvez changer le temps de stabilisation à partir du menu de contrôle du détecteur.

Front det shutdown
Back det shutdown

Le FID, FPD, NPD ou TCD s'arrête en cas de panne de la régulation des gaz ou, pour le TCD, de panne d'un filament.

Le CPG reste non prêt jusqu'à ce que le détecteur défaillant soit mis hors tension. La mise hors tension du FID ou du FPD coupe l'allumage, le débit d'hydrogène et le débit d'air. La mise hors tension du NPD arrête la tension de l'élément actif, le débit d'hydrogène et le débit d'air. La mise hors tension du TCD arrête la tension du filament et le débit de référence.

Message F NPD bead slewing
B NPD bead slewing

La tension de l'élément actif du NPD évolue vers un nouveau point de consigne.

Valve not ready

24V pneu valve drive

Cet état Non prêt signifie que l'alimentation + 24 V délivrée aux vannes de régulation des gaz est en réalité inférieure à + 16,5 V. Toutes les vannes sont désactivées pour empêcher un fonctionnement incorrect. Quand la tension complète est restaurée, le CPG passe à l'état prêt.

Cet état Non prêt peut indiquer un problème matériel.

Gas sampling valve 1
Gas sampling valve 2

Le CPG n'est pas prêt parce que le temps d'injection ou le temps de chargement ne s'est pas écoulé. Il passe à l'état prêt quand le temps de chargement ou d'injection spécifié est passé.

Multiposition valve

Le CPG est en état non prêt à cause de la vanne multipositions, pour l'une des raisons suivantes:

- la vanne n'est pas à la position du point de consigne. Le CPG reste non prêt jusqu'à ce que la vanne atteigne le point de consigne ;
- le câble DCB est manquant ou non branché. En l'absence du câble, la vanne ne passera jamais à l'état prêt ;
- le point de consigne DCB est incorrect pour la polarité de sortie DCB de la vanne. Probablement, la vanne s'arrêtera avec des erreurs de fermeture Illegal Position ou Not Switching ;
- si la vanne est bouchée ou si l'échantillon est visqueux, le temps de commutation peut être trop court pour que la vanne commute. Augmentez le temps de commutation.

Autres messages not ready (non prêt)

Diagnostics mode

Le CPG n’est pas prêt quand il est en mode diagnostics. L'instrument est en mode diagnostics chaque fois qu'une table de commande de Diagnostics a été appelée en actionnant la touche [Options].

Quittez la section Diagnostics du clavier pour que le CPG passe à l'état prêt.

External device

Un instrument qui fait partie du bus start/stop n’est pas prêt. Par exemple, l’échantillonneur automatique de liquide n’est pas prêt à commencer l’injection. Le CPG passe à l'état prêt quand les autres instruments sur le bus sont prêts.

Host system

Le CPG n’est pas prêt si l’intégrateur, la ChemStation Agilent, ou un autre contrôleur n’est pas prêt à commencer une analyse. Il passe à l'état prêt en même temps que l’hôte.

Front inlet purging
Back inlet purging

Ne s’applique que si vous avez un injecteur avec/sans division. Le message apparaît si vous essayez de démarrer une analyse pendant que la vanne de purge de l’injecteur est encore en mode division.

L’injecteur reste non prêt et la purge continue jusqu’à ce vous appuyiez sur la touche [Prep Run]. Cette manoeuvre ferme la vanne (elle désactive également le mode économiseur de gaz et augmente la pression pour un à-coup de pression, si sélectionnée).

Power on in progress

Ce message apparaît quand :

- l’alimentation est rétablie après une coupure survenue durant une analyse ou pendant que le four était sous tension et que le CPG n’était pas en train d'effectuer une analyse ;
- l’alimentation est rétablie après qu’un utilisateur l’a arrêtée pendant que le four était sous tension.

Le CPG chauffe toutes les autres zones thermiques puis chauffe le four. Quand la température du four atteint le point de consigne pour le temps d’équilibrage, le CPG devient prêt.

Si la panne de courant s’est produite pendant une analyse, aussitôt l’alimentation rétablie, le CPG chauffe toutes les zones thermiques ainsi que le four puis effectue une analyse à blanc. Après quoi, le CPG passe à l'état prêt.

Messages Shutdown (Arrêt)

Lorsque le CPG rencontre une condition Shutdown, un message s'affiche avec un numéro et une brève explication. Ce chapitre fournit des informations plus approfondies sur les raisons de l'arrêt du CPG ou d'un de ses composants.

Tableau 25 Messages Shutdown

Numéro	Fenêtre de message	Commentaires
1	Oven shut off	Voir page 266.
2	Oven cryo shutdown	Voir page 266.
3	Front inlet pressure shutdown	Voir page 267.
4	Front inlet flow shutdown	Voir page 267.
5	Back inlet pressure shutdown	Voir page 267.
6	Back inlet flow shutdown	Voir page 267.
7	Front detector fuel gas shutdown	Voir page 267.
8	Front detector air/ref shutdown	Voir page 267.
9	Front detector makeup shutdown	Voir page 268.
10	Back detector fuel gas shutdown	Voir page 268.
11	Back detector air/ref shutdown	Voir page 268.
12	Back detector makeup shutdown	Voir page 268.
13	Pres aux 3 shutdown	Voir page 268.
14	Pres aux 4 shutdown	Voir page 268.
15	Pres aux 5 shutdown	Voir page 268.
16	Multiposition valve is not switching	Voir page 269.
17	Can't reach setpoint of multipos valve	Voir page 269.
18	Front inlet cryo shutdown	Voir page 269.
19	Back inlet cryo shutdown	Voir page 269.
20	Aux 1 cryo shutdown	Voir page 270.
21	Aux 2 cryo shutdown	Voir page 270.
22	Front inlet heating too slowly: temperature shut off	Voir page 271.
23	Back inlet heating too slowly: temperature shut off	Voir page 271.

Shutdown 1—Oven shut off

La puissance nécessaire pour garder le four au point de consigne dépasse la puissance attendue pour cette température. Le CPG devient non prêt. Les volets du four s'ouvrent à moitié (s'ils fonctionnent correctement). Mettez le CPG hors tension puis sous tension ou changez la température du four pour rétablir le fonctionnement. Causes possibles :

- volet du four défectueux. Vérifiez le volet du four à l'arrière du CPG. Il doit être ouvert pendant le refroidissement (pour des températures comprises entre 50 et 250 °C) ou complètement fermé pour atteindre les points de consigne de température. Si le volet est coincé en position complètement ou partiellement ouverte, il ne fonctionne pas correctement. Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent ;
- recherchez des fuites thermiques dans le four (par exemple, isolation manquante autour d'un emplacement d'injecteur ou de détecteur, ou fuite dans la porte) ;
- recherchez une charge excessive dans le four (par exemple, une très grande colonne remplie) ;
- le chauffage ou le système électronique de chauffage du four ne fonctionne pas correctement. Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.

Shutdown 2—Oven cryo shutdown

Le four du CPG s'est arrêté. Les fermetures cryogéniques conservent du réfrigérant liquide lorsque le CPG ne peut pas démarrer une analyse. Une fermeture cryo ne signifie pas que le système de refroidissement cryogénique fonctionne mal. Il peut s'agir de l'une des causes suivantes :

- un "cryo timeout" s'est produit. C'est le cas si le four du CPG a atteint son point de consigne de température mais si la durée que vous avez spécifiée pour le point de consigne cryo timeout s'est écoulée sans qu'une analyse ne commence.

  Mettez le four hors tension et sous tension ou changez le point de consigne pour rétablir le fonctionnement normal. Ensuite désactivez l'option de timeout (dépassement de temps) pour empêcher une autre fermeture ou allongez la période de timeout ;

- un "cryo fault" (erreur cryogénique) s'est produit. Le refroidissement cryogénique a été actif pendant plus de 16 minutes mais le four n'a pas atteint son point de consigne de température.

Vérifiez le niveau du liquide cryogénique et remplacez l'alimentation si elle est trop basse pour un bon refroidissement. La vanne cryogénique est peut-être coincée en position ouverte ou fermée. Si votre alimentation liquide est adéquate, la vanne est peut-être cassée ou son entraînement électronique fonctionne mal (cause moins probable). Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.

Shutdown 3—Front inlet pressure shutdown

L'injecteur avant n'est pas parvenu à atteindre son point de consigne dans le temps alloué. Le temps varie selon le type d'injecteur : 2 minutes pour des injecteurs à colonnes remplies avec purge et à froid en tête de colonne et 5,5 minutes pour l'injecteur avec/sans division. Le CPG n'est prêt que lorsque le problème est corrigé et que l'injecteur atteint le point de consigne.

Shutdown 4—Front inlet flow shutdown

L'injecteur avant n'est pas parvenu à atteindre son point de consigne de débit dans le temps alloué. En mode contrôle de débit, l'injecteur a 2 minutes pour atteindre le point de consigne avant fermeture. Le CPG n'est prêt que lorsque le problème est corrigé et que l'injecteur atteint le point de consigne.

Shutdown 5—Back inlet pressure shutdown

L'injecteur ne peut pas atteindre ou maintenir le point de consigne de pression. Voir Shutdown 3.

Shutdown 6—Back inlet flow shutdown

L'injecteur arrière ne peut pas atteindre ou maintenir le point de consigne de débit. Voir Shutdown 4.

Shutdown 7—Front detector fuel gas shutdown

Le gaz combustible du détecteur avant ne peut pas atteindre ou maintenir le point de consigne de pression dans les deux minutes allouées. Le CPG n'est prêt que lorsque le problème est corrigé et que l'injecteur atteint le point de consigne.

Shutdown 8—Front detector air/ref shutdown

L'air ou le gaz de référence du détecteur avant ne peut pas atteindre ou maintenir le point de consigne de pression. Tous les gaz du détecteur sont coupés et le CPG n'est pas prêt. Voir Shutdown 7.

Shutdown 9—Front detector makeup shutdown

L'air ou le gaz d'appoint du détecteur avant ne peut pas atteindre ou maintenir le point de consigne de pression. Tous les gaz du détecteur sont coupés et le CPG n'est pas prêt. Voir Shutdown 7.

Shutdown 10—Back detector fuel gas shutdown

Le gaz combustible du détecteur arrière ne peut pas atteindre ou maintenir le point de consigne de pression. Tous les gaz du détecteur sont coupés et le CPG n'est pas prêt. Voir Shutdown 7.

Shutdown 11—Back detector air/ref shutdown

L'air ou le gaz de référence du détecteur arrière ne peut pas atteindre ou maintenir le point de consigne de pression. Tous les gaz du détecteur sont coupés et le CPG n'est pas prêt. Voir Shutdow 7.

Shutdown 12—Back detector makeup shutdown

Le gaz d'appoint du détecteur arrière ne peut pas atteindre ou maintenir le point de consigne de pression. Tous les gaz du détecteur sont coupés et le CPG n'est pas prêt. Voir Shutdown 7.

Shutdown 13—Pres aux 3 shutdown

Le module aux 3 de régulation des gaz ne peut pas maintenir le point de consigne de pression. Tous les gaz du détecteur sont coupés et le CPG n'est pas prêt. Voir Shutdown 3.

Shutdown 14—Pres aux 4 shutdown

Le module aux 4 ne peut pas maintenir le point de consigne de pression. Voir Shutdown 3.

Shutdown 15—Pres aux 5 shutdown

Le module aux 5 ne peut pas maintenir le point de consigne de pression. Voir Shutdown 3.

Shutdown 16—Multiposition valve is not switching

La vanne multipositions a essayé de commuter deux fois sans succès. La vanne se ferme et signale qu'elle n'est pas prête (pas au point de consigne). Supprimez la fermeture en entrant un nouveau point de consigne. Causes possibles :

- la vanne n'est pas connectée à la commande de vanne correcte ou pas connectée du tout. Connectez correctement ;
- la vanne est coincée ;
- le temps de commutation est trop court pour la vitesse de la vanne. La vanne pourrait commuter plus lentement qu'habituellement parce qu'elle coince légèrement ou que l'échantillon est visqueux. Augmentez le temps de commutation.

Shutdown 17—Can't reach setpoint of multipos valve

La vanne commute en position incorrecte ou est incapable de commuter sur la position du point de consigne. La vanne se fermera. Supprimez la fermeture en entrant un nouveau point de consigne. Causes possible s:

- la position de la vanne est incorrecte. La vanne ne peut pas atteindre le point de consigne entré. Par exemple, la position dix a été entrée pour une vanne à huit ports. Entrez un point de consigne de position de vanne correct ;
- le point de consigne Invert BCD est incorrect. Avec la plupart des vannes, l'inversion doit être active. Si le point de consigne DCB est déjà sur On et si une fermeture se produit, mettez-le sur Off.

Shutdown 18—Front inlet cryo shutdown
Shutdown 19—Back inlet cryo shutdown

L'injecteur s'arrête. Une fermeture cryogénique conserve du réfrigérant liquide lorsque le CPG ne peut pas démarrer une analyse. Une fermeture cryo ne signifie pas que le système de refroidissement cryogénique fonctionne mal. Il peut s'agir de l'une des causes suivantes:

- un "cryo timeout" s'est produit. C'est le cas si l'injecteur du CPG a atteint son point de consigne de température mais si la durée que vous avez spécifiée pour le point de consigne cryo timeout s'est écoulé sans qu'une analyse commence.

Mettez l'injecteur hors tension puis de nouveau sous tension ou changez le point de consigne pour rétablir le fonctionnement normal. Ensuite désactivez l'option de timeout (dépassement de temps) pour empêcher une autre fermeture ou allongez la période de timeout ;

- un "cryo fault" (erreur cryogénique) s'est produit. Le refroidissement cryogénique a été actif pendant plus de 1 6minutes mais l'injecteur n'a pas atteint son point de consigne de température.
  Vérifiez le niveau du liquide cryogénique et remplacez l'alimentation si elle est trop basse pour un bon refroidissement. La vanne cryogénique est peut-être coincée en position ouverte ou fermée. Si votre alimentation liquide est adéquate, la vanne est peut-être cassée ou son entraînement électronique fonctionne mal (cause moins probable). Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.

Shutdown 20—Aux 1 cryo shutdown
Shutdown 21—Aux 2 cryo shutdown

Le refroidissement cryogénique de la zone auxiliaire s'est arrêté. Une fermeture cryogénique conserve du réfrigérant liquide lorsque le CPG ne peut pas démarrer une analyse. Une fermeture cryo ne signifie pas que le système de refroidissement cryogénique fonctionne mal. Il peut s'agir de l'une des causes suivantes :

- un "cryo timeout" s'est produit. C'est le cas si la zone Aux du CPG a atteint son point de consigne de température mais si la durée que vous avez spécifiée pour le point de consigne cryo timeout s'est écoulé sans qu'une analyse ne commence.
  Mettez la zone hors tension puis de nouveau sous tension ou changez le point de consigne pour rétablir le fonctionnement normal. Ensuite désactivez l'option de timeout (dépassement de temps) pour empêcher une autre fermeture ou allongez la période de timeout ;
- un "cryo fault" (erreur cryogénique) s'est produit. Le refroidissement cryogénique a été actif pendant plus de 1 6minutes mais la zone n'a pas atteint son point de consigne de température.

Vérifiez le niveau du liquide cryogénique et remplacez l'alimentation si elle est trop basse pour un bon refroidissement. La vanne cryogénique est peut-être coincée en position ouverte ou fermée. Si votre alimentation liquide est adéquate, la vanne est peut-être cassée ou son entraînement électronique fonctionne mal (cause moins probable). Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.

Shutdown 22—Front inlet heating too slowly: temperature shut off

Shutdown 23—Back inlet heating too slowly: temperature shut off

Le chauffage de l'injecteur fonctionne à plein régime depuis longtemps mais la température de l'injecteur n'a pas atteint le point de consigne. Soit le capteur de température de la zone n'a pas fonctionné, soit le chauffage de la zone est défectueux.

Messages Warning (avertissement)

Le Tableau 26 donne la liste des messages Warning pour le CPG. La plupart nécessitent une intervention de Agilent. Ceux que les utilisateurs peuvent corriger sont indiqués ainsi que les procédures correspondantes.

Tableau 26 Messages Warning

Avertissement n°	Message d'état	Fenêtre de message	Evénement consigné dans le journal d'analyse	Commentaires
100	Oven sensor missing	Oven sensor missing		
101	Invalid heater power	Invalid heater power for front detector, inlet, and aux 1		Si vous utilisez un MSD, assurez-vous que la zone Aux est configurée pour une ligne de transfert.
102	Invalid heater power	Invalid heater power for front detector, inlet, and aux 2		
103	Sig 1 buffer full	Sig 1 buffer full	Possible data loss: Sig 1 buffer full	Voir page 276.
104	Sig 2 buffer full	Sig 2 buffer full	Possible data loss: Sig 2 buffer full	Voir page 276.
105	Analog out data loss	Analog out data loss	Possible data loss: Analog out data loss	Contactez l'assistance Agilent.
106	Signal data loss	Non-recoverable data loss. Data corrupt.	Possible data loss: Signal data loss	Contactez l'assistance Agilent.
107	F det config changed	Front det: config changed, method defaulted		Adaptez la méthode à votre matériel.
108	B det config changed	Back det: config changed, method defaulted		Adaptez la méthode à votre matériel.
109	F inl config changed	Front inlet: config changed, method defaulted		Adaptez la méthode à votre matériel.
110	B inl config changed	Back inlet: config changed, method defaulted		Adaptez la méthode à votre matériel.
111	Col 1 config changed	Column 1: config changed, method defaulted		Adaptez la méthode à votre matériel.

Tableau 26, suite

Avertissement n°	Message d'état	Fenêtre de message	Evénement consigné dans le journal d'analyse	Commentaires
112	Col 2 config changed	Column 2: config changed, method defaulted		Adaptez la méthode à votre matériel.
113	Aux 3 method changed	Aux 3 config changed Method defaulted		Adaptez la méthode à votre matériel.
114	Aux 4 method changed	Aux 4 config changed Method defaulted		Adaptez la méthode à votre matériel.
115	Aux 5 method changed	Aux 5 config changed Method defaulted		Adaptez la méthode à votre matériel.
116			Log overflow	Le journal d'analyse a une capacité de 50 événements.
117	F inl calib deleted	F inl calib deleted		L'injecteur revient à son étalonnage par défaut.
118	B inl calib deleted	B inl calib deleted		
119	F det calib deleted	F det calib deleted		Le détecteur revient à son étalonnage par défaut.
120	B det calib deleted	B det calib deleted		
121	P aux calib deleted	P aux calib deleted		Le module revient à son étalonnage par défaut.
122	Comm data overrun	Host communications: data overrun	Possible data loss: Comm data overrun	Contactez l'assistance Agilent.
123	Comm data error	Host communications: data error	Possible data loss: Comm data error	Contactez l'assistance Agilent.
124	Comm abnormal break	Host communications: abnormal break	Possible data loss: Comm abnormal break	Vérifiez la connexion.
125	Sampler data overrun	Sampler communications: data overrun	Possible data loss: Sampler data overrun	Vérifiez les paramètres du passeur d'échantillons. Contactez l'assistance Agilent.

Avertissement n°	Message d'état	Fenêtre de message	Evénement consigné dans le journal d'analyse	Commentaires
126	Sampler data error	Sampler communications: data error	Possible data loss: Sampler data error	Vérifiez les paramètres du passeur d'échantillons. Contactez l'assistance Agilent.
127	Sampler abnormal com	Sampler communications: abnormal break	Possible data loss: Sampler abnormal com	Vérifiez la connexion.
128	F inl flow cal fail	Front inlet flow sensor auto zero calib failed.		Contactez l'assistance Agilent.
129	B inl flow cal fail	Back inlet flow sensor auto zero calib failed.		Contactez l'assistance Agilent.
130	Aux 1 cryo disabled	Aux 1 & front inlet on same cryo valve drive: aux1 disabled		Reconfigurez le refroidissement cryogénique de l'injecteur ou de la zone Aux.
131	Aux 2 cryo disabled	Aux 2 & back inlet on same cryo valve drive: aux2 disabled		Reconfigurez le refroidissement cryogénique de l'injecteur ou de la zone Aux.
132		Chgd Col 1 Init time to ###.## ; avoids Sampling End problem		Pour l'interface pour composés volatils, un point de consigne ne concorde pas avec le paramètre Sampling End Time. Vérifiez votre méthode. Pour des informations complémentaires, voir "Interface pour composés volatils"
133		Chgd Col 2 Init time to ###.## ; avoids Sampling End problem		

Tableau 26, suite

Avertissement n°	Message d'état	Fenêtre de message	Evénement consigné dans le journal d'analyse	Commentaires
138	F inj/inlet mismatch	Front injector incompatible with front inlet		
138	F inj/inlet mismatch	Front injector incompatible with front inlet		
140		Chgd Fl Saver time to ###.## ; avoids Sampling End problem		Pour l'interface pour composés volatils, un point de consigne ne concorde pas avec le paramètre Sampling End Time. Vérifiez votre méthode. Pour des informations complémentaires, voir "Interface pour composés volatils".
141		Chgd Bl Saver time to ###.## ; avoids Sampling End problem		
142		Chgd Fl Purge time to ###.## ; avoids Sampling End problem		
142		Chgd Bl Purge time to ###.## ; avoids Sampling End problem		

Warning 103–Sig 1 buffer full
Warning 104–Sig 1 buffer full

Habituellement, cette erreur se produit lorsque votre système d'acquisition de données (par exemple, un PC exécutant le logiciel Agilent Cerity ou ChemStation) se déconnecte tandis que le CPG est en train de collecter des données.

Causes possibles et solutions :

- il y a un problème au niveau du PC, du câblage du PC ou du réseau local qui relie le CPG au PC. Vérifiez le PC, le câblage et le réseau ;
- le PC a été éteint sans que la session analytique Cerity ou ChemStation Agilent n'ait été clôturée. Le CPG acquiert et enregistre des données en temps réel jusqu'à ce que le tampon déborde et qu'un avertissement apparaisse. La fois suivante, clôturez la session analytique avant d'éteindre le PC afin que le CPG arrête d'acquérir des données ;
- le PC est en mode économie d'énergie. Lorsque le PC passe en mode économie d'énergie, son processeur ralentit et ne peut pas acquérir les données assez rapidement pour assurer les communications normales, ce qui, à terme, entraîne l'apparition d'un avertissement. Si le PC reste en mode économie d'énergie toute une nuit, par exemple, le CPG présentera une condition d'erreur mais le logiciel Cerity ou ChemStation Agilent sera à l'état prêt. Fermez et ouvrez à nouveau la session analytique et désactivez la fonction d'économie d'énergie du PC ;
- un problème logiciel au niveau du PC empêche l'acquisition des données ;
- il y a un problème matériel au niveau du CPG. Si le problème persiste, contactez Agilent.

Messages Fault (Erreur)

Le Tableau 27 donne la liste des messages Fault pour le CPG. La plupart nécessitent une intervention de Agilent. Ceux que les utilisateurs peuvent corriger sont indiqués ainsi que les procédures correspondantes.

Tableau 27 Messages Fault

Erreur n°	Message d'état	Fenêtre de message	Evénement consigné dans le journal d'analyse	Commentaires
200	Pneu board FPGA	Pneumatics shutdown: faulty pneumatics board	Not ready: Pneu board FPGA	
201	Pneumatics board	Pneumatics shutdown: faulty pneumatics board	Not ready: Pneumatics board	
202	Hydrogen shutdown	Hydrogen safety shutdown	Not ready: Hydrogen shutdown	Voir page 283.
203	Signal DSP faulty	Signal DSP faulty	Not ready: Signal DSP faulty	
204	Sig DSP ROM broken	Sig DSP ROM broke	Not ready: Sig DSP ROM broken	
205	Sig DSP RAM broken	Sig DSP RAM broken	Not ready: Sig DSP RAM broken	
206	Sig DSP registers	Sig DSP registers	Not ready: Sig DSP registers	
207	Sig DSP data corrupt	Sig DSP data corrupt	Not ready: Sig DSP data corrupt	
208	0-1 mV out # 1	Signal path test failed	Not ready: 0-1 mV out # 1	
209	0-1 mV out # 2	Signal path test failed	Not ready: 0-1 mV out # 2	
210	Analog out # 1	Signal path test failed	Not ready: Analog out # 1	

Tableau 27, suite

Erreur nº	Message d'état	Fenêtre de message	Journal d'analyse	Commentaires
211	Analog out # 2	Signal path test failed	Not ready: Analog out # 2	
212	F det electrometer	Front detector electrometer out of specification	Not ready: F det electrometer	
213	B det electrometer	Back detector electrometer out of specification	Not ready: B det electrometer	
214	Front det flame out	Front detector flame out	Not ready: Front det flame out	Voir page 284.
215	Back det flame out	Back detector flame out	Not ready: Back det flame out	Voir page 284.
216	F TCD filament open	Front TCD filament open	Not ready: F TCD filament open	Voir page 284.
217	B TCD filament open	Back TCD filament open	Not ready: B TCD filament open	Voir page 284.
218	F TCD filament short	Front TCD filament shorted	Not ready: F TCD filament short	Voir page 285.
219	B TCD filament short	Back TCD filament shorted	Not ready: B TCD filament short	Voir page 285.
220	Heater overcurrent	Heater overcurrent. Thermal shutdown.		
221	Thermal shutdown		Not ready:	Voir page 285.
222	Oven temp too hot	Oven thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Voir page 285.
223	Oven temp too cool	Oven thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Voir page 285.
224	Oven temp sensor	Oven thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Voir page 285.
225	F det temp too hot	Front detector thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Voir page 285.

Tableau 27, suite

Erreur nº	Message d'état	Fenêtre de message	Journal d'analyse	Commentaires
226	F det temp sensor	Front detector thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Voir page 285.
227	B det temp too hot	Back detector thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Voir page 285.
228	B det temp sensor	Back detector thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Voir page 285.
229	F inl temp too hot	Front inlet thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Voir page 285.
230	F inl temp sensor	Front inlet thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Voir page 285.
231	B inl temp too hot	Back inlet thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Voir page 285.
232	B inl temp sensor	Back inlet thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Voir page 285.
233	Aux I temp too hot	Aux 1 thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Voir page 285.
234	Aux I temp sensor	Aux 1 thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Voir page 285.
235	Aux 2 temp too hot	Aux 2 thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Voir page 285.
236	Aux 2 temp sensor	Aux 2 thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	Voir page 285.
237	No line interrupt	No line interrupt thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	
238	Line interrupt	Faulty line interrupt thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	
239	No mux ADC response	Mux ADC thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	
240	Mux ADC offset value	Mux ADC thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	

Tableau 27, suite

Erreur n°	Message d'état	Fenêtre de message	Journal d'analyse	Commentaires
241	Invalid line sense	Line sense reading thermal shutdown	Not ready: Thermal shutdown	
242	Aux 3 faulty fact cal	Pneu aux module invalid constants from factory calibration	Not ready: Aux 3 faulty fact cal	
243	Aux 4 faulty fact cal	Pneu aux module invalid constants from factory calibration	Not ready: Aux 4 faulty fact cal	
244	Aux 5 faulty fact cal	Pneu aux module invalid constants from factory calibration	Not ready: Aux 5 faulty fact cal	
245	F det module rev	Front det module: obsolete EEPROM	Not ready: F det module rev	
246	B det module rev	Back det module: obsolete EEPROM	Not ready: B det module rev	
247	F inlet module rev	Front inlet module: obsolete EEPROM	Not ready: F inlet module rev	
248	B inlet module rev	Back inlet module: obsolete EEPROM	Not ready: B inlet module rev	
249	Aux module rev	Pres aux module: obsolete EEPROM	Not ready: Aux module rev	
250	F det wrong module	Front det: non-det module	Not ready: F det wrong module	
251	B det wrong module	Back det: non-det module	Not ready: B det wrong module	
252	F inlet wrong module	Front inlet: non-inletmodule	Not ready: F inlet wrong module	
253	B inlet wrong module	Back inlet: non-inletmodule	Not ready: B inlet wrong module	
254	Aux wrong module	Non-aux module in pneu aux position	Not ready: Aux wrong module	

Tableau 27, suite

Erreur nº	Message d'état	Fenêtre de message	Journal d'analyse	Commentaires
255	F det invalid type	Front detector: invalid det module	Not ready: F det invalid type	
256	B det invalid type	Back detector: invalid det module	Not ready: B det invalid type	
257	F inlet invalid type	Front inlet: invalid inlet module	Not ready: F inlet invalid type	
258	B inlet invalid type	Back inlet: invalid inlet module	Not ready: B inlet invalid type	
259	F det type mismatch	Front detector: det board not the same as module	Not ready: F det type mismatch	Si vous avez installé un nouveau détecteur, vérifiez que ce module et sa carte électronique sont installés au bon endroit.
260	B det type mismatch	Back detector: det board not the same as module	Not ready: B det type mismatch	
262	RS232 defective	Host communications: RS232 defective	Not ready: RS232 defective	
264	Sampler RS232 defect	Sampler communications: RS232 defective	Not ready: Sampler RS232 defect	
265	F inlet invalid pid	Front inlet: invalid pids		
266	B inlet invalid pid	Back inlet: invalid pids		
267	F det invalid pid	Front detector: invalid pids		
268	B det invalid pid	Back detector: invalid pids		
269	Pneu aux invalid pid	Pneu aux module: invalid pids		
270	F inlet bad cksum	Front inlet: module checksum		

Tableau 27, suite

Erreur n°	Message d'état	Fenêtre de message	Journal d'analyse	Commentaires
271	B inlet bad cksum	Back inlet: invalid module checksum		
272	F det bad cksum	Front detector: invalid module checksum		
273	B det bad cksum	Back detector: invalid module checksum		
274	Pneu aux bad cksum	Pneu aux module: invalid module checksum		
275	F inlet bad fact cal	Front inlet: invalid constants from factory calibration		
276	B inlet bad fact cal	Back inlet: invalid constants from factory calibration		
277	F det bad fact cal	Front detector: invalid constants from factory calibration		
278	B det bad fact cal	Back detector: invalid constants from factory calibration		
279	P aux bad fact cal	Pneumatics aux invalid constants from factory calibration		
280	F inlet i/o failure			
281	B inlet i/o failure			
282	F det i/o failure			
283	B det i/o failure			
284	Pneu aux i/o failure			
285	F det adjust failure	Front detector offset adjustment failed	Not ready: F det adjust failure	
286	B det adjust failure	Back detector offset adjustment failed	Not ready: B det adjust failure	

Tableau 27, suite

Erreur no	Message d'état	Fenêtre de message	Journal d'analyse	Commentaires
290	Zones not updating	Zones not updating	Not ready: Zones not updating	
293	Zone heater driver	Zone heater driver	Not ready: Zone heater driver	

Fault 202—Hydrogen safety shutdown

Un injecteur configuré pour l'hydrogène n'a pas atteint le point de consigne de pression après 2 minutes. En raison du risque d'explosion de l'hydrogène :

- le ventilateur et le chauffage du four du CPG sont arrêtés ;
- les volets du four sont complètement ouverts ;
- le contrôle des pressions et des débits est désactivé et les paramètres de contrôle clignotent ;
- les chauffages des injecteurs et des détecteurs sont éteints et les paramètres de commande clignotent ;
- le bip d'avertissement se fait entendre jusqu'à ce qu'on appuie sur la touche [Clear] du clavier ;
- le four ne peut être mis sous tension si l'alimentation de l'instrument n'est pas coupée. Mettez le CPG hors tension et sous tension pour rétablir le fonctionnement.

La séquence se poursuit tant que l'erreur n'est pas corrigé. Pour identifier l'erreur :

- vérifiez la pression d'alimentation du gaz. Augmentez la pression à l'alimentation initiale si elle est trop basse pour atteindre le point de consigne ;
- recherchez une fuite dans le système : tuyau d'arrivée du gaz, injecteur et raccord de colonnes de l'injecteur. Vous trouverez les procédures de test d'étanchéité dans la section de chaque injecteur ;
- la colonne est peut-être cassée. A l'aide du détecteur de fuites, vérifiez l'étanchéité de la colonne et remplacez la colonne cassée, ou détachez la portion fissurée ;
- une vanne proportionnelle de contrôle de l'injecteur est peut-être coincée en position ouverte ou fermée par suite d'une contamination ou d'une autre erreur. Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.

Fault 214—Front detector flame out
Fault 215—Back detector flame out

Ce message apparaît quand le FID ou FPD ne peut pas s'allumer ou si la flamme s'éteint pendant une analyse. Pendant le processus d'allumage ou l'analyse, le détecteur essaiera deux fois d'allumer la flamme ; si les deux tentatives échouent, l'hydrogène, l'air et le briquet se fermeront et le message d'erreur apparaîtra. Le détecteur sera dans un état non prêt.

- Assurez-vous que l'hydrogène et l'air sont ouverts et avec un débit suffisant pour que la flamme s'allume.
- A l'aide d'un détecteur électronique de fuites, recherchez et corrigez les fuites autour du raccord de colonne du détecteur.
- Pour être certain d'utiliser la buse correcte pour votre colonne, reportez-vous à l'explication de votre détecteur à la section "Le détecteur à ionisation de flamme", "Détecteur à photométrie de flamme".
- Fixez le paramètre Lit Offset à 0,5 pour le FID ou à 0,2 pour le FPD (valeur par défaut).
- Si le problème persiste, contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.

Fault 216—Front TCD filament open
Fault 217—Back TCD filament open

La tension du filament du TCD indique que la résistance du filament est trop haute (ou "ouverte" au sens électrique). Si la résistance est trop élevée, c'est peut-être que le filament est cassé ou usé ou que les fils provenant du TCD ne sont pas connectés à la carte détecteur, ou encore que le capteur de température de la cellule (ΔPRT) est en court-circuit.

Le détecteur ne sera prêt que lorsque la condition sera corrigée.

- Vérifiez que les fils provenant du détecteur sont connectés sur la carte du détecteur.
- Vérifiez le capteur de température de la cellule (ΔPRT).
- La cellule du TCD doit être remplacée. Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.

Fault 218—F TCD filament shorted
Fault 219—B TCD filament shorted

La tension du filament du TCD indique que la résistance du filament est trop basse, en raison d'un filament en court-circuit. Peut être qu'un filament est usé ou distendu ou que le fils provenant du TCD (y compris les fils du capteur de température de la cellule) ne sont pas connectés correctement à la carte du détecteur ou qu'ils se touchent.

Le détecteur ne sera prêt que lorsque la condition sera corrigée.

- Vérifiez que les fils provenant de la cellule sont correctement connectés à la carte du détecteur.
- La cellule du TCD doit être remplacée. Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.

Faults 221 to 236—Thermal shutdown

Ces erreurs provoquent l'arrêt complet du CPG. Une erreur thermique est détecté si le four ou une autre zone chauffée n'est pas dans sa gamme de température autorisée (25 °C de moins que la température minimale ou de plus que la température maximale). Cette erreur peut avoir plusieurs causes :

- un problème d'alimentation électrique de l'instrument ;
- une anomalie du système électronique de contrôle de zone ;
- un capteur de température en court-circuit ;
- un chauffage en court-circuit.

Aucune alimentation n'atteint le four et les autres zones chauffées. Le CPG n'est pas prêt.

Un arrêt thermique peut affecter l'un quelconque des composants suivan ts: le four, les injecteurs, les détecteurs et les zones auxiliaires. De plus, des problèmes d'électronique sur la carte PC principale peuvent aussi causer un arrêt thermique.

- Face à un message d'arrêt thermique, mettez le CPG hors tension et sous tension. S'il s'agit d'un problème d'alimentation électrique, l'erreur disparaît et l'instrument devient prêt. Si l'erreur réapparaît , il faut remplacer la carte principale ou un ou plusieurs des ensembles chauffage/capteur. Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.

13 Généralités sur les injecteurs

Types d'injecteurs

Utilisation de l'hydrogène
Procédure : Unités de pression : psi, kPa, bar

Les tableaux de commande d'injecteur et de colonne

Les tableaux de commandes de colonne
Le tableau de commandes de colonne : colonnes capillaires définies
Le tableau de commandes de colonne : colonnes remplies ou capillaires non définies

Qu'est-ce qu'un économiseur de gaz ?
Procédure : Comment utiliser l'économiseur de gaz

Pre Run et Prep Run
La touche [Prep Run]
Procédure : Auto Prep Run

Purge septum

Généralités sur les injecteurs

Types d'injecteurs

Il existe cinq types d'injecteurs sur le CP G6890. Tous sont proposés avec la régulation électronique des gaz (EPC) et deux le sont sans.

Tableau 28 Types d'injecteurs

Type d'injecteur	Contrôle de gaz
Avec/sans division	EPC et non EPC
Rempli avec purge	EPC et non EPC
A froid en tête de colonne	EPC seulement
Injecteur vaporisateur à température programmable	EPC seulement
Interface pour composés volatils	EPC seulement

Utilisation de l'hydrogène

Avertissement Si vous utilisez de l'hydrogène (H_2) comme gaz vecteur, sachez qu'il peut diffuser dans le four et provoquer une explosion. Par conséquent, coupez l'alimentation jusqu'à ce que toutes les connexions soient faites et vérifiez que les écrous des colonnes de l'injecteur et du détecteur sont soit raccordés à une colonne, soit munis de capuchons chaque fois que l'instrument reçoit de l'hydrogène (H_2).

Avertissement L'hydrogène (H_2) est inflammable. Des fuites survenant dans un espace clos peuvent causer un incendie ou une explosion. Dans toute application utilisant l'hydrogène (H_2), vérifiez l'étanchéité de toutes les connexions, lignes et vannes avant d'utiliser l'instrument. Coupez toujours l'alimentation d'hydrogène (H_2) à la source avant de travailler sur l'instrument.

Table 29 Généralités sur les injecteurs

Injecteur	Colonne	Mode	Concentration de l'échantillon	Commentaires	Echantillon vers colonne
Avec/sans division	Capillaire	Avec division	Haute		Très peu
		A-coup de pression avec division	Haute	Peut être utile avec des injections importantes	Très peu
		Sans division	Basse		Tous
		A-coup de pression sans division	Basse	Utile avec des injections importantes	Tous
A froid en tête de colonne	Capillaire	Sans objet	Faible ou thermolabile	Discrimination et décomposition minimales	Tous
Rempli avec purge	Remplie	Sans objet	N'importe laquelle		Tous
	Capillaire de grand diamètre	Sans objet	N'importe laquelle	Satisfaisant si la résolution importe peu	Tous
Vaporisation à température programmable	Capillaire	Avec division	Haute		Très peu
		A-coup de pression avec division	Haute		Très peu
		Sans division	Basse		Tous
		A-coup de pression sans division	Basse		Tous
		Elimination de solvant	Basse	Des injections multiples concentrent les analytes et éliminent le solvant	La plupart
Interface pour composés volatils	Capillaire	Direct	Basse	Volume mort le plus bas	Tous
		Avec division	Haute	Débit maxi = 100 mL/min	Très peu
		Sans division	Basse		Tous

Tableau 30 Taille de colonne et débit de gaz vecteur

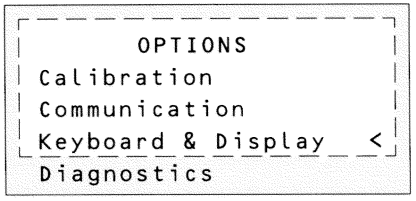
Type de colonne	Taille de colonne	Débit de gaz vecteur	
		Hydrogène	Hélium
Remplie	1/8 de pouce		30
	1/4 de pouce		60
Capillaire	50 µm d.i.	0,5	0,4
	100 µm d.i.	1,0	0,8
	200 µm d.i.	2,0	1,6
	250 µm d.i.	2,5	2,0
	320 µm d.i.	3,2	2,6
	530 µm d.i.	5,3	4,2

Ces débits, en mL/min à une température et une pression normales (25 °C et 1 atm) sont recommandés pour toutes les températures d'utilisation de colonnes.
Pour des colonnes capillaires, les débits sont proportionnels au diamètre des colonnes et sont inférieurs de 20 % pour l'hélium par rapport à l'hydrogène.

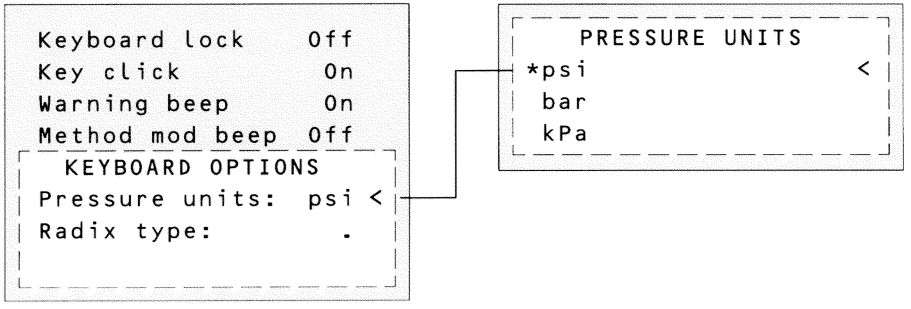
Procédure : Unités de pression : psi, kPa, bar

Les unités de pression peuvent s'afficher en psi, bar ou kPa. Pour savoir quel type d'unité est affiché, appuyez sur la touche [Info] pendant que le curseur est à côté de la ligne Pressure d'un tableau de commandes. Pour changer les unités d'affichage :

1. Appuyez sur [Options].
2. Faites défiler jusqu'à `Keyboard & Display` et appuyez sur [Enter].



3. Faites défiler jusqu'à `Pressure units:` et appuyez sur [Mode/Type].



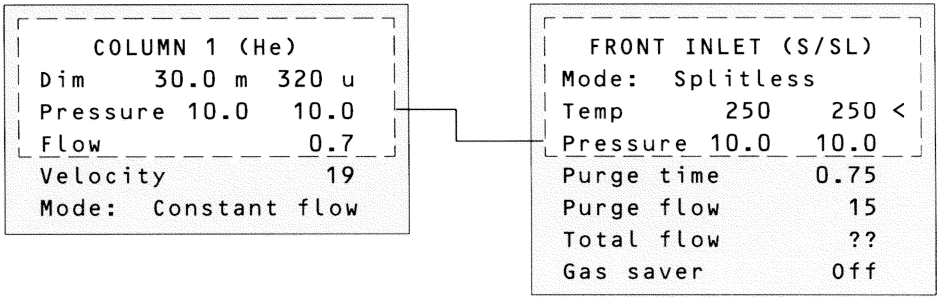
4. Choisissez une nouvelle unité de pression et appuyez sur [Enter].

Tableau 31Conversions des unités de pression

Pour convertir	en	Multiplier par
psi	bar	0,0689476
	kPa	6,89476
bar	psi	14,5038
	kPa	100
kPa	psi	0,145038
	bar	0,01

Les tableaux de commande d'injecteur et de colonne

Un lien existe entre les tableaux pour votre injecteur et votre colonne. Ainsi, si vous définissez une pression dans le tableau de commandes de colonne, la même se retrouve dans celui de l'injecteur, et réciproquement. Bien que les circuits à régulation des gaz puissent être contrôlés à partir de la colonne et de l'injecteur, il faut considérer d'abord la colonne.



Les valeurs de pression affichées (point de consigne et réelle) sont identiques dans les tableaux de commandes de colonne et d'injecteur.

Les tableaux de commandes de colonne

Les tableaux de commandes changent selon la configuration de la colonne. Les quelques pages qui suivent décrivent les tableaux pour les deux types de colonnes : capillaire et remplie.

Le tableau de commandes de colonne : colonnes capillaires définies

Si votre colonne est définie, votre tableau de commandes ressemblera à celui de la Figure 38.

Le titre : et en-tête identifie la colonne (colonne 1 ou colonne 2) et le type de gaz vecteur configuré sur l'injecteur (entre parenthèses).

`Dim :` cette ligne montre les dimensions de colonne que vous avez spécifiées : longueur en mètres `(m)` et diamètre intérieur en microns (µ).

La pression, le débit et la vitesse sont associés. Si la colonne est définie, il suffit d'entrer l'un d'eux pour que le CPG calcule et affiche les deux autres.

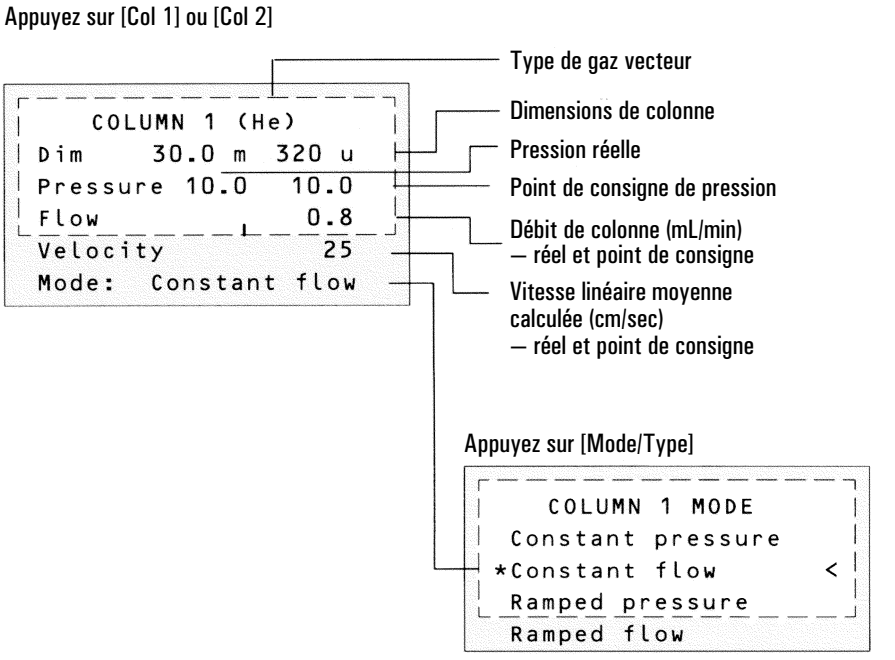
`Pressure` : le point de consigne apparaît à l'extrême droite. Le nombre à gauche montre la valeur de pression réelle. Lorsque vous entrez une valeur de pression, les valeurs de débit et de vitesse linéaire moyenne sont calculées et affichées.

`Flow` : si vous entrez un débit (en mL/min) ici, la pression et la vitesse sont calculées et ajustées.

`Velocity` : si vous entrez une vitesse linéaire moyenne (en cm/sec), la pression et le débit sont calculés.

`Mode` : il existe quatre modes de colonne : débit constant, pression constante, débit programmé dans le temps et pression programmée dans le temps. Pour changer le mode, faites défiler jusqu'à `Mode` : et appuyez sur [Mode/Type].

"Contrôle des débits et des pressions" explique comment régler la programmation de la pression et du débit.



Mode: Votre tableau de commandes comporte aussi l'un d'eux, selon le M ode:

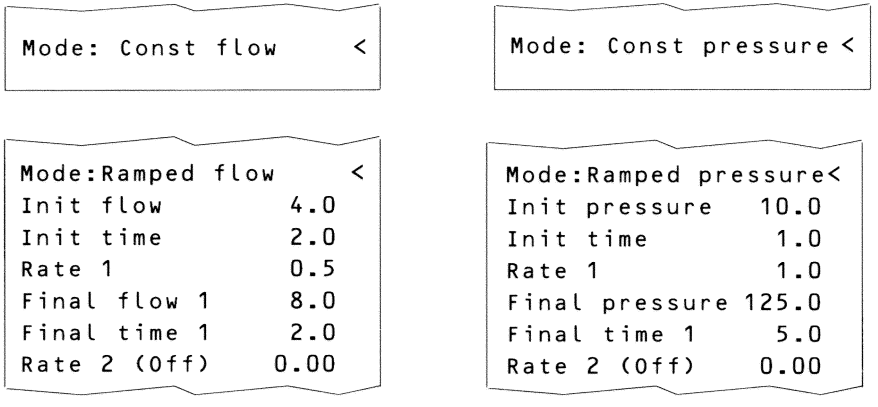


Figure 38 Tableau de commande : colonnes capillaires définies

Le tableau de commandes de colonne : colonnes remplies ou capillaires non définies

Si vous n'avez pas défini votre colonne ou si votre sélection d'injecteur est `Unspecified`, votre tableau de commandes de colonne ressemblera à celui de la Figure 39

Le titre : cet en-tête identifie la colonne (colonne 1 ou colonne 2) et le type de gaz vecteur configuré sur l'injecteur (entre parenthèses).

`Dimensions unknown` : cette ligne vous indique que vous n'avez pas défini votre colonne.

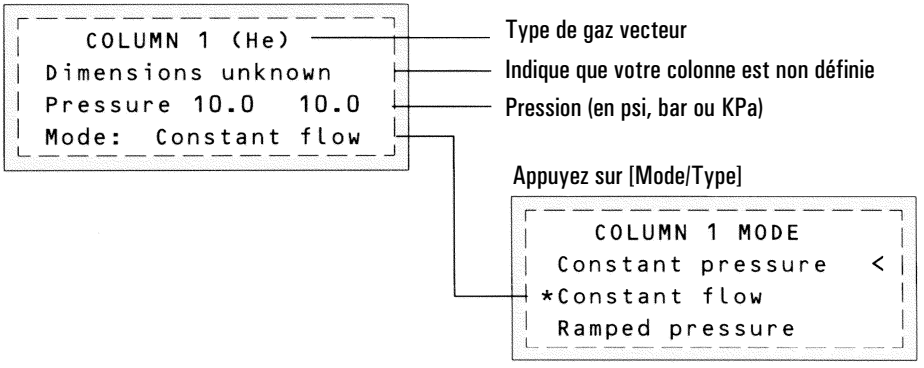
`Pressure` : l'injecteur *avec ou sans division* et l'injecteur *à froid en tête de colonne* sont à régulation de pression. Comme la colonne est inconnue, il n'est pas possible de calculer le débit et la vitesse linéaire moyenne.

L'injecteur *pour colonne remplie avec purge* est à régulation de débit. La pression réelle est affichée, mais non contrôlable par l'utilisateur.

`Mode`*:* vous pouvez choisir entre trois modes si vous utilisez un injecteur avec ou sans division : pression constante, débit constant et débit programmable dans le temps. L'injecteur rempli ne vous propose que deux modes de débit : constant et programmable dans le temps.

"Contrôle des débits et des pressions" explique comment régler la programmation de la pression et du débit.

Injecteurs avec ou sans division ou à froid en tête de colonne



Injecteur pour colonne remplie avec purge

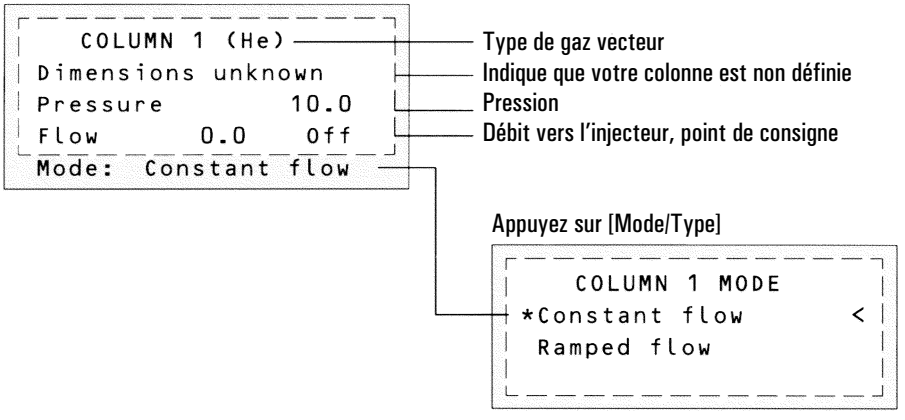


Figure 39 Tableau de commande : colonnes remplies ou capillaires non définies

Qu'est-ce qu'un économiseur de gaz ?

L'économiseur de gaz réduit le débit de gaz vecteur provenant de l'orifice de division dès que l'échantillon est sur la colonne. La pression en tête de colonne et le débit sont maintenus, tandis que les débits de l'orifice de purge/division diminuent. Les débits (à l'exception du débit de colonne) restent au niveau réduit jusqu'à ce que vous appuyiez sur [Prep Run].

Vous pouvez utiliser l'économiseur de gaz dans tous les modes d'utilisation des injecteurs avec/sans division et PTV et dans les modes avec et sans division de l'interface pour composés volatils.

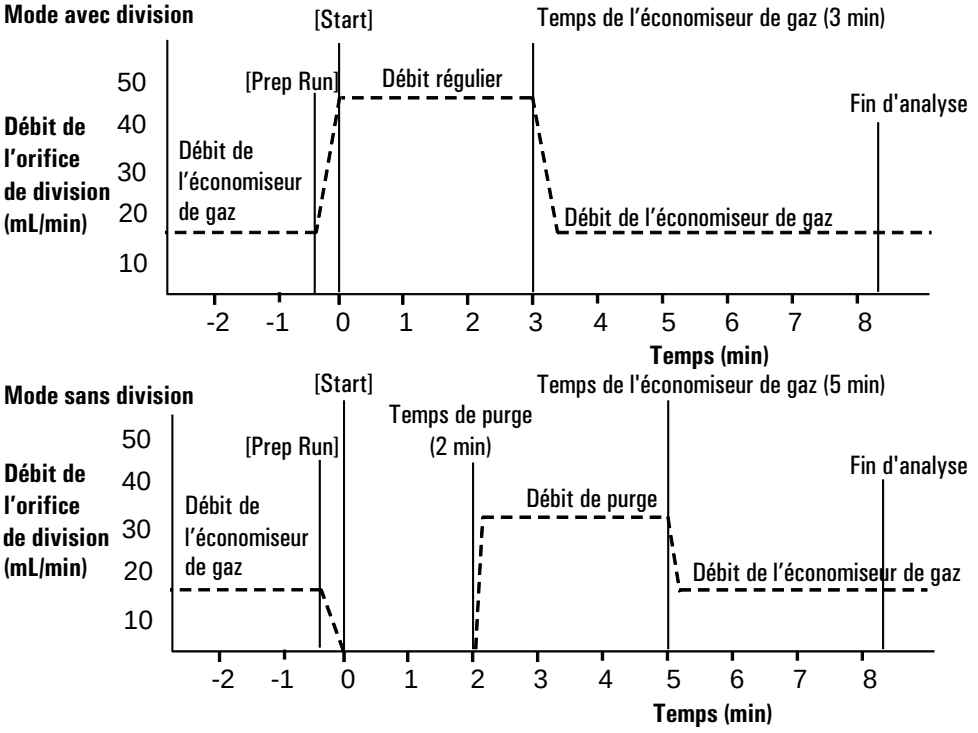
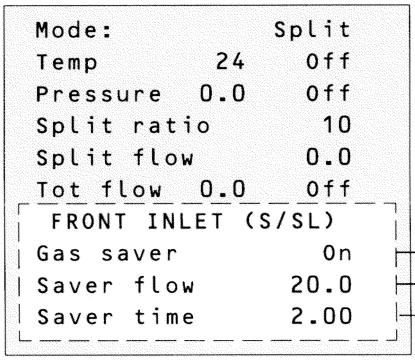


Figure 40 Fonctionnement de l'économiseur de gaz

Les modes pulsés des injecteurs avec/sans division et PTV sont semblables à l'exception de l'à-coup de pression qui démarre à [Prep Run] et se termine à `Pulse time`. Le mode élimination de solvant du PTV est plus complexe ; voir le chapitre 5 pour des détails "Utilisation du mode élimination de solvant".

Procédure : Comment utiliser l'économiseur de gaz

Appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet].



1. Mettez l'économiseur de gaz en marche.
2. Définissez un débit. Il doit être au moins de 15 mL/min supérieur au débit de la colonne.
3. En mode division, le définir après le temps le définir après le temps d'injection. Dans tous les modes, le définir après le temps de purge.

Pre Run et Prep Run

Avec certains injecteurs et modes de fonctionnement, les points de consigne de certains instruments sont différents entre les analyses ou pendant une analyse. Pour restaurer les points de consigne en vue de l'injection, vous devez mettre le CPG en état Pre Run.

Vous devez utilisez l'état Pre Run dans les cas suivant s:

- utilisation de l'économiseur de gaz avec tout injecteur ;
- utilisation du mode sans division avec tout injecteur ;
- utilisation d'un mode à-coup de pression avec tout injecteur ;
- utilisation du mode élimination de solvant de l'injecteur PTV
- utilisation du mode avec ou sans division de l'interface pour composés volatils.

Vous pouvez démarrer Pre Run de deux façons : en appuyant sur la touche [Prep Run] avant chaque analyse ou en configurant le CPG pour qu'il soit automatiquement en état Pre Run. Les deux méthodes sont expliquées ci-dessous et à la page suivante.

Pendant l'état Pre Run :

- le voyant Pre Run clignote et Not Ready est actif ;
- les points de consigne changent pour adopter les valeurs correctes pour l'injection ;
- les temps de stabilisation de l'injecteur, du détecteur et du four commencent.

Une fois tous les temps de stabilisation écoulés, le voyant Pre Run reste allumé fixement. Il s'éteint dès que tous les critères d'une analyse sont réunis. Le CPG est alors prêt pour une injection d'échantillon.

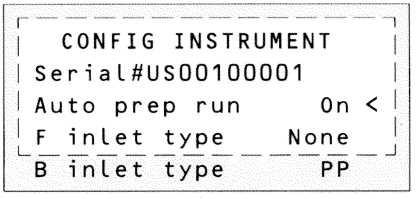
La touche [Prep Run]

Appuyez sur la touche [Prep Run] avant d'injecter un échantillon manuellement. Le CPG se met en état Pre Run. Quand le voyant Pre Run est fixe et que le voyant Not Ready s'éteint, commencez l'analyse.

Procédure : Auto Prep Run

Avec la plupart des systèmes d'injection automatique, vous n'avez pas besoin d'utiliser la touche [Prep Run]. Si votre échantillonneur ou contrôleur d'automatisation (par exemple, un intégrateur ou une station de travail) ne supporte pas la fonction [Prep Run], vous devez régler l'instrument sur Auto Prep Run. Pour cela :

1. appuyez sur la touche [Config] pour afficher la liste des paramètres configurables ;
2. faites défiler jusqu'au paramètre `Instrument` et appuyez sur [Enter];
3. faites défiler jusqu'à `Auto prep run` et appuyez sur [On].



Purge septum

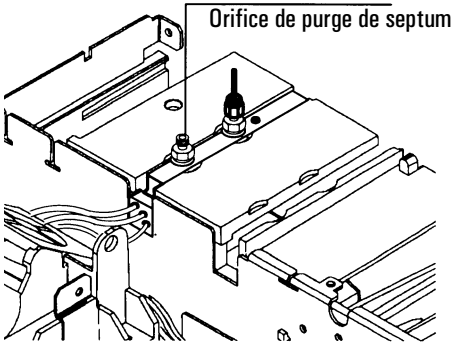
La ligne de purge de septum est près du septum où l'échantillon est injecté. Une petite quantité de gaz vecteur sort par cette ligne pour chasser une pollution éventuelle.

Chaque injecteur a un débit de purge de septum différent. Le CPG définit automatiquement le débit de purge pour les injecteurs EPC, mais vous pouvez le mesurer à partir de l'orifice de purge de septum.

Tableau 32 Débits de purge de septum

Injecteur	Gaz vecteur	Débit de purge de septum (mL/min)
Avec ou sans division, tous modes	He, N_2, Ar/5 %Me	3
	H_2	6
Rempli avec purge	Tous	1 à 3
A froid en tête de colonne	He, N_2, Ar/5 %Me	15
	H_2	30
PTV	He, N_2, Ar/5 %Me	3
	H_2	6
Interface pour composés volatils	He, N2, Ar/5 %Me	3
	H_2	6

Injecteur avec/sans division
Injecteur vaporisateur à température programmable
Interface pour composés volatils



Injecteur pour colonne remplie avec purge
Injecteur à froid en tête de colonne

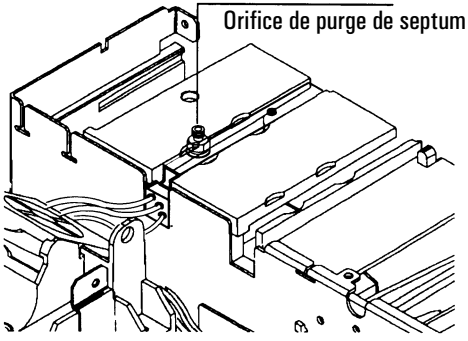


Figure 41 Orifices de purge de septum

14 L’injecteur avec ou sans division

Utilisation d'un injecteur avec/sans division

Versions standard et haute pression
Serrage du septum

Inserts
Procédure : Changement du septum

Régulation des gaz en mode avec division

Le tableau de commandes : fonctionnement avec division
Procédure : Utilisation en mode division avec la colonne définie
Procédure : Utilisation en mode division avec la colonne non définie

Régulation des gaz en mode sans division

Le tableau de commandes : fonctionnement sans division

Paramètres de fonctionnement
Procédure : Utilisation du mode sans division avec la colonne définie
Procédure : Utilisation du mode sans division avec la colonne non définie

Modes à-coup de pression pour les injections avec et sans division de l’échantillon

Le tableau de commandes : mode à-coup de pression avec division
Procédure : Utilisation en mode à-coup de pression avec division

Le tableau de commandes : mode à-coup de pression sans division
Procédure : Utilisation en mode à-coup de pression sans division

Maintenance d'un injecteur avec/sans division

Changement des septa
Procédure : Changement du septum

Remplacement du joint torique
Procédure : Changement du joint torique

Remplacement du joint d'embase de l'injecteur

Procédure : Remplacement du joint d'embase de l'injecteur

Remplacement de la cartouche filtrante du piège de l'orifice de division

Procédure : Test d'étanchéité de la canalisation de gaz

Procédure : Test de l'étanchéité d'un injecteur avec/sans division EPC

Procédure : Test d'étanchéité d'un injecteur avec/sans division non EPC

Procédure : Elimination des fuites

Procédure : Nettoyage de l'injecteur

L’injecteur avec ou sans division

Utilisation d'un injecteur avec/sans division

Cet injecteur est utilisé pour les analyses suivantes : avec division, sans division, avec à-coup de pression pour les injections avec ou sans division de l’échantillon. Vous pouvez choisir le mode d’utilisation dans le tableau de commandes de l’injecteur. Le *mode avec division* est généralement utilisé pour les analyses des principaux composants, tandis que le *mode sans division* est utilisé pour les analyses de trace. Les modes *à-coup de pression sans division* et *à-coup de pression avec division* sont utilisés pour le même type d'analyse que les modes avec ou sans division, mais ils permettent d'injecter des volumes d'échantillons plus importants.

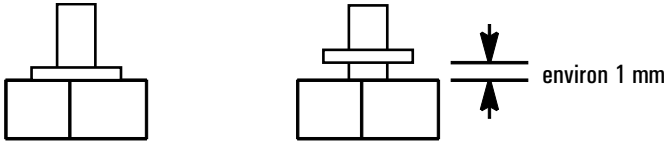
Versions standard et haute pression

L’injecteur avec ou sans division standard présente une pression de 1 2 0psi au raccord d’arrivée de gaz. Il convient à la plupart des colonnes. L’injecteur haute pression est à 170 psi : il est utile avec des colonnes capillaires de très petit diamètre qui offrent une résistance considérable au débit de gaz.

Pour connaître votre version, appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet], faites défiler jusqu’à la ligne `Pressure` et appuyez sur la touche [Info]. Vous obtiendrez l’affichage de la gamme de pression pour l’injecteur, soit `1 à 100 psi` (pour la version standard) soit `1 à 150 psi` (pour la version haute pression).

Serrage du septum

Pour des pressions allant jusqu’à 100 psi, serrez l’écrou jusqu’à ce que la bague C dépasse d’environ 1 mm au-dessus de la surface supérieure. Cela convient à la plupart des situations.



Avec des pressions d’injecteur supérieures, serrez l’écrou du septum jusqu’à ce que la bague C, en arrêtant de tourner, indique que l’écrou est en contact ferme avec le septum. Ajoutez alors un tour complet.

Si vous utilisez un septum Merlin Microseal™, serrez manuellement l'écrou de septum sans forcer. La pression admissible dépend du septum utilisé.

Inserts

Choisissez les inserts d'après le mode d'injection effectuée — avec ou sans division. De nombreux inserts figurent dans le Catalogue des consommables et fournitures Agilent.

Procédure : Changement du septum

Liste des pièces :

- insert, réf. 5183-4647 (avec division) ou 5062-3587 (sans division) ;
- brucelles ;
- clé de septum (réf. 19251-00100) ;
- joint torique Viton (réf. 5180-4182).

1. Appuyez sur [Oven] et réglez le four sur 35 °C. Lorsque la température atteint le point de consigne, arrêtez le four. Appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet] et arrêtez la température et la pression de l'injecteur.

Avertissement Soyez prudent ! Les raccords de l'injecteur peuvent être suffisamment chauds pour causer des brûlures.

2. Retirez l'écrou de fixation de l'insert. Si nécessaire, utilisez une clé de septum.
3. S'il y a un insert, enlevez-le avec de petites pinces ou un outil similaire. Attention à ne pas le détériorer.
4. Maintenez le nouvel insert avec les pinces et inspectez-le. Assurez-vous que son type convient à votre mode d'injection : avec ou sans division.
5. Placez un joint torique Viton sur l'insert à environ 2 à 3 mm du haut.
6. Poussez l'insert vers le bas dans l'injecteur.

Attention N'ajoutez pas un joint torique ou tout autre joint au bas de l'injecteur ou au bas de l'insert ; vous endommageriez l'injecteur et détruiriez l'insert.

7. Remettez en place l'écrou de fixation de l'insert et serrez-le avec les doigts. Ne serrez pas excessivement.

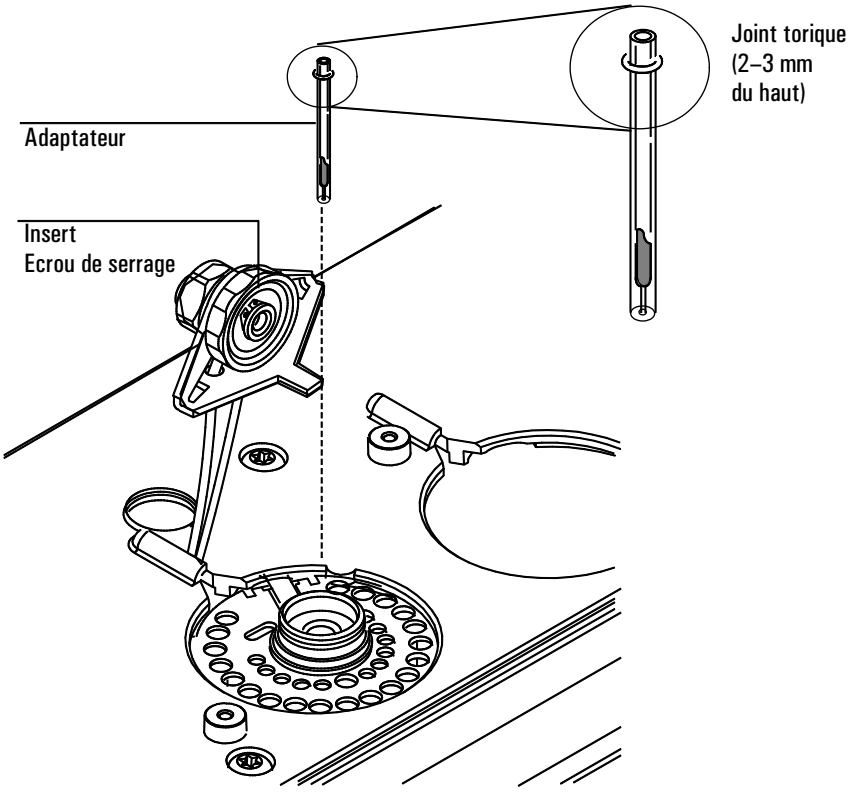


Figure 42 Installation d'un adaptateur

Régulation des gaz en mode avec division

Pendant une injection avec division, un échantillon liquide est introduit dans un injecteur chaud, où il se vaporise rapidement. Une petite quantité de vapeur entre dans la colonne, tandis que la plus grande partie sort par l'orifice de division/purge. C'est l'utilisateur qui contrôle le rapport entre le débit de colonne et le débit de division. Les injections avec division sont surtout utilisées pour des échantillons concentrés dont vous pouvez vous permettre de perdre la plus grande partie par l'orifice de division/purge. On les utilise aussi pour des échantillons non diluables.

La Figure 43 fournit le schéma de fonctionnement de l'injecteur avec division.

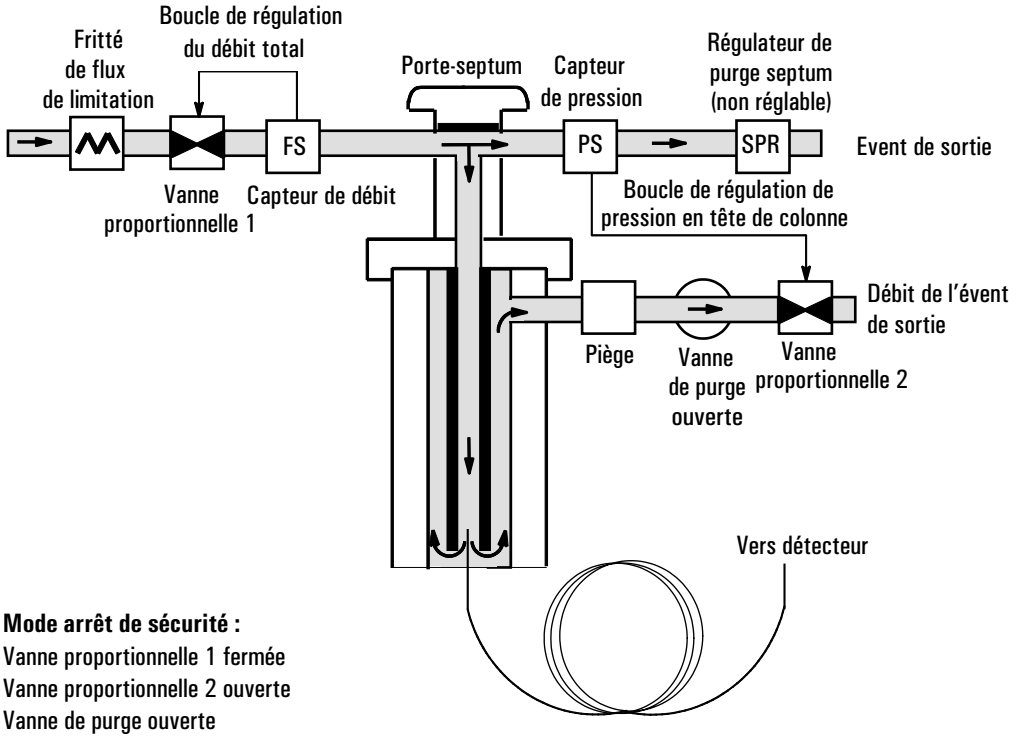


Figure 43 Injecteur avec division

Le tableau de commandes : fonctionnement avec division

`Mode`: Le mode de fonctionnement en cours : avec division.

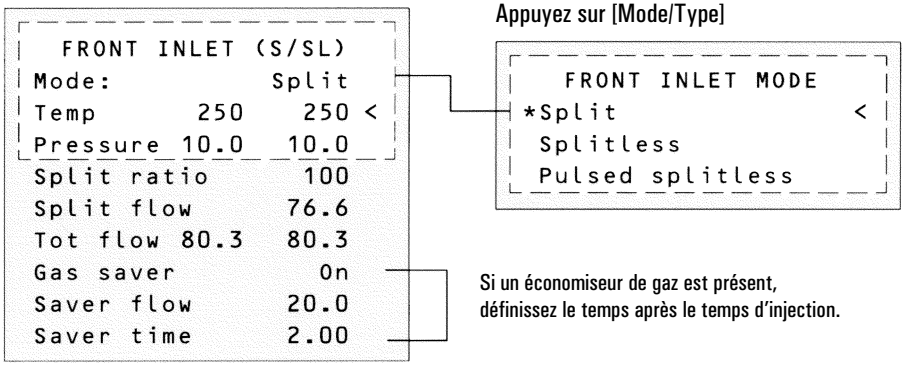
`Temp` Températures réelles de l'injecteur et point de consigne.

`Pressure` Pression réelle de l'injecteur et point de consigne.

`Split ratio` Rapport du débit de division par rapport au débit de colonne. Le débit de colonne est réglé au tableau de commandes de Colonne 1 ou Colonne 2. Si votre colonne n'est pas définie, cette ligne n'apparaît pas.

`Split flow` Débit, en mL/min, à partir de l'orifice de division/purge. Si votre colonne n'est pas définie, cette ligne n'apparaît pas.

`Total flow` Débit total dans l'injecteu r; c'est la somme des trois débit s: division, colonne et purge de septum. Quand vous changez le débit total, le rapport de division et le débit de division changent tandis que le débit et la pression de colonne restent les mêmes.



Procédure : Utilisation en mode division avec la colonne définie

1. Consultez "Contrôle des débits et des pressions" pour vérifier que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (éventuel) sont configurés
   correctement.

2. Appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet]

   a. Faites défiler jusqu'à `Mode:` et appuyez sur [Mode/Type]. Sélectionnez `Split`.

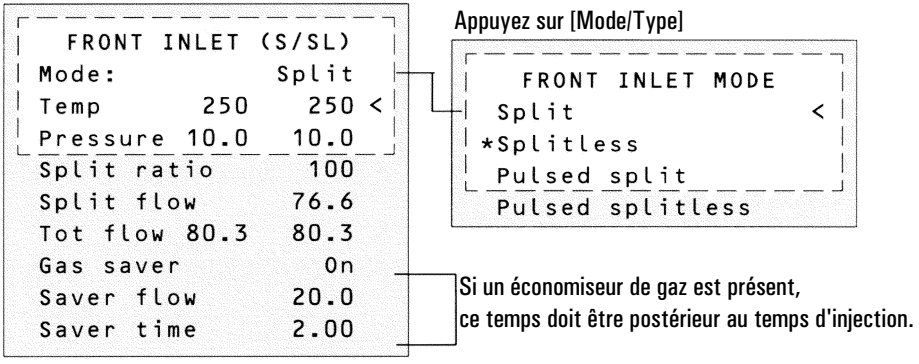
   b. Réglez la température de l'injecteur.

   c. Si vous souhaitez un rapport de division spécifique, faites défiler jusqu'à `Split ratio` et entrez cette valeur. Le débit de division sera calculé.

   d. Si vous souhaitez un débit de division spécifique, faites défiler jusqu'à `Split flow` et entrez cette valeur. Le rapport de division sera calculé.

   e. Si vous le souhaitez, activez `Gas saver`. Définissez le `Saver time` après le temps d'injection. Utilisez [Prep Run] (voir page 298) avant d'injecter l'échantillon.

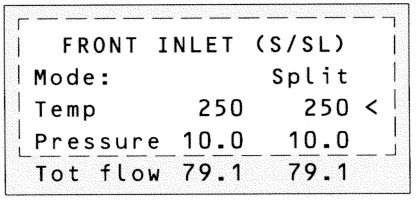
$$\text{Rapport de division} = \frac{\text{Débit avec division}}{\text{Débit de colonne}}$$



Procédure : Utilisation en mode division avec la colonne non définie

1. Consultez "Contrôle des débits et des pressions" pour vérifier que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (éventuel) sont configurés
   correctement.

2. Appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet]



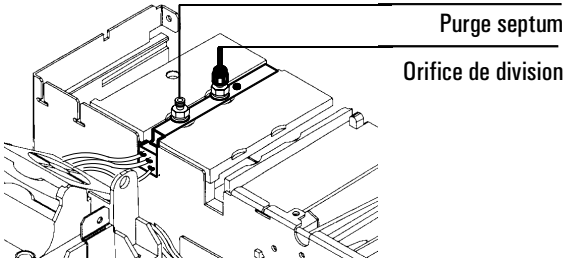
   a. Définissez la température.

   b. Définissez le débit total dans l'injecteur. A l'aide d'un débitmètre, mesurez le débit sortant par l'orifice de division.

   c. Soustrayez le débit de purge de septum du `Total flow` (voir la page 299 pour les débits de purge de septum nominaux par type de gaz vecteur).

   d. Calculez le rapport de division. Ajustez si nécessaire.

$$\text{Rapport de division} = \frac{\text{Débit avec division}}{\text{Débit de colonne}}$$



Avant de l'instrument

Régulation des gaz en mode sans division

Dans ce mode, la vanne de purge est fermée pendant l'injection et le reste pendant que l'échantillon est vaporisé dans l'insert et transféré dans la colonne. A un moment spécifié après l'injection, la vanne de purge s'ouvre pour chasser d'éventuelles vapeurs restant dans l'insert, par l'évent de division. Cela évite une traîne de solvant due au gros volume d'injecteur et au petit débit de colonne. Spécifiez le temps de purge et le débit de purge dans le tableau de commandes de l'injecteur.

Si vous utilisez l'économiseur de gaz, son temps doit venir *après* le temps de purge.

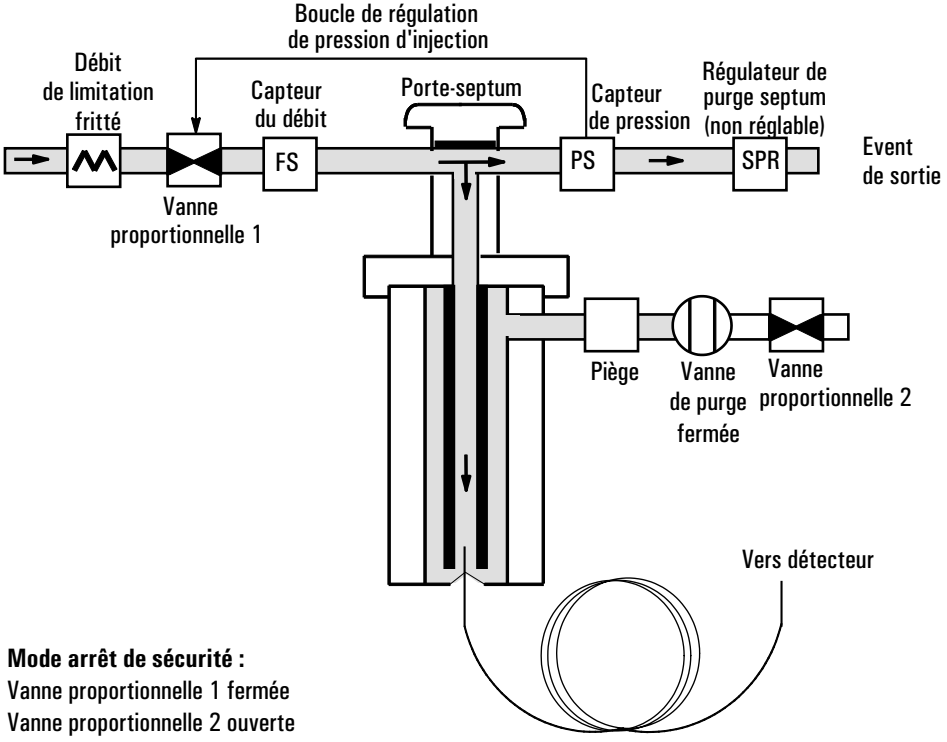


Figure 44 Schéma de fonctionnement de l'injecteur sans division, temps préanalyse/purge

Le tableau de commandes : fonctionnement sans division

`Mode`: Mode de fonctionnement en cours : sans division.

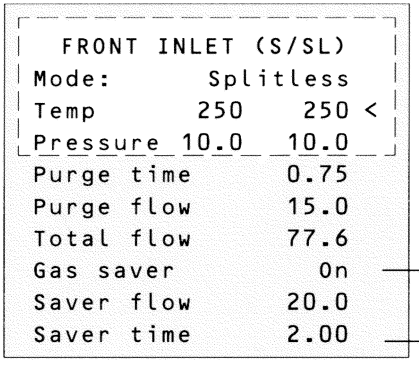
`Temp` Températures réelles de l'injecteur et point de consigne.

`Pressure` Pression réelle de l'injecteur et point de consigne en psi, bar ou kPa.

`Purge time` Le moment, après le début de l'analyse, auquel vous souhaitez que la vanne de purge s'ouvre.

`Purge flow` Le débit, en mL/min, à partir de l'orifice de purge, à `Purge time`. Si vous travaillez avec votre *colonne non définie*, vous ne pourrez pas spécifier cette valeur.

`Total flow` La ligne Total flow affiche le débit réel dans l'injecteur pendant une pré-analyse (le voyant Pre-run est allumé *sans* clignoter) et pendant une analyse avant le temps de purge. Vous ne pouvez pas entrer un point de consigne à ces temps là. A tous les autres temps, Total flow aura des valeurs de point de consigne et réelles.



Paramètres de fonctionnement

Une injection sans division réussie comporte les étapes suivantes:

1. vaporisation de l'échantillon et du solvant dans un injecteur chauffé ;
2. utilisation d'un faible débit et d'une faible température pour créer une zone saturée de solvant en tête de la colonne ;
3. utilisez cette zone pour piéger et reconcentrer l'échantillon en tête de la colonne ;
4. attendez que la totalité, ou au moins la plus grande partie de l'échantillon, ait été transférée dans la colonne. Ensuite, envoyez la vapeur restant dans l'injecteur (qui est le plus souvent du solvant) en ouvrant une vanne de purge. Cela élimine la longue traîne de solvant que cette vapeur causerait ;
5. élévation de la température du four pour libérer le solvant puis l'échantillon dans la colonne.

Tout cela n'est pas si facile et il faut une certaine pratique pour affiner les conditions d'utilisation. Le Tableau 33 donne les valeurs de départ pour les paramètres critiques.

Tableau 33 Paramètres d'injection en mode sans division

Paramètre	Gamme de points de consigne autorisés	Valeur de départ suggérée
Température du four	Sans cryo, 24 °C à 450 °C Avec cryo CO2, –60°C à 450°C Avec cryo N2, –80°C à 450°C	10 °C au-dessous du point d'ébullition du solvant
Temps initial du four	0 à 999,9 minutes	≥ Temps de purge de l'injecteur
Temps de purge de l'injecteur	0 à 999,9 minutes	$\frac{\text{Volume de l'insert}}{\text{Débit de la colonne}} \times 2$
Temps de l'économiseur de gaz	0 à 999,9 minutes	Après le temps de purge
Débit de l'économiseur de gaz	15 à 1000 mL/min	15 mL/min de plus que le débit de colonne maximum

Procédure : Utilisation du mode sans division avec la colonne définie

1. Consultez "Contrôle des débits et des pressions" pour vérifier que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (éventuel) sont configurés
   correctement.

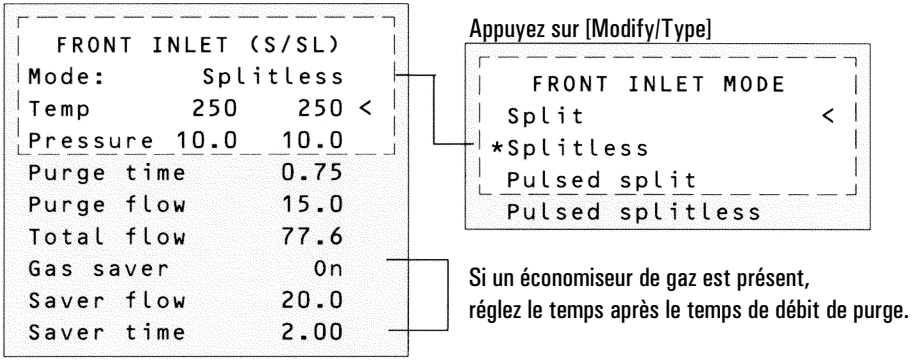
2. Appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet].

   a. Faites défiler jusqu'à `Mode` : et appuyez sur [Mode/Type]. Sélectionnez `Splitless`.

   b. Réglez la température de l'injecteur.

   c. Entrez un temps de purge et un débit de purge.

   d. Si vous le souhaitez, mettez `Gas saver` sur on. Vérifiez que le temps est défini *après* le temps du débit de purge.



3. Utilisez la touche [Prep Run] (voir page 298) avant d'injecter un échantillon.

Procédure : Utilisation du mode sans division avec la colonne non définie

1. Consultez "Contrôle des débits et des pressions" pour vérifier que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (éventuel) sont configurés
   correctement.

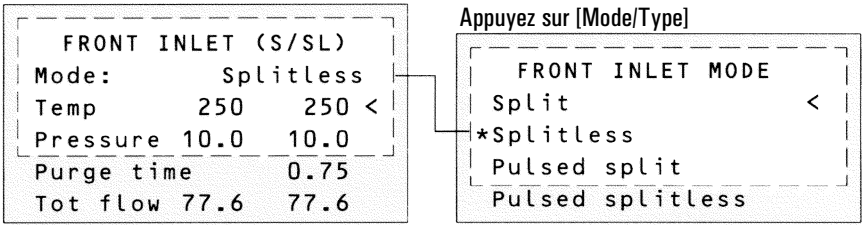
2. Appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet].

   a. Faites défiler jusqu'à `Mode` : et appuyez sur [Mode/Type]. Sélectionnez `Splitless`.

   b. Réglez la température de l'injecteur.

   c. Entrez un temps de purge.

   d. Définissez un débit total supérieur au débit de colonne plus le débit de purge de septum (voir page 299) pour garantir un débit de colonne adéquat.



3. Utilisez la touche [Prep Run] (voir page 298) avant d'injecter un échantillon.

Modes à-coup de pression pour les injections avec et sans division de l'échantillon

Les modes à-coup de pression augmentent la pression de l'injecteur juste avant le début d'une analyse et la ramènent à la normale après un certain délai. L'à-coup de pression chasse l'échantillon de l'injecteur pour le faire entrer dans la colonne plus rapidement, réduisant ainsi le risque de décomposition dans l'injecteur. Si votre chromatographie est dégradée par l'à-coup de pression, une pré-colonne peut aider à restaurer la forme du pic.

Avant d'effectuer des injections manuelles en mode à-coup de pression, vous devez appuyer sur la touche [Prep Run]. Pour plus de détails, voir la page 298.

En mode pulsé, vous pouvez programmer la pression et le débit de colonne. Toutefois, l'impulsion de pression aura priorité sur la pression de la colonne ou la rampe du débit.

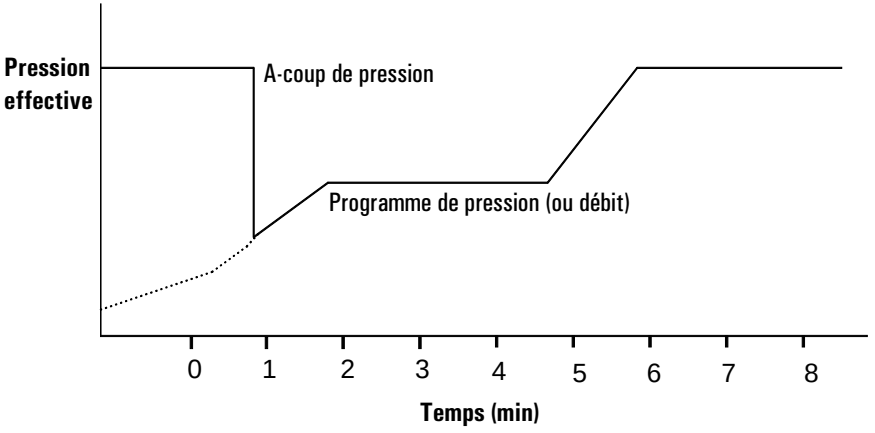


Figure 45 Impulsion de pression et pression ou débit dans la colonne

Le tableau de commandes : mode à-coup de pression avec division

`Mode`: Le mode de fonctionnement en cours : à-coup de pression avec division de l'échantillon.

`Temp` Températures réelles de l'injecteur et point de consigne.

`Pressure` Pression réelle de l'injecteur et au point de consigne au début d'une analyse, en ignorant l'effet d'un à-coup de pression. Définit le point de départ d'un programme de pression ou la pression fixe si un programme n'est pas utilisé.

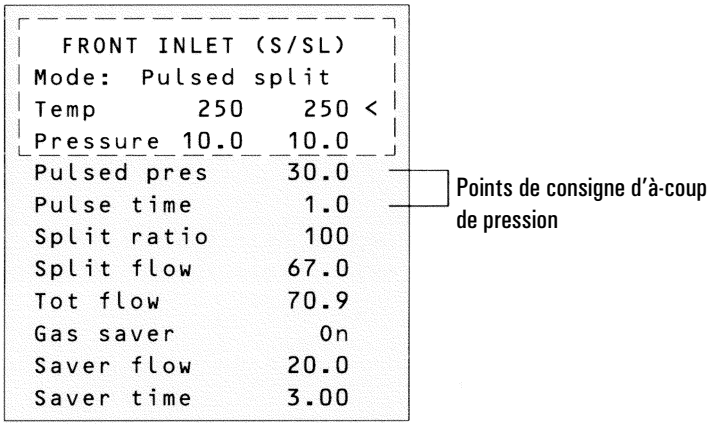
`Pulsed pres` La pression d'injecteur souhaitée au début d'une analyse. Elle s'élève jusqu'à ce point de consigne une fois que [Prep Run] a été enfoncée et reste constante jusqu'à ce que `Pulse time` s'écoule, elle revient alors à `Pressure`.

`Pulse time` La pression revient à son point de consigne normal à ce temps.

`Split ratio` Rapport du débit de division par rapport au débit de colonne. Le débit de colonne est défini dans le tableau de commandes Colonne 1 ou 2. N'apparaît que si la colonne est définie.

`Split flow` Débit, en mL/min, à partir de l'orifice de division/purge. N'apparaît que si la colonne est définie.

`Total flow` La somme des trois débits : division, colonne et purge de septum. Quand vous changez le débit total, le rapport de division et le débit de division changent, tandis que le débit et la pression de colonne restent les mêmes. Quand un à-coup de pression est utilisé, le débit total augmente afin de garder le rapport de division constant.



Procédure : Utilisation en mode à-coup de pression avec division

1. Consultez "Contrôle des débits et des pressions" pour vérifier que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (éventuel) sont configurés
   correctement.

2. Appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet].

   a. Faites défiler jusqu'à `Mode` et appuyez sur [Mode/Type]. Sélectionnez `Pulsed Split`.

   b. Réglez la température de l'injecteur.

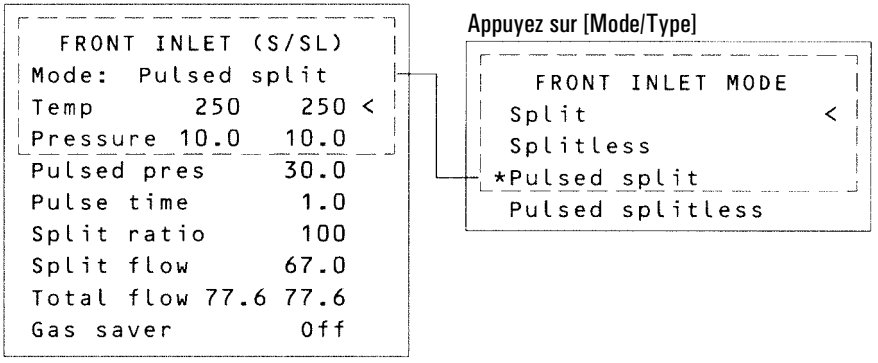
   c. Entrez les valeurs pour `Pulsed Pres` et `Pulse time`.

   $$\text{Rapport de division} = \frac{\text{Débit avec division}}{\text{Débit de colonne}}$$

   d. Si vous souhaitez un rapport de division spécifique, faites défiler jusqu'à `Split ratio` et entrez cette valeur. Le débit de division est calculé (colonne définie seulement).

   e. Si vous souhaitez un débit de division spécifique, faites défiler jusqu'à `Split flow` et entrez cette valeur. Le rapport de division est calculé (colonne définie seulement).

f. Mettez `Gas saver` sur on, si vous le désirez. Assurez-vous que le temps est défini *après* `Pulse time`.



3. Appuyez sur la touche [Prep Run] (voir page 298) avant d'injecter un échantillon manuellement.

Le tableau de commandes : mode à-coup de pression sans division

`Mode`: Le mode de fonctionnement en cours : à-coup de pression sans division

`Temp` Températures réelles de l'injecteur et point de consigne

`Pressure` Pression réelle de l'injecteur et au point de consigne au début d'une analyse, en ignorant l'effet d'un à-coup de pression. Définit le point de départ d'un programme de pression ou la pression fixe si un programme n'est pas utilisé.

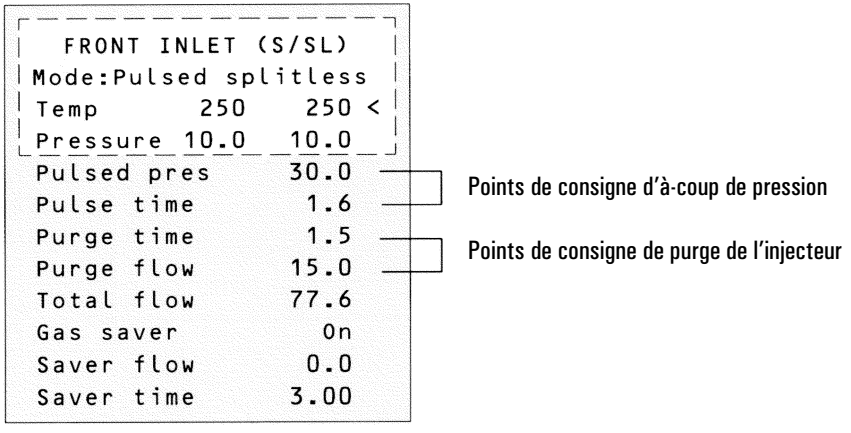
`Pulsed pres` La pression d'injecteur souhaitée au début d'une analyse. Elle s'élève jusqu'à ce point de consigne une fois que [Prep Run] a été enfoncée et reste constante jusqu'à ce que `Pulse time` s'écoule, elle revient alors à `Pressure`.

`Pulse time` La pression revient à son point de consigne normal à ce temps.

`Purge time` Le temps, après le début de l'analyse, où vous souhaitez que la vanne de purge s'ouvre. Définissez un temps de purge de 0,1 à 0,5 minutes avant le temps d'impulsion.

`Purge flow` Le débit, en mL/min, à partir de l'orifice de purge, à `Purge time`. La colonne doit être définie.

`Total flow` Débit total vers l'injecteur, représentant un total du débit de colonne et du débit de purge de septum.



Procédure : Utilisation en mode à-coup de pression sans division

1. Consultez "Contrôle des débits et des pressions" pour vérifier que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (éventuel) sont configurés correctement.

2. Appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet].

   a. Faites défiler jusqu'à `Mode` : et appuyez sur [Mode/Type]. Sélectionnez `Pulsed Splitless`.

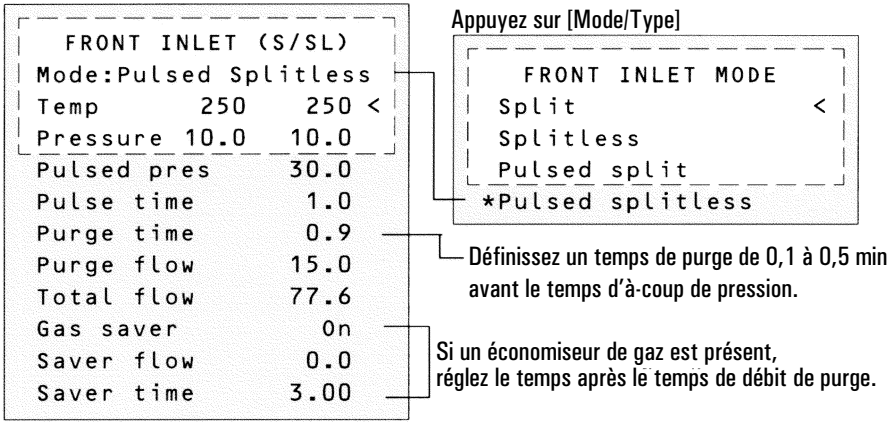
   b. Réglez la température de l'injecteur.

   c. Entrez les valeurs pour `Pulsed Pres` et `Pulse time`.

   d. Entrez le temps de purge auquel vous voulez que la vanne de purge s'ouvre. Définissez 0,1 à 0,5 minute avant `Pulse time`.

   e. Si votre colonne est définie, entrez un `Purge flow`.

   f. Si votre colonne est définie, mettez `Gas saver` sur on, si vous le désirez. Vérifiez que le temps est défini *après* le temps du débit de purge.



3. Appuyez sur la touche [Prep Run] (voir page 298) avant d'injecter un échantillon manuellement.

Maintenance d'un injecteur avec/sans division

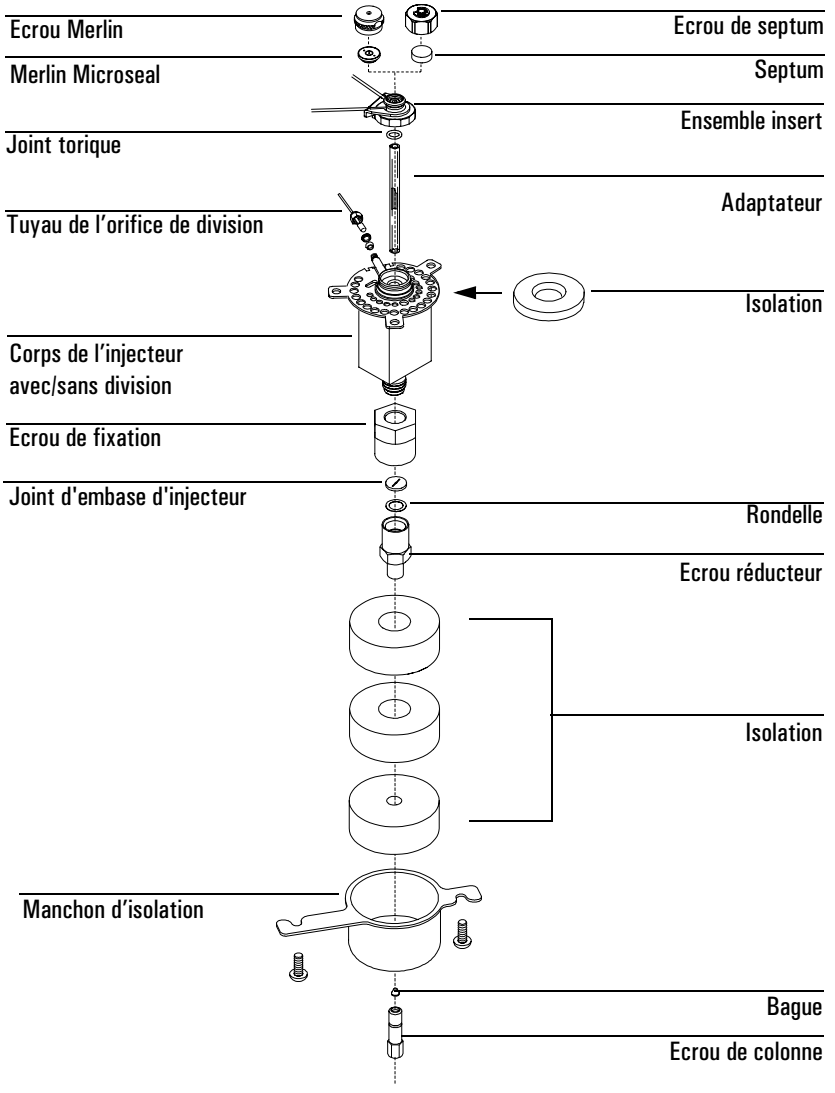


Figure 46 Injecteur avec/sans division pour capillaire

Changement des septa

Si un septum fuit, vous observerez les symptômes suivants : temps de rétention plus longs ou en décalage, perte de réponse et/ou perte de la pression en tête de colonne. De plus, le bruit du signal augmentera.

La durée de vie utile des septa dépend de la fréquence des injections et de la qualité de l'aiguille ; une aiguille présentant des inégalités, des bords aigus, des surfaces rugueuses ou une pointe émoussée, diminue la durée de vie du septum. En cas d'usage intensif de l'instrument, il est conseillé de remplacer le septum quotidiennement.

Le type de septa utilisé dépendra de vos besoins chromatographiques. Vous pouvez également utiliser le septum Merlin Microseal™, un septum à bec de canard qui offre un faible ressuage et une longue durée de vie s'il est utilisé avec le passeur d'échantillons 7683 et avec les seringues recommandées. Vous pouvez commander des septa directement à Agilent Technologies; reportez-vous au Catalogue des consommables et fournitures Agilent.

Tableau 34 Septa recommandés pour l'injecteur avec/sans division

Description	Réf.
Septum 11 mm, faible ressuage, rouge	5181-1263
Septum 11 mm prépercé, faible ressuage, rouge	5181-3383
Septum 11 mm, faible ressuage, gris	5080-8896
Septum Merlin Microseal (30 psi)	5181-8815
Septum au silicium haute température 11 mm (350 °C et supérieure)	5182-0739

Avertissement Soyez prudent ! Le four et/ou l'injecteur peuvent être suffisamment chauds pour causer des brûlures.

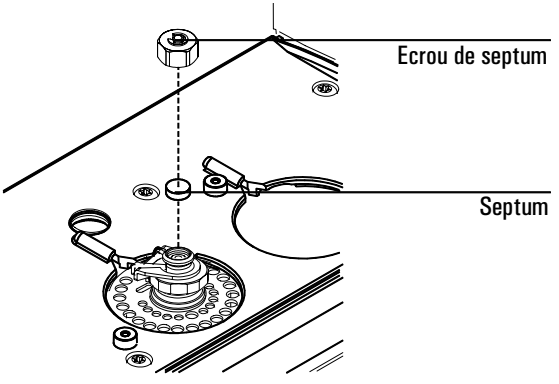
Procédure : Changement du septum

Matériel nécessaire :

- gants (si l'injecteur est chaud) ;
- nouveau septum : pour les numéros de référence, voir le Tableau 34 de la page 322 ;
- clé pour l'écrou de septum (réf. 19251-00100) ;
- un outil en plastique ou en bois avec une extrémité pointue pour retirer le septum de l'injecteur ;
- paille de fer de qualité 0 ou 00 (facultatif) ;
- précelles ou brucelles ;
- air sec, filtré, comprimé ou azote (facultatif).

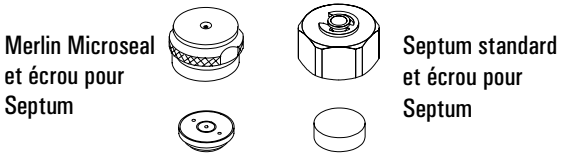
1. Procédez aux étapes préliminaires suivantes :
   - si vous avez entré des paramètres que vous ne voulez pas perdre, stockez-les comme une méthode ;
   - mettez le four et le détecteur hors tension ;
   - refroidissez le four et l'injecteur à la température ambiante ;
   - arrêtez la pression de l'injecteur.
2. Retirez l'écrou de serrage de septum ou l'écrou pour septum Merlin Microseal. Si l'écrou est chaud ou colle, utilisez une clé. Retirez l'ancien septum ou le septum Merlin Microseal. S'il colle, utilisez un outil pointu pour le retirer. Retirez-le entièrement. Attention de ne pas endommager l'intérieur de la tête de septum.

S'il colle, utilisez un outil tranchant pour le retirer. Attention à ne pas creuser le métal autour du septum et à retirer tous les morceaux de l'ancien septum.

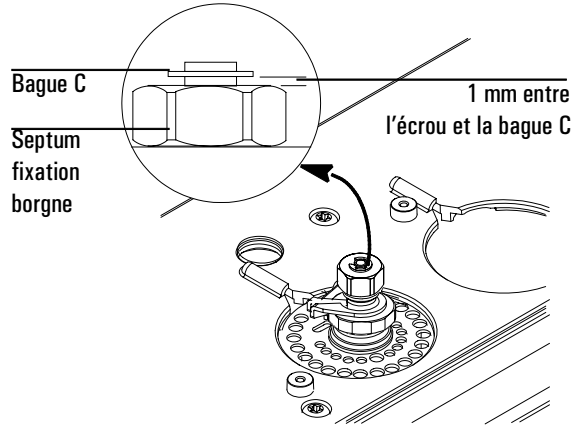


3. Si des fragments du septum collent, utilisez un petit morceau de paille de fer enroulé et des précelles ou des brucelles pour gratter le résidu dans l'écrou de serrage et le porte-septum. Utilisez de l'air comprimé ou de l'azote pour chasser les morceaux de paille de fer et de septum.
4. Utilisez des précelles pour introduire un nouveau septum ou un septum Merlin Microseal. Pressez-le dans le raccord fermement.

   Si vous installez un septum Merlin Microseal, installez-le de telle sorte que la face avec les pièces métalliques soit orientée vers le bas (vers le four).



5. Remettez en place l'écrou du septum ou l'écrou pour septum Merlin Microseal et serrez-le avec les doigts. Si vous utilisez l'écrou pour septum standard, la bague en C (circlips) est environ 1 mm au-dessus de l'écrou. Ne serrez pas excessivement.



6. Restaurez les conditions de fonctionnement normales.

Remplacement du joint torique

Vous devez changer le joint torique chaque fois que vous changez l'insert, ou si son usure provoque des fuites dans l'injecteur. Pour déterminer si le joint torique fuit, effectuez le test d'étanchéité pour l'injecteur avec/sans division.

Les joints toriques présentent une certaine élasticité. Le joint torique assure l'étanchéité du haut et de la base de l'injecteur, et de l'insert. Toutefois, à des températures élevées, les plastifiants cuisent et les joints durcissent et ne sont pas étanches.

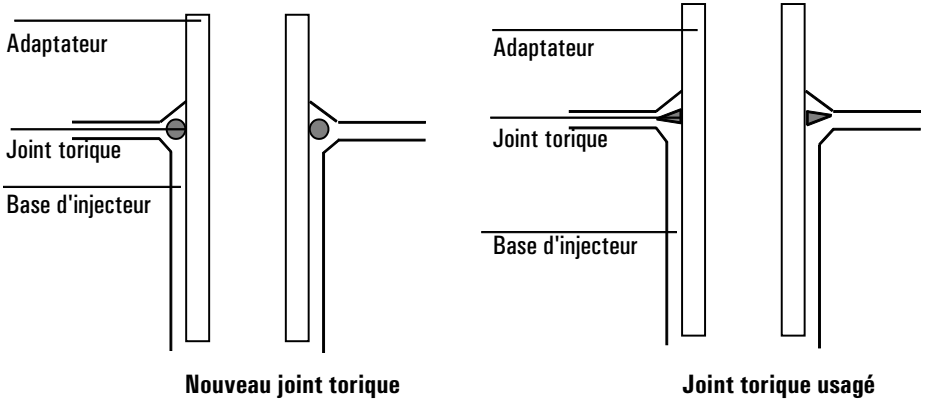


Figure 47 Vue en coupe de l'injecteur, de l'insert et du joint torique

Si vous utilisez régulièrement l'injecteur à de hautes températures, il vaut mieux utiliser des joints toriques graphités. Même si leur longévité est supérieure, ils peuvent aussi se détériorer. Consultez le tableau ci-dessous pour être certain d'utiliser le bon joint torique pour votre injecteur.

Tableau 35. Joints toriques pour l'injecteur avec/sans division

Description	Réf.
Joint torique Viton pour des températures jusqu'à 35 0°C	5181-4182
Joint torique graphité pour insert avec division (températures au-dessus de 350 °C)	5180-4168
Joint torique graphité pour insert sans division (températures au-dessus de 350 °C)	5180-4173

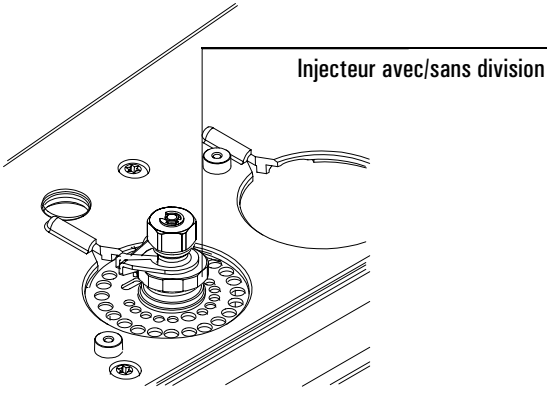
Avertissement Soyez prudent ! Le four et/ou l'injecteur peuvent être suffisamment chauds pour causer des brûlures. Si l'injecteur est chaud, portez des gants.

Procédure : Changement du joint torique

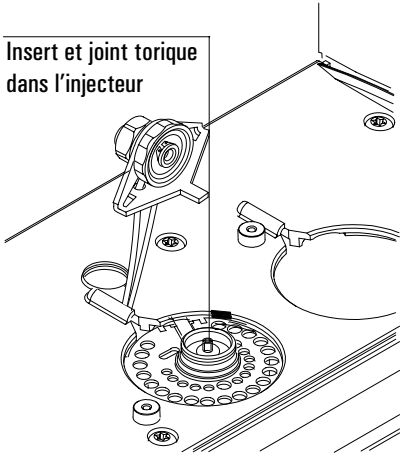
Matériel nécessaire :

- gants (si l'injecteur est chaud) ;
- un nouveau joint torique, voir le Tableau 35 de la page 325 ;
- clé pour l'écrou de septum (réf. 19251-00100) ;
- précelles ou brucelles.

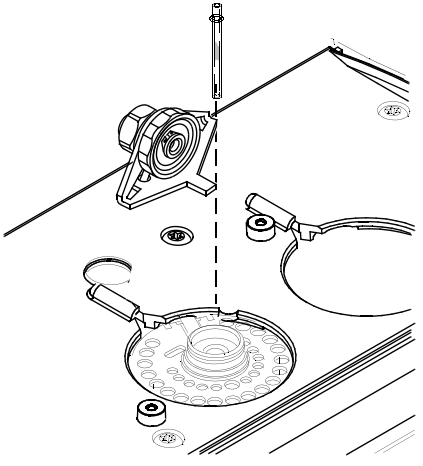
1. Procédez aux étapes préliminaires suivantes :
   - si vous avez entré des paramètres que vous ne voulez pas perdre, stockez-les comme une méthode ;
   - mettez le four et le détecteur hors tension ;
   - refroidissez le four et l'injecteur à la température ambiante ;
   - arrêtez la pression de l'injecteur.
2. Repérez l'écrou de la garniture avec/sans division et desserrez-le à l'aide de la clé si nécessaire. Soulevez-le verticalement pour éviter d'écorner ou de casser l'insert.



3. Vous devez voir le sommet de l'insert avec le joint torique autour. A l'aide des précelles ou des brucelles, saisissez l'insert et extrayez-le.



4. Retirez l'ancien joint torique et glissez-en un neuf sur l'insert.
5. A l'aide des précelles, remettez l'insert dans l'injecteur. Remettez en place l'écrou de la garniture et serrez-le avec la clé, sans excès.



6. Rétablissez les conditions de fonctionnement normales du CPG.

Remplacement du joint d'embase de l'injecteur

Vous devez remplacer ce joint chaque fois que vous desserrez ou retirez l'écrou réducteur. En outre, des symptômes chromatographiques, tels que l'élargissement des pics, indiquent que le joint d'embase d'injecteur est encrassé et a besoin d'être remplacé.

Il existe trois types de joint d'embase d'injecteur :

- joint plaqué or, réf. 18740-20885 ;
- joint-plaqué or, fentes en croix, réf. 5182-9652 ;
- joint en inox, réf. 18740-20880.

Comme vous changez ce joint par l'intérieur du four, vous devez retirer la colonne. Si vous ne maîtrisez par l'installation et le retrait de la colonne, consultez le chapitre "Colonnes et pièges".

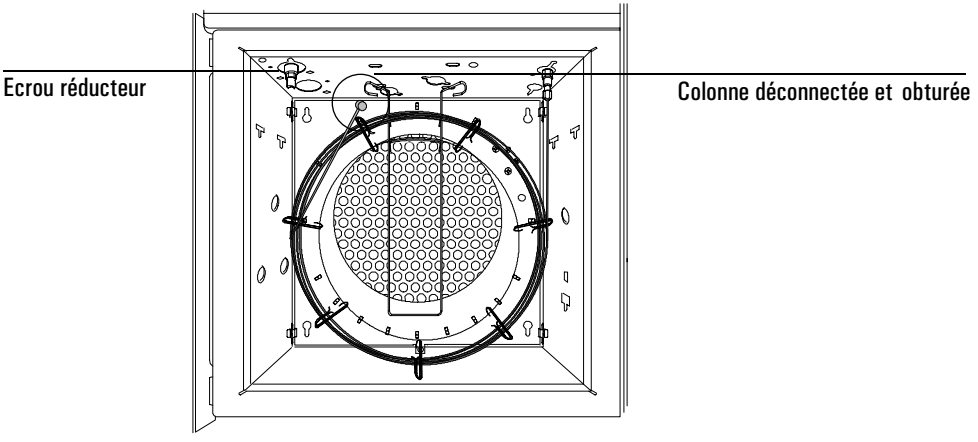
Avertissement Soyez prudent ! Le four et/ou l'injecteur peuvent être suffisamment chauds pour causer des brûlures.

Procédure : Remplacement du joint d'embase de l'injecteur

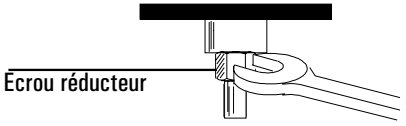
Matériel nécessaire :

- gants propres, non pelucheux, pas en nylon (à porter pour manipuler le joint) ;
- un nouveau joint (voir la liste des références) ;
- un nouveau joint (réf. 5061-5869) ;
- clé 1/4 de pouce (pour colonne) ;
- clé 1/2 de pouce.

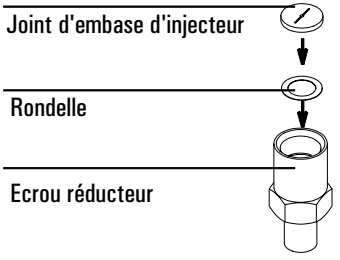
1. Procédez aux étapes préliminaires suivantes:
   - si vous avez entré des paramètres que vous ne voulez pas perdre, stockez-les comme une méthode ;
   - mettez le four et le détecteur hors tension ;
   - refroidissez le four et l'injecteur à la température ambiante ;
   - arrêtez la pression de l'injecteur.
2. Retirez la colonne de l'injecteur. Bouchez l'extrémité ouverte de la colonne pour empêcher toute contamination. Si un manchon d'isolation est installé autour de l'embase de l'injecteur, retirez-le.



3. Remettez en place l'écrou réducteur et serrez-le avec une clé de 1/2 pouce. La rondelle et le joint se trouvent à l'intérieur de l'écrou. Retirez-les. Il est conseillé de remplacer la rondelle en même temps que le joint de l'injecteur.



4. Portez des gants pour éviter de contaminer le joint d'embase d'injecteur et la rondelle. Placez la rondelle dans l'écrou réducteur. Au-dessus d'elle, placez le nouveau joint de l'embase de l'injecteur.



Vue latérale
du joint d'embase d'injecteur :



Veillez à ce que cette saillie soit tournée vers le bas.

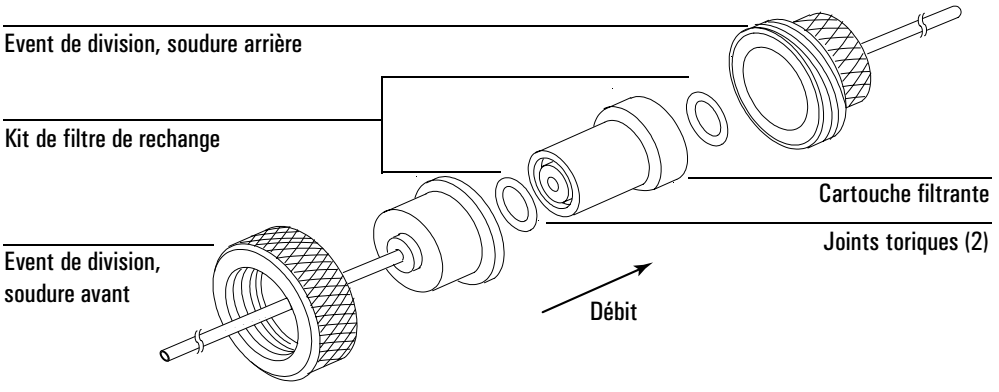
5. Remettez en place l'écrou réducteur. Serrez-le avec une clé de 1/2 pouce. Réinstallez la colonne et le manchon d'isolation. Une fois la colonne installée, vous pouvez rétablir les conditions de fonctionnement normales.

Remplacement de la cartouche filtrante du piège de l'orifice de division

Avertissement Mettez hors tension le four et le chauffage de l'injecteur équipé du piège pour orifice de division et laissez-les refroidir. Fermez l'alimentation en gaz vecteur.

Le piège pour orifice de division peut contenir des résidus d'échantillons ou de produits chimiques que vous avez analysés. Respectez les procédures de sécurité appropriées pour ce type de substance lorsque vous remplacez la cartouche du piège.

1. Mettez hors tension l'injecteur et le four et laissez-les refroidir.
2. Fixez tous les débits du CPG à zéro.
3. Retirez le couvercle du module de régulation des gaz.
4. Soulevez l'ensemble piège de son support et dévissez-le.



5. Retirez l'ancienne cartouche et les anciens joints- toriques et remplacez-les.
6. Remontez le piège.
7. Vérifiez l'étanchéité.

Procédure : Test d'étanchéité de la canalisation de gaz

Des fuites dans la canalisation de gaz peuvent fausser considérablement les résultats chromatographiques. La procédure suivante vérifie le système de débit jusqu'au collecteur de l'injecteur, non inclus. Si cette portion du système s'avère étanche, reportez-vous à la procédure suivante pour vérifier l'injecteur et son répartiteur.

Les détecteurs liquides de fuites sont déconseillés, particulièrement là où la propreté est très importante.

Si vous utilisez un liquide de détection de fuites, rincez-le immédiatement pour enlever la pellicule savonneuse.

Avertissement Pour éviter que le liquide de détection ne provoque une décharge électrique, mettez le CPG hors tension et débranchez le cordon d'alimentation. Faites attention à ne pas renverser de liquide sur les fils électriques, particulièrement ceux du chauffage du détecteur.

Matériel nécessaire :

- détecteur électronique de fuite capable de détecter votre type de gaz ou liquide de détection de fuite. Si vous utilisez un liquide de détection de fuites, essuyez le liquide en excès après le test ;
- deux clés de 7/16 de pouce.

1. A l'aide du détecteur de fuite, vérifiez l'étanchéité de chacune des connexions effectuées.
2. Eliminez les fuites en serrant les connexions. Recommencez le test et continuez à serrer jusqu'à ce que toutes les connexions soient étanches.

Procédure : Test de l'étanchéité d'un injecteur avec/sans division EPC

L'injecteur peut fuir en de nombreux points. Cette procédure vous permet de déterminer, en règle générale, la présence d'une fuite inacceptable.
Si l'injecteur fuit, utilisez un détecteur de fuite électronique pour détecter le composant fautif.

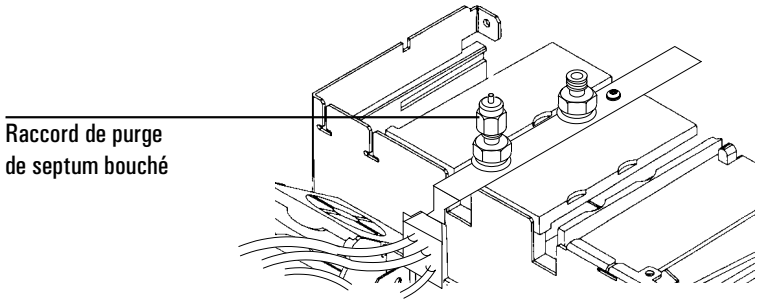
Avertissement Soyez prudent ! Le four et/ou l'injecteur peuvent être suffisamment chauds pour causer des brûlures.

Matériel nécessaire :

- bague non trouée ;
- clé 7/16 de pouce ;
- gants (si l'injecteur est chaud) ;
- clé pour l'écrou de septum (réf. 19251-00100) ;
- clé 9/16 de pouce ;
- bouchon SWAGELOK de 1/8 de pouce;
- débitmètre à bulle.

1. Procédez aux étapes préliminaires suivantes :
    - si vous avez entré des paramètres que vous ne voulez pas perdre, stockez-les comme une méthode ;
    - mettez le four hors tension ;
    - refroidissez le four et l'injecteur à la température ambiante ;
    - arrêtez la pression de l'injecteur ;
    - si une colonne est installée, retirez-la et bouchez son raccord avec l'écrou de colonne et une bague non trouée ;
    - retirez l'ancien septum et remplacez-le par un neuf. Voir "Changement des septa" ;
    - inspectez le joint torique et, s'il est dur et fragile ou craquelé, remplacez-le. Voir les instructions de la section "Remplacement du joint torique" .

2. Bouchez le raccord de purge de septum à l'aide d'un bouchon SWAGELOK de 1/8 de pouce.



3. Réglez le four à sa température de fonctionnement normale.
4. Configurez la colonne avec une longueur de 0.
5. Appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet] pour ouvrir le tableau de commande d'injecteur.
   - Faites de même pour l'injecteur.
   - Entrez un point de consigne de pression de 25 psi ou votre pression de fonctionnement normale si elle est plus haute. La pression de l'arrivée de gaz doit être supérieure d'au moins 10 psi à celle de l'injecteur.
   - Définissez le débit total à 60 ml/min.
   - Réglez l'injecteur pour une injection avec division.

   Attendez quelques instants pour que la pression et le débit s'équilibrent. Si la pression ne peut être atteinte, c'est qu'il y a une fuite importante ou que la pression d'alimentation est trop basse.
6. Arrêtez la pression ou le débit. Comme les raccords de purge de septum et de colonne sont bouchés, le gaz est piégé dans le système et la pression doit rester constante.
7. Surveillez la pression pendant 10 minutes. Une chute de pression de moins de 0,5 psig (0,05 psi/min ou moins) est acceptable.

   Si la chute de pression est largement supérieure à la chute de pression acceptable, voir "Procédure : Elimination des fuites".

Procédure : Test d'étanchéité d'un injecteur avec/sans division non EPC

L'injecteur peut fuir en de nombreux points. Cette procédure vous permet de déterminer, en règle générale, la présence d'une fuite inacceptable.
Si l'injecteur fuit, utilisez un détecteur de fuite électronique pour détecter le composant fautif.

Avertissement Soyez prudent ! Le four et/ou l'injecteur peuvent être suffisamment chauds pour causer des brûlures.

Matériel nécessaire :

- bague non trouée ;
- clé 7/16 de pouce ;
- gants (si l'injecteur est chaud) ;
- clé pour l'écrou de septum (réf. 19251-00100) ;
- clé 9/16 de pouce ;
- bouchon SWAGELOK de 1/8 de pouce;
- débitmètre à bulle.

1. Procédez aux étapes préliminaires suivantes:
   - si vous avez entré des paramètres que vous ne voulez pas perdre, stockez-les comme une méthode ;
   - refroidissez le four à la température ambiante puis mettez-le hors tension ;
   - quand le four est froid, arrêtez la pression de l'injecteu r;
   - si une colonne est installée, retirez-la et bouchez son raccord avec l'écrou de colonne et une bague non trouée ;
   - retirez l'ancien septum et remplacez-le par un neuf. Voir “Changement des septa”, page 322 ;
   - inspectez le joint torique et, s'il est dur et fragile ou craquelé, remplacez-le. Voir page 325.
2. Bouchez l'évent de division à l'aide d'un bouchon SWAGELOK de 1/8 de pouce.

3. Réglez le four à sa température de fonctionnement normale.
4. Faites de même pour l'injecteur. Vérifiez que la pression à l'arrivée initiale de gaz est d'au moins 35 psi.
5. Fixez la pression de l'injecteur à 25 psi ou à la pression de service normale si elle est supérieure. Définissez le débit avec division à 60 ml/min. Attendez quelques instants pour que la pression et le débit s'équilibrent. Si le système ne peut atteindre le point de consigne de pression, c'est qu'il y a une fuite importante ou que la pression d'alimentation est trop basse.
6. Vérifiez, à l'aide d'un débitmètre à bulle, que le débit de division est fermé.
7. Arrêtez le débit de l'injecteur en coupant le gaz vecteur au contrôleur de débit. Ensuite, ajustez le régulateur de la contre-pression en lui ajoutant 1/2 tour vers la droite.

   Observez la pression de la colonne pendant environ 10 minutes. Si la baisse de pression ne dépasse pas 0,5 psig (0,5 psi/min ou moins), vous pouvez considérer que l'injecteur est étanche.

   Si la chute de pression est largement supérieure à 1, 0psi, voir la section suivante, “Elimination des fuites”.

Procédure : Elimination des fuites

Matériel nécessaire :

- détecteur électronique de fuite ;
- outils pour serrer les connexions.

1. A l'aide du détecteur électronique, vérifiez toutes les zones de l'injecteur qui constituent des sources de fuites potentielles. En particulier :
   - l'orifice de purge avec son capuchon ;
   - la connexion de colonne bouchée ;
   - le septum et/ou l'écrou de septum ;
   - l'endroit où les lignes de gaz sont raccordées à l'injecteur, au joint torique, à l'écho du joint torique et au joint de la base de l'injecteur.
2. Supprimez les fuites en serrant les connexions avec la clé adéquate. Vous devrez peut-être répéter le test de fuite.

   Si la baisse de pression est à présent égale ou inférieure à 0,03 psi/min, vous pouvez considérer que l'injecteur est étanche. Si la baisse de pression est plus rapide, continuez à rechercher les fuites et recommencez le test de pression. Si tous les raccords semblent étanches mais que l'injecteur continue à perdre trop de pression, vous devrez peut-être remplacer le collecteur de l'injecteur. Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.

Procédure : Nettoyage de l'injecteur

Le nettoyage approfondi présenté dans cette procédure ne sera pas souvent nécessaire. Cependant, il arrive que des dépôts provenant d'échantillons injectés s'accumulent à l'intérieur de l'injecteur avec/sans division. Avant de nettoyer l'injecteur, remplacez les inserts et les garnitures sales par des propres. Si ce changement ne règle pas les problèmes, nettoyez l'injecteur.

Matériel nécessaire :

- brosses de nettoyage : le kit de nettoyage du FID contient les brosses appropriées (réf. 9301-0985) ;
- solvant capable de nettoyer le type de dépôts présents dans l'injecteur ;
- air sec, filtré, comprimé ou azote.

1. Procédez aux étapes préliminaires suivantes :
   - si vous avez entré des paramètres que vous ne voulez pas perdre, stockez-les comme une méthode ;
   - mettez hors tension les zones chauffées, laissez-les refroidir ;
   - arrêtez tous les débits vers l'injecteur à l'arrivée initiale de gaz ;
   - mettez le CPG hors tension et débranchez-le ;
   - retirez l'insert de l'injecteur ;
   - retirez l'adaptateur de colonne. Voir le chapitre "Colonnes et pièges" ;
   - retirez le joint de la base de l'injecteur. Voir page 328.
2. Illuminez l'intérieur de l'injecteur à partir de dessous et regardez s'il présente des signes de contamination ou de dépôts. Insérez la brosse dans l'injecteur. Frottez vigoureusement les parois intérieures de l'injecteur pour éliminer tous les dépôts.
3. Soufflez les particules détachées et séchez soigneusement avec de l'air ou de l'azote comprimé, avant de réassembler.
4. Remontez l'injecteur. Utilisez un nouveau joint d'embase d'injecteur. Rétablissez les conditions de fonctionnement normales.

15 L’injecteur pour colonne remplie avec purge

Utilisation d’un injecteur pour colonne remplie avec purge

Adaptateurs et inserts

- Procédure : Installation des adaptateurs
- Procédure : Installation d’un insert en verre

Le tableau de commandes

- Colonnes remplies ou colonne non définie
- Colonnes capillaires définies
- Procédure : Utilisation de colonnes capillaires remplies et non définies
- Procédure : Utilisation de colonnes capillaires définies

Maintenance d’un injecteur pour colonne remplie avec purge

- Procédure : Changement des septa
- Procédure : Changement du joint torique
- Procédure : Test d'étanchéité de la canalisation de gaz
- Procédure : Test d’étanchéité d’un injecteur pour colonne remplie avec purge EPC
- Procédure : Test d’étanchéité d’un injecteur pour colonne remplie avec purge non EPC
- Procédure : Elimination des fuites
- Procédure : Nettoyage de l'injecteur

L’injecteur pour colonne remplie avec purge

Utilisation d’un injecteur pour colonne remplie avec purge

Cet injecteur est utilisé avec des analyses effectuées sur colonne remplie lorsqu’il n’est pas nécessaire d’obtenir des séparations très efficaces. On peut aussi l’utiliser avec des colonnes capillaires de grand diamètre, à condition que des débits supérieurs à 10 ml/min soient acceptables.

Si une colonne capillaire est utilisée et si la colonne est définie, l’injecteur est à régulation de pression. Si la colonne n’est pas définie (colonnes remplies et colonnes capillaires non définies), il est à régulation de débit.

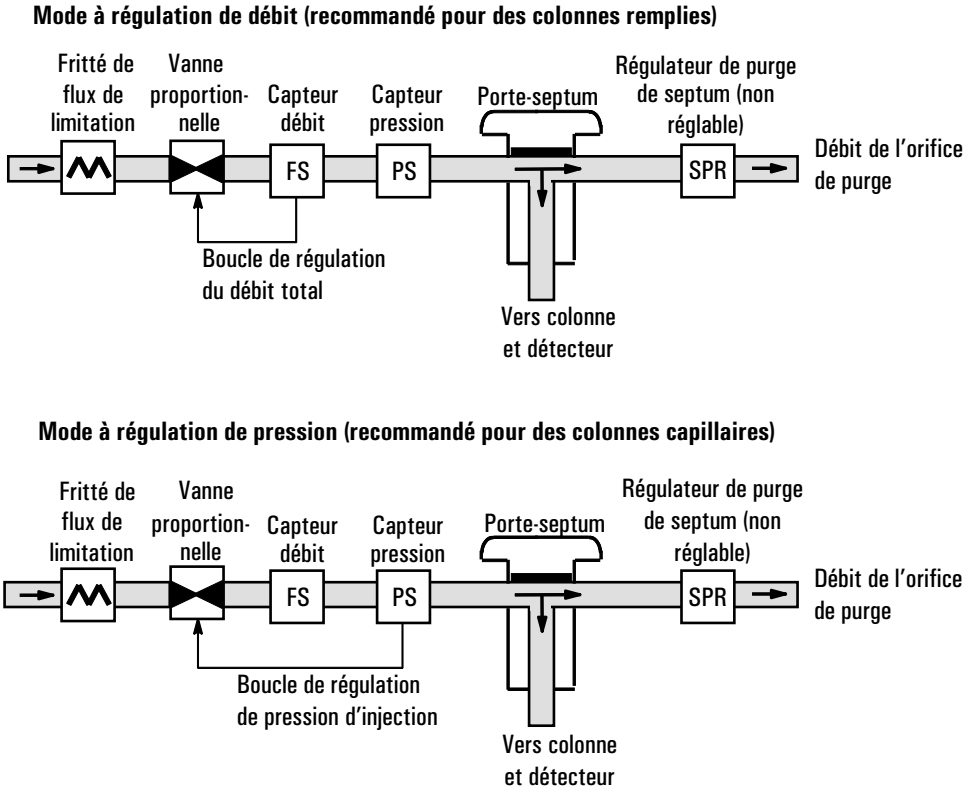


Figure 48 Injecteur pour colonne remplie avec régulation électronique des gaz

Adaptateurs et inserts

Adaptateurs. L'adaptateur dépend du type de colonne. Il existe des adaptateurs pour colonnes capillaires de grand diamètre, pour colonnes remplies de 1/4 de pouce ou pour colonnes remplies de 1/8 de pouce. L'adaptateur aide à connecter des colonnes à l'injecteur ; voir les instructions d'installation à la page 344.

Inserts. Les inserts en verre sont souvent utilisés avec des adaptateurs métalliques pour réduire la réactivité et pour piéger les résidus non volatils. lls sont obligatoires avec des colonnes capillaires. Les inserts sont installés par le haut de l'injecteur, avant la colonne ; voir les d'installation à la page 345.

L'injecteur rempli avec purge est livré avec un adaptateur et un insert pour colonnes capillaires ; voir Tableau 36. Il est recommandé de ne pas utiliser cet injecteur avec les colonnes capillaires de petit diamètre. Si vous utilisez des colonnes remplies, reportez-vous au Tableau 37.

Tableau 36. Adaptateur/insert pour colonnes capillaires grand diamètre

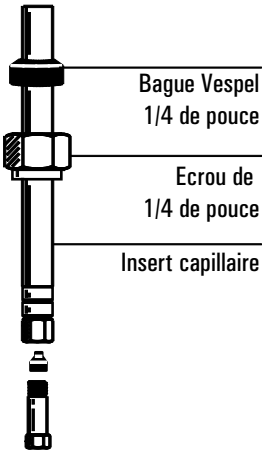
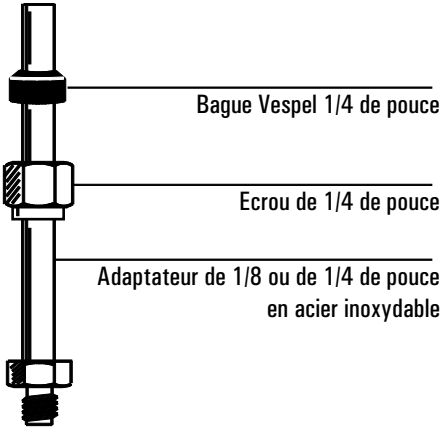
Type colonne	Adaptateur	Insert
530 µm ou 320 µm	19244-80540 	5080-8732 ou 5181-3382 (désactivé) 

Tableau 37 Adaptateur et insert pour colonnes remplies

Type de colonne	Adaptateur	Insert
1/8 de pouce, en métal	*1/8 de pouce, en acier inoxydable* 19243-80510	Aucun
	19243-80530	5080-8732 ou 5181-3382*
1/4 de pouce, en métal	*1/4 de pouce, en acier inoxydable* 19243-80520	Aucun
	19243-80540	5080-8732 ou 5181-3382*
1/4 de pouce, en verre	Adaptateur inutile. Extrémité de la colonne fait office d'adaptateur. Il est également possible d'utiliser un adaptateur de 1/4 de pouce en métal.	Sans objet

*Désactivé

Adaptateur de 1/4 ou de 1/8 de pouce (Acier inoxydable)



Insert



Procédure : Installation des adaptateurs

Utilisez ces instructions pour installer tous les types d'adaptateurs. Les bagues Vespel graphitées sont recommandées parce que les bagues métalliques ont tendance à se bloquer définitivement sur l'adaptateur. En cas de fuite avec des bagues métalliques, il faut remplacer tout l'adaptateur.

Matériel nécessaire :

- adaptateur, écrou en laiton et bague (voir Tableau 36 ou Tableau 37) ;
- tissu non pelucheux ;
- méthanol ;
- clé 9/16 de pouce.

1. Appuyez sur [Oven] et réglez le four à 35 °C. Lorsque la température atteint le point de consigne, arrêtez le four. Appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet] et arrêtez la température et la pression de l'injecteur.

Avertissement Soyez prudent. Le four et les raccords de l'injecteur peuvent être suffisamment chauds pour causer des brûlures.

2. Nettoyez l'extrémité de l'insert à l'aide d'un chiffon non pelucheux. Comme solvant, utilisez du méthanol.
3. Placez un écrou en laiton et une bague Vespel graphitée sur l'adaptateur.
4. Ouvrez la porte du four et repérez la base de l'injecteur. Insérez l'adaptateur droit dans l'embase de l'injecteur, le plus loin possible.
5. En maintenant l'adaptateur dans cette position, serrez l'écrou avec les doigts.
6. Avec une clé, donnez 1/4 de tour supplémentaire à l'écrou.
7. Installez la colonne.
8. Etablissez un débit de gaz vecteur dans l'injecteur et chauffez le four et l'injecteur jusqu'aux températures de fonctionnement. Laissez-les refroidir puis resserrez les raccords.

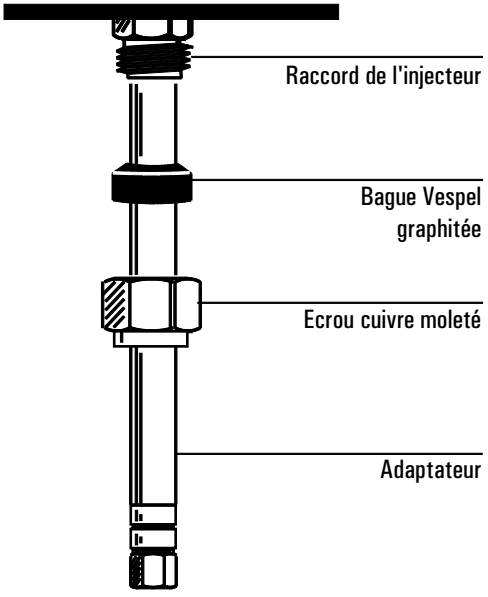


Figure 49 Installation d'un adaptateur

Procédure : Installation d'un insert en verre

Matériel nécessaire :

- insert (voir Tableau 36 ou Tableau 37) ;
- brucelles ou pinces hémostatiques;
- fil de fer fin.

1. Appuyez sur [Oven] et réglez le four sur 35 °C. Lorsque la température atteint le point de consigne, arrêtez le four. Appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet] et arrêtez la température et la pression de l'injecteur.

Avertissement Soyez prudent. Les raccords de l'injecteur peuvent être suffisamment chauds pour causer des brûlures.

2. Retirez l'écrou moleté en haut de l'injecteur.
3. Retirez soigneusement l'ancien insert. Un fil de fer (tel qu'un trombone) peut aider à extraire l'insert de l'injecteur.

4. A l'aide de petites pinces, saisissez la partie supérieure de l'insert et installez-le dans l'injecteur avec le côté évasé vers le haut.
5. Si une colonne capillaire est installée et si l'insert ne s'ajuste pas correctement, vous devez retirer la colonne capillaire, installer l'insert et remettre la colonne en place.
6. Réinstallez l'écrou moleté et serrez avec les doigts.

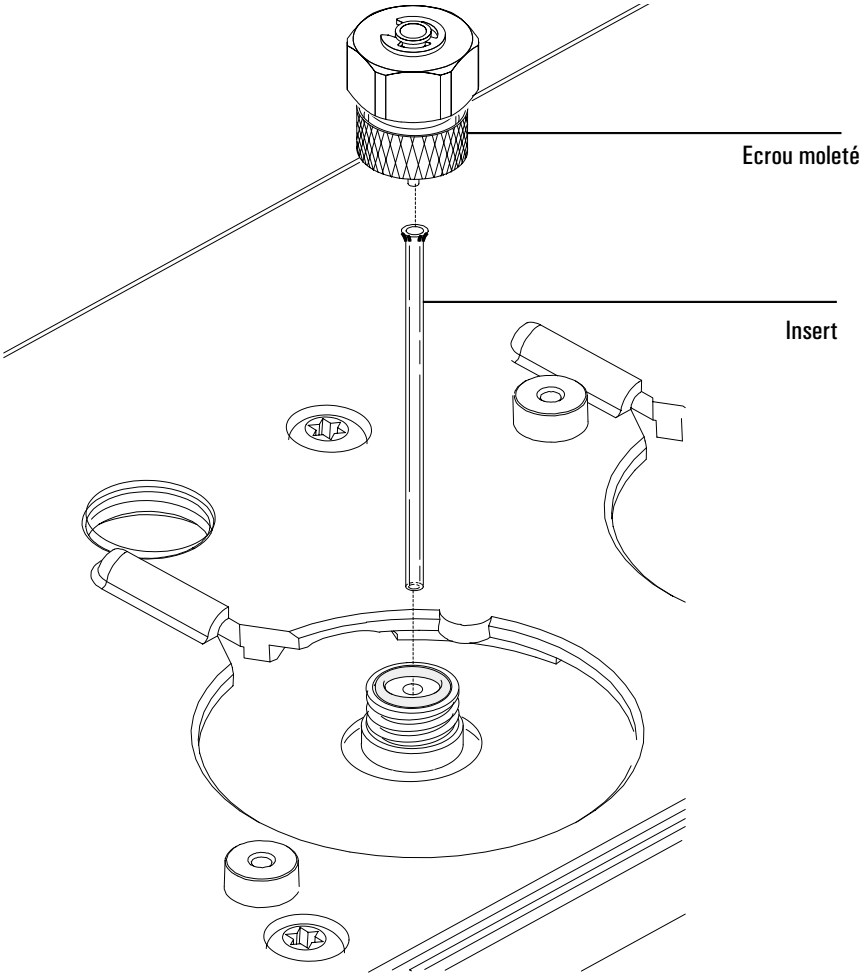
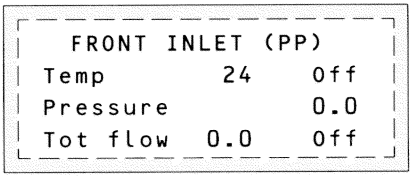


Figure 50 Installation d'un insert en verre dans un injecteur rempli avec purge

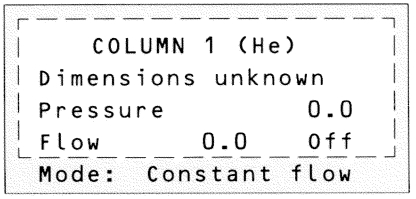
Le tableau de commandes

Colonnes remplies ou colonne non définie

(Injecteur)



(Colonne)



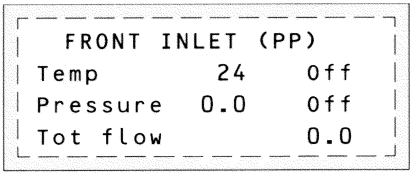
`Temp` : valeurs de température point de consigne et réelles.

`Pressure` : pression réelle (en psi, bar ou kPa) fournie à l'injecteur. Vous ne pouvez pas y entrer un point de consigne.

`Tot flow` : entrez ici votre point de consigne ; la valeur réelle est affichée. L'injecteur est à régulation de débit.

Colonnes capillaires définies

(Colonne définie)



`Temp` : valeurs de température point de consigne et réelles.

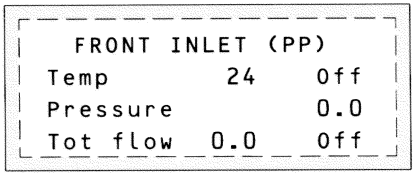
`Pressure` : l'injecteur est à régulation de pression. Entrez ici votre point de consigne (en psi, bar ou kPa) et la valeur réelle est affichée.

`Tot flow` : débit total réel de l'injecteur. C'est une valeur mesurée, et non un point de consigne.

Procédure : Utilisation de colonnes capillaires remplies et non définies

Si la colonne n'est pas définie, seuls les modes à régulation de débit sont disponibles.

1. Consultez "Contrôle des débits et des pressions" pour vérifier que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (éventuel) sont configurés correctement.
2. Appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet] et entrez une température. (Le débit a été défini sur la colonne à l'étape 4.)

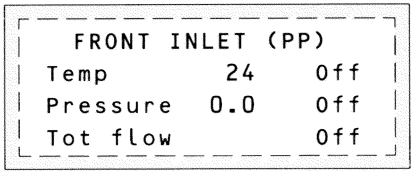


3. Injectez un échantillon.

Définissez le débit de colonne à partir du tableau de colonne. Le débit total, montré dans le tableau de l'injecteur, est la somme du débit de colonne et du débit de purge de septum.

Procédure : Utilisation de colonnes capillaires définies

1. Consultez "Contrôle des débits et des pressions" pour vérifier que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (éventuel) sont configurés correctement.
2. Appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet] et entrez une température.



3. Injectez l'échantillon.

Maintenance d'un injecteur pour colonne remplie avec purge

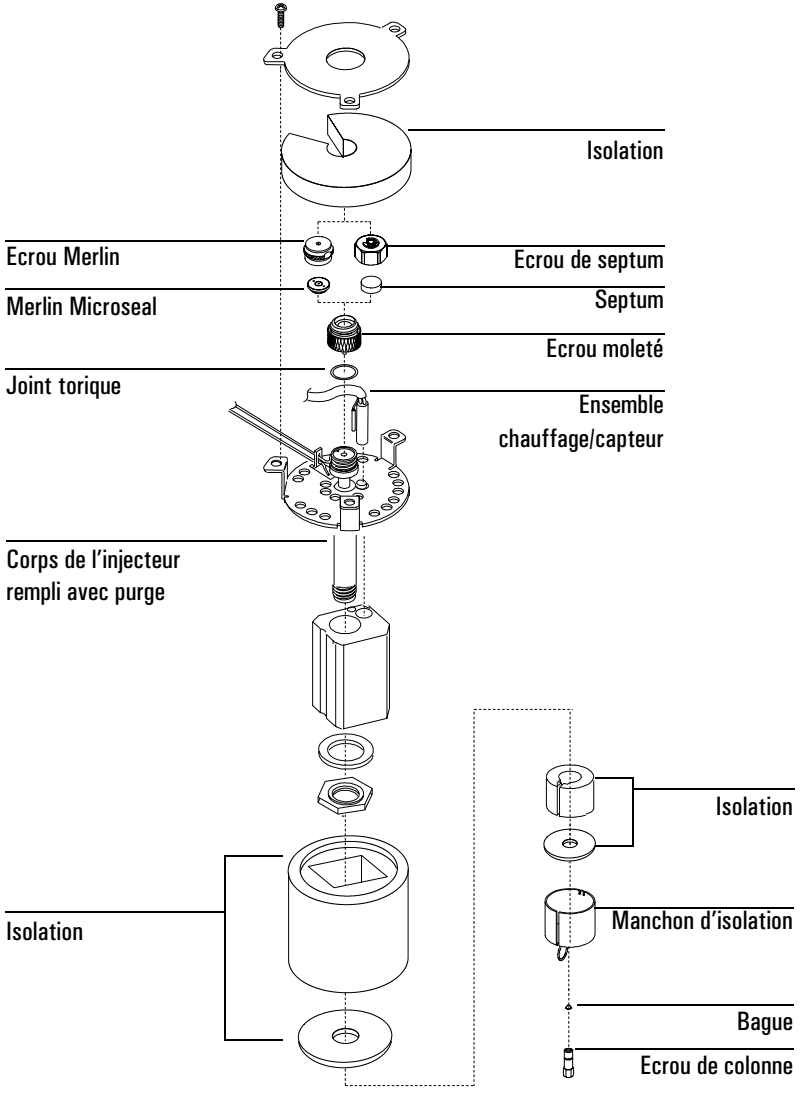


Figure 51 L'injecteur pour colonne remplie avec purge

Procédure : Changement des septa

Si le septum fuit, vous observerez les symptômes suivants : temps de rétention plus longs ou en décalage, perte de réponse et/ou perte de la pression en tête de colonne. De plus, le bruit du signal augmentera.

La durée de vie utile des septa dépend de la fréquence des injections et de la qualité de l'aiguille ; une aiguille présentant des inégalités, des bords aigus, des surfaces rugueuses ou une pointe émoussée, diminuent la durée de vie du septum. En cas d'usage intensif de l'instrument, il est conseillé de remplacer le septum quotidiennement.

Le type de septa utilisé dépendra de vos besoins chromatographiques. Vous pouvez aussi utiliser le septum Merlin Microseal, un septum à bec de canard qui offre un faible ressuage et une longue durée de vie s'il est utilisé avec le passeur d'échantillons 7683 et les seringues recommandées. Vous pouvez commander les septa directement à Agilent. Pour obtenir des renseignements sur la façon de passer commande, voir le catalogue des consommables et fournitures Agilent.

Tableau 38. Septa recommandés pour l'injecteur pour colonne remplie avec purge

Description	Réf.
Septum 11 mm, faible ressuage, rouge	5181-1263
Septum 11 mm prépercé, faible ressuage, rouge	5181-3383
Septum 11 mm, faible ressuage, gris	5080-8896
Septum Merlin Microseal (30 psi)	5181-8815
Septum au silicium haute température 11 mm (350 °C et supérieure)	5182-0739

Avertissement Soyez prudent ! Le four et/ou l'injecteur peuvent être suffisamment chauds pour causer des brûlures.

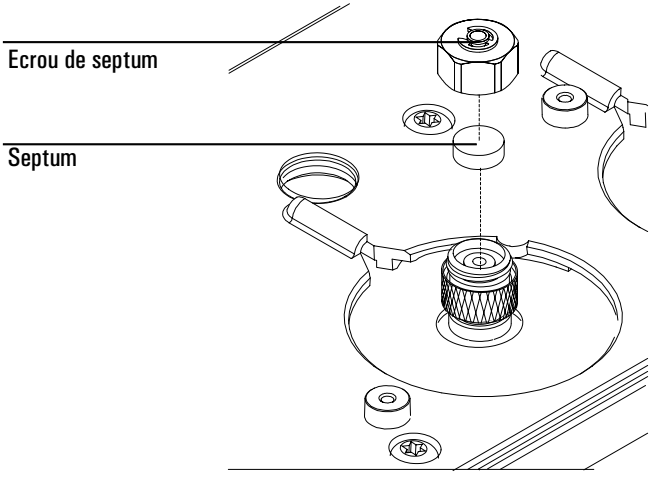
Attention Pendant le changement des septa, le débit de colonne est interrompu. Comme les colonnes risquent d'être endommagées à des températures élevées sans débit de gaz vecteur, refroidissez le four à la température ambiante avant de continuer.

Matériel nécessaire :

- gants (si l'injecteur est chaud) ;
- nouveau septum : pour les numéros de référence, voir le Tableau 38 ;
- clé pour l'écrou de septum (réf. 19251-00100) ;
- un outil en plastique ou en bois avec une extrémité pointue pour retirer le septum de l'injecteur ;
- paille de fer de qualité 0 ou 00 (facultatif) ;
- précelles ou brucelles ;
- air sec, filtré, comprimé ou azote (facultatif).

1. Procédez aux étapes préliminaires suivantes :
   - si vous avez entré des paramètres que vous ne voulez pas perdre, stockez-les comme une méthode ;
   - mettez le four hors tension et refroidissez-le à la température ambiante ;
   - mettez le détecteur hors tension ;
   - refroidissez l'injecteur à la température ambiante ;
   - arrêtez la pression de l'injecteur.

2. Si l'injecteur est chaud, portez des gants. Retirez l'écrou de serrage de septum ou l'écrou pour septum Merlin Microseal. Si l'écrou est chaud ou s'il colle, utilisez la clé. Retirez l'ancien septum ou le septum Merlin Microseal.

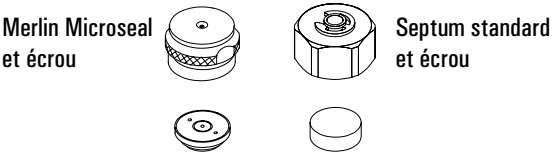


   Si le septum colle, utilisez l'outil pointu pour le retirer. Attention à ne pas creuser le métal autour du septum et à retirer tous les morceaux de l'ancien septum.

3. Si des morceaux du septum collent, utilisez un petit morceau de paille de fer enroulé et des précelles ou des brucelles pour gratter le résidu dans l'écrou de serrage et le porte-septum. Utilisez de l'air comprimé ou de l'azote pour chasser les morceaux de paille de fer et de septum.

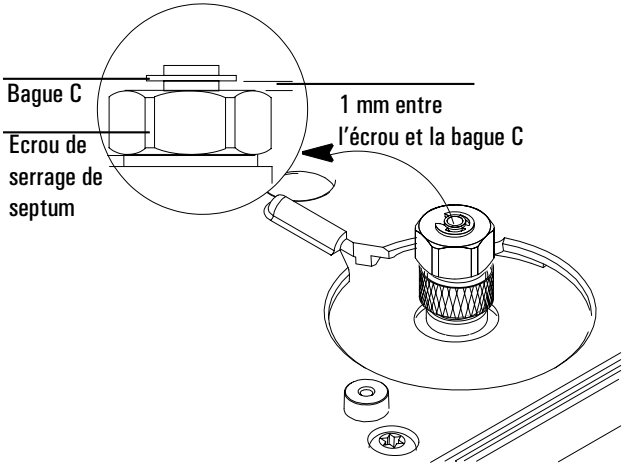
   Utilisez les précelles pour introduire un nouveau septum ou un septum Merlin Microseal. Pressez-le dans le raccord fermement.

4. Si vous installez un septum Merlin Microseal, installez-le de telle sorte que la face avec les pièces métalliques soit orientée vers le bas (vers le four).



5. Remplacez l'écrou de serrage du septum ou l'écrou pour septum Merlin Microseal.

- Si vous utilisez l'écrou de septum standard, serrez-le jusqu'à ce que la bague en C (circlips) soit environ 1 mm au-dessus de l'écrou. Ne serrez pas excessivement.
- Si vous utilisez un écrou pour septum Merlin Microseal, serrez-le à la main sans forcer.



Ne serrez pas excessivement l'écrou. Un serrage exagéré compresse trop le septum, entraînant une défaillance prématurée et la chute de morceaux de septum contaminant l'injecteur.

6. Restaurez les conditions de fonctionnement normales.

Procédure : Changement du joint torique

Vous devez changer le joint torique chaque fois que vous changez l'insert, ou si son usure provoque des fuites dans l'injecteur. Pour déterminer si le joint torique fuit, effectuez le test d'étanchéité présenté section "Procédure : Test d'étanchéité d'un injecteur pour colonne remplie avec purge EPC".

Les joints toriques présentent une certaine élasticité. Le joint torique assure l'étanchéité du haut et de l'embase de l'injecteur. Toutefois, à des températures élevées, les plastifiants cuisent et les joints durcissent et ne sont pas étanches. Si vous utilisez l'injecteur à de hautes températures, vous devrez probablement remplacer le joint torique fréquemment.

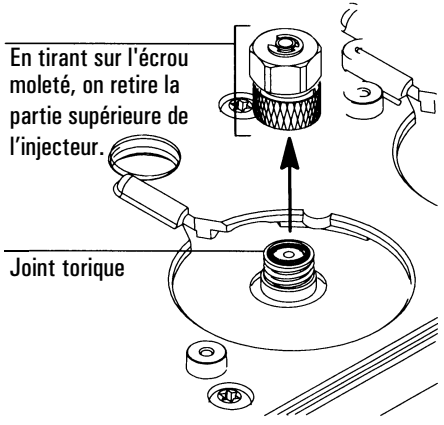
Avertissement Soyez prudent ! Le four et/ou l'injecteur peuvent être suffisamment chauds pour causer des brûlures. Si l'injecteur est chaud, portez des gants de protection.

Matériel nécessaire :

- gants (si l'injecteur est chaud) ;
- un nouveau joint torique Viton (réf .5080-8898);
- clé pour l'écrou de septum (réf. 19251-00100) ;
- précelles ou brucelles (facultatif).

1. Procédez aux étapes préliminaires suivantes :
   - si vous avez entré des paramètres que vous ne voulez pas perdre, stockez-les comme une méthode ;
   - mettez le four hors tension et refroidissez-le à la température ambiante ;
   - mettez le détecteur hors tension ;
   - refroidissez l'injecteur à la température ambiante ;
   - arrêtez la pression de l'injecteur.
2. Si l'injecteur est chaud, utilisez la clé pour l'écrou de septum. Desserrez l'écrou moleté complètement. Tirez vers le haut sur l'écrou pour enlever la partie supérieure de l'injecteur.

   Le joint torique sera visible. Retirez l'ancien joint torique. Utilisez le cas échéant la pince. A l'aide des petites pinces, insérez le nouveau joint torique.



3. Remplacez la partie supérieure de l'injecteur et serrez l'écrou moleté au maximum. Rétablissez les conditions de fonctionnement normales du CPG.

Procédure : Test d'étanchéité de la canalisation de gaz

Des fuites dans la canalisation de gaz peuvent fausser considérablement les résultats chromatographiques. La procédure suivante vérifie le système de débit jusqu'au collecteur de l'injecteur, non inclus. Si cette portion du système s'avère étanche, reportez-vous à la procédure suivante pour vérifier l'injecteur et son répartiteur.

Les détecteurs liquides de fuites sont déconseillés, particulièrement là où la propreté est très importante.

Si vous utilisez un liquide de détection de fuites, rincez-le immédiatement pour enlever la pellicule savonneuse.

Avertissement Pour éviter que le liquide de détection ne provoque une décharge électrique, mettez le CPG hors tension et débranchez le cordon d'alimentation. Faites attention à ne pas renverser de liquide sur les fils électriques, particulièrement ceux du chauffage du détecteur.

Matériel nécessaire :

- détecteur électronique de fuites capable de détecter votre type de gaz ou du liquide de détection de fuites. Si vous utilisez un tel liquide, essuyez ce qui pourrait en rester après le test ;
- deux clés de 7/16 de pouce.

1. A l'aide du détecteur de fuite, vérifiez l'étanchéité de chacune des connexions effectuées.
2. Eliminez les fuites en serrant les connexions. Recommencez le test et continuez à serrer jusqu'à ce que toutes les connexions soient étanches.

Procédure : Test d'étanchéité d'un injecteur pour colonne remplie avec purge EPC

Cette procédure vous permet de déterminer si l'injecteur fuit. Effectuez ce test à la température de fonctionnement normale car le joint torique risque de fuir s'il est refroidi à la température ambiante.

Matériel nécessaire :

- gants (si l'injecteur est chaud) ;
- clé pour l'écrou de septum (réf. 19251-00100) ;
- bouchon SWAGELOK de 1/8 de pouce (réf. 5180-4120).

Avec des colonnes capillair e s:

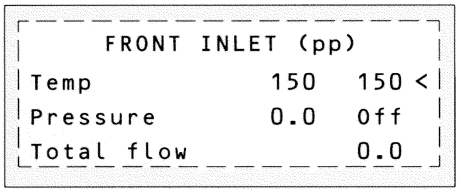
- bague non trouée ;
- clé 7/16 de pouce.

Avec des colonnes remplie s:

- bouchon Vespel plein ;
- clé 9/16 de pouce.

1. Procédez aux étapes préliminaires suivantes :
   - si vous avez entré des paramètres que vous ne voulez pas perdre, stockez-les comme une méthode ;
   - mettez le four hors tension et refroidissez-le à la température ambiante. Quand le four est froid, arrêtez la pression de l'injecteu r;
   - si une colonne est installée, retirez-la et bouchez son raccord. Si vous utilisez des colonnes capillaires, insérez une bague non trouée dans l'écrou de colonne pour créer un bouchon. Si vous utilisez des colonnes remplies, utilisez le bouchon Vespel ;
   - retirez l'ancien septum et remplacez-le par un neuf. Voir "Procédure : Changement des septa" ;
   - inspectez le joint torique et, s'il est dur et fragile ou craquelé, remplacez-le. Voir les instructions page 353 ;
   - assurez-vous que la pression à l'arrivée de gaz est d'au moins 35 psi ;
   - bouchez le raccord de purge de septum à l'aide d'un bouchon SWAGELOK de 1/8 de pouce ;
   - définissez une colonne capillaire pour faire passer l'injecteur en mode à régulation de pression. Appuyez sur [Column 1] ou [Column 2] et entrez une valeur pour le diamètre (par exemple, 320) et 0 pour la longueur. Appuyez sur [enter].

2. Appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet] pour ouvrir le tableau de commandes.



3. Faites de même pour l'injecteur.
4. Fixez la pression de l'injecteur à 25 psi. Attendez quelques minutes que la pression se stabilise. Pendant cette stabilisation, la pression peut dépasser brièvement le point de consigne. Si la pression ne peut pas atteindre le point de consigne, c'est qu'il y a une fuite importante ou que la pression d'alimentation gaz est trop basse.
5. Arrêtez la pression de l'injecteur (`Off`). Comme la colonne est bouchée, la pression devrait rester constante.

   Surveillez la pression pendant 10 minutes. Une chute de pression de 0,3 psi (0,03 psi/min ou moins) est acceptable. Si la chute de pression est largement supérieure à 0,7 psi, reportez-vous à la section "Elimination des fuites" page 359.

Procédure : Test d'étanchéité d'un injecteur pour colonne remplie avec purge non EPC

Cette procédure vous permet de déterminer si l'injecteur fuit. Il est recommandé de vérifier l'étanchéité de l'injecteur à la température de service normale, car le joint torique est susceptible de fuir s'il refroidit jusqu'à la température ambiante.

Matériel nécessaire :

- gants (si l'injecteur est chaud) ;
- clé pour l'écrou de septum (réf. 19251-00100) ;
- bouchon SWAGELOK de 1/8 de pouce (réf. 5180-4120).

Avec des colonnes capillair e s:

- bague non trouée ;
- clé 7/16 de pouce ;

Avec des colonnes remplie s:

- bouchon Vespel plein ;
- clé 9/16 de pouce.

1. Procédez aux étapes préliminaires suivantes :
   - si vous avez entré des paramètres que vous ne voulez pas perdre, stockez-les comme une méthode ;
   - mettez le four hors tension et refroidissez-le à la température ambiante. Quand le four est froid, arrêtez la pression de l'injecteu r;
   - si une colonne est installée, retirez-la et bouchez son raccord. Si vous utilisez des colonnes capillaires, insérez une bague non trouée dans l'écrou de colonne pour créer un bouchon. Si vous utilisez des colonnes remplies, utilisez le bouchon Vespel ;
   - retirez l'ancien septum et remplacez-le par un neuf. Voir "Changement des septa" ;
   - inspectez le joint torique et, s'il est dur et fragile ou craquelé, remplacez-le. Voir les instructions "Remplacement du joint torique" ;
   - assurez-vous que la pression à l'arrivée de gaz est d'au moins 30 psi.
2. Réglez l'injecteur à sa température de fonctionnement normale.
3. Bouchez l'évent de purge du septum à l'aide d'un bouchon SWAGELOK de 1/8 de pouce.
4. Ouvrez le gaz vers l'injecteur à sa source et ajustez la pression d'alimentation sur 30 psi. Ouvrez complètement le régulateur de débit en tournant le bouton dans le sens inverse des aiguilles d'une montre, le plus loin possible. Attendez 2 minutes pour assurer l'équilibre. La jauge sur la face avant doit être stable.
5. Fermez la pression en tête de colonne en tournant le régulateur de débit à fond dans le sens des aiguilles d'une montre. Ne serrez pas excessivement ; vous endommageriez le siège de la vanne.

6. Coupez le gaz vers l'injecteur à sa source. Surveillez la pression pendant 10 minutes. Vous pouvez utiliser la fonction Chronomètre du CPG. Une chute de pression de 0,7 psig (0,07 psi/min ou moins) est acceptable.

   Si la baisse de pression ne dépasse pas 0,7 psi (0,07 psi/min), vous pouvez considérer que l'injecteur est étanche.

   Si la chute de pression est largement supérieure à 0,7 psi (0,07 psi/min), reportez-vous à la section "Procédure : Elimination des fuites".

Procédure : Elimination des fuites

Matériel nécessaire :

- détecteur électronique de fuite adapté au type de gaz ;
- outils pour serrer les parties de l'injecteur qui fuient (si des fuites sont détectées).

1. A l'aide du détecteur électronique, vérifiez toutes les zones de l'injecteur qui constituent des sources de fuites potentielles. En particulier:

   - le septum et/ou l'écrou de septum ;
   - la bague de 1/4 de pouce (si un adaptateur est utilisé) ;
   - le joint toriqu e;
   - l'orifice de purge avec son capuchon ;
   - la connexion de colonne bouchée;
   - l'écrou moleté ;
   - la zone de connexion de la ligne de gaz à l'injecteur.

   Si vous n'utilisez pas d'adaptateur, vous devez boucher la colonne à l'aide d'un bouchon SWAGELOK de 1/4 de pouce ou d'une pièce équivalente.

2. Eliminez les fuites en serrant les connexions à l'aide de la clé appropriée. Vous pouvez répéter le test de fuite.

   Si la baisse de pression ne dépasse pas 0,03 psi/m, vous pouvez considérer que l'injecteur est étanche.

Si la baisse de pression est plus rapide que cela, continuez à rechercher des fuites et répétez le test de pression. Si tous les raccords semblent étanches mais que l'injecteur continue à perdre trop de pression, vous devrez peut-être remplacer le répartiteur des gaz. Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.

Procédure : Nettoyage de l'injecteur

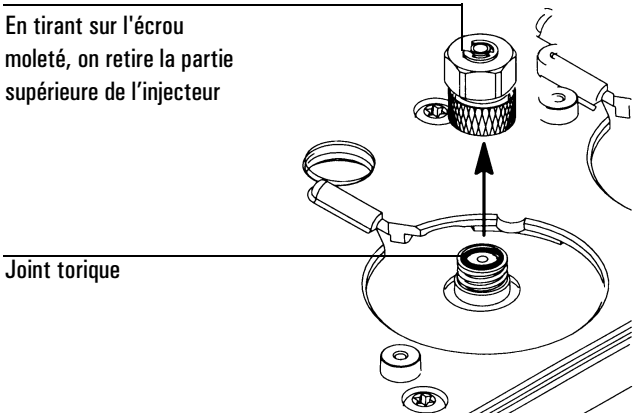
Il est peu probable qu'il soit nécessaire d'appliquer fréquemment l'ensemble de la procédure de nettoyage ci-dessous. Cependant, il arrive que des dépôts provenant d'échantillons injectés s'accumulent à l'intérieur de l'injecteur pour colonne remplie avec purge. Avant de nettoyer l'injecteur, remplacez les adaptateurs et les inserts sales par des propres. Pour les instructions, voir "Procédure : Installation des adaptateurs" et "Procédure : Installation d'un insert en verre". Si ce changement ne règle pas les problèmes, nettoyez l'injecteur.

Matériel nécessaire :

- brosses de nettoyage : le kit de nettoyage du FID contient les brosses appropriées (réf. 9301-0985) ;
- solvant capable de nettoyer le type de dépôts présents dans l'injecteur ;
- air sec, filtré, comprimé ou azote.

1. Procédez aux étapes préliminaires suivantes :
   - si vous avez entré des paramètres que vous ne voulez pas perdre, stockez-les comme une méthode ;
   - mettez les zones chauffées hors tensio n: laissez-les refroidi r;
   - arrêtez tous les débits vers l'injecteur à l'arrivée initiale de gaz ;
   - mettez le CPG hors tension et débranchez-le ;
   - si le septum est usé ou sale, remplacez-le. Pour les instructions, voir "Procédure : Changement des septa" ;
   - retirez la colonne, l'adaptateur et l'insert. voir "Colonnes et pièges".

2. Desserrez l'écrou moleté et tirez-le vers le haut. Le joint torique sera visible. Remplacez-le s'il est dur et fragile ou craquelé. Pour les instructions, voir "Procédure : Changement du joint torique".



3. Utilisez une source lumineuse pour éclairer l'intérieur de l'injecteur à partir du four tout en inspectant l'intérieur de l'injecteur par le dessus. Si des dépôts sont présents, ils doivent être visibles.
4. Insérez la brosse dans l'injecteur. Frottez vigoureusement les parois intérieures de l'injecteur pour éliminer tous les dépôts. Vous devrez peut-être humecter la brosse avec du solvant. Soufflez de l'air comprimé ou de l'azote pour sécher l'injecteur et pour enlever les contaminants en suspens.
5. Remettez en place le haut de l'injecteur et serrez l'écrou moleté. Remettez la colonne en place (voir "Procédure : Installation des colonnes en verre remplies").
6. Rétablissez les conditions de fonctionnement normales du CPG.

16 L’injecteur à froid en tête de colonne

Utilisation de l'injecteur à froid en tête de colonne

Matériel

Injection automatique ou manuelle avec écrou de serrage du septum
Ecrous de serrage du septum
Septa

Injection manuelle avec une tour de refroidissement et un septum à bec de canard
Procédure : Changement de l’écrou du septum ou de l’ensemble tour de refroidissement et septum
Procédure : Installation d’un manchon
Procédure : Vérification de la compatibilité entre l’aiguille et la colonne
Procédure : Technique d’injection manuelle avec écrou de serrage du septum
Procédure : Technique d’injection manuelle avec tour de refroidissement

Précolonnes

Température de l'injecteur
CryoBlast (facultatif)
Mode suivi de la température du four
Mode programmation de température
Considérations cryogéniques
Gammes de points de consigne
Procédure : Programmation de la température
Procédure : Utilisation de l’injecteur à froid en tête de colonne

L'injecteur à froid en tête de colonne

Problèmes matériels de l’injecteur à froid en tête de colonne
L’injecteur refroidit très lentement
L’injecteur ne parvient pas à atteindre un point de consigne de température
L’aiguille de la seringue se tord pendant les injections
Procédure : Remplacement de l'aiguille de seringue en silice fondue
Procédure : Installation d'une aiguille en silice fondue

Changement des septa

Procédure : Changement des septa
Procédure : Nettoyage de l'injecteur
Procédure : Test d'étanchéité des circuits de gaz
Procédure : Test d'étanchéité d'un injecteur à froid en tête de colonne
Procédure : Elimination des fuites

L’injecteur à froid en tête de colonne

Utilisation de l'injecteur à froid en tête de colonne

Cet injecteur permet d’introduire l’échantillon liquide directement dans une colonne capillaire. Pour cela, il faut que l’injecteur et le four soient froids au moment de l’injection, ou au-dessous du point d’ébullition du solvant. Les problèmes de discrimination et d’altération d’échantillon sont réduits du fait que l’échantillon ne se vaporise pas immédiatement dans l’injecteur. Effectuée correctement, l’injection à froid en tête de colonne fournit également des résultats exacts et précis.

Vous pouvez utiliser l’injecteur en mode suivi de la température du four, où la température de l’injecteur suit celle du four, ou bien vous pouvez programmer jusqu’à trois rampes de température. Il existe aussi une option de refroidissement cryogénique qui utilise du CO_2 ou du N_2 liquide pour atteindre des températures sub-ambiantes.

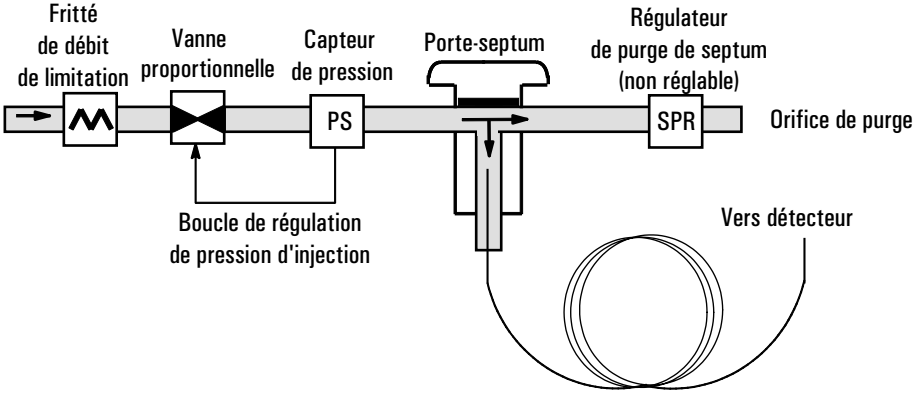


Figure 52 Injecteur à froid en tête de colonne avec EPC

Matériel

Comme vous injectez l'échantillon directement dans la colonne, le diamètre intérieur de celle-ci déterminera la plupart du matériel nécessaire. Il faut aussi considérer la technique d'injection : manuelle ou automatique. Le Tableau 39 donne une liste de contrôle pour la sélection du matériel et indique où trouver des instructions pour l'installation de ce matériel et l'injection de l'échantillon.

Notez que si vous effectuez des injections automatiques sur une colonne de 250 µm/320 µm à l'aide d'un ALS 7683, vous devez adapter votre passeur d'échantillons aux injections "on-column" (à dépôt direct). Reportez-vous aux manuel(s) énumérés dans le Tableau 39 ci-dessous.

Tableau 39 Liste de contrôle du matériel et des procédures

Injection automatique	Injection manuelle injection avec écrou de serrage du septum	Injection manuelle avec tour de refroidissement
Matériel		
Vous trouverez les références dans le Tableau 40	Vous trouverez les références dans le Tableau 40	Vous trouverez les références dans le Tableau 41
❒ Ecrou de serrage du septum ❒ Manchon ❒ Aiguille en acier inoxydable	❒ Ecrou de serrage du septum ❒ Septum plein ❒ Manchon ❒ Aiguille en acier inoxydable	❒ Tour de refroidissement ❒ Septum à bec de canard ❒ Manchon ❒ Aiguille en silice fondue (colonnes ≥200 µm) ou ❒ Aiguille en acier inoxydable (colonnes ≥250 µm)

Où trouver les instructions

❒ Installation d'un manchon, page 371 ❒ Changement de l'écrou de serrage du septum ou de l'ensemble tour de refroidissement, page 370	❒ Installation d'un manchon, page 371 ❒ Changement de l'écrou de serrage du septum ou de l'ensemble tour de refroidissement, page 370	❒ Installation d'un manchon, page 371 ❒ Changement de l'écrou de serrage du septum ou de l'ensemble tour de refroidissement, page 370
❒ Vérification de la compatibilité entre l'aiguille et la colonne, page 372 ❒ Guide d'installation de l'échantillonneur automatique de liquide 7683, réf. G2613-93107 ❒ Manuel d'utilisation de l'échantillonneur automatique de liquide 7683, réf. G2612-93117	❒ Technique d'injection manuelle avec écrou de serrage du septum et aiguille en acier inoxydable, page 373 (en haut)	❒ Technique d'injection manuelle avec tour de refroidissement, page 373 (en bas) *et* Remplacement de l'aiguille de la seringue en silice fondue, page 382

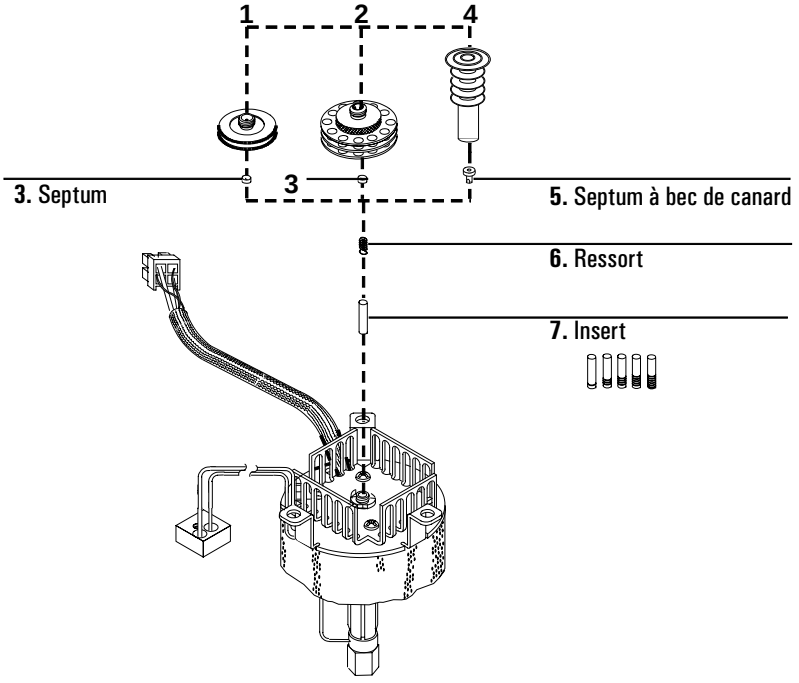


Figure 53 Matériel pour l'injecteur à froid en tête de colonne

Ecrou de serrage du septum et septum, injection manuelle ou automatique

1. Ecrou de septum (réf. 19245-80521) pour colonnes de 250 µm et 320 µm. Voir le manuel de l'échantillonneur pour les exigences de l'ensemble de support de l'aiguille.
2. Ecrou de septum (réf. G1545-80520) pour colonnes de 530 µm.
3. Septum.

Tour de refroidissement et septum à bec de canard, injection manuelle

4. Ensemble tour de refroidissement (réf. 19320-80625).
5. Septum à bec de canard (réf. 19245-40050) pour colonnes de 200 µm et au-delà.

Pour toutes les applications :

6. Ressort. Maintient le manchon en place.
7. Manchon. Guide l'aiguille dans la colonne. A choisir selon la colonne et l'aiguille. Voir Tableau 40 et Tableau 41.

Injection automatique ou manuelle avec écrou de serrage du septum

Choisissez une aiguille, un écrou de serrage du septum et un manchon conformes au diamètre intérieur de votre colonne. Utilisez le Tableau 40 pour sélectionner le matériel nécessaire pour votre injection. Si vous effectuez des injections manuelles avec un septum à bec de canard, voir Tableau 41.

Ecrous de serrage du septum



19245-80521



G1545-80520

Tableau 40. Injection automatique ou manuelle avec une aiguille acier inoxydable

Type de colonne et diamètre intérieur	Aiguille Réf.	Ecrou de septum Réf.	Insert Réf.
Silice fondue :			
530 µm d.i	5182-0832**	G1545-80520	(pas d'anneau)
320 µm d.i	5182-0831	19245-80521	19245-20525 (5 anneaux)
250 µm d.i	5182-0833	19245-80521	19245-20515 (6 anneaux)
200 µm d.i	Utilisez la tour de refroidissement et le septum à bec de canard		19245-20510 (1 anneau)
Revêtu d'aluminium, 530 µm d.i	5182-0832	G1545-80520	19245-20780 (4 anneaux)
Capillaire en verre			
320 µm d.i	5182-0831	19245-20670	19245-20550 (3 anneaux)
250 µm d.i	5182-0833	19245-20670	19245-20550 (3 anneaux)

* Commandez la seringue à aiguille amovible, réf.5182-0836. Si vous faites une injection manuelle, commandez également un bouton de piston, réf. 5181-8866.

** De nombreux autres modèles d'aiguilles peuvent être utilisés pour injecter sur une colonne de 530-µ. consultez le catalogue des consommables et fournitures Agilent.

Septa

Pour les injections manuelles, utilisez un septum plein (5181-1261) ou un septum prépercé (5181-1260) pour injections automatiques.

Injection manuelle avec une tour de refroidissement et un septum à bec de canard

Si vous effectuez ce type d'injection manuelle, utilisez des aiguilles en acier inoxydable amovibles en métal ou en silice fondue. Pour choisir le manchon et la seringue appropriés, référez-vous au Tableau 41.

Tableau 41. Matériel d'injection manuelle : tour de refroidissement et septum à bec de canard

Type de colonne et diamètre intérieur	Manchon (réf.)
Silice fondue	
530 µm	19245-20580 (pas d'anneau)
320 µm	19245-20525 (5 anneaux)
250 µm	19245-20515 (6 anneaux)
200 µm	19245-20510 (1 anneau)
Revêtu d'aluminium, 530 µm	19245-20780 (4 anneaux)
Capillaire en verre	19245-20550 (3 anneaux)
Seringue et aiguille	
Pour aiguilles en silice fondue	
Seringue avec aiguille en silice fondue	9301-0658
Aiguilles en silice fondue de rechange, 0,18 mm (6 pqt)	19091-63000
Bague Téflon® de rechange pour seringue	0100-1389
Pour aiguilles en acier inoxydable	
Seringue avec aiguille amovible, 10 µL	5182-9633
Aiguilles de rechange, 0,23 mm (3 pqt)	5182-9645

Procédure : Changement de l'écrou du septum ou de l'ensemble tour de refroidissement et septum

Si vous devez changer le manchon, reportez-vous aussi à la section "Procédure : Installation d'un manchon".

1. Appuyez sur [Oven] et réglez le four sur 35 °C. Lorsque la température atteint le point de consigne, arrêtez le four. Appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet] et arrêtez la température et la pression de l'injecteur.

Avertissement Soyez prudent ! Les raccords de l'injecteur peuvent être suffisamment chauds pour causer des brûlures.

2. Repérez l'écrou de septum ou l'ensemble tour de refroidissement et retirez-le (voir Figure 53). Si vous utilisez une tour de refroidissement, saisissez les trois anneaux et dévissez. Si vous utilisez un écrou de serrage du septum, saisissez le moletage et dévissez.

   Un petit ressort doit se trouver dans l'embase de l'injecteur. S'il est collé à l'écrou, remettez-le dans l'embase de l'injecteur.

3. Si vous utilisez un *écrou de serrage du septum*, retirez l'ancien septum avec des brucelles, des pinces hémostatiques, ou un extracteur de septum. Avec le même outil, installez un nouveau septum. Poussez le septum dans l'écrou de serrage, jusqu'à ce qu'il soit bien en place.

   Si vous utilisez un *ensemble tour de refroidissement*, repérez le septum à bec de canard et installez-le dans l'embase de l'injecteur, de telle sorte que le bec de canard se trouve à l'intérieur du ressort.

4. Installez l'écrou de serrage du septum ou l'ensemble tour de refroidissement et serrez avec les doigts.

5. Avant de procéder à une injection, vérifiez que l'ensemble est bien aligné.

Procédure : Installation d'un manchon

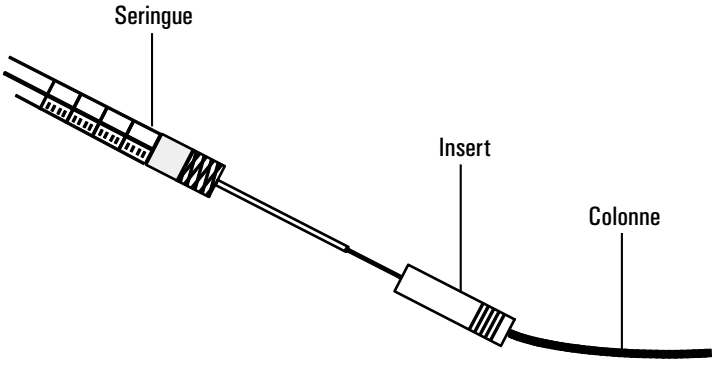
1. Choisissez un manchon. Pour obtenir des instructions sur la façon de choisir un manchon, voir Tableau 40 ou Tableau 41.
2. Appuyez sur [Oven] et réglez le four sur 35 °C. Lorsque la température atteint le point de consigne, arrêtez le four. Appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet] et arrêtez la température et la pression de l'injecteur.
3. Retirez la colonne, l'écrou de colonne et la bague.
4. Repérez l'écrou de serrage du septum ou l'ensemble tour de refroidissement en haut de l'injecteur et retirez-les. Si le septum reste dans l'écrou de serrage, ne le retirez que si vous voulez le changer. Si nécessaire, remplacez le septum ou le bec de canard existant par un nouveau. Pour des instructions détaillées, voir "L'injecteur à froid en tête de colonne". Mettez de côté l'écrou de serrage ou l'ensemble tour de refroidissement.
5. Retirez le ressort de l'injecteur avec un fil de fer et mettez-le de côté. Prenez-en soin car il vous servira pour maintenir le nouveau manchon en place.
6. Retirez le manchon de l'injecteur en le poussant doucement vers l'extérieur à partir du bas, à l'aide d'un fil de fer ou d'un morceau de colonne. Rangez le manchon pour éventuellement le réutiliser.
7. Placez le nouveau manchon droit dans l'injecteur, par le haut.
8. Remettez le ressort par dessus le manchon.
9. Réinstallez l'écrou de serrage du septum ou le septum à bec de canard et l'ensemble tour de refroidissement, et serrez avec les doigts.
10. Réinstallez la colonne, l'écrou et la bague.

Procédure : Vérification de la compatibilité entre l'aiguille et la colonne

Attention Ceci ne s'applique qu'aux colonnes de 250 µm et de 320 µm.

Après avoir sélectionné un manchon et avant d'installer une colonne, vous devez vérifier la taille de l'aiguille et de la colonne, pour être certain qu'elles correspondent. Si la colonne est trop petite, vous risquez de tordre l'aiguille. Utilisez le manchon de même taille que votre aiguille de seringue pour vérifier que la colonne envisagée présente la taille correcte.

1. Identifiez le manchon correct.
2. Insérez la colonne dans une extrémité du manchon, comme illustré ci-après.



3. Insérez l'aiguille de la seringue par l'autre extrémité du manchon dans la colonne. Si l'aiguille ne passe pas facilement dans la colonne, inversez le sens du manchon pour faire passer l'aiguille et la colonne à l'autre extrémité.

Si l'aiguille ne peut toujours pas passer dans la colonne, le diamètre de la colonne est peut-être incorrect. Vérifiez l'étiquette de la colonne et essayez-en une nouvelle.

Procédure : Technique d'injection manuelle avec écrou de serrage du septum

Avant d'injecter, assurez-vous que l'écrou de serrage du septum et le septum corrects sont installés.

1. Plongez l'aiguille de la seringue dans l'échantillon, pompez pour chasser l'air du corps de la seringue et de l'aiguille.
2. Aspirez l'échantillon.
3. Retirez l'aiguille de l'échantillon et amenez environ 1 µL d'air dans la seringue.
4. Si l'aiguille est humide, essuyez-la.
5. Guidez l'aiguille droit dans l'écrou de serrage du septum, percez le septum et plongez l'aiguille entièrement dans l'injecteur.
6. Démarrez l'analyse, appuyez sur le piston de la seringue *le plus rapidement possible* et retirez l'aiguille de l'injecteur.

Ces étapes doivent se faire en douceur, mais le plus rapidement possible.

Procédure : Technique d'injection manuelle avec tour de refroidissement

En cas d'injection avec des aiguilles amovibles en acier inoxydable ou en silice fondue, assurez-vous que l'ensemble tour de refroidissement et le septum à bec de canard sont installés dans l'injecteur. La pression initiale doit être réglée à moins de 30 psi. Avec des pressions plus élevées, il serait difficile d'insérer l'aiguille.

1. Plongez l'aiguille de la seringue dans l'échantillon, pompez pour chasser l'air du corps de la seringue et de l'aiguille.
2. Aspirez l'échantillon. Laissez suffisamment de temps aux fluides pour passer au travers du petit alésage de l'aiguille.
3. Retirez l'aiguille de l'échantillon et amenez environ 1 µL d'air dans la seringue. Essuyez l'aiguille avec un chiffon humecté de solvant.
4. Poussez vers le bas à la partie supérieure de la tour de refroidissement, avec un crayon, pour ouvrir le bec de canard.

Avertissement La tour de refroidissement peut être chaude !

5. Maintenez la tour de refroidissement et guidez l'aiguille jusqu'à ce qu'elle soit entièrement insérée dans l'injecteur. Vous constaterez peut-être sur l'affichage une baisse de la valeur de la pression du gaz vecteur.

   Si l'aiguille ne s'engage pas à fond, essayez de faire tourner la seringue et de relâcher légèrement la pression sur la tour de refroidissement.

   Si vous ne pouvez quand même pas introduire l'aiguille, l'ouverture du bec de canard est peut être collée. Retirez le bec de canard et essayez de l'ouvrir à la main et réinstallez-le.

6. Une fois l'aiguille introduite dans la colonne, relâchez la tour de refroidissement et continuez à insérer l'aiguille. Laissez de 1 à 2 secondes de contre-pression sur le bec de canard pour assurer son étanchéité autour de l'aiguille insérée.

7. Démarrez le CPG, appuyez sur le piston de la seringue le plus rapidement possible et retirez l'aiguille de l'injecteur.

Précolonnes

Parce que l'échantillon est injecté directement dans la colonne, il est fortement recommandé d'utiliser une pré-colonne (ou colonne de garde) pour la protéger. Une pré-colonne est une colonne désactivée connectée entre l'injecteur et la colonne analytique. Si vous choisissez d'en utiliser une, il est conseillé d'installer au moins 1 m de pré-colonne par 1 µL d'échantillon injecté. Pour obtenir des renseignements sur la façon de commander les précolonnes, consultez le catalogue des consommables et fournitures Agilent.

Si vous utilisez une pré-colonne et travaillez avec une *colonne définie*, la longueur de la pré-colonne risque d'affecter les calculs pour le débit et la vitesse au travers de la colonne. Si votre pré-colonne a le même diamètre intérieur que la colonne, il est bon d'additionner la longueur de la pré-colonne et de la colonne avant d'inscrire cette valeur dans le tableau de commandes Configure Column. Si le diamètre intérieur de la pré-colonne est plus grand que celui de votre colonne, cette étape n'est peut-être pas nécessaire.

Température de l'injecteur

CryoBlast (facultatif)

Le CryoBlast (fonctionnement cryogénique avec refroidissement rapide) raccourcit le temps de cycle entre les analyses. Avec une vanne cryogénique pour CO_2 ou pour N_2 et l'option CryoBlast, vous pouvez refroidir l'injecteur jusqu'à – 3 7°C en mode suivi de la température du four ou en mode programmation de température.

Mode suivi de la température du four

En mode `Track oven (suivi de la température du four)`, la température de l'injecteur reste supérieure de 3°C à la température du four pendant le programme du four. Vous ne pouvez pas entrer un point de consigne de température : il est défini automatiquement. Avec l'option CryoBlast, l'injecteur peut atteindre des températures allant jusqu'à – 40 °C ; sans l'option CryoBlast, la limite inférieure dépend de la température ambiante.

Mode programmation de température

Dans ce mode, vous pouvez entrer jusqu'à trois rampes de température dans le tableau de commandes de l'injecteur, afin que l'injecteur et le four fonctionnent de manière indépendante. C'est le mode que l'on vous recommande si vous travaillez au-dessous de – 20 °C.

A ces températures de four très basses, la température de l'injecteur doit être d'au moins 20 °C supérieure à celle du four. Ce sera plus que suffisant pour la focalisation du solvant.

Au-dessus de la température ambiante, l'injecteur devrait toujours être au moins 3 °C plus chaud que le four, pour bien contrôler la température de l'injecteur.

Le programme de température du four contrôle l'analyse. S'il dure plus longtemps que le programme de température de l'injecteur, ce dernier restera à sa température finale jusqu'à ce que le programme de four (et l'analyse) se termine.

Considérations cryogéniques

Si vous utilisez le mode suivi de la température du four avec un four cryogénique, tous les autres injecteurs doivent être désactivés ou en mode suivi de la température du four.

Gammes de points de consigne

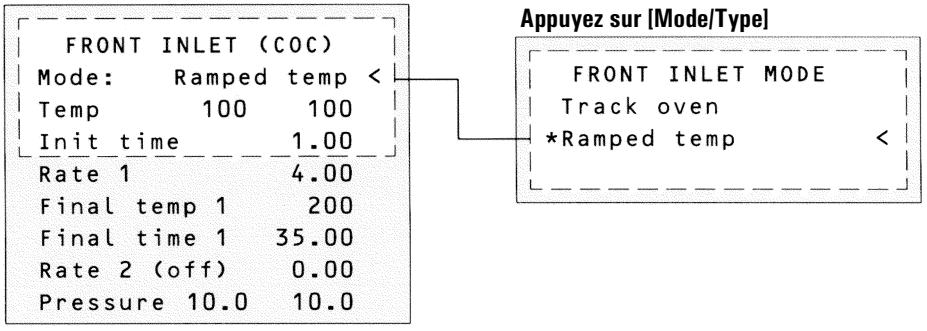
Le tableau ci-dessous donne la liste des gammes de points de consigne pour les paramètres de l'injecteur.

Température	Gamme de points de consigne autorisés
Suivi de la température du four	3 °C de plus que la température du four jusqu'à un maximum de 450 °C. Si vous avez l'option CryoBlast, l'injecteur peut maintenir une température allant jusqu'à — 40 °C, bien que les points de consigne minimum soient de — 60 °C pour le CO_2 et de — 80 °C pour N_2
Temp. programmable dans le temps *sans* cryoblast	24 °C à 450 °C
Temp. programmable dans le temps *avec* cryoblast	— 40 °C à 450 °C

Procédure : Programmation de la température

1. Appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet].
2. Appuyez sur [Mode/Type] et sélectionnez `Ramped temp`.

Mode Ramped temp



3. Entrez une `Temperature`. C'est la température de départ.
4. Entrez un `Init time`. C'est la durée pendant laquelle l'injecteur restera à la température de départ après qu'une analyse ait commencé.
5. Entrez une `Rate`. C'est la vitesse à laquelle l'injecteur sera chauffé ou refroidi. Une `valeur` de `0` arrête toute programmation.
6. Entrez la `Final temp`. C'est la température de l'injecteur à la fin de la première rampe.
7. Entrez le `Final time`. C'est le nombre de minutes pendant lesquelles l'injecteur garde la `Final temp.`
8. Pour entrer une deuxième (ou troisième) rampe, faites défiler jusqu'à la ligne `Rate` appropriée et répétez les étapes 5 à 7.

Procédure : Utilisation de l'injecteur à froid en tête de colonne

Vérifiez qu'une colonne, un manchon et un écrou de serrage du septum ou une tour de refroidissement adéquats sont installés. Assurez-vous que l'aiguille et la colonne sont compatibles.

1. Consultez "Contrôle des débits et des pressions" pour vérifier que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (éventuel) sont configurés correctement.

   La pression peut être définie à partir du tableau des paramètres de la colonne ou de l'injecteur. En mode débit constant ou programmable dans le temps, la pression sera déterminée par les exigences du débit. Il vaut mieux définir seulement le débit.

Mode Track oven

```
FRONT INLET (COC)
Mode:      Track oven
Temp         24     Off
Pressure  10.0    10.0
```

Mode Ramped temp

```
FRONT INLET (COC)
Mode:     Ramped temp
Temp        100     100
Init time             1.00
Rate 1                4.00
Final temp 1           200
Final time 1         35.00
Rate 2 (off)          0.00
Pressure  10.0        10.0
```

2. Appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet]

   a. Choisissez un mode de température : `Track oven` ou `Ramped temp`.

   b. Pour le mode `Ramped temp`, entrez vos rampes de température (page 377). Il n'y a pas de point de consigne pour le mode `Track oven`.

3. Injectez un échantillon.

L'injecteur à froid en tête de colonne

Cette maintenance consiste à changer les septa, à nettoyer les composants de l'injecteur et à rechercher et éliminer les fuites.

Le matériel de l'injecteur à froid en tête de colonne varie selon que vous effectuez des injections manuelles ou automatisées, et selon le type d'aiguille et la taille de colonne utilisées.

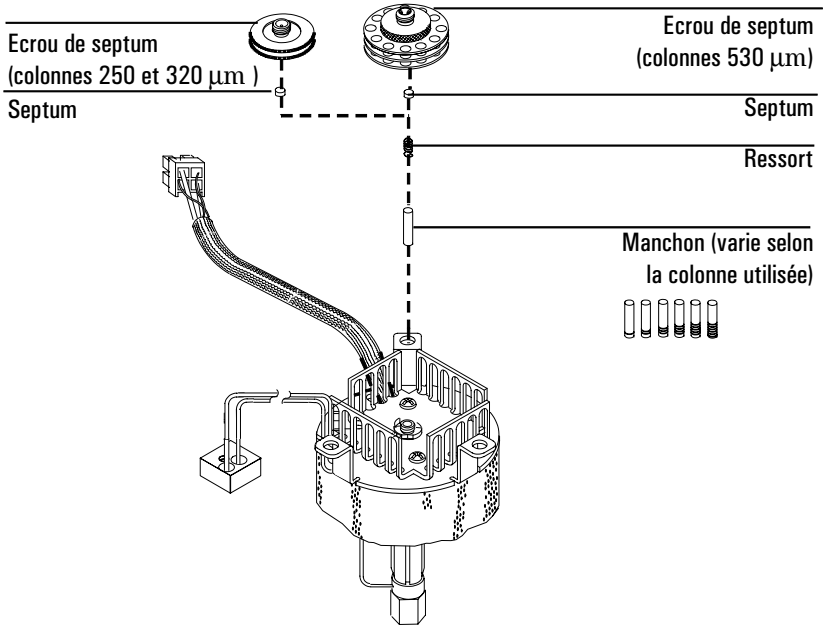


Figure 54 Injecteur à froid en tête de colonne pour systèmes d'injection automatique

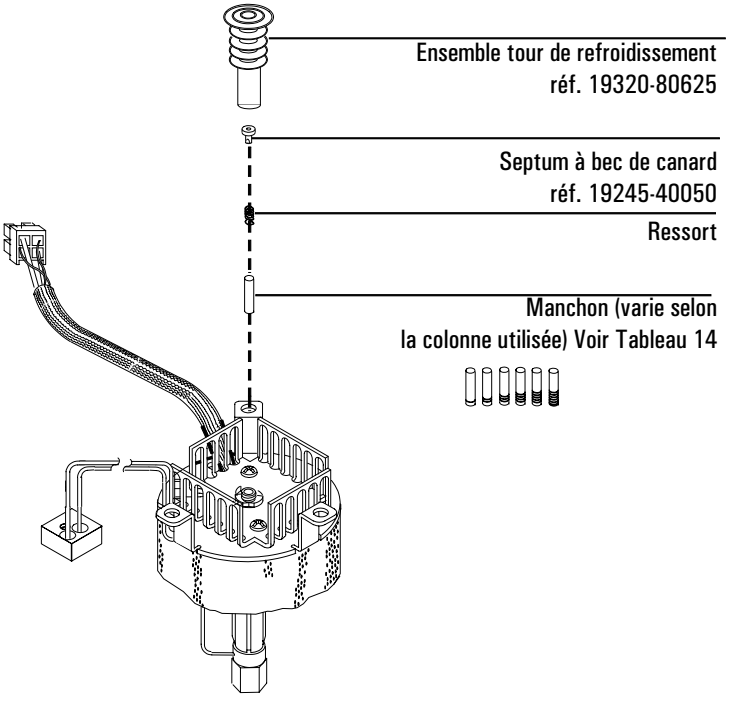


Figure 55 Injecteur à froid en tête de colonne pour systèmes d'injection manuelle

Problèmes matériels de l'injecteur à froid en tête de colonne

L'injecteur refroidit très lentement

- Le ventilateur de l'injecteur ne fonctionne pas ou souffle vers l'extérieur. Vérifiez que le ventilateur fonctionne correctement. Dans la négative, contactez Agilent.

L'injecteur ne parvient pas à atteindre un point de consigne de température

- Vérifiez le temps de stabilisation de la température. S'il est trop court, l'injecteur risque d'osciller. Augmentez le temps de stabilisation.
- Vérifiez que le refroidissement cryogénique est arrêté. Si vous ne mettez pas l'injecteur et le four hors tension quand vous ne les utilisez pas, il se peut qu'ils soient incapables d'atteindre leur point de consigne, en particulier aux températures proches de l'ambiante. Si l'injecteur ne parvient toujours pas à atteindre la température du point de consigne bien que vous ayez arrêté le refroidissement cryogénique, contactez Agilent.

L'aiguille de la seringue se tord pendant les injections

- L'aiguille était peut-être défectueuse avant l'injection. Avant toute injection, assurez-vous que l'aiguille de la seringue est droite.
- Vérifiez que le support d'aiguille est installé correctement.
- Vérifiez que le manchon adéquat est installé correctement.
- Vérifiez l'alignement du septum de l'injecteur et de l'écrou de serrage du septum.
- Le trou du septum de l'injecteur est peut-être fermé. Remplacez le septum.

Si vous utilisez l'échantillonneur automatique de liquides CPG (CPG ALS) :

Consultez le manuel CPG ALS pour des informations complémentaires.

- Les flacons de l'échantillonneur sont peut-être trop serrés.
- Vérifiez si le guide de l'aiguille présente des signes d'usure ou de détérioration. Si nécessaire, remplacez-le.
- Vérifiez l'alignement de l'injecteur et de l'échantillonneur automatique.

Procédure : Remplacement de l'aiguille en silice fondue

1. Maintenez la seringue verticale et insérez l'aiguille en silice fondue afin qu'elle soit visible *à l'intérieur* du corps de la seringue. Si vous ne pouvez pas insérer l'aiguille dans le corps de la seringue, la bague en Téflon (réf. 0100-1389) est peut-être bloquée. Vous devrez peut-être la remplacer. Poussez le piston entièrement vers le bas. L'aiguille est maintenant alignée avec l'extrémité du piston.

2. Une fois l'aiguille insérée, serrez *fermement* l'écrou de fixation avec les doigts. Tirez doucement l'aiguille pour vous assurer que la bague en Téflon est bien étanche avec l'aiguille. Si nécessaire, serrez un peu plus l'écrou de fixation.

3. Desserrez l'écrou juste assez pour que l'aiguille soit à nouveau libre. Appuyez lentement sur le piston de la seringue jusqu'à ce qu'il pousse l'aiguille vers l'extrémité du corps de la seringue, ensuite serrez *fermement* l'écrou de fixation avec les doigts.

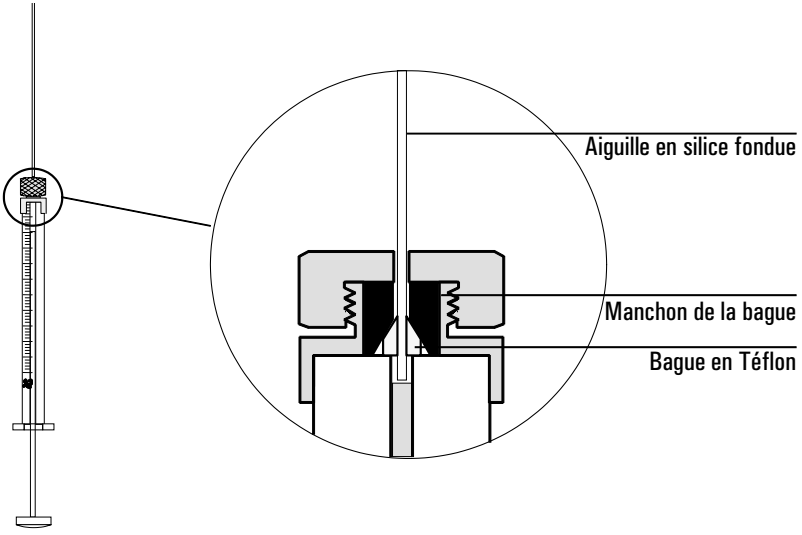
4. Rincez la seringue avec un solvant et vérifiez l'absence de fuites ou de blocages.

5. Les fuites (incapacité à éliminer les bulles d'air) *peuvent* être éliminées en serrant davantage l'écrou de fixation. Les blocages (ou fuites graves) nécessitent la répétition de cette procédure.

Avec le temps, la bague en Téflon risque de perdre de son étanchéité. Dans ce cas, resserrez d'abord l'écrou de fixation et, si la fuite persiste, installez une nouvelle bague en Téflon et une nouvelle aiguille.

En cas de non-utilisation, desserrez l'écrou de fixation pour éviter des fuites prématurées.

Procédure : Installation d'une aiguille en silice fondue



Si vous coupez des aiguilles de remplacement directement à partir d'un matériau de colonne en silice fondue :

1. le matériau de colonne servant à fabriquer des aiguilles doit avoir un diamètre extérieur *plus petit* que les deux autres diamètres intérieurs : celui de l'injecteur "on-column" (0,23 mm) et celui de la colonne installée ;
2. le matériau de colonne ne doit plus contenir de phase stationnaire active ;
3. tracez un trait sur le matériau de colonne à environ 1/4 de pouce de son extrémité. Coupez le bout et jetez-le. Ensuite, mesurez, tracez et coupez une longueur de 115 $\pm$ 5 mm qui servira d'aiguille de seringue.

Changement des septa

Si le septum fuit, vous observerez les symptômes suivants : temps de rétention plus longs ou en décalage, perte de réponse et/ou perte de la pression en tête de colonne. De plus, le bruit du signal augmentera.

La durée de vie utile des septa dépend de la fréquence des injections et de la qualité de l'aiguille ; une aiguille présentant des inégalités, des bords aigus, des surfaces rugueuses ou une pointe émoussée, diminuent la durée de vie du septum. En cas d'usage intensif de l'instrument, il est conseillé de remplacer le septum quotidiennement.

Le type de septa utilisé dépendra de vos besoins chromatographiques. Vous pouvez commander directement les septa à Agilen t; pour obtenir des informations sur la façon de commander, voir le catalogue des consommables et fournitures Agilent.

Attention La procédure de changement des septa diffère selon que votre injecteur en tête de colonne est équipé d'un ensemble tour de refroidissement ou d'un écrou de septum. Veillez à suivre la procédure correcte pour votre injecteur !

Tableau 42. Septa recommandés pour l'injecteur à froid en tête de colonne

Description	Réf.
Septum plein pour injections automatiques et manuelles (50/pqt)	5181-1261
Septum prépercé pour injection automatique (25/pqt)	5181-1260
Septum plein, optimisé en température et en ressuage (50/pqt)	5182-0745
Septum à bec de canard pour injections manuelles seulement (avec le bec de canard, il faut utiliser une tour de refroidissement) (10/pqt)	19245-40050

Avertissement Soyez prudent ! Le four et/ou l'injecteur peuvent être suffisamment chauds pour causer des brûlures.

Attention Pendant le changement des septa, le débit de colonne est interrompu. Comme les colonnes risquent d'être endommagées à des températures élevées sans débit de gaz vecteur, refroidissez le four à la température ambiante avant de continuer.

Procédure : Changement des septa

Matériel nécessaire :

- nouveau septum : pour les numéros de référence, voir le Tableau 42 ;
- précelles (ou brucelles) ;
- un fil de fer fin (0,2 pouce de diamètre) pour retirer le septum de l'injecteur.

1. Procédez aux étapes préliminaires suivantes :
   - si vous avez entré des paramètres que vous ne voulez pas perdre, stockez-les comme une méthode ;
   - refroidissez le four à la température ambiante puis arrêtez-le ;
   - refroidissez l'injecteur à la température ambiante puis arrêtez-le.

Selon votre technique d'analyse et d'injection, l'injecteur sera doté de l'un des écrous de serrage du septum suivants ou d'un ensemble tour de refroidissement.

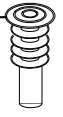
Ecrou de septum pour injections sur colonnes de 250 et 320 µm



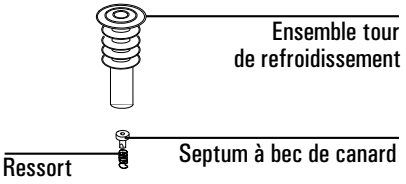
Ecrou de septum pour injections sur colonnes de 530 µm



Ensemble tour de refroidissement (pour injections manuelles seulement)

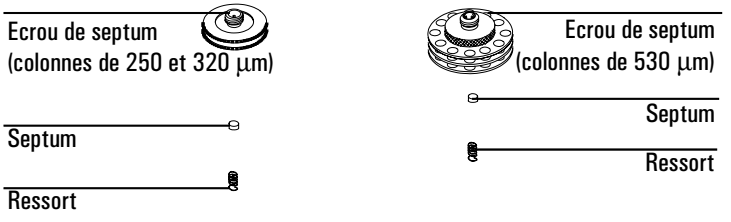


2. **Si un ensemble tour de refroidissement est installé**
   Retirez l'ensemble en le faisant tourner dans le sens inverse des aiguilles d'une montre. Le septum à bec de canard se trouve au-dessous de la tour de refroidissement, à l'intérieur du ressort. Quand vous retirez la tour de refroidissement, le ressort et le septum risquent de jaillir hors de l'injecteur. Attention à ne pas les perdre. S'ils ne surgissent pas, extrayez-les de l'injecteur en vous aidant d'un fil de fer mince.



   Insérez le septum à bec de canard dans le ressort et placez l'ensemble dans l'injecteur. Réinstallez l'ensemble tour de refroidissement. Serrez-le avec les doigts.

3. **Si un écrou de serrage du septum est installé**
   Retirez l'écrou en tournant le bouton moleté dans le sens inverse des aiguilles d'une montre. Le septum est probablement fixé à l'écrou. Le ressort risque aussi de jaillir quand vous retirez l'écrou. Attention à ne pas le perdre. Si le septum n'est pas fixé, vous aurez peut-être besoin de brucelles pour le saisir et le retirer.



   Assurez-vous que le ressort se trouve dans l'injecteur. Utilisez des brucelles pour placer un nouveau septum sur le bas de l'écrou puis refixez l'écrou de septum sur l'injecteur. Serrez l'écrou fermement.

4. Rétablissez les conditions de fonctionnement normales du CPG.

Procédure : Nettoyage de l'injecteur

Dans la plupart des laboratoires, les matières pelucheuses et la poussière s'accumulent sur la tour de refroidissement ou sur l'écrou de serrage du septum et risquent de pénétrer dans l'injecteur ou dans la colonne, par l'aiguille de la seringue. Des particules dans l'injecteur gênent le passage de l'aiguille de la seringue. Si des impuretés pénètrent dans la colonne, elles risquent d'altérer la chromatographie.

Vous pouvez nettoyer les guides d'aiguille, les ressorts et les manchons, selon la procédure suivante.

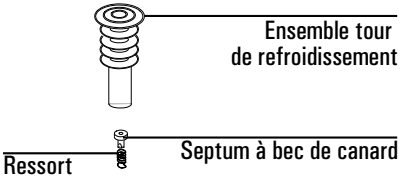
Avertissement Soyez prudent ! Le four et/ou l'injecteur peuvent être suffisamment chauds pour causer des brûlures.

Matériel nécessaire :

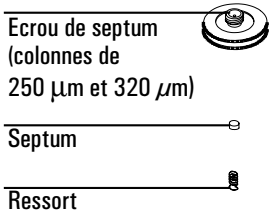
- clé 9/16 de pouce ;
- fil de fer très fin (0,02 pouce de diamètre) ou morceaux de colonnes capillaires (250µm de diamètre) pour retirer le ressort et le mancho n;
- bain de nettoyage à ultrasons avec un détergent aqueux ;
- eau distillé e;
- méthanol ;
- air sec, filtré, comprimé ou azote.

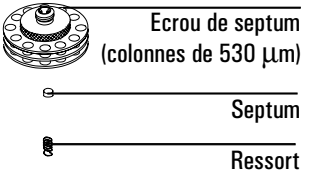
1. Procédez aux étapes préliminaires suivantes :
    - si vous avez entré des paramètres que vous ne voulez pas perdre, stockez-les comme une méthode ;
    - laissez refroidir le four et l'injecteur ;
    - arrêtez tous les débits vers l'injecteur à l'arrivée initiale de gaz ;
    - mettez le CPG hors tension et débranchez-le ;
    - retirez la colonne, voir "Procédure : Installation des colonnes capillaires dans l'injecteur avec/sans division".

2. Si un ensemble tour de refroidissement est installé :
   retirez l'ensemble en le faisant tourner dans le sens inverse des aiguilles d'une montre. Le septum à bec de canard se trouve au-dessous de la tour de refroidissement, à l'intérieur du ressort. Quand vous retirez la tour de refroidissement, le ressort et le septum risquent de jaillir hors de l'injecteur. Attention à ne pas les perdre. S'ils ne surgissent pas, extrayez-les de l'injecteur en vous aidant d'un fil de fer mince.

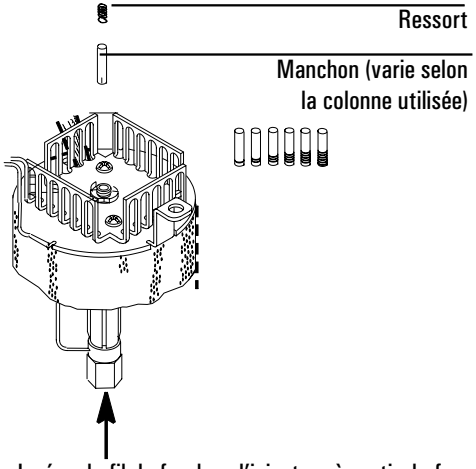


3. Si un écrou de serrage du septum est installé :
   Retirez l'écrou en tournant le bouton moleté dans le sens inverse des aiguilles d'une montre. Le septum est probablement fixé à l'écrou. Le ressort risque aussi de jaillir quand vous retirez l'écrou. Attention à ne pas le perdre.





4. Insérez le fil de fer (ou un morceau de colonne capillaire) dans l'injecteur, en passant par le four, et chassez le manchon et le ressort (s'ils y sont encore) par le haut de l'injecteur.



5. Procédure de nettoyage :
    a. remplissez le bain de nettoyage à ultrasons avec un détergent aqueux et placez-y le ressort et le manchon. Nettoyez-les pendant 1 minute ;
    b. videz le détergent aqueux du bain et remplissez-le avec de l'eau distillée ; nettoyez pendant 1 minute ;
    c. sortez les pièces du bain et rincez-les soigneusement à l'eau et au méthanol ;
    d. séchez les pièces à l'aide d'air ou d'azote comprimé.
6. Réinstallez le manchon. Si vous utilisez un écrou de serrage du septum, insérez le ressort et le manchon avec le ressort par dessus.
7. Fixez un nouveau septum au bas de l'écrou de serrage. Si vous utilisez l'ensemble tour de refroidissement, insérez un nouveau septum à bec de canard dans le ressort et placez l'ensemble dans l'injecteur.
8. Fixez l'écrou de serrage du septum ou la tour de refroidissement et serrez avec les doigts. Réinstallez la colonne et rétablissez les conditions de fonctionnement normales.

Procédure : Test d'étanchéité des circuits de gaz

Des fuites dans la canalisation de gaz peuvent fausser considérablement les résultats chromatographiques. La procédure suivante vérifie le système de débit jusqu'au collecteur de l'injecteur, non inclus. Si cette portion du système s'avère étanche, reportez-vous à la procédure suivante pour vérifier l'injecteur et son collecteur.

Les détecteurs liquides de fuites sont déconseillés, particulièrement là où la propreté est très importante.

Si vous utilisez un liquide de détection de fuites, rincez-le immédiatement pour enlever la pellicule savonneuse.

Avertissement Pour éviter que le liquide de détection ne provoque une décharge électrique, mettez le CPG hors tension et débranchez le cordon d'alimentation. Faites attention à ne pas renverser de liquide sur les fils électriques, particulièrement ceux du chauffage du détecteur.

Matériel nécessaire :

- détecteur électronique de fuite capable de détecter votre type de gaz ou liquide de détection de fuite. Si vous utilisez un liquide de détection de fuites, essuyez le liquide en excès après le test ;
- deux clés de 7/16 de pouce.

1. A l'aide du détecteur de fuite, vérifiez l'étanchéité de chacune des connexions effectuées.
2. Eliminez les fuites en serrant les connexions. Recommencez le test et continuez à serrer jusqu'à ce que toutes les connexions soient étanches.
3. Bouchez l'orifice de purge de septum à l'aide d'un bouchon SWAGELOK de 1/8 de pouce.

Procédure : Test d'étanchéité d'un injecteur à froid en tête de colonne

L'injecteur peut fuir en de nombreux points. Cette procédure vous permet de déterminer, en règle générale, la présence d'une fuite inacceptable.
Si l'injecteur fuit, utilisez un détecteur de fuite électronique pour détecter le composant fautif.

Matériel nécessaire :

- bague non trouée ;
- clé de 1/4 de pouce ;
- gants (si l'injecteur est chaud).

1. Procédez aux étapes préliminaires suivantes :
   - si vous avez entré des paramètres que vous ne voulez pas perdre, stockez-les comme une méthode ;
   - refroidissez le four à la température ambiante puis mettez-le hors tension ;
   - lorsque le four est froid, arrêtez la pression de l'injecteu r;
   - si une colonne est installée, retirez-la et bouchez son raccord avec l'écrou de colonne et une bague non trouée ;
   - retirez l'ancien septum et remplacez-le par un neuf. Voir page 385 ;
   - vérifiez que la pression du gaz vecteur est supérieure à 35 psi.
2. Bouchez l'orifice de purge de septum à l'aide d'un bouchon SWAGELOK de 1/8 de purge.
3. Appuyez sur `[Oven]` pour ouvrir le tableau de commandes. Réglez la température du four à sa température de fonctionnement normale.
4. Appuyez sur `[Front Inlet]` ou `[Back Inlet]`.

   Réglez l'injecteur à sa température de fonctionnement normale.

   Entrez une pression de 2 5psi ou la pression de service normale si elle est supérieure. Assurez-vous que la pression à l'alimentation initiale de gaz est supérieure d'au moins 10 psi à la pression de l'injecteur. Si cette pression ne peut pas être atteinte, c'est qu'il y a une fuite importante ou que la pression d'alimentation en gaz est trop basse.

5. Attendez quelques minutes que le CPG s'équilibre une fois que le système a atteint la pression voulue. La pression peut dépasser le point de consigne brièvement pendant l'équilibrage.
6. Désactivez la pression. Comme la colonne est bouchée, la pression devrait rester constante.
7. Surveillez la pression pendant 10 minutes.
   - Une chute de pression ne dépassant pas 1 , 0psi (0 , 1psi/min) est acceptable.

   Si la chute de pression est largement supérieure à 1, 0psi, voir la section "Procédure : Elimination des fuites".

Procédure : Elimination des fuites

Matériel nécessaire :

- détecteur électronique de fuite ;
- clé de 1/4 de pouce.

1. A l'aide du détecteur électronique, vérifiez toutes les zones de l'injecteur qui constituent des sources de fuites potentielles. En particulier :
   - la connexion de colonne bouchée ;
   - l'écrou de serrage du septum, si présent ;
   - l'ensemble tour de refroidissement, si présent.
2. Eliminez les fuites (si besoin est), utilisez la clé pour resserrer les connexions. Vous devrez peut-être répéter le test de fuite.
3. Si la baisse de pression est à présent égale ou inférieure à 0,03 psi/min, vous pouvez considérer que l'injecteur est étanche.

   Si la baisse de pression est plus rapide que cela, continuez à rechercher des fuites et répétez le test de pression. Si tous les raccords semblent étanches mais que l'injecteur continue à perdre trop de pression, vous devrez peut-être remplacer le collecteur des gaz. Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.

17 L'injecteur vaporisateur à température programmable

Présentation du PTV Agilent

Modes de fonctionnement

Exigences du système

Composants du système
- Têtes d'échantillonnage

Chauffage de l'injecteur
- Rampes de température supplémentaires

Refroidissement de l'injecteur
- Configuration du PTV
- Comportement de l'arrêt

Utilisation des modes division

Profil d'écoulement

Considérations sur la température
- Introduction avec division d'un échantillon à froid
- Introduction avec division d'un échantillon à chaud

Paramètres du tableau de commandes : fonctionnement en mode avec division
- Procédure : Utilisation du mode avec division avec la colonne définie
- Procédure : Utilisation du mode avec division avec la colonne non définie

Modes pulsés

Paramètres du tableau de commandes : mode avec division pulsé
- Procédure : Utilisation du mode avec division pulsé avec la colonne définie
- Procédure : Utilisation du mode avec division pulsé avec la colonne non définie

Utilisation des modes sans division

Profils d'écoulement

Considérations sur la température
- Introduction de l'échantillon sans division à froid
- Introduction de l'échantillon sans division à chaud

Paramètres du tableau de commandes : fonctionnement sans division
Valeurs de départ
Procédure : Utilisation du mode sans division avec la colonne définie
Procédure : Utilisation du mode sans division avec la colonne non définie

Fonctionnement en mode sans division pulsé
Paramètres du tableau de commandes : fonctionnement en mode sans division pulsé
Procédure : Utilisation du mode sans division pulsé avec la colonne définie
Procédure : Utilisation du mode sans division pulsé avec la colonne non définie

Utilisation du mode élimination de solvant

Profils d'écoulement

Considération sur la température, la pression et le débit

Séquence des opérations

Chronogrammes

A quel moment se situe Start Run (début de l'analyse) ?

Paramètres du tableau de commandes : fonctionnement en élimination de solvant
Procédure : Utilisation du mode élimination de solvant avec la colonne définie
Procédure : Utilisation du mode élimination de solvant avec la colonne non définie

Injection de volumes importants
Exigences en matière de ChemStation
Valeurs calculées
Ajustements possibles

Maintenance d'un injecteur PTV

Adaptateurs d'injecteur
Procédure : Remplacement des adaptateurs d'injecteur
Procédure : Installation des colonnes

La tête sans septum
Procédure : Retrait de la tête sans septum
Procédure : Nettoyage de la tête sans septum
Procédure : Remplacement de la bague en Téflon

La tête de septum
Procédure : Retrait de la tête avec septum
Procédure : Changement du septum

Inserts d'injecteur en verre
Procédure : Remplacement des inserts
Remplacement de la cartouche filtrante du piège de l'orifice de division
Procédure : Contrôle de l'étanchéité des circuits de gaz
Procédure : Contrôle de l'étanchéité de l'injecteur PTV
Elimination des fuites
Sources de fuite potentielles

Consommables et pièces de rechange

L'injecteur vaporisateur à température programmable

Présentation du PTV Agilent

Modes de fonctionnement

L'injecteur vaporisateur à température programmable (PTV) Agilent présente cinq modes de fonctionnement :

- le *mode avec division* est généralement utilisé pour des analyses de composants majeurs ;
- le *mode avec division pulsé* est semblable au mode avec division, mais avec l'application d'un à-coup de pression à l'injecteur pendant l'introduction de l'échantillon, pour accélérer le transfert du produit dans la colonne ;
- le *mode sans division* est destiné aux analyses de traces ;
- le *mode sans division pulsé* permet un à-coup de pression pendant l'introduction de l'échantillon ;
- le *mode élimination de solvant* s'applique aux injections de volumes importants. Pour chaque analyse, des injections uniques ou multiples sont possibles.

Exigences du système

L'injecteur PTV peut être utilisé avec injection manuelle et automatique.

Pour des injections automatiques multiples (injections de volumes importants), une ChemStation CPG ou MSD Agilent est nécessaire. Cette fonction n'est pas disponible sous le seul contrôle du 6890. Voir "Utilisation du mode élimination de solvant"

Composants du système

1. Module de régulation des gaz, situé en haut et à l'arrière du CPG.
2. Corps de l'injecteur, toujours monté sur l'emplacement avant d'injecteur.
3. Piège, qui est dans la ligne de division et placé à gauche du compartiment des gaz, en haut et à l'arrière du chromatographe.
4. Vanne de contrôle du réfrigérant. Pour de l'azote liquide, cette vanne se trouve sur la paroi extérieure gauche du four. Pour du dioxyde de carbone liquide, elle se trouve dans le compartiment des gaz. Ces vannes ne sont *pas* interchangeables ; si vous changez les réfrigérants, vous devez aussi changer la totalité de la tuyauterie correspondante, y compris la vanne et le manchon de l'injecteur.
5. Carte de conversion de thermocouple. Elle convertit les valeurs du thermocouple de l'injecteur pour leur utilisation par le CPG et est située près du piège.

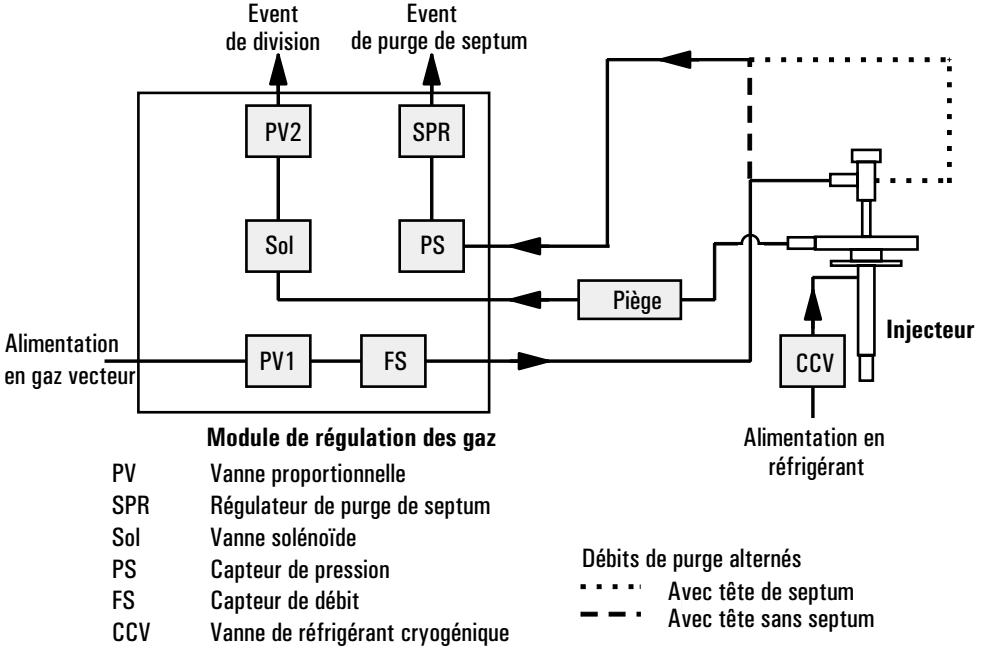


Figure 56 Composants du système PTV

Têtes d'échantillonnage

Deux têtes sont disponibles pour l'injecteur PTV.

- Un flux de gaz balaie le côté intérieur du septum et sort par l'orifice de purge de septum sur le module de régulation des gaz. Il peut être utilisé avec une injection automatique ou manuelle.

Attention A des températures d'injecteurs inférieures à 40 °C, le joint Merlin Microseal peut ne pas être complètement étanche : il vaut mieux utiliser un septum standard.

- La tête sans septum utilise un clapet anti-retour au lieu d'un septum qui assure l'étanchéité du passage d'entrée de la seringue. Il peut être utilisé avec une injection automatique ou manuelle.

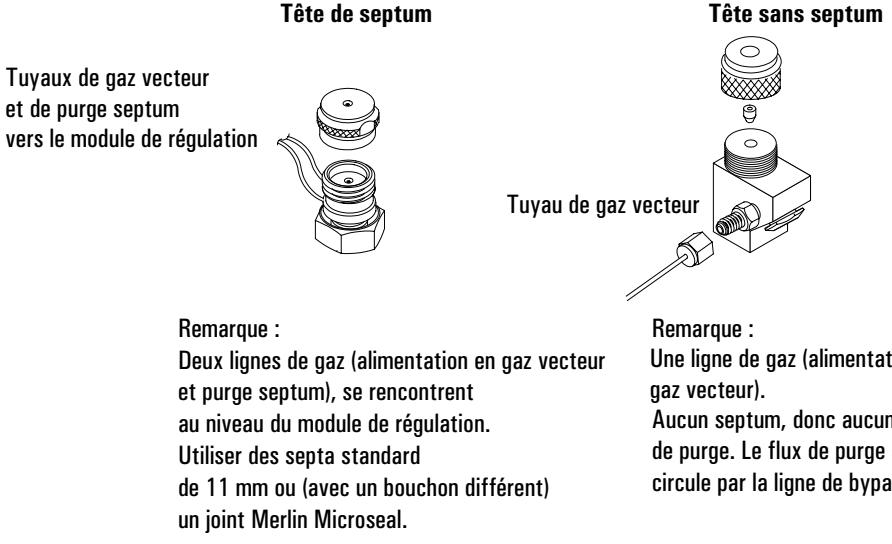


Figure 57 Têtes d'échantillonnage

Dans le reste du manuel, les schémas représentent l'injecteur avec la tête avec septum ; un schéma distinct fait apparaître la tête sans septum.

Chauffage de l'injecteur

Les paramètres de contrôle pour la programmation de température du PTV sont les mêmes que pour le four de colonne mais sont atteints en appuyant sur [Front Inlet]. La température peut être programmée avec une température initiale et jusqu'à 3 vitesses et plateaux. Des vitesses comprises entre 0,1 et 720 °C/min peuvent être sélectionnées. Pour plus de détails, voir "Configuration du four".

Attention Si la température initiale de l'injecteur et celle du four sont trop rapprochées, l'injecteur ne pourra peut-être pas maintenir son point de consigne. Nous recommandons une différence d'au moins 6 °C, en plus ou en moins.

Rampes de température supplémentaires

Le plus souvent, le PTV est conçu de manière à maintenir l'échantillon dans l'insert de l'injecteur jusqu'à ce que tout l'échantillon (il pourrait y avoir plusieurs injections) ait été injecté. Ensuite, le PTV est chauffé rapidement pour transférer l'échantillon dans la colonne. Cela peut se faire avec un maintien initial, une rampe unique et un maintien à la fin pour compléter le transfert de l'échantillon.

Il existe deux rampes supplémentaires utilisables de diverses manières:

- l'injecteur peut être chauffé à une haute température pour nettoyer thermiquement l'insert pour l'analyse suivante ;
- l'injecteur peut être programmé vers le bas (définissez simplement la température finale au-dessous de la température précédente) pour réduire le stress thermique sur l'injecteur ;
- la programmation descendante peut être utilisée pour préparer l'injecteur pour l'analyse suivante. Cette méthode peut réduire le temps de cycle pour un débit d'échantillon supérieur.

Refroidissement de l'injecteur

L'échantillon peut être injecté dans une chambre refroidie ou chauffée. La température initiale de la chambre peut être abaissée à – 60 °C (avec le CO_2 comme réfrigérant) ou à – 160 °C (avec N_2 liquide comme réfrigérant).

Attention Si la température initiale de l'injecteur et celle du four sont trop rapprochées, l'injecteur ne pourra peut-être pas maintenir son point de consigne. Nous recommandons une différence d'au moins 6 °C, en plus ou en moins.

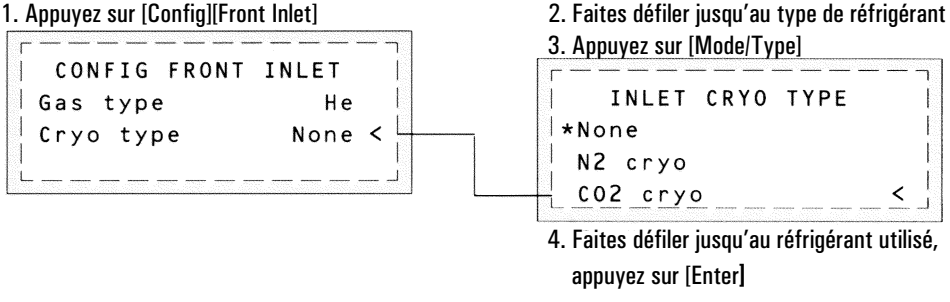
Le CPG 6890 ne supporte qu'un type de réfrigérant à la fois.

Dès lors qu'un réfrigérant est sélectionné pour une unité cryogénique quelconque, vous devez utiliser le même pour toutes les unités semblables, y compris le four de colonne.

Comme le CPG reconnaît le réfrigérant utilisé par le four, si le refroidissement du four est installé, ce réfrigérant est celui qui doit être utilisé par toutes les autres unités de refroidissement.

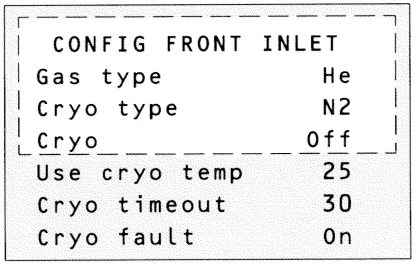
Configuration du PTV

Pour configurer le PTV, appuyez sur [Config] [Front Inlet]. Si l'injecteur n'a pas été configuré précédemment, l'écran suivant apparaît.



Si le refroidissement du four est installé, vous n'avez que deux choi x: le réfrigérant utilisé par le four ou `None`. S'il n'est pas installé, vous devez préciser le réfrigérant en utilisant la procédure montrée dans la figure.

Si le type de Cryo sélectionné est autre que `None`, plusieurs autres paramètres apparaissent.



`Cryo` : [ON] active le refroidissement cryogénique de l'injecteur dès que le four de la colonne atteint sa température initiale. [OFF] désactive le refroidissement.

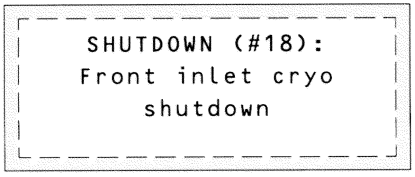
`Use cryo temp` : si `Cryo` est actif (ON), c'est la limite des températures à laquelle le refroidissement cryogénique est utilisé pour maintenir l'injecteur à son point de consigne. Si le point de consigne est supérieur à cette limite, le refroidissement cryogénique est utilisé pour faire descendre la température de l'injecteur jusqu'à son point de consigne, mais pas pour le maintenir à ce stade.

`Cryo timeout` : le timeout (délai d'attente) cryo se produit et la température de l'injecteur s'arrête, quand une analyse ne démarre pas dans un délai spécifié (de 5 à 120 minutes, par défaut : 30 minutes) après stabilisation du four. Si cryo timeout est désactivé, cette fonction est neutralisée. Nous conseillons de l'activer car cryo timeout conserve le réfrigérant à la fin d'une séquence ou si l'automatisation échoue. Vous pouvez aussi utiliser une méthode Post Sequence.

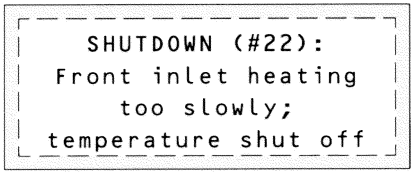
`Cryo fault` : arrête la température du four s'il n'atteint pas le point de consigne en 16 minutes de fonctionnement cryogénique continu. Notez que c'est le temps nécessaire pour *atteindre* le point de consigne, et non pour stabiliser et devenir prêt au point de consigne.

Comportement de l'arrêt

Cryo timeout et Cryo fault peuvent tous deux provoquer l'arrêt de la cryo. Dans ce cas, le chauffage de l'injecteur est lui aussi arrêté et la vanne cryo se ferme. Le CPG émet un bip et affiche ce message :



Le chauffage de l'injecteur est surveillé pour éviter la surchauffe. Si le chauffage reste actif à son maximum pendant plus de 2 minutes, il s'arrête. Le CPG émet un bip et affiche ce message :



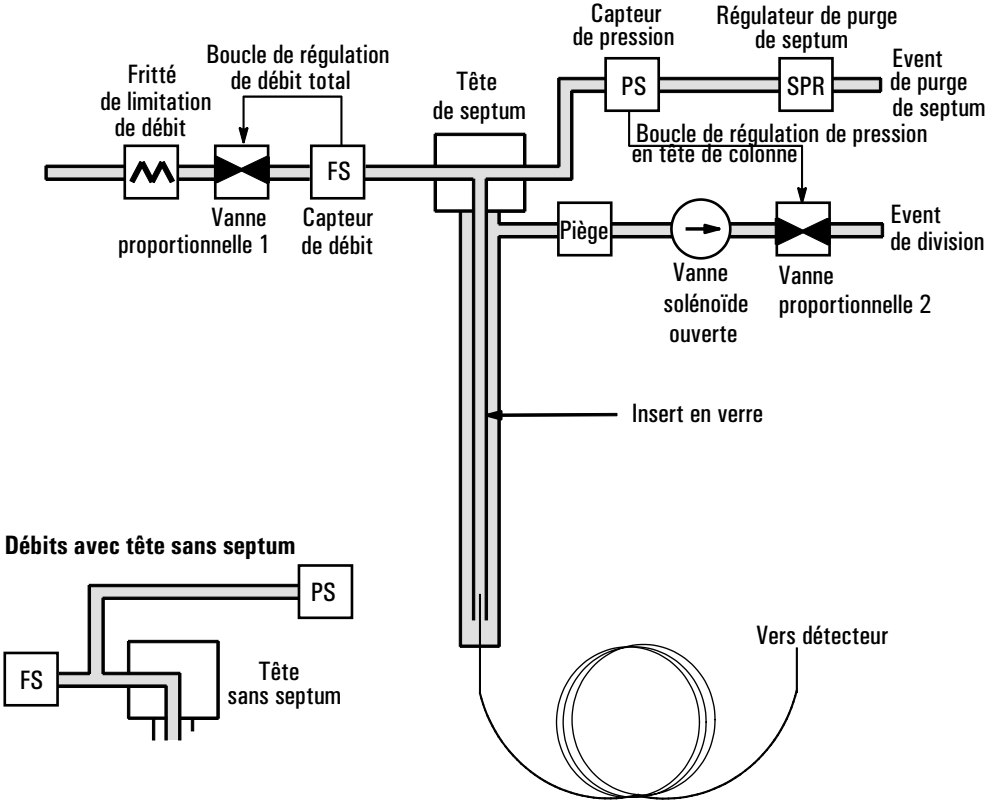
Pour rétablir la situation, mettez le CPG hors tension puis sous tension ou entrez un nouveau point de consigne.

Utilisation des modes division

Profil d'écoulement

Les deux modes avec division (avec ou sans à-coup de pression) divisent le flux de gaz entrant dans l'injecteur entre le débit de colonne, le débit de l'orifice de division passant par la vanne solénoïde et le débit de purge de septum. Le rapport entre le débit de l'orifice de division et le débit de colonne est appelé rapport de division.

La figure principale montre les débits avec la tête de septum. Les débits avec la tête sans septum sont les mêmes, mais le débit de purge de septum contourne la tête (en bas à gauche).



Considérations sur la température

Introduction avec division d'un échantillon à froid

Pour l'introduction d'un échantillon avec division à froid, utilisez une température d'injecteur initiale inférieure au point d'ébullition normale du solvant. Si le volume de l'insert est suffisant pour contenir tout le solvant vaporisé, démarrez la première rampe de température de l'injecteur à 0,1 minute avec une vitesse de chauffage élevée (500 °C/min ou plus haut). La température finale doit être suffisante pour évaporer les analytes les plus lourds de l'adaptateur et doit être maintenue pendant au moins 5 minutes. Une température finale de 350 °C pendant 5 minutes s'est avérée suffisante pour transférer quantitativement C_{44}.

Pour des volumes d'injection plus importants ou pour éliminer le solvant, maintenez la température initiale suffisamment longtemps pour faire passer le solvant par l'orifice de division puis commencez la première rampe. Utilisez une vitesse élevée pour des analytes thermiquement stables. Des vitesses inférieures peuvent aider à réduire la dégradation thermique dans l'injecteur.

Une rampe de température unique est suffisante pour le processus d'injection. Les autres rampes peuvent être utilisées pour nettoyer l'adaptateur ou pour réduire la température de l'injecteur en prévision de l'injection suivante.

Introduction avec division d'un échantillon à chaud

Ici, réglez une température initiale suffisamment haute pour évaporer les analytes. Aucun paramètre thermique supplémentaire n'est nécessaire car l'injecteur maintiendra le point de consigne pendant l'analyse.

En raison du petit volume de l'insert (environ 120 microlitres), le PTV a une capacité d'injection limitée avec l'introduction avec division à chaud. Les volumes d'injection dépassant 1 µL en mode avec division à chaud peuvent faire déborder l'injecteur et causer des problèmes analytiques. L'introduction avec division à froid évite ce problème potentiel.

Paramètres du tableau de commandes — fonctionnement en mode avec division

`Mode :` mode de fonctionnement courant avec division pulsé.

`Temp` : température réelle et température de consigne de l'injecteur.

`Init time` : temps de maintien à la température initiale de l'injecteur.

`Rate #` : vitesse du programme de température pour les rampes thermiques 1, 2 et 3 de l'injecteur.

`Final temp #` : température finale de l'injecteur pour les rampes 1, 2 et 3.

`Final time #` : temps de maintien à la température finale 1, 2 et 3.

`Pressure` : température réelle et température de consigne de l'injecteur.

`Split ratio` : rapport du débit de division par rapport au débit de colonne. Le débit de colonne est réglé au tableau de commandes de Colonne 1 ou Colonne 2. Si votre colonne n'est pas définie, cette ligne n'apparaît pas.

`Split flow` : débit, en mL/min, à partir de l'orifice de division/purge. Si votre colonne n'est pas définie, cette ligne n'apparaît pas.

`Total flow` : ce sont les valeurs réelles et de point de consigne du débit total dans l'injecteur, c'est-à-dire la somme du débit de division, du débit de colonne et du débit de purge de septum. Quand vous changez le débit total, le rapport de division et le débit de division changent tandis que le débit et la pression de colonne restent les mêmes.

Procédure : Utilisation du mode avec division avec la colonne définie

1. Consultez "Contrôle des débits et des pressions" pour vérifier que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (éventuel) sont configurés correctement.

2. Appuyez sur [Front Inlet].

   a. Faites défiler jusqu'à `Mode` : et appuyez sur [Mode/Type]. Sélectionnez `Split.`

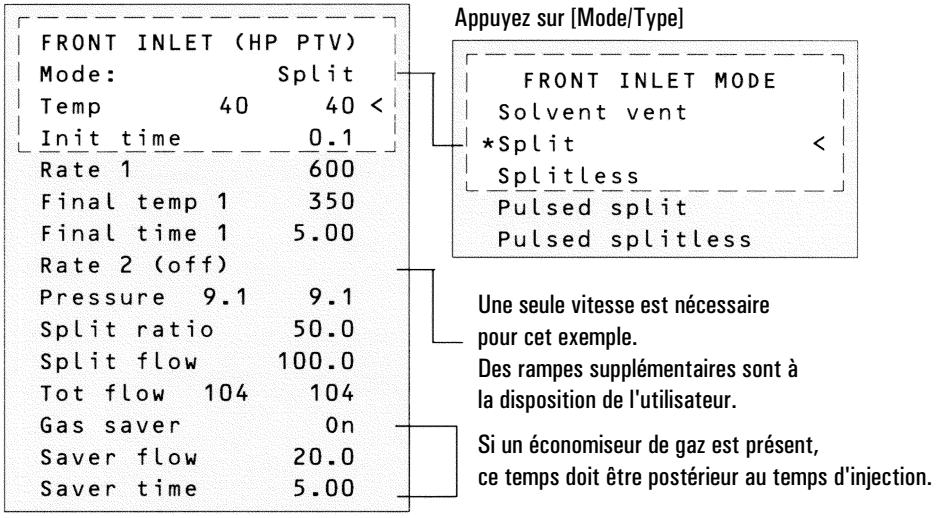
   b. Définissez la température de l'injecteur et les éventuelles rampes souhaitées.

   Rapport de division = Débit avec division / Débit de colonne

   c. Si vous voulez un rapport de division spécifique, faites défiler jusqu'à `Split ratio` et entrez cette valeur. Le débit de division sera calculé et défini.

   d. Si vous voulez un débit de division spécifique, faites défiler jusqu'à `Split flow` et entrez cette valeur. Le rapport avec division sera calculé et défini.

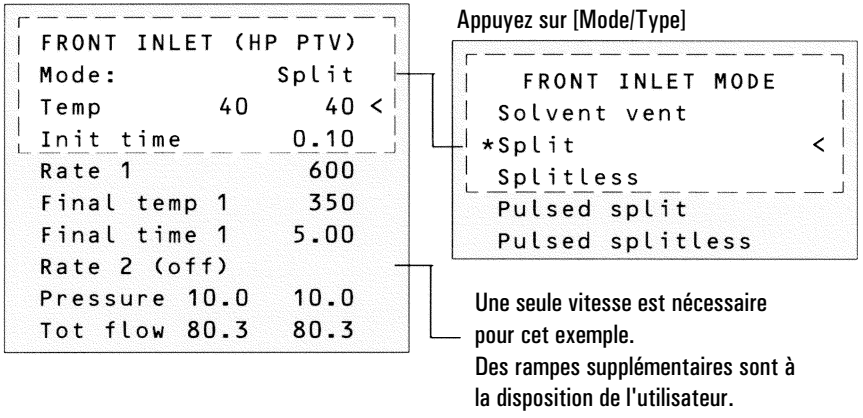
   e. Si vous le souhaitez, activez `Gas saver`. Définissez le `Saver time` après le temps d'injection.

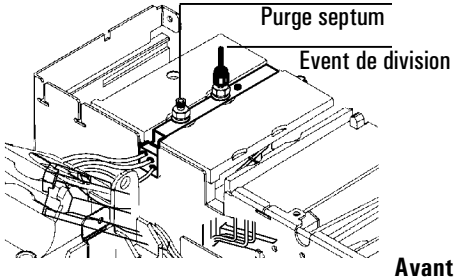


3. Appuyez sur [Prep Run] avant d'injecter manuellement l'échantillon, si l'économiseur de gaz est actif (voir page 298).

Procédure : Utilisation du mode avec division avec la colonne non définie

1. Consultez "Contrôle des débits et des pressions" pour vérifier que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (éventuel) sont configurés correctement.
2. Appuyez sur [Front Inlet].
   a. Définissez la température.
   b. Définissez le débit total dans l'injecteur. Mesurez les débits sortant de l'orifice de division et de l'orifice de purge de septum, à l'aide d'un débitmètre.
   c. Soustrayez le débit de purge de septum du `Total flow` pour obtenir le débit avec division.
   d. Calculez le rapport de division. Ajustez si nécessaire.





Avant de l'instrument

Modes pulsés

Les modes avec à-coup de pression (avec et sans division) augmentent la pression de l'injecteur juste avant le début d'une analyse et rétablissent la valeur normale après un certain délai. L'à-coup de pression chasse l'échantillon de l'injecteur pour le faire entrer dans la colonne plus rapidement, réduisant ainsi le risque de décomposition dans l'injecteur. Si votre chromatographie est dégradée par l'à-coup de pression, une pré-colonne peut aider à restaurer la forme du pic.

Avant d'effectuer des injections manuelles en mode à-coup de pression, vous devez appuyer sur la touche [Prep Run].

En mode pulsé, vous pouvez programmer la pression et le débit de colonne. Toutefois, l'impulsion de pression aura priorité sur la pression de la colonne ou la rampe du débit.

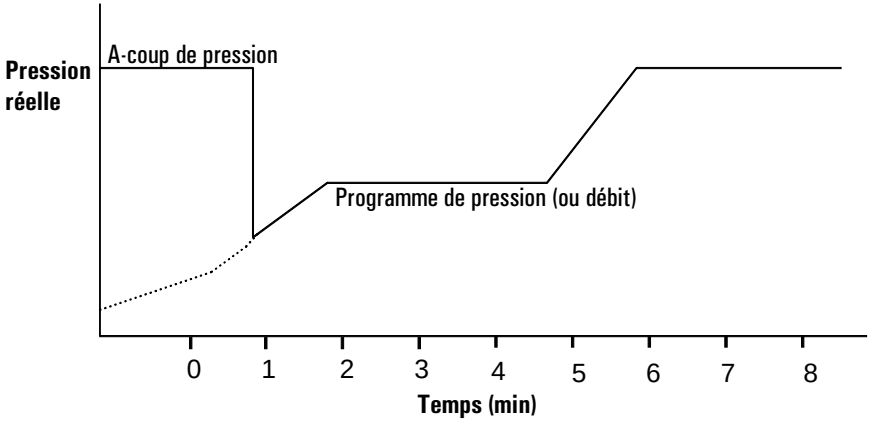


Figure 58 Impulsion de pression et pression ou débit dans la colonne

Paramètres du tableau de commandes : mode avec division pulsé

`Mode :` mode de fonctionnement courant avec division pulsé.

`Temp` : température réelle et température de consigne de l'injecteur.

`Init time` : temps de maintien à la température initiale de l'injecteur.

`Rate #` : vitesse du programme de température pour les rampes thermiques 1, 2 et 3 de l'injecteur.

`Final temp #` : température finale de l'injecteur pour les rampes 1, 2 et 3.

`Final time #` : temps de maintien à la température finale 1, 2 et 3.

`Pressure` : pression réelle de l'injecteur et au point de consigne avant et après l'à-coup de pression. C'est le point de départ d'un programme de pression ou la pression fixe si un programme n'est pas utilisé.

`Pulsed pres` : la pression d'injecteur souhaitée au début d'une analyse. Elle s'élève jusqu'à ce point de consigne une fois que [Prep Run] a été enfoncée et reste constante jusqu'à ce que `Pulse time` s'écoule, elle revient alors à `Pressure`.

`Pulse time` : la pression de l'injecteur revient à son point de consigne normal à ce temps après le Start Run.

`Split ratio` : rapport du débit de division par rapport au débit de colonne. Le débit de colonne est réglé au tableau de commandes de Colonne 1 ou Colonne 2. Si votre colonne n'est pas définie, cette ligne n'apparaît pas.

`Split flow` : débit, en mL/min, à partir de l'orifice de division/purge. Si votre colonne n'est pas définie, cette ligne n'apparaît pas.

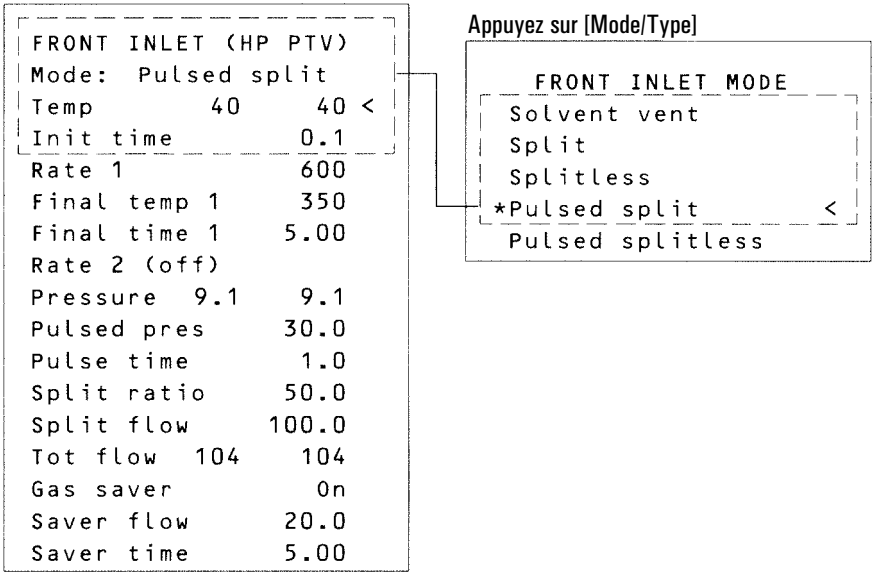
`Total flow` : débit total dans l'injecteur, la somme du débit avec division, du débit de colonne et du débit de purge de septum. Quand vous changez le débit total, le rapport de division et le débit avec division changent tandis que le débit de colonne et la pression restent les mêmes. Quand un à-coup de pression est utilisé, le débit total augmente afin de garder le rapport de division constant.

Procédure : Utilisation du mode avec division pulsé avec la colonne définie

1. Consultez "Contrôle des débits et des pressions" pour vérifier que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (éventuel) sont configurés correctement.
2. Appuyez sur [Front Inlet].
   a. Faites défiler jusqu'à `Mode` : et appuyez sur [Mode/Type]. Sélectionnez `Pulsed Split`.
   b. Définissez la température de l'injecteur et les éventuelles rampes souhaitées.

Rapport de division = Débit avec division / Débit de colonne

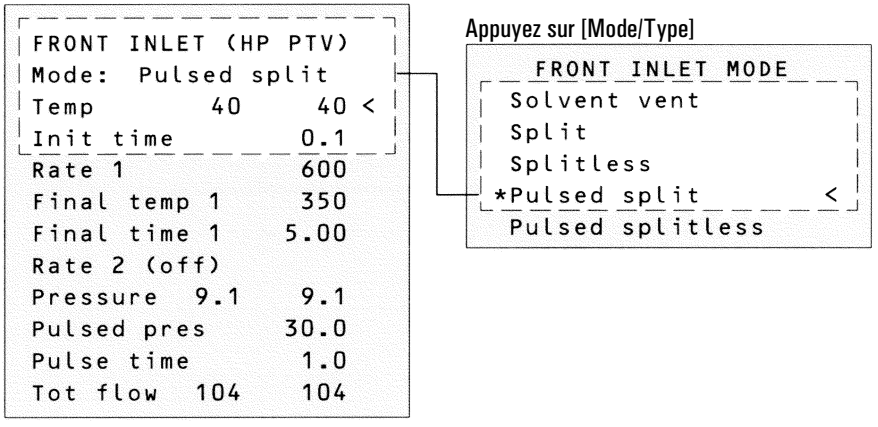
   c. Entrez les valeurs pour `Pulsed Pres` et `Pulse time`.
   d. Si vous voulez un rapport de division spécifique, faites défiler jusqu'à `Split ratio` et entrez cette valeur. Le débit avec division sera calculé et défini.
   e. Si vous voulez un débit de division spécifique, faites défiler jusqu'à `Split flow` et entrez cette valeur. Le rapport de division sera calculé et défini.
   f. Mettez `Gas saver` sur on, si vous le souhaitez. Entrez un temps supérieur à `Pulse time`.



3. Appuyez sur [Prep Run] (voir page 298) avant d'injecter un échantillon manuellement.

Procédure : Utilisation du mode avec division pulsé avec la colonne non définie

1. Consultez "Contrôle des débits et des pressions" pour vérifier que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (éventuel) sont configurés correctement.
2. Appuyez sur [Front Inlet].
   a. Faites défiler jusqu'à `Mode` : et appuyez sur [Mode/Type]. Sélectionnez `Pulsed Split`.
   b. Définissez la température de l'injecteur et les éventuelles rampes souhaitées.
   c. Entrez les valeurs pour `Pulsed Pres` et `Pulse time`.
   d. Définissez le débit total dans l'injecteur. Mesurez les débits sortant de l'orifice de division et de l'orifice de purge de septum, à l'aide d'un débitmètre.
   e. Soustrayez le débit de purge de septum du `Total flow`.
   f. Calculez le rapport de division. Ajustez si nécessaire.



Utilisation des modes sans division

Profils d'écoulement

Dans ces modes (avec ou sans à-coup de pression) la vanne solénoïde est fermée pendant l'injection et la vaporisation de l'échantillon, et le reste pendant le transfert de l'échantillon dans la colonne. A un temps spécifié après l'injection, la vanne s'ouvre pour chasser les vapeurs restant dans l'insert par l'orifice de division. Cela évite une traîne de solvant due au gros volume d'injecteur et au petit débit de colonne. La figure principale montre les débits avec la tête de septum. Les débits avec la tête sans septum sont les mêmes, mais le débit de purge de septum contourne la tête (en bas à gauche).

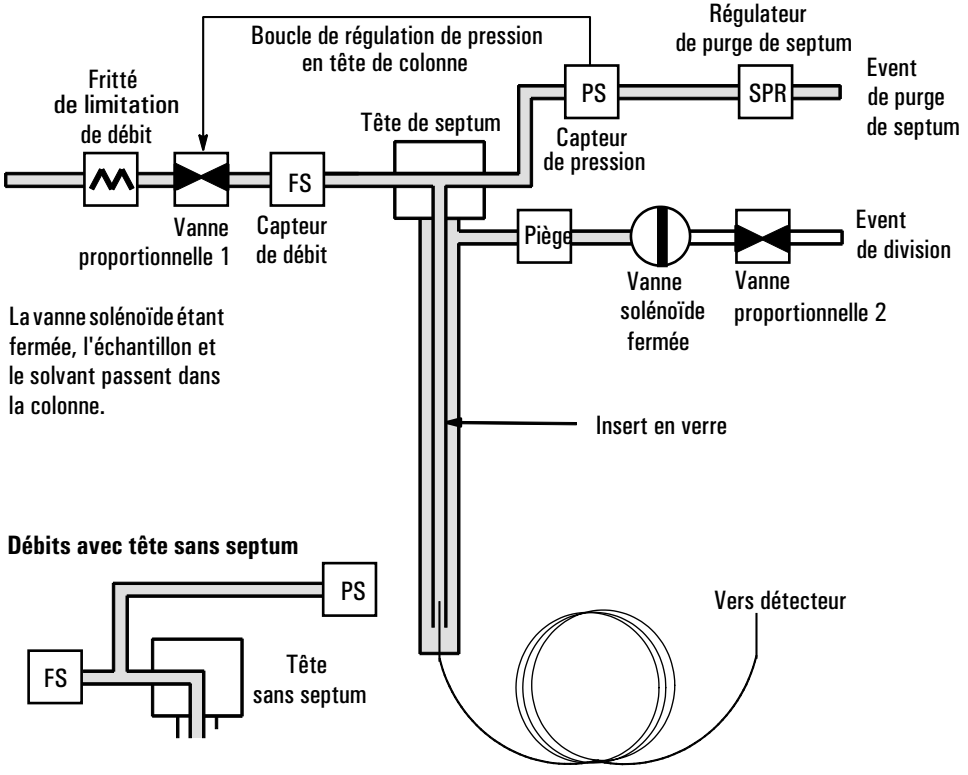


Figure 59 Etape 1. Injection de l'échantillon

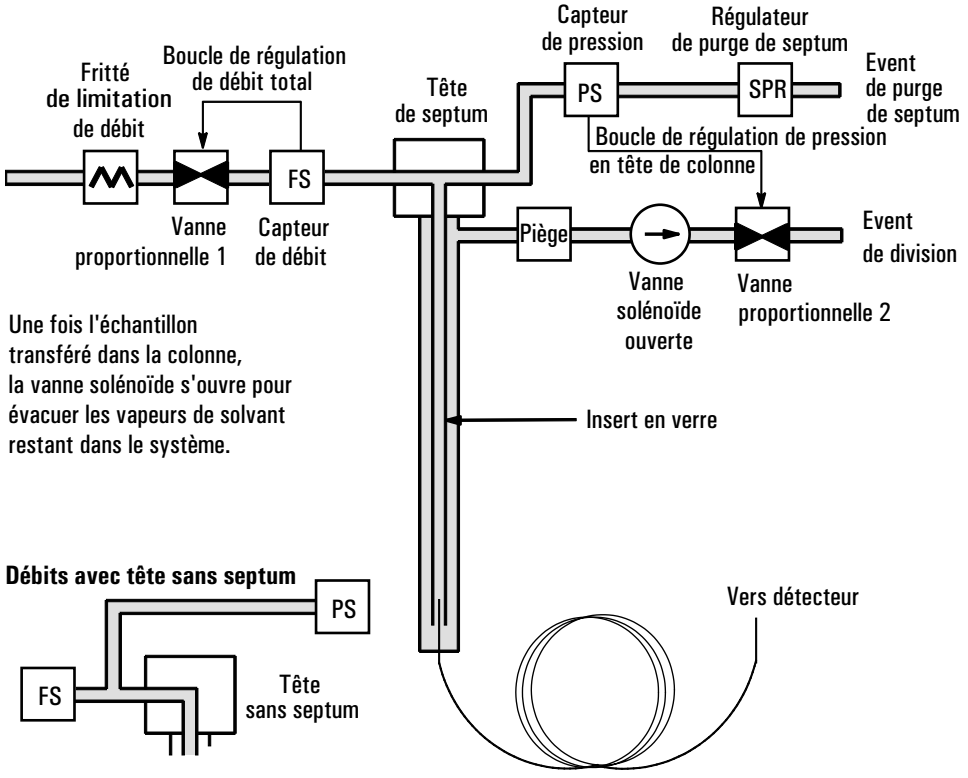


Figure 60 Etape 2. Purge

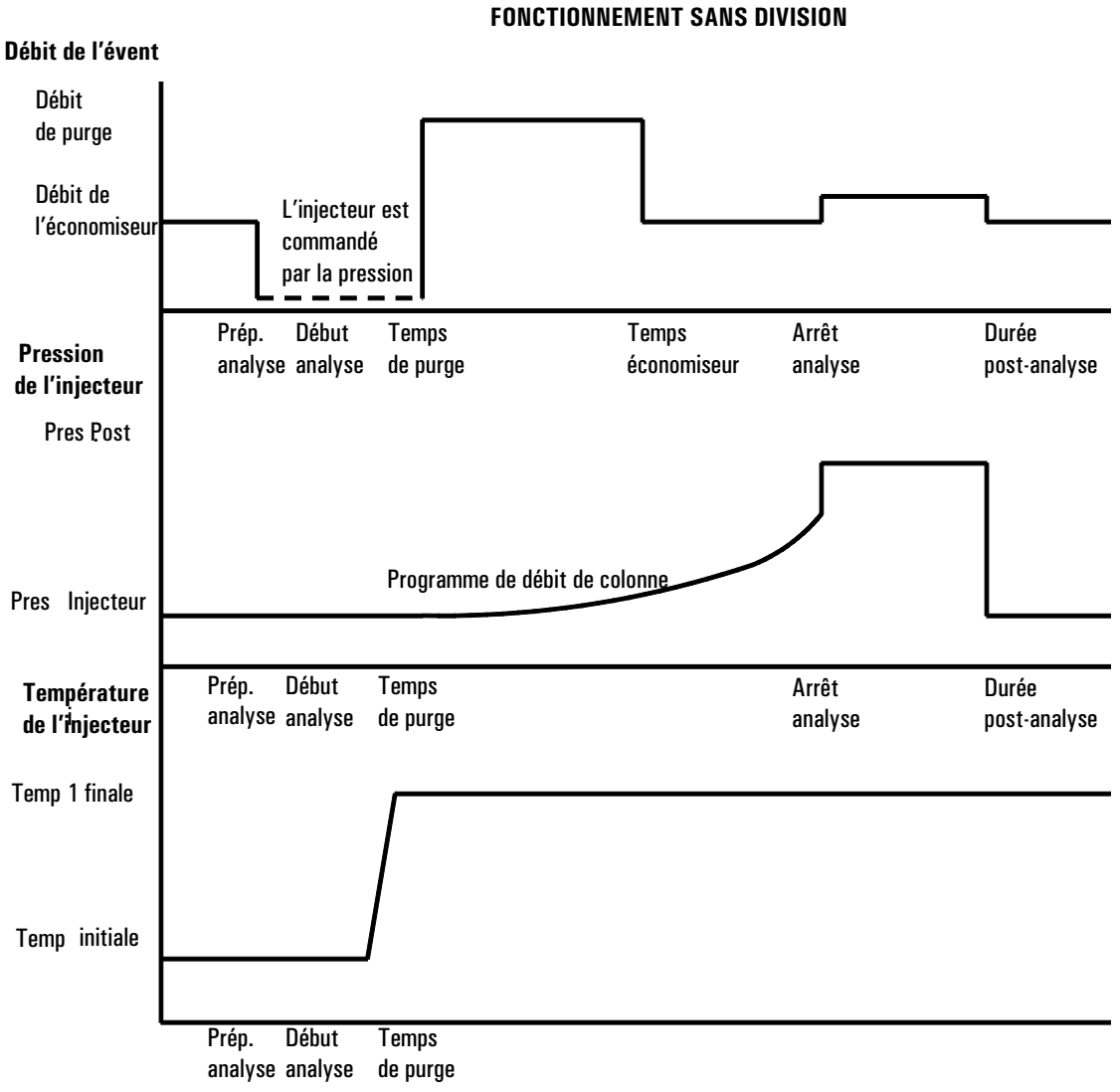


Figure 61 Débits, pressions et températures

Considérations sur la température

Introduction de l'échantillon sans division à froid

Pour l'introduction sans division à froid, utilisez une température initiale inférieure au point d'ébullition normal du solvant. Pour la plupart des solvants, le démarrage de la première rampe de température de l'injecteur à 0,1 minute procure un bon transfert et une bonne reproductibilité. Une vitesse programmée de 500 °C/min ou plus, convient pour des analytes thermiquement stables. Une température finale de 350 °C, maintenue pendant 5 minutes, a transféré quantitativement jusqu'à C_{44} alkane.

Un avantage important de la programmabilité de température est que l'injecteur peut être chauffé doucement pour transférer des analytes délicats. Si la température initiale du four est suffisamment basse pour refocaliser les analytes dans la colonne, la vitesse de montée en température de l'injecteur peut être réduite (par exemple, à 120 °C/min). Cela réduit la dégradation thermique dans l'injecteur et peut améliorer la forme et la quantification des pics.

Pour la plupart des applications avec introduction sans division à froid, une seule rampe de température suffit. Les autres rampes peuvent être utilisées pour nettoyer l'adaptateur ou pour réduire la température de l'injecteur en prévision de l'injection suivante.

Introduction de l'échantillon sans division à chaud

Dans ce cas, sélectionnez une température initiale suffisamment haute pour évaporer les analytes. Aucun paramètre de température supplémentaire n'est nécessaire car l'injecteur conservera le point de consigne pendant l'analyse.

En raison du petit volume de l'insert (environ 120 µL), le PTV ne peut pas contenir de vapeur résultant de volumes d'injection de liquide importants. Les volumes d'injection supérieurs à 1 µL peuvent faire déborder de la vapeur de l'injecteur, causant des écarts d'analyse. L'introduction sans division à froid évite ce problème.

Paramètres du tableau de commandes — fonctionnement sans division

`Mode :` mode de fonctionnement courant sans division.

`Temp` : température réelle et température de consigne de l'injecteur.

`Init time` : temps de maintien à la température initiale de l'injecteur.

`Rate #` : vitesse du programme de température pour les rampes thermiques 1, 2 et 3 de l'injecteur.

`Final temp #` : température finale de l'injecteur pour les rampes 1, 2 et 3.

`Final time #` : temps de maintien à la température finale 1, 2 et 3.

`Pressure` : pression réelle de l'injecteur et point de consigne en psi, bar ou kPa.

`Purge time` : le moment, après le début de l'analyse, auquel vous voulez que la vanne de purge s'ouvre.

`Purge flow` : le débit, en mL/min, à partir de l'orifice de purge, à `Purge time`. Si vous travaillez avec votre *colonne non définie*, vous ne pourrez pas spécifier cette valeur.

`Total flow` : la ligne Total flow affiche le débit réel dans l'injecteur pendant une pré-analyse (le voyant Pre-run est allumé *sans* clignoter) et pendant une analyse avant le temps de purge. Vous ne pouvez pas entrer un point de consigne à ces temps là. A tous les autres temps, `Total flow` aura des valeurs de point de consigne et réelles.

Valeurs de départ

Une injection sans division réussie comporte les étapes suivantes:

1. injectez l'échantillon et programmez la température de l'injecteur pour le vaporiser ;
2. utilisez un débit de colonne bas et une température de four basse pour créer une zone saturée de solvant en tête de la colonne ;
3. utilisez cette zone pour piéger et reconcentrer l'échantillon en tête de la colonne. ;

4. attendez que la totalité, ou au moins la plus grande partie, de l'échantillon ait été transférée dans la colonne. Ensuite envoyez la vapeur restant dans l'injecteur (qui est le plus souvent du solvant) en ouvrant une vanne de purge. Cela élimine la longue traîne de solvant que cette vapeur causerai t;
5. élevez la température du four pour analyser l'échantillon.

Tout cela n'est pas si facile et il faut une certaine pratique pour affiner les conditions d'utilisation. Le Tableau 43 donne les valeurs de départ pour les paramètres critiques.

Tableau 43 Paramètres d'injection en mode sans division

Paramètre	Gamme de points de consigne autorisés	Valeur de départ suggérée
Température du four	Sans cryo, ambiante + 10 °C à 450 °C Avec cryo CO_2, – 60 °C à 450 °C Avec cryo N_2, – 80 °C à 450 °C	10 °C au-dessous du point d'ébullition du solvant
Temps initial du four	0 à 999,9 minutes	≥ Temps de purge de l'injecteur
Temps de purge de l'injecteur	0 à 999,9 minutes	$\frac{\text{Volume de l'insert}^*}{\text{Débit de colonne}} \times 5$
Temps de l'économiseur de gaz	0 à 999,9 minutes	Après le temps de purge
Débit de l'économiseur de gaz	15 à 1000 mL/min	15 mL/min de plus que le débit de colonne maximum
Température de l'injecteur	Sans cryo, temp. du four + 10 °C Avec cryo CO_2, – 50°C à 450°C Avec cryo N_2, – 60°C à 450°C	10 °C au-dessous du point d'ébullition du solvant pendant 0,1 min, ensuite, rampe de température

* Le volume de l'adaptateur est d'environ 120 µL

Procédure : Utilisation du mode sans division avec la colonne définie

1. Consultez "Contrôle des débits et des pressions" pour vérifier que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (éventuel) sont configurés correctement.

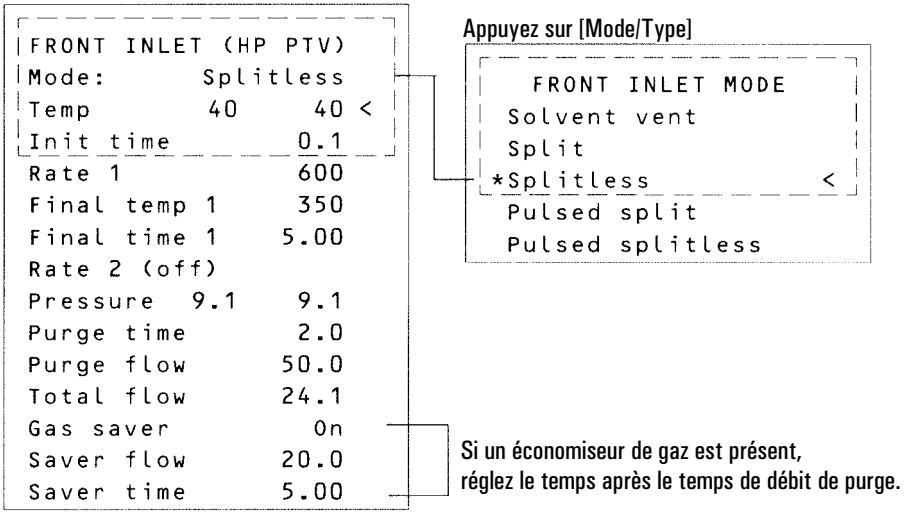
2. Appuyez sur [Front Inlet].

   a. Faites défiler jusqu'à `Mode` : et appuyez sur [Mode/Type]. Sélectionnez `Splitless`.

   b. Définissez la température de l'injecteur et les éventuelles rampes souhaitées.

   c. Entrez un temps de purge et un débit de purge.

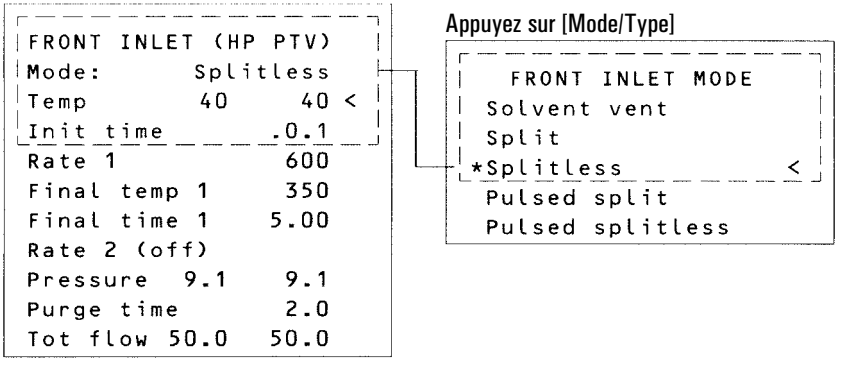
   d. Si vous le souhaitez, mettez `Gas saver` sur on. Vérifiez que le temps est défini *après* le temps du débit de purge.



3. Appuyez sur [Prep Run] (voir page 298) avant d'injecter manuellement un échantillon.

Procédure : Utilisation du mode sans division avec la colonne non définie

1. Consultez "Contrôle des débits et des pressions" pour vérifier que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (éventuel) sont configurés correctement.
2. Appuyez sur [Front Inlet].
   a. Faites défiler jusqu'à `Mode` : et appuyez sur [Mode/Type]. Sélectionnez `Splitless`.
   b. Définissez la température de l'injecteur et les éventuelles rampes souhaitées.
   c. Entrez un temps de purge.
   d. Définissez votre débit total supérieur au débit de colonne plus le débit de purge de septum (environ de 3 à 6 mL/min) pour garantir un débit de colonne adéquat.



3. Appuyez sur [Prep Run] (voir page 298) avant d'injecter manuellement un échantillon.

Fonctionnement en mode sans division pulsé

Les modes avec à-coup de pression sont expliqués à la page 408.

Paramètres du tableau de commandes : fonctionnement en mode sans division pulsé

`Mode` : mode de fonctionnement courant avec division pulsé.

`Temp` : température réelle et température de consigne de l'injecteur.

`Init time` : temps de maintien à la température initiale de l'injecteur.

`Rate #` : vitesse du programme de température pour les rampes thermiques 1, 2 et 3 de l'injecteur.

`Final temp #` : température finale de l'injecteur pour les rampes 1, 2 et 3.

`Final time #` : temps de maintien à la température finale 1, 2 et 3.

`Pressure` : pression réelle de l'injecteur et au point de consigne avant et après l'à-coup de pression. Définit le point de départ d'un programme de pression ou la pression fixe si un programme n'est pas utilisé.

`Pulsed pres` : la pression d'injecteur souhaitée au début d'une analyse. Elle s'élève jusqu'à ce point de consigne une fois que [Prep Run] a été appuyée et reste constante jusqu'à ce que `Pulse time` s'écoule, elle revient alors à `Pressure`.

`Pulse time` : la pression revient à son point de consigne normal à ce temps.

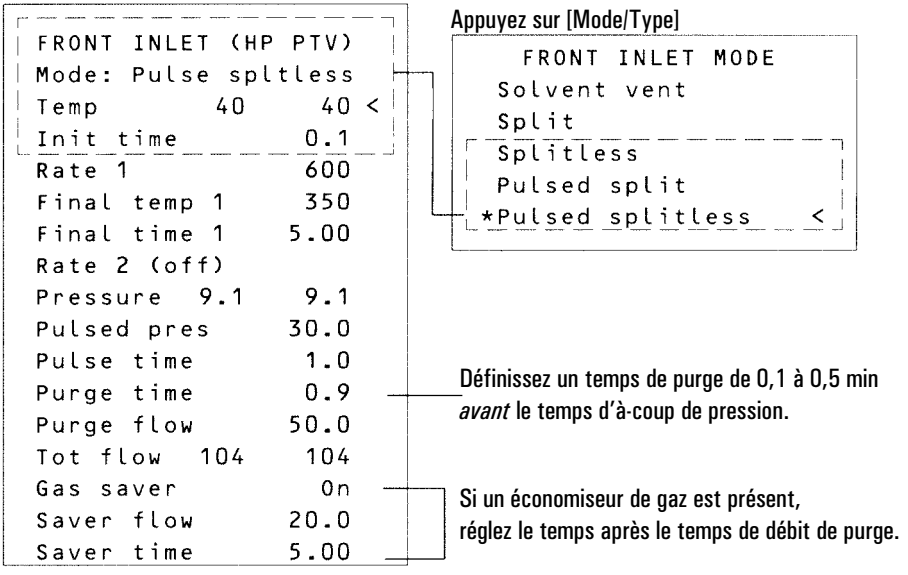
`Purge time` : le temps, après le début de l'analyse, où vous souhaitez que la vanne de purge s'ouvre. Définissez un temps de purge de 0,1 à 0,5 minutes avant le temps d'impulsion.

`Purge flow` : le débit, en mL/min, à partir de l'orifice de purge, à `Purge time`. La colonne doit être définie.

`Total flow` : débit total dans l'injecteur, représentant le total du débit de colonne et du débit de purge de septum.

Procédure : Utilisation du mode sans division pulsé avec la colonne définie

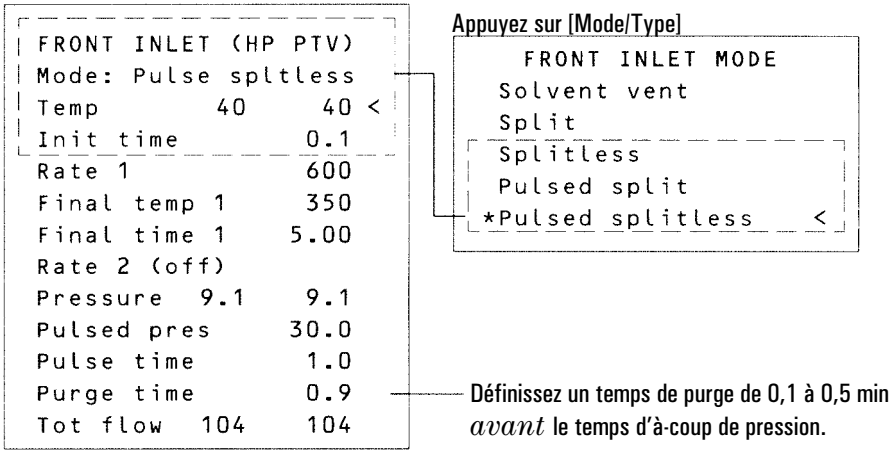
1. Consultez "Contrôle des débits et des pressions" pour vérifier que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (éventuel) sont configurés correctement.
2. Appuyez sur [Front Inlet].
   a. Faites défiler jusqu'à `Mode` : et appuyez sur [Mode/Type]. Sélectionnez `Pulsed Splitless`.
   b. Définissez la température de l'injecteur et les éventuelles rampes souhaitées.
   c. Entrez les valeurs pour `Pulsed Pres` et `Pulse time`.
   d. Entrez le `Purge time` auquel vous voulez que la vanne de purge s'ouvre.
   e. Entrez un `Purge flow`.
   f. Mettez `Gas saver` sur on, si désiré. Définissez le temps *après* le temps de débit de purge.



3. Appuyez sur [Prep Run] (voir page 298) avant d'injecter manuellement un échantillon.

Procédure : Utilisation du mode sans division pulsé avec la colonne non définie

1. Consultez "Contrôle des débits et des pressions" pour vérifier que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (éventuel) sont configurés correctement.
2. Appuyez sur [Front Inlet].
   a. Faites défiler jusqu'à `Mode` : et appuyez sur [Mode/Type]. Sélectionnez `Pulsed Splitless`.
   b. Définissez la température de l'injecteur et les éventuelles rampes souhaitées.
   c. Entrez les valeurs pour `Pulsed Pres` et `Pulse time`.
   d. Entrez le `Purge time` auquel vous voulez que la vanne de purge s'ouvre.
   e. Entrez un `Purge flow`.



3. Appuyez sur [Prep Run] (voir page 298) avant d'injecter manuellement un échantillon.

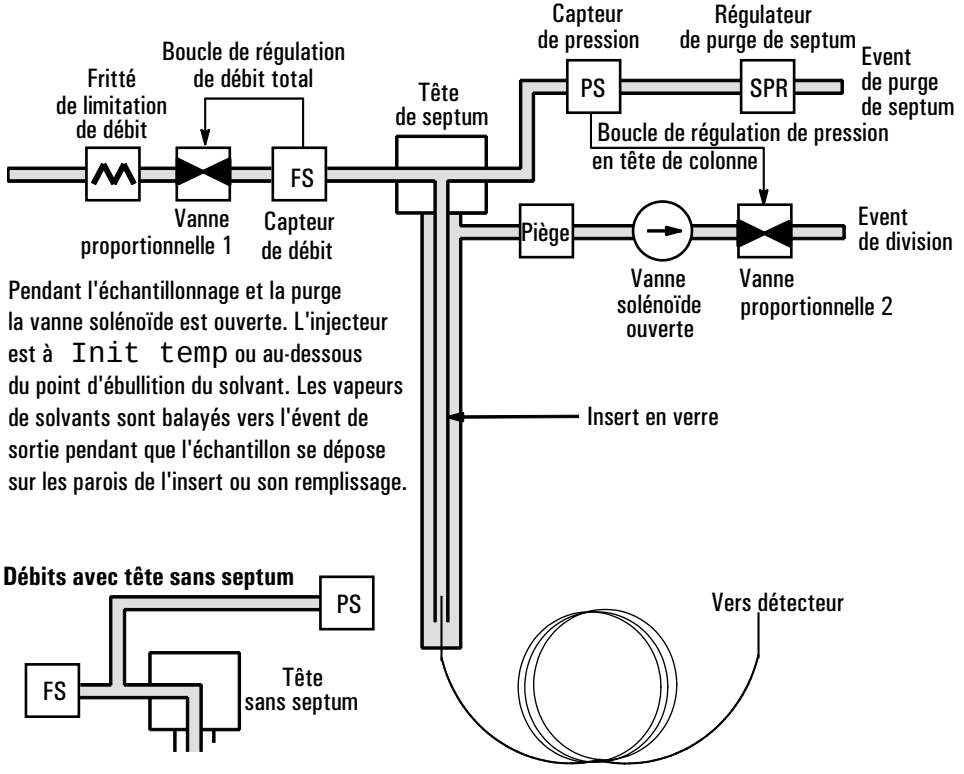
Utilisation du mode élimination de solvant

Profils d'écoulement

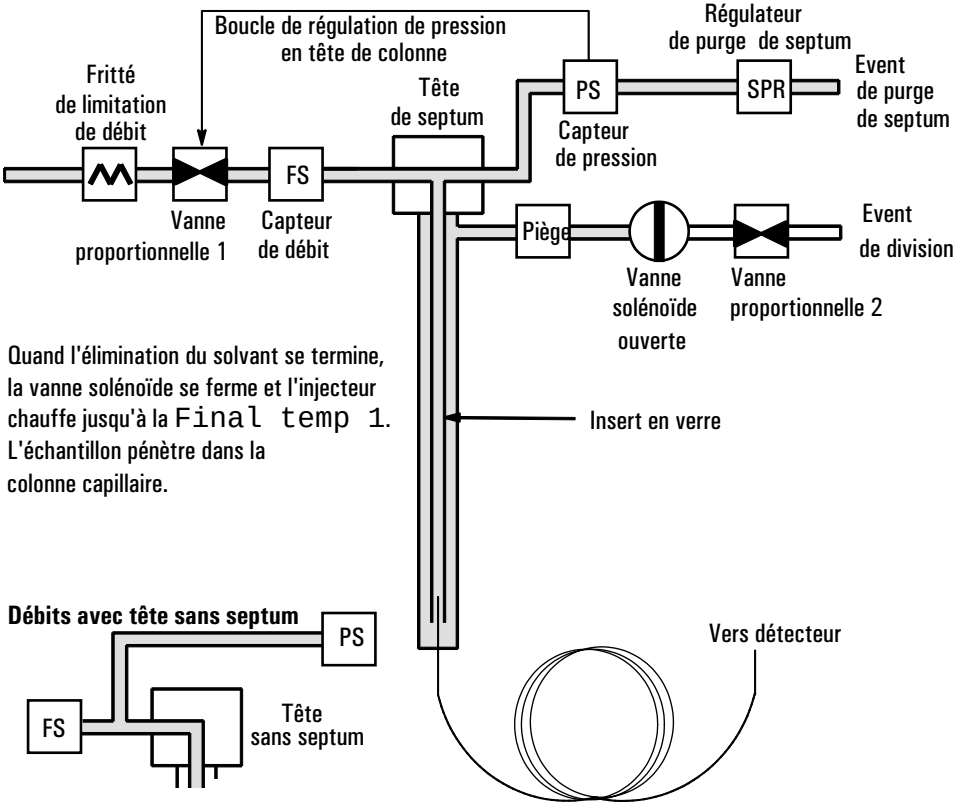
L'échantillon est injecté dans un injecteur froid. Si les conditions sont correctement choisies et si l'échantillon convient, les analytes se déposent dans l'insert de l'injecteur, tandis que le solvant s'évapore et est chassé. Il est possible d'utiliser des injections importantes ou multiples, pour concentrer l'échantillon dans l'injecteur avant de le transférer dans la colonne pour analyse.

La figure principale montre les débits avec la tête de septum. Les débits avec la tête sans septum sont les mêmes, mais le débit de purge de septum contourne la tête (en bas à gauche).

Etape 1. Echantillonnage et élimination



Etape 2. Transfert de l'échantillon



Etape 3. Purge et nettoyage

La vanne solénoïde s'ouvre à nouveau et le système revient à la configuration de l'étape 1, mais avec des points de consigne différents. L'injecteur PTV est rincé. Des vitesses de rampes supplémentaires sont disponibles pour nettoyer thermiquement l'injecteur ou pour réduire sa température après transfert de l'échantillon. Cela peut prolonger la durée de vie de l'insert.

Considérations sur la température, la pression et le débit

Le mode élimination de solvant passe par trois états distincts de régulation des gaz : élimination, transfert d'échantillon et purge. L'état de transfert reproduit le fonctionnement sans division traditionnel et transporte les analytes de l'insert dans la colonne. Le mode purge permet à l'utilisateur de préparer l'injecteur pour l'analyse suivante.

Une difficulté fondamentale du mode d'élimination de solvant est la perte potentielle d'analytes volatils avec le solvant. Plusieurs solutions sont alors possibles :

- l'adaptateur de l'injecteur peut être rempli avec un matériau plus absorbant, tel que le Tenax. Cela améliore grandement la récupération d'analytes volatils mais risque de nuire à la récupération de matériaux à ébullition plus élevée ;
- une partie du solvant peut rester dans l'adaptateur quand le transfert de l'échantillon commence. Le solvant résiduel se comporte comme une phase stationnaire et retient le matériau volatil, mais au détriment d'un pic de solvant plus grand ;
- la température de l'injecteur peut être réduite. Cela réduit la pression de vapeur des analytes volatils et permet des récupérations supérieures.

L'élimination du solvant peut être accélérée en :

- réduisant la pression dans l'injecteur pendant l'introduction de l'échantillon — le paramètre `Vent pression` ;
- augmentant le débit dans l'injecteur — le paramètre `Vent flow.`

S'il est vrai que toutes ces possibilités compliquent l'utilisation du PTV, elles procurent plus de souplesse et de nouvelles possibilités pour résoudre des problèmes difficiles.

Séquence des opérations

Voici les étapes d'une analyse classique en utilisant le mode élimination de solvant.

Etape		Paramètre	Valeur
1	**Avant injection**	Débit à l'orifice de division	Débit de purge ou débit d'économiseur
		Pression d'injection	Dérivé du point de consigne de colonne
	Le système est au repos, avec le débit de purge (ou le débit d'économiseur, si actif) passant par l'injecteur.		
2	**Prep Run commence**	Débit à l'orifice de division	Point de consigne du débit d'élimination
		Pression d'injection	Point de consigne de pression d'élimination
	Les points de consigne changent en préparation de l'injection. Quand le CPG est prêt, l'échantillon est injecté. Les temps Init du programme de l'injecteur et de température du four commencent. L'élimination du solvant et le piégeage des analytes commencent.		
3	**Au temps de fin d'élimination**	Débit à l'orifice de division	Aucune, vanne solénoïde fermée
		Pression d'injection	Point de consigne pression de colonne
	L'élimination du solvant se termine, le transfert de l'analyte commence lorsque l'injecteur chauffe.		
4	**Au temps de purge**	Débit à l'orifice de division	Point de consigne de débit de purge
		Pression d'injection	Point de consigne pression de colonne
	Le transfert des analytes se termine, l'injecteur est purgé de la vapeur résiduelle. L'analyse commence.		
5	**Au temps économiseur**	Débit à l'orifice de division	Point de consigne de débit de l'économiseur
		Pression d'injection	Point de consigne pression de colonne
	L'analyse se termine, le débit de gaz vecteur est réduit pour économiser du gaz (si l'économiseur est actif).		

Quelques points importants

- Le débit passant par la colonne est régi par la pression dans l'injecteur. Ce point est contrôlé, pendant la partie analyse du processus, par le point de consigne ou le programme de débit ou de pression entré *pour la colonne*.
- Les temps de contrôle doivent être dans l'ordre indiqué ; le temps de fin d'élimination *avant* le temps de purge *avant* le temps d'économiseur.
- Le temps de fin d'élimination doit se produire avant que l'injecteur commence à chauffer et à libérer les analytes.
- Le temps de purge doit survenir avant que le four ne commence à chauffer et à faire passer de l'échantillon dans la colonne.

Chronogrammes

Le temps augmente vers la partie inférieure ; toutes les autres quantités augmentent vers la droite.

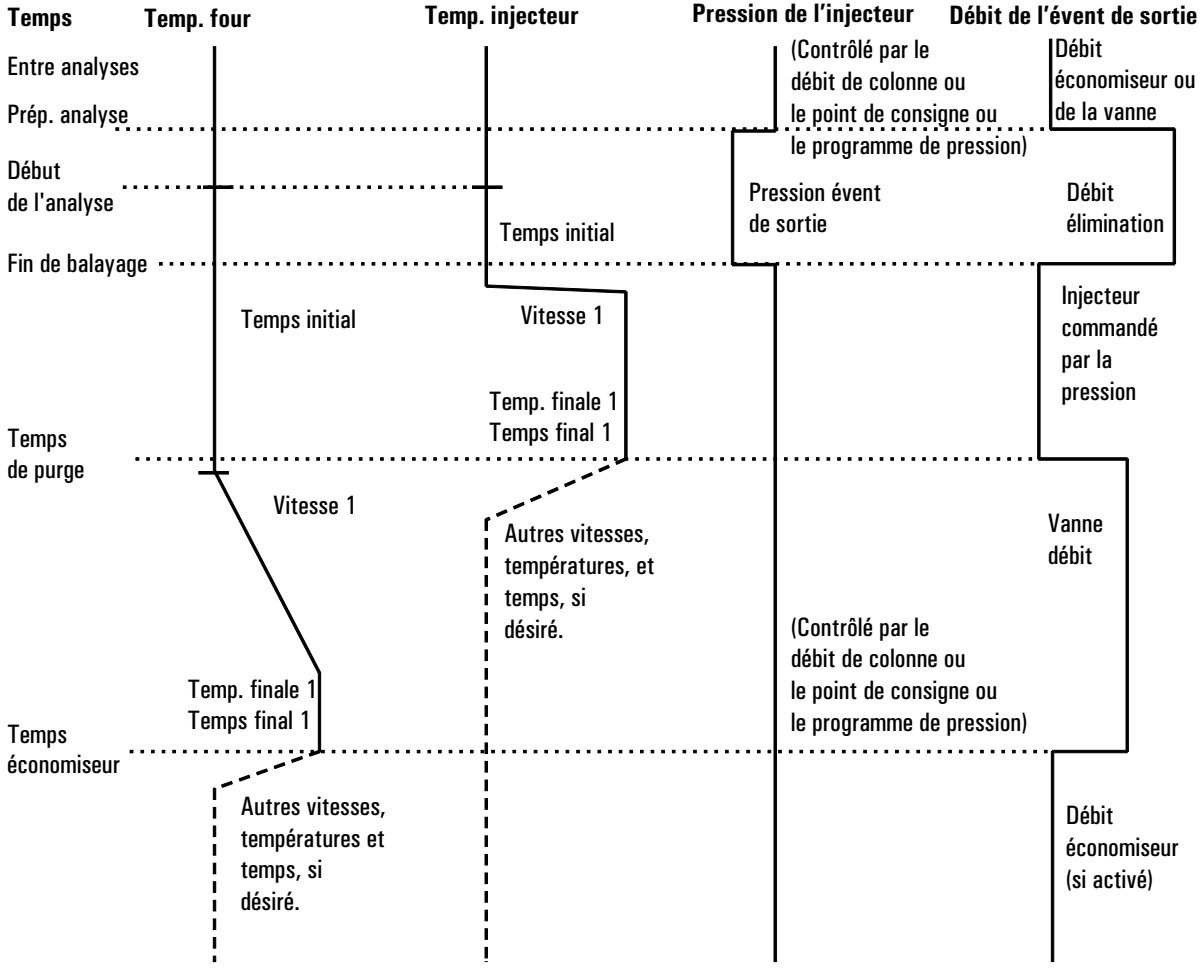


Figure 62 Relations temporelles

A quel moment se situe Start Run (début de l'analyse) ?

Les programmes de température de l'injecteur et du four commencent tous deux à Start Run. Tous les temps (tels que le temps de purge) sont mesurés à partir de là. D'où la question : où se situe exactement Start Run ?

- Si l'échantillon est injecté manuellement, Start Run se produit quand l'utilisateur actionne la touche Start Run.
- Si une seule injection par analyse est effectuée à l'aide d'un passeur d'échantillons, Start Run se produit au moment où le bras de la seringue s'abaisse pour effectuer l'injection.
- Si plusieurs injections par analyse sont effectuées à l'aide d'un passeur d'échantillons, Start Run se produit quand le bras de la seringue s'abaisse pour faire la première injection de l'ensemble. Il n'y a pas de signaux Start Run pour le reste des injections dans l'ensemble.

  Ces injections supplémentaires prennent du temps. C'est pourquoi les programmes de températures de l'injecteur et du four, principalement les valeurs `Init time`, doivent être ajustés en conséquence. Ainsi d'ailleurs que les diverses valeurs de temps intervenant dans le fonctionnement de l'injecteur. Ce point est expliqué plus en détail section "Injection de volumes importants" .

Paramètres du tableau de commandes — fonctionnement en élimination de solvant

`Mode :` le mode de fonctionnement courant : élimination de solvant.

`Temp` : température réelle et température du point de consigne initiales de l'injecteur.

`Init time` : temps, mesuré à partir de Start Run, où le maintien de la température initiale de l'injecteur se termine. Généralement supérieur à `Vent end`.

`Rate #` : vitesse du programme de température pour les rampes thermiques 1, 2 et 3 de l'injecteur.

`Final temp #` : température finale de l'injecteur pour les rampes 1, 2 et 3.

`Final time #` : temps de maintien à la température finale 1, 2 et 3. Ce temps est une durée ; il n'est *pas* mesuré à partir de Start Run.

`Pressure` : pression réelle de l'injecteur et au point de consigne avant et après la période d'élimination. Définit le point de départ de la pression en tête de colonne.

`Vent pression` : pression de l'injecteur pendant la période d'élimination. En diminuant cette pression pendant l'aération, le solvant est éliminé plus rapidement. De plus, la réduction de la pression diminue la quantité de gaz vecteur (et donc de vapeur de solvant) qui entre dans la colonne pendant ce temps.

Les utilisateurs sélectionnent de 0 à 100 psig. Si 0, l'injecteur utilise la pression la plus basse possible au débit d'élimination donné. Le Tableau 44 donne la valeur approximative de la pression minimum pour divers débits d'élimination d'hélium. Les pressions inférieures à celles du tableau ne sont possibles que si le débit est réduit.

Tableau 44 Pressions minimales accessibles

Débit d'élimination (mL/min)	Pression réelle d'élimination au point de consigne "0" psig	Pression réelle d'élimination au point de consigne "0" kPa
50	0,7	5
100	1,3	10
200	2,6	18
500	6,4	44
1000	12,7	88

`Vent flow` : débit de gaz vecteur sortant de l'orifice de division, pendant la période d'élimination. De plus hauts débits balaient l'insert plus rapidement et réduisent le temps d'élimination du solvant. Pour la plupart des colonnes, un débit d'élimination de 100 mL/min élimine le solvant à une vitesse acceptable mais met un minimum de matériau sur la colonne.

`Vent end time` : temps, mesuré à partir de Start Run, où l'élimination de solvant se termine. Pour des injections de volumes importants, ce temps est normalement supérieur au temps nécessaire pour que l'injection se termine.

`Purge time` : temps, mesuré à partir de Start Run, où le transfert de l'échantillon se termine. Il a commencé à `Vent end time`.

`Purge flow` : débit de gaz vecteur vers l'injecteur, commençant à `Purge time`.

`Total flow` : affiche le débit réel vers l'injecteur.

Procédure : Utilisation du mode élimination de solvant avec la colonne définie

1. Consultez "Contrôle des débits et des pressions" pour vérifier que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (éventuel) sont configurés correctement.

2. Appuyez sur [Front Inlet].

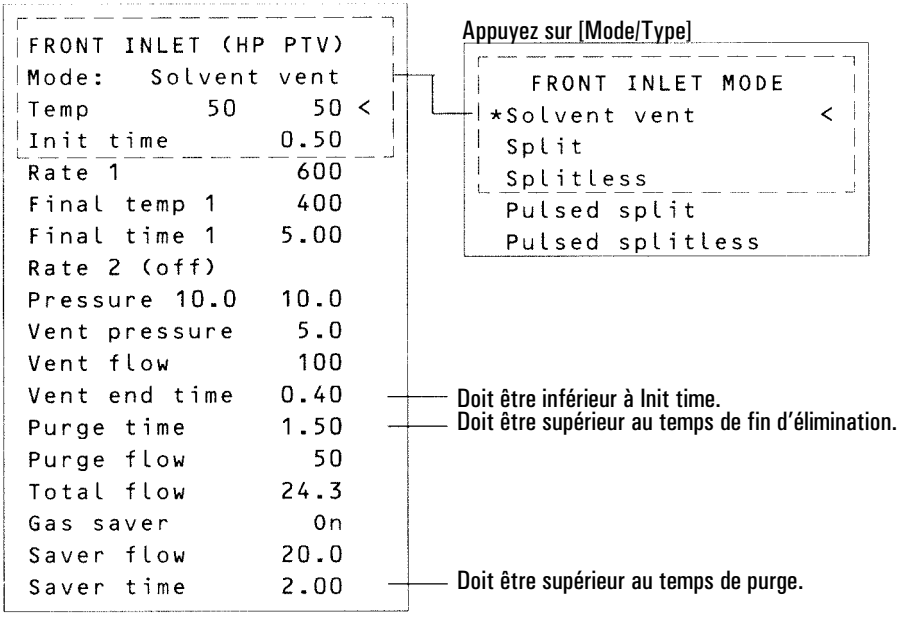
   a. Faites défiler jusqu'à `Mode` : et appuyez sur [Mode/Type]. Sélectionnez `Solvent vent`.

   b. Entrez une pression d'élimination, un débit d'élimination et un temps de fin d'élimination.

   c. Définissez la température et les rampes de l'injecteur, selon les besoins.

   d. Entrez un temps de purge et un débit de purge.

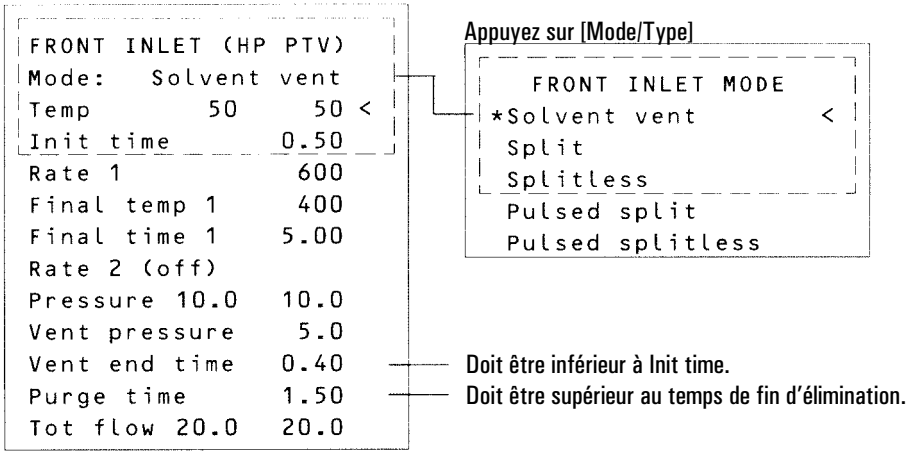
   e. Si désiré, mettez `Gas saver` sur on. Définissez le temps *après* le temps de débit de purge.



3. Appuyez sur [Prep Run] (voir page 298) avant d'injecter manuellement un échantillon.

Procédure : Utilisation du mode élimination de solvant avec la colonne non définie

1. Consultez "Contrôle des débits et des pressions" pour vérifier que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (éventuel) sont configurés correctement.
2. Appuyez sur [Front Inlet].
   a. Faites défiler jusqu'à `Mode` : et appuyez sur [Mode/Type]. Sélectionnez `Solvent vent`.
   b. Entrez un temps de fin d'élimination et une pression d'élimination.
   c. Définissez la température et les rampes de l'injecteur, selon les besoins.
   d. Entrez un temps de purge. Il doit être supérieur au temps de fin d'élimination (vent end time).
   e. Définissez un débit total supérieur au débit de colonne plus le débit de purge de septum (environ 6 mL/min) pour garantir une débit de colonne adéquat.



3. Appuyez sur [Prep Run] (voir page 298) avant d'injecter manuellement un échantillon.

Injection de volumes importants

La plupart des injecteurs vaporisateurs sont conçus pour des injections liquides dans la gamme de 1 à 5 µL. Avec des volumes d'injection plus importants, le nuage de vapeur créé quand l'échantillon s'évapore, risque de déborder de l'injecteur et de dégrader la chromatographie. Pour le PTV, les contenances nominales en liquide de l'adaptateur (liner) sont les suivantes:

Tableau 45 Contenance des adaptateurs

Adaptateur	Contenance nominale de liquide	Inertie
Déflecteur ouvert	5 µL	Haute
Rempli de laine de verre	25 µL	Plus basse, en raison d'une surface supérieure

En mode élimination de solvant, les analytes sont thermiquement piégés dans l'insert pendant l'élimination du solvant. Une fois le solvant disparu, le volume de l'insert peut servir pour une autre injection. L'injection peut être répétée pour concentrer les analytes provenant d'un volume d'échantillon important. Après injection et retrait du solvant, les analytes sont transférés dans la colonne. Cela peut dispenser d'une concentration hors ligne et réduit la perte d'échantillon.

Des injections multiples par un passeur d'échantillons peuvent être utilisées avec le PTV pour réaliser une injection de volumes importants. Une ChemStation contrôle le processus.

Exigences en matière de ChemStation

Une ChemStation CPG ou MSD est nécessaire pour une injection multiple, parce que le clavier du CPG Agilent 6890 ne fournit pas les paramètres nécessaires.

- ChemStation pour CPGrévision A.04.02 ou ultérieure
  ou révision A.04.01 *plus* le logiciel fourni avec le PTV.
- ChemStation MSD Logiciel révision A.03.00 ou ultérieure

Tableau 46 Paramètres de contrôle : sous-écran de configuration de l'injecteur

Paramètre	Gamme	Par défaut
Taille de seringue	0,1 à 100 µL	10 µL
Adaptateur nanolitre	Présent ou non présent	Non présent
Injections multiples	Unique ou multiple	Unique

- `Syringe size` : volume complet de la seringue.
- `Nanoliter Adapter` : contrôlé par une case à cocher. Si cochée, indique la présence d'un adaptateur nanolitre sur l'injecteur. Si *non* cochée, signifie qu'un adaptateur nanolitre n'est pas présent sur l'injecteur. L'adaptateur est **toujours** présent sur l'injecteur G2613A.
- `Multiple Injections` : contrôlé par une case à cocher. Si elle est cochée, l'échantillonneur effectue plusieurs injections dans l'injecteur pour chaque analyse, conformément aux autres paramètres. Il émet une commande Start Run à la première injection uniquement.

  Si *non* cochée, l'échantillonneur fait une injection (et émet une commande Start Run) pour chaque analyse. C'est le mode de fonctionnement par défaut.

Tableau 47Paramètres de contrôle — Ecran de l'injecteur

Paramètre	Gamme	Par défaut
Inject **X** µL **Y** times	**X** : 0,1 à 0,5 × volume de seringue **Y** : 1 à 100	**X** : 0,1 × volume de seringue **Y** : 1
Delay between injections	0 à 100 secondes	0
Preinjection washes	0 à 15	0
Postinjection washes	0 à 15	0
Pumps	0 à 15	0

- `Inject` **X** µL**Y** `times` : **X** est la quantité à injecter; **Y** est le nombre d'injections à effectuer. Si l'adaptateur nanolitre est coché sur l'écran Injector Configuration, la gamme devient 0,02 à 0,4 x volume de seringue.
- `Delay` : temps de pause, en secondes, entre les injections. Il s'ajoute au temps de cycle minimum de matériel.

- `Preinjection washes` : nombre de rinçages de la seringue avec du solvant et/ou de l'échantillon *avant la première injection*. Dans des paramètres d'injections multiples, aucun rinçage n'est effectué avant le reste des injections.
- `Postinjection washes` : nombre de rinçages de la seringue avec du solvant *après la dernière injection*. Dans des paramètres d'injections multiples, aucun rinçage n'est effectué avant le reste des injections.
- `Preinjection pumps` : nombre de pompages du piston de la seringue avant d'extraire l'échantillon mesuré. Les pompages Pump ne sont effectués qu'avant la première injection dans des paramètres d'injections multiples.

Valeurs calculées

Le logiciel calcule et affiche :

- sur l'écran de Injecto r :`Total` Produit de X (Volume par injection) et Y (Injections par analyse) ;
- sur l'écran Inlets : `Estimated total injection time` Le temps total approximatif, en minutes, nécessaire pour effectuer des paramètres d'injections multiples en se basant sur les paramètres entrés et le temps de cycle mécanique de l'échantillonneur. Inclut `Delay between injections`, les temps de mesure pré- et post-injection, et les délais de viscosité.

Exemple

Ces valeurs ont été utilisées pour un échantillon avec une large gamme de points d'ébullition.

Paramètres généraux	
Nom	**Valeur**
Echantillon	C_{10} à C_{44} hydrocarbures dans de l'hexane
Mode	Elimination de solvant
Adaptateur PTV	Rempli de laine de verre
Volume d'injection	Une injection de 10 µL (seringue 25 µL)
Vitesse d'injection	Rapide
Colonne	30 m x 320 µm x 0,25 µm 5, réf. 19091J-413
Débit de colonne	Débit constant 4 mL/min

Paramètres de l'injecteur			
Nom	**Valeur**	**Nom**	**Valeur**
Temp. initiale	40 °C	Vitesse 2 (off)	
Temps initial	0,3 min	Pression	15,6 psig
Vitesse 1	720 °C/min	Pression élimination	0,0 psig
Temp. finale 1	450 °C	Débit élimination	100 ml/min
Temps final 1	5 min	Temps fin	0,2 min
Vitesse 2	100 °C/min	Temps de purge	2 min
Temp. finale 2	250 °C	Débit de purge	50 ml/min
Temps final 2	0 min		

Paramètres du four	
Nom	**Valeur**
Temp. initiale	40 °C
Temps initial	2,5 min
Vitesse 1	25 °C/min
Temp. finale 1	320 °C
Temps final 1	10 min
Vitesse 2 (off)	

Paramètres du détecteur	
Nom	**Valeur**
Détecteur	FID
Temp. du détecteur	400 °C
Débit d'hydrogène	40 ml/min
Débit d'air	450 ml/min
Gaz d'appoint (N_2)	45 ml/min

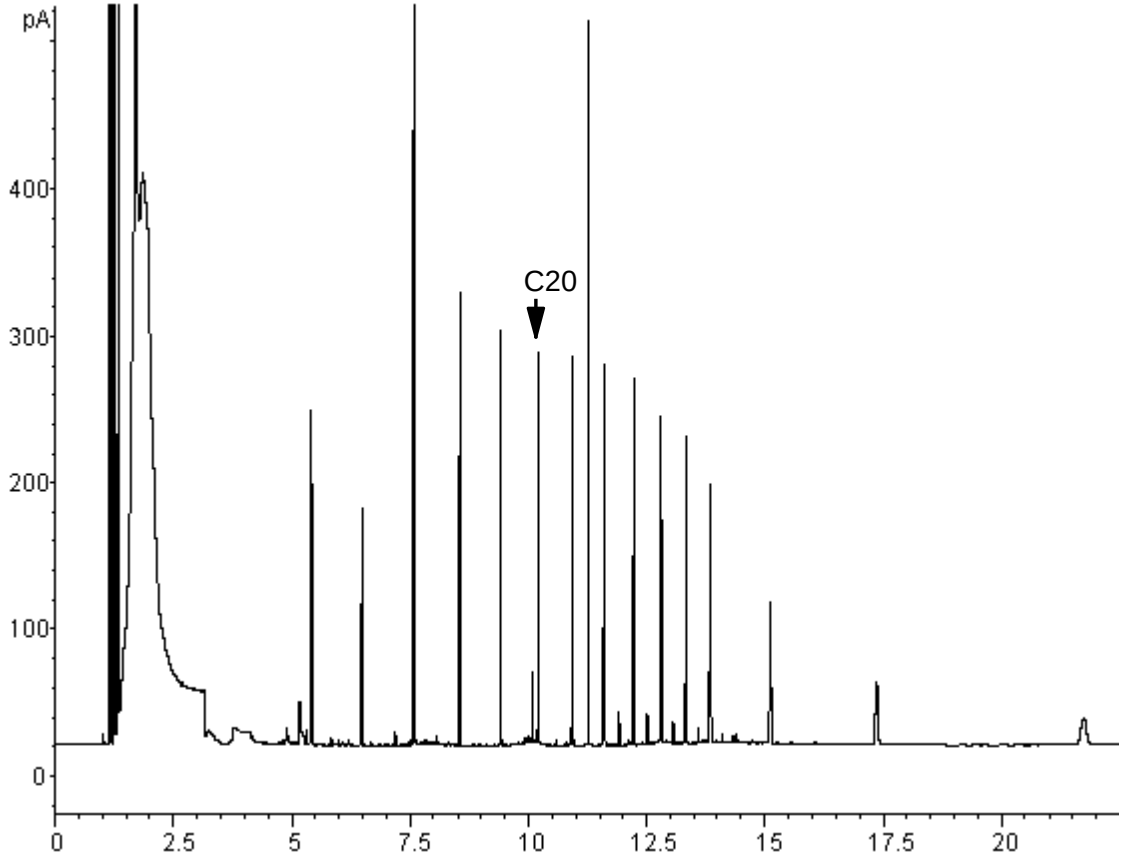


Figure 63 Chromatogramme obtenu à partir d'une injection de 10 µL
Ces résultats ont été comparés à ceux d'une analyse sans division du même échantillon qui aurait dû produire 1 0 0% de récupération de tous les analytes. Les données ont démontré que, dans ces conditions, les composés au-dessus de C_{20} ont été complètement récupérés et que la récupération était indépendante de la taille de l'injection ; les composés inférieurs à C_{20} ont été partiellement éliminés avec le solvant.

Ajustements possibles

Divers ajustements sont possibles selon le but recherché.

Pour éliminer davantage de solvant :

- augmentez le temps de fin d'élimination, le temps initial de l'injecteur et le temps de purge. Cela n'affectera pas les analytes quantitativement piégés mais éliminera davantage du pic de solvant ;
- augmentez le débit d'élimination pour balayer l'insert plus rapidement avec la même programmation d'injecteur. Cette augmentation élève la pression d'élimination si elle est réglée sur 0. Cela amène davantage de solvant dans la colonn e;
- élevez la température initiale de l'injecteur pour vaporiser davantage de solvant et permettre d'en éliminer davantage. Cela augmente également la perte d'analytes volatils car leurs pressions de vapeur augmentent également.

Pour améliorer la récupération d'analytes à faible température d'ébullition :

- réduisez la température de l'injecteur pour diminuer la pression de vapeur des analytes et pour les piéger plus efficacement. Cela réduit également la pression de vapeur de solvant et il faudra davantage de temps pour l'éliminer ;
- utilisez un matériau absorbant dans l'insert. Des matériaux tels que le Tenax permettent une plus grande récupération des analytes volatils mais risquent de ne pas libérer des composés dont le point d'ébullition est plus élevé. Cela doit être pris en considération si l'on souhaite quantifier ces pics à haut point d'ébullition ;
- laissez davantage de solvant dans l'insert. Le solvant joue un rôle de phase pseudo-stationnaire et aide à retenir les analytes volatils. Cela doit être mis en balance avec la tolérance du détecteur en matière de solvant.

Exemple - suite

L'exemple d'injection unique présenté dans les quelques dernières pages démontre clairement qu'une injection de 10 µl ne surcharge pas l'insert à remplissage en laine de verre. Ce qui signifie que des injections multiples de 10 µl sont possibles.

Il a été décidé de faire 10 injections par analyse, chacune d'un volume de 10 µl, de quoi augmenter sensiblement la sensibilité analytique. Aucun ajustement n'a été fait pour améliorer la récupération des produits à point d'ébullition bas, puisque le but de cette analyse était de détecter et de mesurer les composants à haut point d'ébullition.

La ChemStation a estimé que 10 injections demanderaient un total de 1,3 minutes. Les changements de programmation suivants ont été effectués :

Paramètre	Augmenté de	A
Temps initial injecteur	0,3 minutes	1,6 minutes
Temps fin	0,2 minutes	1,5 minutes
Temps de purge	2 minutes	3 minutes
Temps initial four	2,5 minutes	3 minutes

Le résultat est présenté figure 27.

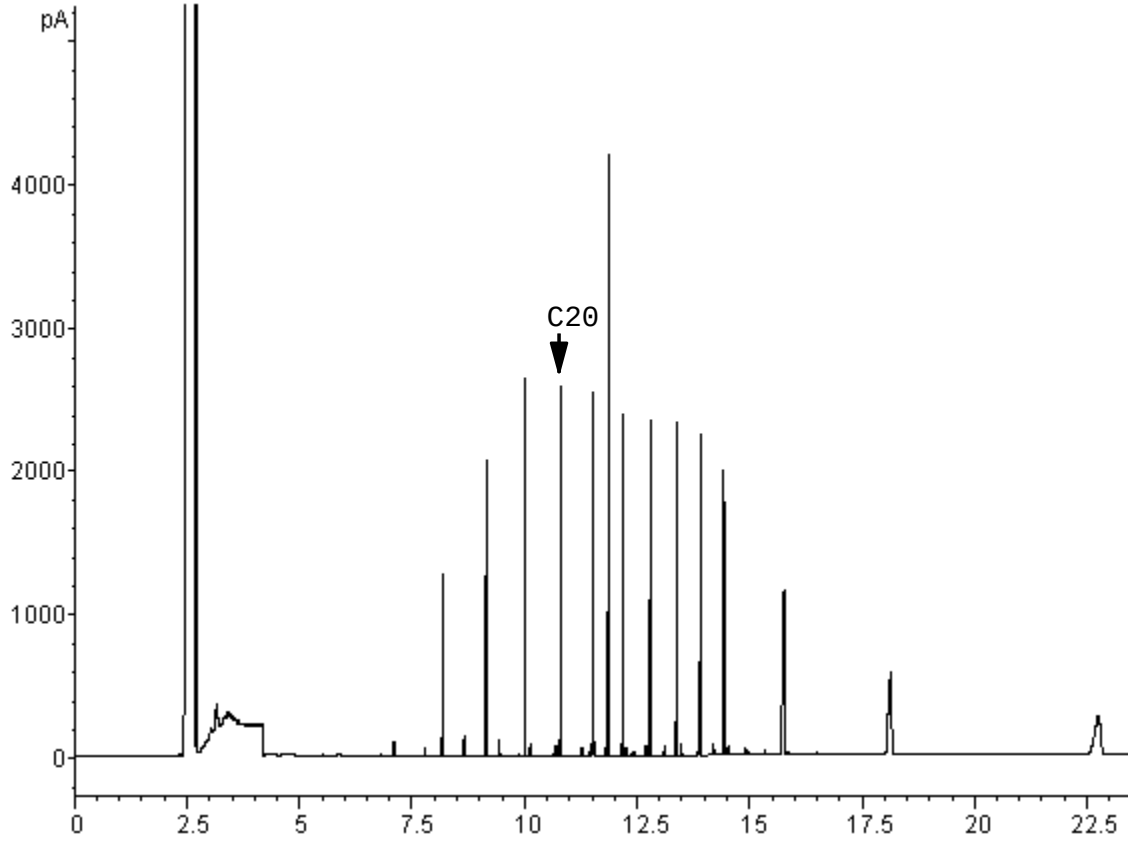


Figure 64 Chromatogramme obtenu à partir de dix injections de 10 µl

Maintenance d'un injecteur PTV

Adaptateurs d'injecteur

Le raccord Graphpak™-2M (l'adaptateur d'injecteur) à la partie inférieure de l'injecteur est adapté au diamètre de la colonne.Si une colonne de diamètre différent est installée, il faut changer l'adaptateur.

Le numéro de l'adaptateur se trouve sur le côté. Sélectionnez le plus petit diamètre de trou permettant d'insérer la colonne.

Tableau 48 Adaptateurs d'injecteur

DI colonne	N° adaptateur injecteur	Quantité	Réf.
200 µm	31	1	5182-9754
250 µm	45	1	5182-9761
320 µm	45	1	5182-9761
530 µm	70	1	5182-9762

Procédure : Remplacement des adaptateurs d'injecteur

1. Dévissez l'écrou de colonne de l'adaptateur. Retirez l'écrou et la colonne de l'injecteur.
2. Avec une clé anglaise de 6 mm, retirez l'adaptateur de l'injecteur, en veillant à ne pas perdre le joint en argent intérieur. Conservez l'adaptateur pour utilisation ultérieure.
3. Sélectionnez l'adaptateur approprié pour la colonne à installer. Mettez en place un nouveau joint en argent (réf. 5182-9763, 5/pqt) dans l'adaptateur et vissez l'adaptateur sur l'injecteur ; serrez manuellement. Donnez à l'adaptateur 1/16 à 1/8 de tour supplémentaire à l'aide de la clé de 6 mm.

   Ne serrez pas excessivement l'adaptateur. L'injecteur peut être endommagé si l'adaptateur est trop serré. Si l'adaptateur fuit, vérifiez le joint en argent et remplacez-le si nécessaire.

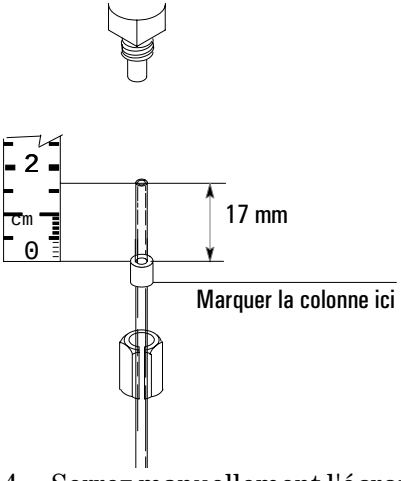
Procédure : Installation des colonnes

Les bagues Graphpak-2M sont adaptées au diamètre extérieur des colonnes.

Tableau 49 Colonnes et bagues

DI colonne	DI bague Graphpak	Quantité	Réf.
200 µm	0,31 mm	10	5182-9756
250 µm	0,40 mm	10	5182-9768
320 µm	0,45 mm	10	5182-9769
530 µm	0,70 mm	10	5182-9770

1. Placez la bague Graphpak appropriée à l'extrémité de l'injecteur de la colonne et faites-la glisser jusqu'à 30 mm de l'extrémité.
2. A l'aide d'un diamant ou d'un cutter en silice fondue, enlevez environ 10 mm de l'extrémité de la colonne pour éliminer la contamination du graphite.
3. Placez la bague à 17 mm de l'extrémité de la colonne. Faites une petite marque (par exemple avec du liquide correcteur de machine à écrire) à l'arrière de la bague et, en vous assurant que la colonne est correctement positionnée, insérez son extrémité dans l'adaptateur.



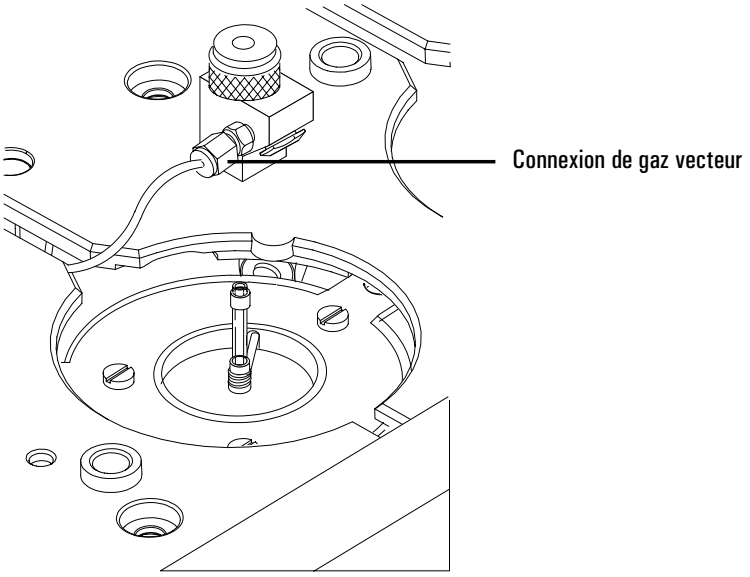
4. Serrez manuellement l'écrou de colonne. A l'aide d'une clé de 5 mm, donnez-lui 1/8 à 1/4 tour supplémentaire. Ne serrez pas excessivement.
5. Vérifiez l'étanchéité des connexions. S'il y a des fuites sur l'adaptateur de colonne, serrez-le un peu plus avec la clé fournie.

La tête sans septum

Cette tête d'échantillonnage utilise un clapet au lieu d'un septum pour sceller le passage d'entrée de la seringue. Il peut être utilisé avec une injection automatique ou manuelle. Les seringues doivent avoir des aiguilles de jauge 23 (voir "Consommables et pièces de rechange").

Procédure : Retrait de la tête sans septum

1. Refroidissez l'injecteur à la température ambiante.
2. Déconnectez le tuyau de gaz vecteur.
3. Dévissez la tête sans septum de l'injecteur dans le sens inverse des aiguilles d'une montre.
4. Vissez la nouvelle tête sur l'injecteur. Serrez manuellement plus 1/8 de tour.

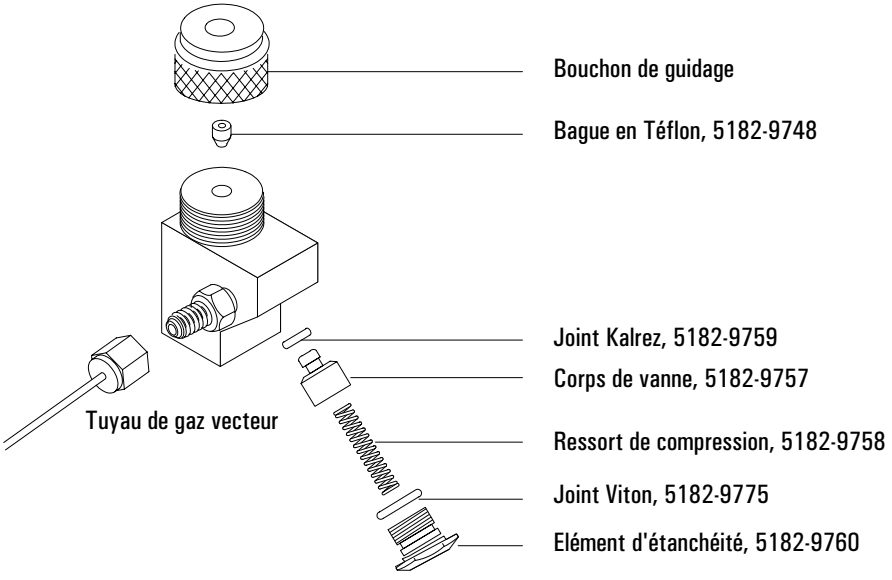


5. Reconnectez le tuyau de gaz vecteur.
6. Vérifiez l'étanchéité de toutes les connexions sur la tête d'échantillonnage. Si nécessaire, serrez-les à nouveau à la main.

Procédure : Nettoyage de la tête sans septum

De petits dépôts de mélanges d'échantillon peuvent s'accumuler dans la tête. De la poussière et des particules abrasives peuvent entrer ensemble dans l'aiguille de la seringue, provoquant parfois des fuites. Un nettoyage périodique est conseillé.

1. Refroidissez l'injecteur à la température ambiante.
2. Déconnectez le tuyau de gaz vecteur et dévissez la tête de l'injecteur.
3. Dévissez l'élément d'étanchéité de la tête. Retirez soigneusement le joint Viton et le ressort de pression.



4. Dévissez le bouchon de guidage de la tête et enlevez la bague Téflon.

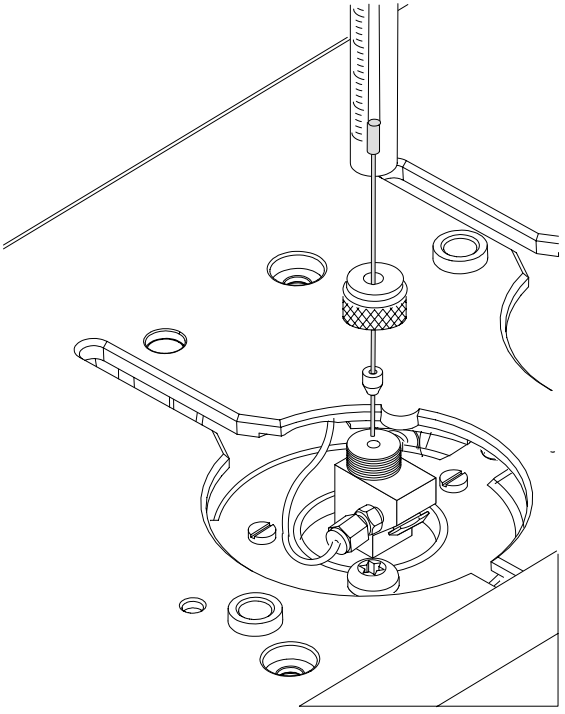
Attention N'utilisez *pas* un objet pointu pour extraire le corps de la vanne, vous risqueriez de laisser des rayures qui causeraient des fuites.

5. Insérez soigneusement une seringue avec une aiguille jauge 23 dans la tête pour presser le corps de la vanne avec le joint Kalrez légèrement hors de la tête. Tapez doucement la tête sur une surface lisse et douce, de telle sorte que le corps de la vanne sorte complètement ou suffisamment pour que vous puissiez le saisir avec les doigts.
6. Retirez le joint du corps de la vanne.
7. Nettoyez soigneusement tous les composants dans de l'hexane.
8. Assemblez la tête dans l'ordre inverse. Assurez-vous qu'il n'y a aucune peluche de tissu et que les joints et le ressort de pression sont intacts.
9. Profitez-en pour vérifier la bague en Téflon. S'il faut la remplacer, reportez-vous à la page 447.
10. Vérifiez à nouveau l'étanchéité de tout le système. Si nécessaire, resserrez soigneusement le bouchon de guidage un peu plus avec l'aiguille de la seringue insérée et/ou remplacez le joint Kalrez.

    Si la tête fuit quand une seringue est insérée, la bague en Téflon est en cause. Si la tête fuit sans seringue insérée, il faut peut-être remplacer les joints.

Procédure : Remplacement de la bague en Téflon

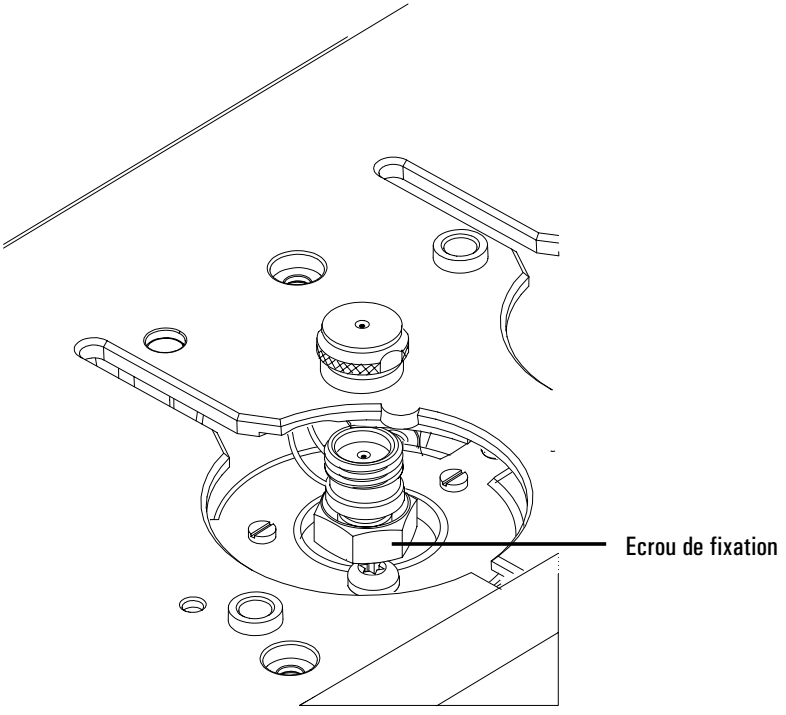
1. Dévissez le bouchon de guide de la tête sans septum et retirez la bague en Téflon.



2. Poussez le bouchon de guidage et la nouvelle bague sur l'aiguille de la seringue afin d'exposer au moins 10 mm de la pointe de l'aiguille.
3. Guidez l'extrémité de l'aiguille de la seringue dans la tête sans septum jusqu'à ce que la bague rencontre la tête sans septum.
4. Serrez le bouchon de guidage jusqu'à ce que vous sentiez la première résistance.
5. Une fois l'aiguille de la seringue complètement introduite, vérifiez l'étanchéité.
6. Si nécessaire, serrez soigneusement le bouchon de guidage jusqu'à ce l'injecteur ne fuie plus.

La tête de septum

La tête de septum scelle le passage de la seringue à l'aide d'un septum normal ou d'un joint Merlin Microseal. Un flux de gaz balaie le côté intérieur du septum et sort par l'orifice de purge de septum sur le module de régulation des gaz.



Procédure : Retrait de la tête avec septum

La tête de septum est connectée à l'injecteur par un écrou de fixation sans fin.

1. Refroidissez l'injecteur à la température ambiante.
2. Utilisez une clé de 5/8 de pouce pour desserrer l'écrou de serrage du septum.
3. Retirez soigneusement l'ensemble tête de septum de l'injecteur. Attention de ne pas tordre les tuyaux de 1/16 de pouce. Pour obtenir de meilleurs résultats, soulevez la tête pour dégager l'injecteur puis poussez-la d'un côté ou de l'autre pour permettre l'accès.

4. Pour réinstaller la tête de septum, alignez-la doucement avec l'injecteur et engagez manuellement l'écrou sans fin sur l'injecteur.

   L'écrou doit tourner facilement. Si vous éprouvez une résistance, dévissez l'écrou et essayez à nouveau. Ne forcez pas trop pour ne pas endommager l'injecteur.

5. Serrez manuellement l'écrou de serrage puis donnez-lui 1/2 tour de clé.

6. Vérifiez l'étanchéité de toutes les connexions. Si nécessaire, serrez 'écrou de 1/4 de tour supplémentaire pour éliminer les fuites.

Procédure : Changement du septum

Avec la tête de septum, vous pouvez utiliser un septum normal ou un joint Merlin Microseal.

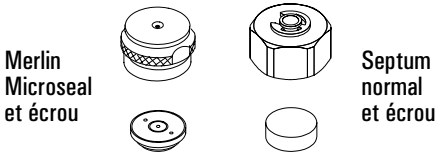
Si la température de l'injecteur est réglée au-dessous de 40°C, le joint Merlin Microseal risque d'être insuffisant. Dans ce cas, utilisez plutôt un septum normal.

1. Pour remplacer le septum, refroidissez l'injecteur à la température ambiante.

2. Manuellement ou avec l'outil de l'injecteur, dévissez l'écrou de septum ou l'écrou du joint Merlin dans le sens inverse des aiguilles d'une montre. Si la tête de septum commence à tourner, maintenez-la pendant que vous retirez l'écrou.

3. Retirez le septum ou le joint Merlin Microseal, en évitant de rayer l'intérieur de la tête de septum.

4. Installez un nouveau septum ou joint Merlin Microseal et l'écrou correct. Lorsque vous installez un joint Merlin Microseal, observez que le côté où les parties métalliques sont visibles est orienté vers le bas.



5. Vérifiez l'étanchéité de l'écrou et serrez-le si nécessaire.

Inserts d'injecteur en verre

L'insert est la chambre où se dépose l'échantillon. Il en existe trois types :

Tableau 50. Inserts d'injecteur

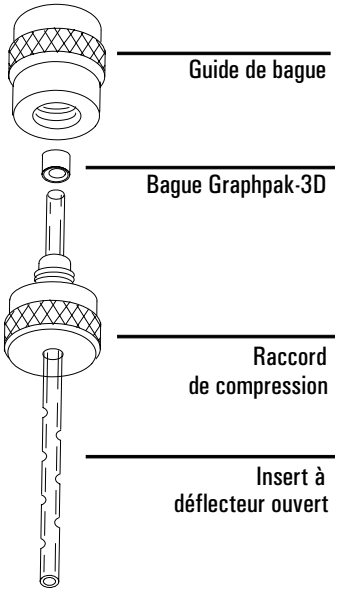
Type	Capacité d'injection	Inertie	Quantité	Réf.
Insert à déflecteur ouvert	Capacité la plus basse	Le plus inerte	10	5182-9751
Insert rempli avec de la laine de verre silanisée	Capacité supérieure	Moins inerte	10	5182-9752
Insert non rempli, à remplir par l'utilisateur	Dépend du matériau de remplissage		10	5182-9753

Type	Capacité d'injection	Type de verre	Remplissage en laine de verre*	Application type	Réf.
Insert simple déflecteur	180 µL	Borosilicaté désactivé	Oui	Injection de grand volume, déconseillé pour les composés extrêmement actifs	5183-2038
Insert simple déflecteur	200 µL	Borosilicaté désactivé	Non	Usage général	5183-2036
Insert déflecteur multiple	150 µL	Borosilicaté désactivé	Non	Composés actifs, médicaments, pesticides	5183-2037
Insert verre fritté	150 µL	Borosilicaté désactivé	Non	Injection de grands volumes, tous les composés sauf les plus actifs	5183-2041

*Laine de verre silanisée, 10 gm (qualité pesticide), réf .5181-3317

Procédure : Remplacement des inserts

1. Retirez la tête de l'injecteur. Voir "Procédure : Retrait de la tête sans septum" ou "Procédure : Retrait de la tête avec septum".
2. Retirez l'insert et la bague.
3. Dévissez l'outil d'assemblage (réf. G2617-80540) en deux morceaux, le guide de bague et le raccord de compression.



4. Faites glisser le raccord de compression sur l'extrémité droite la plus longue du nouvel insert avec les filetages pointant vers l'extrémité de l'insert.
5. Placez une bague Graphpak-3D sur la même extrémité de l'insert de telle façon que la partie graphite en retrait soit orientée vers le raccord de compression. Faites glisser la bague de telle sorte que 2 mm environ d'insert soient exposés au-delà de la bague.
6. Faites glisser le raccord de compression vers le haut jusqu'à la bague. Vissez délicatement le guide de bague sur le raccord de compressio n; serrez-le manuellement.

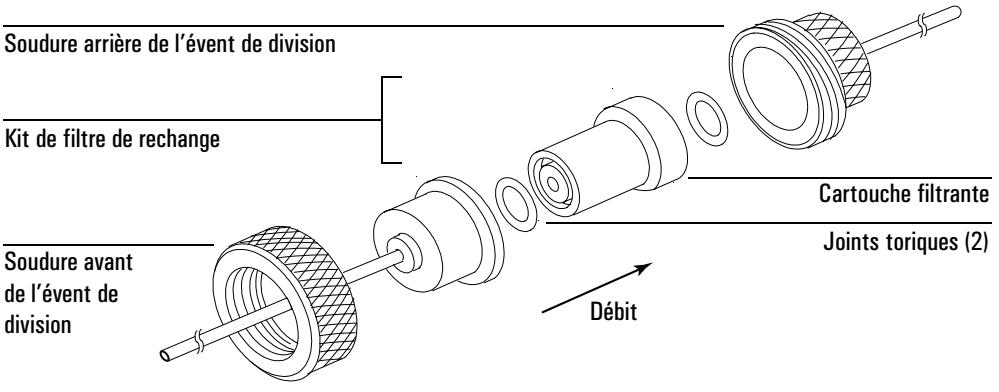
7. Dévissez et retirez le guide de bague. Faites glisser le raccord de compression hors de l'autre extrémité de l'insert. La bague doit maintenant être placée avec 1 mm d'insert exposé. Vérifiez que le graphite à l'intérieur de la bague est au niveau du sommet du collier métallique.
8. Insérez l'insert en verre dans l'injecteur par le haut, jusqu'à ce que le côté non rempli de la bague repose sur le sommet de l'injecteur.
9. Remettez en place la tête d'échantillonnage et reconnectez les tuyaux si nécessaire.
10. Vérifiez l'étanchéité de toutes les connexions. Si nécessaire, serrez-les à nouveau à la main.

Remplacement de la cartouche filtrante du piège de l'orifice de division

Avertissement Mettez hors tension le four et le chauffage de l'injecteur équipé du piège pour orifice de division et laissez-les refroidir. Fermez l'alimentation en gaz vecteur.

Le piège pour orifice de division peut contenir des résidus d'échantillons ou de produits chimiques que vous avez analysé. Respectez les procédures de sécurité appropriées pour ce type de substance lorsque vous remplacez la cartouche du piège.

1. Mettez hors tension l'injecteur et le four et laissez-les refroidir.
2. Fixez tous les débits du CPG à zéro.
3. Retirez le couvercle du module de régulation des gaz.
4. Soulevez l'ensemble piège de son support et dévissez-le.



5. Retirez l'ancienne cartouche et les anciens joints- toriques et remplacez-les.
6. Remontez le piège.
7. Vérifiez l'étanchéité.

Procédure : Contrôle de l'étanchéité des circuits de gaz

Des fuites dans la canalisation de gaz peuvent fausser considérablement les résultats chromatographiques. La procédure suivante vérifie le système de débit jusqu'au collecteur de l'injecteur, non inclus. Si cette portion du système s'avère étanche, reportez-vous à la procédure suivante pour vérifier l'injecteur et son répartiteur.

Les détecteurs liquides de fuites sont déconseillés, particulièrement là où la propreté est très importante.

Si vous utilisez un liquide de détection de fuites, rincez-le immédiatement pour enlever la pellicule savonneuse.

Avertissement Pour éviter que le liquide de détection ne provoque une décharge électrique, mettez le CPG hors tension et débranchez le cordon d'alimentation. Faites attention à ne pas renverser de liquide sur les fils électriques, particulièrement ceux du chauffage du détecteur.

Matériel nécessaire :

- détecteur électronique de fuite capable de détecter votre type de gaz ou liquide de détection de fuite. Si vous utilisez un liquide de détection de fuites, essuyez le liquide en excès après le test ;
- deux clés de 7/16 de pouce.

1. Vérifiez l'étanchéité de chaque raccordement à l'aide du détecteur de fuite.
2. Eliminez les fuites en serrant les connexions. Recommencez le test et continuez à serrer jusqu'à ce que toutes les connexions soient étanches.

Procédure : Contrôle de l'étanchéité de l'injecteur PTV

L'injecteur peut fuir en de nombreux points. Cette procédure vous permet de déterminer, en règle générale, la présence d'une fuite inacceptable. Si l'injecteur fuit, utilisez un détecteur de fuite électronique pour détecter le composant fautif.

Avertissement Soyez prudent ! Le four et/ou l'injecteur peuvent être suffisamment chauds pour causer des brûlures.

Matériel nécessaire :

- bague non trouée ;
- clé 7/16 de pouce ;
- gants (si l'injecteur est chaud);
- clé pour l'écrou de septum (réf. 19251-00100) ;
- clé 9/16 de pouce ;
- bouchon SWAGELOK de 1/8 de pouc e;
- débitmètre à bulle.

1. Procédez aux étapes préliminaires suivantes:
   - si vous avez entré des paramètres que vous ne voulez pas perdre, stockez-les comme une méthode ;
   - mettez le four hors tension ;
   - refroidissez le four et l'injecteur à la température ambiante ;
   - arrêtez la pression de l'injecteur ;
   - si une colonne est installée, retirez-la et bouchez son raccord avec l'écrou de colonne et une bague non trouée ;
   - retirez l'ancien septum et remplacez-le par un neuf.
     Voir "Procédure : Changement du septum" .
2. Retirez la colonne du raccord d'injecteur.
3. Si une tête avec septum est installée et que vous ne connaissez pas l'état du septum (ou septum Microseal) et de la bague Graphpak-3D qui se trouvent sur l'insert en verre, remplacez-les maintenant.

4. Bouchez le raccord de colonne et l'orifice de purge de septum (tête avec septum seulement). Utilisez des bagues pleines (non trouées) de type Vespel de 1/8 de pouce (réf. 0100-1372) et de 1/16 de pouce (réf. 5181-7458) avec un écrou Swagelok de 1/8 de pouce (réf .5180-4103) et un écrou de colonne capillaire.

   Pour boucher l'orifice de purge de septum, on peut également utiliser un bouchon Swagelok de 1/8 de pouce. Pour le raccord d'entrée de la colonne, on peut utiliser un écrou de colonne capillaire avec un morceau de fil de fer de la taille d'un trombone et une bague graphitée de d.i. 0 , 5mm.

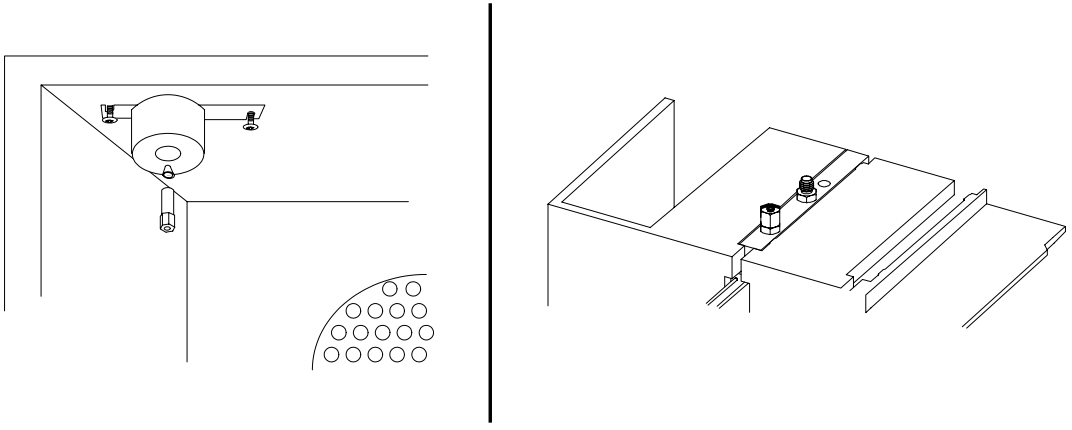


Figure 65 Bouchage de l'injecteur et de l'orifice de purge de septum

5. Vérifiez que la pression d'alimentation en gaz vecteur est d'au moins 35 psi. La pression d'alimentation en gaz vecteur doit toujours être au moins 10 psi supérieure à la pression d'injection souhaitée.

6. Configurez l'injecteur pour le test. Appuyez sur `[Front Inlet]` (ou `[Back Inlet]`) et :
   - réglez l'injecteur sur “Split Mod e”;
   - définissez la longueur de la colonne comme étant nulle. Appuyez sur `[Config] [Column 1]` ou `[Config] [Column 2]` et entrez “0” dans la première colonne du champ “Dim” ;
   - fixez le débit total de l'injecteur à 60 mL/mi n;
   - fixez la pression à 25 psi ;
   - réglez la température d'injection sur la température de service normale.
7. Attendez environ 15 secondes que le système s'équilibre.

   Si la pression ne peut pas être atteinte, c'est qu'il y a une fuite dans le système ou la pression d'alimentation est trop basse.
8. Mettez la pression d'injection sur “Off.”

   Appuyez sur `[Front Inlet]` (ou `[Back Inlet]`), faites défiler jusqu'au champ “Pressure”, et appuyez sur `[Off]`. Le régulateur de débit et les vannes de contrepression se ferment.
9. Notez les lectures “réelles” qui s'affichent et surveillez la pression pendant 10 minutes.
   - Si la chute de pression est inférieure à 0,5 psi, on considère que le système est étanche.
   - Si la chute de pression est supérieure à 0,5 psi, c'est qu'il y a une fuite qui doit être localisée et éliminée. Il est possible que vous vouliez réduire légèrement la durée du contrôle d'étanchéité basé sur le volume interne de l'injecteur, qui dépend du type d'insert utilisé (volumes plus petits = temps de contrôle d'étanchéité plus courts). Voir “Elimination des fuites”
10. Si le système est étanche, on peut retirer le bouchon, réinstaller la colonne, reconfigurer ses dimensions à partir du clavier et fixer la pression et le débit désirés.

Elimination des fuites

Utilisez un détecteur de fuite électronique pour vérifier toutes les zones de l'injecteur et des circuits qui sont des sources de fuites potentielles.

Resserrez les raccords mal serrés pour éliminer les fuites. Vous pouvez répéter le test de fuite.

Si la baisse de pression ne dépasse pas 0 , 5psi, vous pouvez considérer que l'injecteur est étanche. Si la baisse de pression est plus rapide que cela, continuez à rechercher des fuites et répétez le test de pression.

Sources de fuite potentielles

Vérifiez que les zones suivantes ne fuient pas.

Le four

- Assurez-vous que l'extrémité inférieure de l'injecteur est correctement bouchée.

L'injecteur

- Le septum (tête avec septum seulement)
- Le joint situé à la partie inférieure de l'injecteur
- La bague sur l'insert de l'injecteur
- Les raccords de gaz vecteur, de purge de septum (tête avec septum seulement)

Module EPC

- Joints toriques à l'arrière du bloc où la ligne de gaz de l'injecteur pénètre dans le module
- Bouchon de purge de septum (tête avec septum seulement)
- Joints toriques des pièges chimiques
- Joints toriques des raccords en série

Consommables et pièces de rechange

Description	Quantité	Réf.
Ensemble tête sans septum	1	G2617-60507
Kit d'entretien	1	5182-9747
Corps de la vanne	1	5182-9757
Ressort de pression	1	5182-9758
Joint Kalrez	1	5182-9759
Guide en Téflon	1	5182-9748
Joint	1	5182-9760
Bague Graphpak-3D pour inserts	5	5182-9749
Outil d'installation pour bagues Graphpak-3D	1	G2617-80540
Insert simple déflecteur	1	5183-2038
Insert simple déflecteur	1	5183-2036
Insert déflecteur multiple	1	5183-2037
Insert verre fritté		5183-2041
Injecteur Graphpak-2M, colonne de 0,2 mm	1	5182-9754
Injecteur Graphpak-2M, colonne de 0,32/0,25 mm	1	5182-9761
Injecteur Graphpak-2M, colonne de 0,53 mm	1	5182-9762
Joint en argent pour injecteur Graphpak-2M	5	5182-9763
Ecrou pour injecteur Graphpak	5	5062-3525
Bagues pour injecteur Graphpak-2M, colonne de 0,2 mm	10	5182-9756
Bagues pour injecteur Graphpak-2M, colonne de 0,25 mm	10	5182-9768
Bagues pour injecteur Graphpak-2M, colonne de 0,32 mm	10	5182-9769
Bagues pour injecteur Graphpak-2M, colonne de 0,53 mm	10	5182-9770

suite >

Description	Quantité	Réf.
Seringues		
Aiguille fixe jauge 23, 5 µl	1	9301-0892
Aiguille fixe jauge 23, 10 µl	1	9301-0713
Piston à pointe de Téflon, aiguille fixe jauge 23, 10 µl	1	5181-8809
Piston à pointe de Téflon, aiguille amovible jauge 23, 10 µl	1	5181-8813
Piston à pointe de Téflon, aiguille fixe jauge 23, 25 µl	1	5183-0316
Piston à pointe de Téflon, aiguille amovible jauge 23, 25 µl	1	5183-0317
Piston à pointe de Téflon, aiguille fixe jauge 23, 50 µl	1	5183-0318
Piston à pointe de Téflon, aiguille amovible jauge 23, 50 µl	1	5183-0319
Septa et joints		
Kit de démarrage joint Merlin Microseal (bouchon + 1 joint)	1	5182-3442
Joint Merlin Microseal de rechange	1	5182-3444
Septa 11 mm, rouges	25	5181-1263

18 Interface pour composés volatils

Utilisation d'une interface pour composés volatils

Mode avec division

Comprendre la régulation des gaz
Utilisation du tableau de commandes
Paramètres de fonctionnement
Rapport de division
Procédure : Fonctionnement en mode avec division avec la colonne définie
Procédure : Fonctionnement en mode avec division avec la colonne non définie

Mode sans division

Comprendre la régulation des gaz
Utilisation du tableau de commandes
Paramètres de fonctionnement
Procédure : Fonctionnement en mode sans division

Mode direct

Comprendre la régulation des gaz
Préparation de votre interface pour l'introduction directe de l'échantillon
Procédure : Déconnexion du tuyau de l'orifice de division
Procédure : Configuration pour une injection directe
Utilisation du tableau de commandes
Paramètres de fonctionnement
Procédure : Fonctionnement en mode direct

Maintenance d'une interface pour composés volatils

Procédure : Installation des colonnes
Procédure : Remplacement ou nettoyage de l'interface
Remplacement de la cartouche filtrante du piège de l'orifice de division
Procédure : Contrôle d'étanchéité des circuits de gaz
Procédure : Contrôle d'étanchéité du système
Procédure : Préparation de l'interface pour un contrôle d'étanchéité
Procédure : Elimination des fuites

Raccordement à une source de gaz externe

Procédure : Connexion de l'échantillonneur d'espace de tête 7694
Procédure : Connexion du concentrateur à purge et piégeage 7695

L’interface pour composés volatils

Utilisation d'une interface pour composés volatils

L’interface pour composés volatils est un moyen simple et fiable pour introduire un échantillon de gaz dans votre chromatographe en phase gazeuse (CPG) à partir d’une unité externe telle que les échantillonneurs à espace de tête statique, dynamique, purge et piégeage, ou échantillonneurs de composés toxiques dans l’air. De faible volume et très inerte, l’interface assure une haute sensibilité et résolution pour des applications nécessitant la détection du niveau de trace.

Le débit total vers l’interface est mesuré par un capteur de débit et divisé en deux flux : un connecté au régulateur à purge de septum, un autre connecté à un bloc fritté. Au niveau du bloc fritté, le débit est à nouveau divisé. Le premier flux va vers l’échantillonneur en phase gazeuse et de là, dans l’interface. Le second, appelé ligne de captage de pression, passe au travers du bloc fritté et est mesuré par un capteur de pression. Ce flux fournit également un débit goutte à goutte à l’interface.

Il existe trois modes de fonctionnement : avec division, sans division et direct. La régulation des gaz varie pour chaque mode de fonctionnement et est expliquée plus en détail dans les sections “Mode avec division”, “Mode sans division” et “Mode direct”. Le Tableau 51 résume les points à considérer pour sélectionner un mode de fonctionnement. Il contient également les spécifications pour l’interface.

Tableau 51 Présentation de l'interface pour composés volatils

Mode	Type échantillon (Concentration)	Echantillon vers colonne	Commentaires
Avec division	Haute	Très peu, la plupart est éliminée	
Sans division	Basse	Tous	Peut passer électroniquement au mode avec division.
Direct	Basse	Tous	Doit déconnecter physiquement l'orifice de division, brancher l'interface et reconfigurer le CPG. Optimise la récupération d'échantillon et élimine le risque de contamination du système de régulation des gaz.
Spécifications			
Voie de débit traitée au Silcosteel®			
Volume :			32 µl
Dimensions internes :			2 mm x 10 mm
Débit total maximum vers l'interface :			100 ml/min
Gamme de division :			Dépendant du débit de colonne En principe, pas de division jusqu'à 100:1
Plage de température :			10 °C au-dessus de l'ambiante (avec four à la température ambiante) à 400 °C
Température recommandée :			≥ température de la ligne de transfert de l'unité d'échantillonnage externe

Mode avec division

Quand vous introduisez un échantillon en mode avec division, une petite quantité de celui-ci entre dans la colonne, tandis que la plus grande partie sort par l'orifice de division. Le rapport entre le débit avec division et le débit de colonne est contrôlé par l'utilisateur. Le mode avec division est surtout utilisé pour des échantillons fortement concentrés lorsqu'il est acceptable de perdre la plus grande partie de l'échantillon par l'orifice de division, et pour des échantillons qui ne peuvent pas être dilués.

Comprendre la régulation des gaz

Pendant la pré-analyse, pendant l'échantillonnage et après l'échantillonnage, le débit total vers l'interface est mesuré par un capteur de débit et contrôlé par une vanne proportionnelle. Le débit à la tête de la colonne est régulé par contre-pression. La pression est détectée en amont de la vanne proportionnelle.

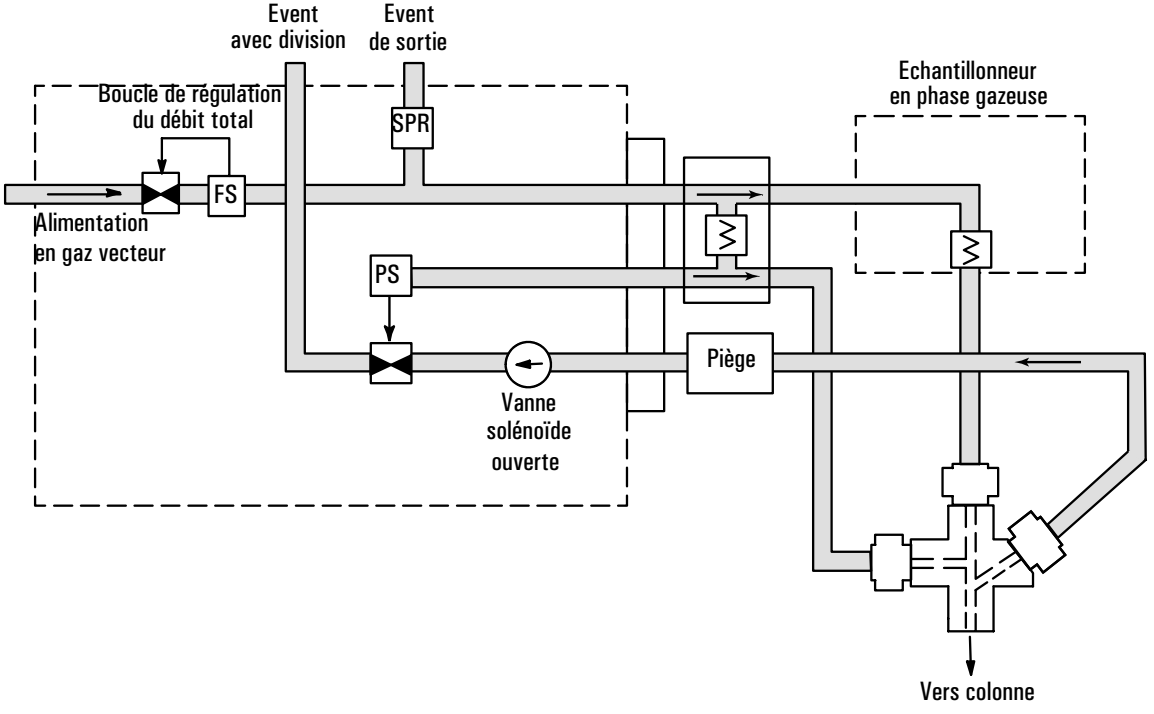


Figure 66 Régulation des gaz : mode avec division
Mode sans division : inactif ou après fin de l'échantillonnage

Utilisation du tableau de commandes

`Mode` : mode de fonctionnement courant : avec division.

`Temp` : températures réelles de l'interface et au point de consigne.

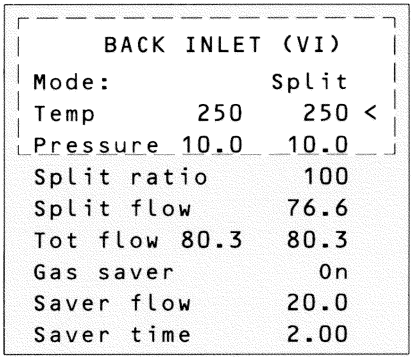
`Pressure` : pression d'interface réelle et au point de consigne.

`Split ratio` : rapport du débit de division par rapport au débit de colonne. Le débit de colonne est réglé au tableau de commandes de Colonne 1 ou Colonne 2. Ce paramètre n'est pas disponible si votre colonne n'est pas définie.

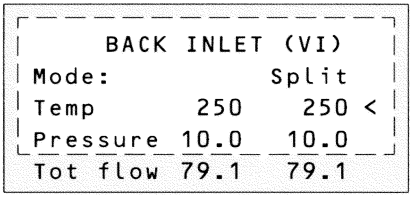
`Split flow` : débit, en mL/min, à partir de l'orifice de division. Ce paramètre n'est pas disponible si votre colonne n'est pas définie.

`Total flow` : débit total dans l'interface, point de consigne et réel.

Colonne définie



Colonne non définie



Certains points de consigne sont interdépendants. Si vous en changez un, les autres peuvent changer pour compenser.

Tableau 52 Points de consigne pour la régulation des gaz en mode avec division

Colonne définie	
Lorsque vous changez :	**Ces points de consigne changent :**
Pression	Débit de colonne* Débit avec division Débit total
Débit de colonne*	Pression Débit avec division Débit total
Débit avec division	Rapport de division Débit total
Rapport de division	Débit avec division Débit total
Débit total	Débit avec division Rapport de division

*Ce point de consigne apparaît dans le tableau de commandes de la colonne.

Colonne non définie

Les points de consigne pour Débit de colonne, Débit avec division et Rapport de division ne sont pas disponibles.

Vous pouvez changer les points de consigne pour Débit total et Pression sans affecter les autres points de consigne.

Paramètres de fonctionnement

Pour vous aider à sélectionner les paramètres de fonctionnement de votre interface, utilisez les informations du Tableau 53.

Tableau 53 Paramètres de fonctionnement en mode avec division

Paramètre	Gamme de points de consigne autorisés	Valeur de départ suggérée
Temps initial du four	0 à 999,9 minutes	Après l'échantillon sur la colonne
Température d'interface	Ambiante + 10 °C à 400 °C	≥ température de la ligne de transfert
Temps de l'économiseur de gaz	0 à 999,9 minutes	Après l'échantillon sur la colonne
Débit de l'économiseur de gaz	15 à 100 mL/min	15 mL/min de plus que le débit de colonne maximum

Rapport de division

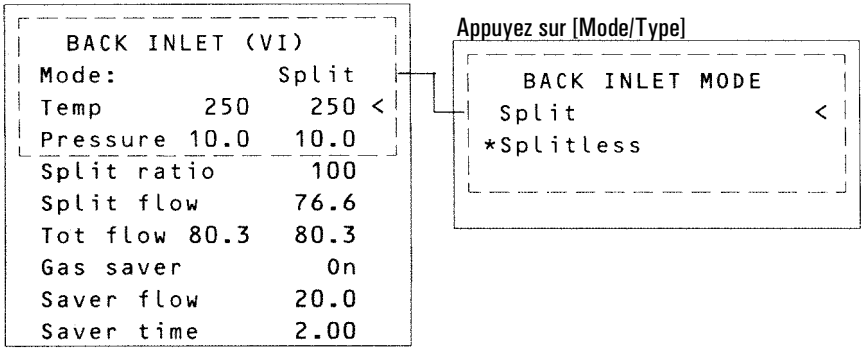
En raison du faible volume interne de l'interface, le débit total maximum vers l'interface est de 100 mL/min. Ce débit maximum limite le choix du rapport de division.

Tableau 54 Rapport de division

Diamètre de colonne (µm)	débit de colonne (mL/min)	Rapport de division maximum	Débit total (mL/min)
200	1	100:1	100
530	5	20:1	100

Procédure : Fonctionnement en mode avec division avec la colonne définie

1. Vérifiez que le tuyau de l'orifice de division est connecté à votre interface. Vérifiez que le tableau de commandes [Config][Inlet] affiche "split plumbed".
2. Consultez "Contrôle des débits et des pressions" pour vérifier que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (éventuel) sont configurés correctement.
3. Appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet].



   a. Faites défiler jusqu'à `Mode` : et appuyez sur [Mode/Type]. Sélectionnez `Split`.

Rapport de division = Débit avec division / Débit de colonne

   b. Réglez la température de l'interface.

   c. Si vous souhaitez un rapport de division spécifique, faites défiler jusqu'à `Split ratio` et entrez cette valeur. Le débit de division sera calculé et défini.

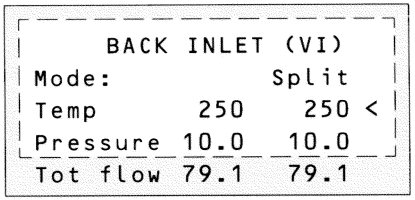
   d. Si vous souhaitez un débit de division spécifique, faites défiler jusqu'à `Split flow` et entrez cette valeur. Le rapport de division sera calculé et défini.

   e. Si vous le souhaitez, activez `Gas saver`. Définissez le `Saver time` après introduction de l'échantillon.

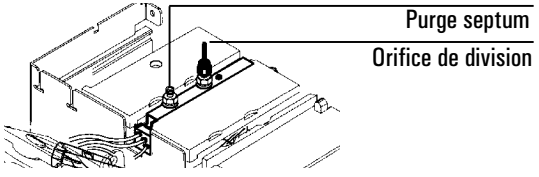
   f. Si l'économiseur de gaz est actif, assurez-vous que `Auto prep run` est actif (On) (voir page 298) ou utilisez la touche [Prep Run] avant d'introduire l'échantillon.

Procédure : Fonctionnement en mode avec division avec la colonne non définie

1. Vérifiez que le tuyau de l'orifice de division est connecté à votre interface. Vérifiez que le tableau de commandes [Config][Inlet] affiche "split plumbed."
2. Consultez "Contrôle des débits et des pressions" pour vérifier que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (éventuel) sont configurés correctement.
3. Appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet].



   a. Réglez la température.
   b. Réglez le débit total dans l'interface. A l'aide d'un débitmètre, mesurez le débit sortant par l'orifice de division.
   c. Soustrayez le débit de l'orifice de division du `Total flow.` Soustrayez le débit de purge de septum (voir "Purge septum", pour les débits de septum).
   d. Calculez le rapport de division. Ajustez si nécessaire.



Avant du CPG

Mode sans division

Lorsque vous introduisez un échantillon, la vanne solénoïde reste fermée pendant que l'échantillon entre dans l'interface et est transféré dans la colonne. Une fois l'échantillon introduit et, après un temps spécifié, la vanne solénoïde s'ouvre.

Comprendre la régulation des gaz

Avant la pré-analyse, lorsque le CPG se prépare à l'introduction de l'échantillon, le débit total vers l'interface est mesuré par un capteur de débit et contrôlé par une vanne proportionnelle. Le débit de colonne est contrôlé par régulation de la contre-pression. Voir Figure 67.

Pendant l'échantillonnage, les à-coups de pression causés par les vannes de commutation dans l'unité d'échantillonnage externe peuvent causer des fluctuations dans les débits de colonne. Pour compenser cela, l'interface est à régulation de débit pendant le temps d'échantillonnage. Le débit d'échantillonnage est calculé à partir du point de consigne de pression qui est actif au début de l'introduction de l'échantillon. Ce contrôle de débit démarre lorsque le CPG passe en état Pre Run (lorsque votre système est automatisé et que le voyant Pre Run est allumé ou pendant le fonctionnement manuel lorsque vous appuyez sur [Prep Run]) et se termine à l'expiration du point de consigne `Sampling end` de l'interface.

Pendant cette période d'échantillonnage spécifiée par l'utilisateur, la vanne solénoïde est fermée. Le débit vers l'interface est mesuré par un capteur de débit et contrôlé par une vanne proportionnelle. Voir Figure 67.

Après la fin de l'échantillonnage, la vanne solénoïde s'ouvre. Le débit vers l'interface est à nouveau mesuré par un capteur de débit et contrôlé par une vanne proportionnelle pendant que le débit de colonne est contrôlé par régulation de contre-pression. Le débit de purge est contrôlé par l'utilisateur. Le cas échéant, l'économiseur de gaz peut être activé à la fin de l'analyse. Voir Figure 67.

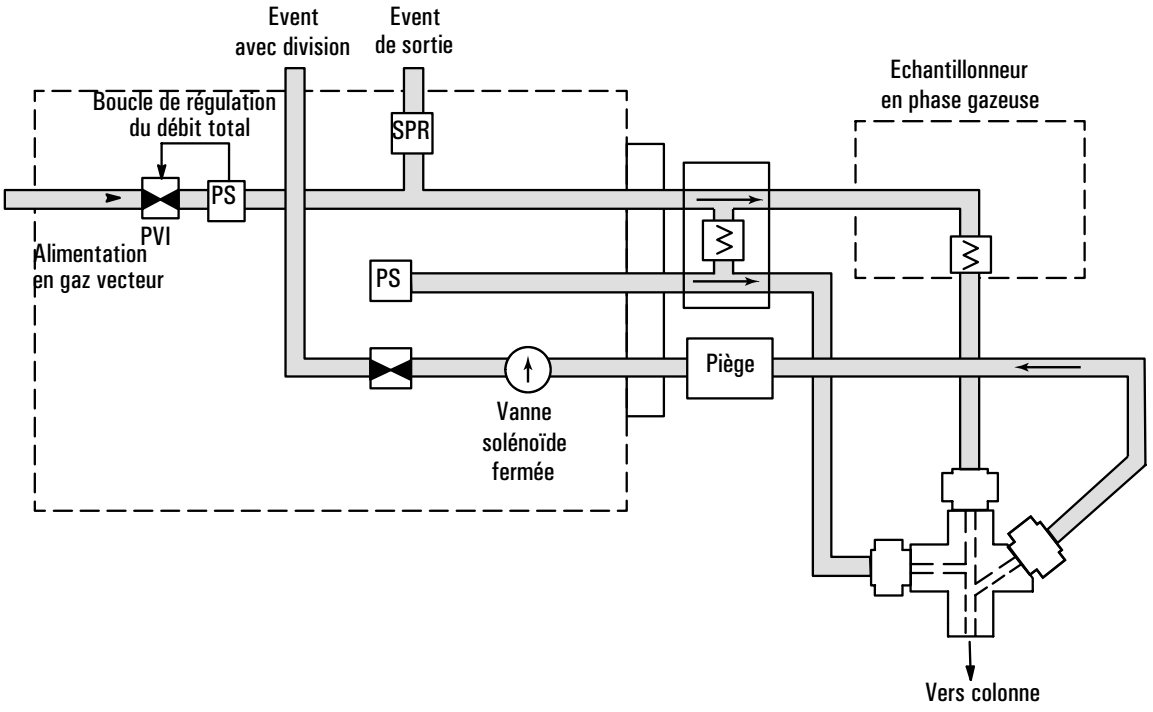


Figure 67 Circuits de gaz en mode sans division : de la préparation de l'analyse à la fin de l'échantillonnage *(une introduction de l'échantillon en cours)*

Utilisation du tableau de commandes

`Mode` : mode de fonctionnement en cours : sans division.

`Temp` : températures réelles de l'interface et au point de consigne.

`Sampl'g end` : intervalle d'introduction de l'échantillon, en minutes. Le débit est calculé du point de consigne de pression actif au début de l'introduction de l'échantillon.

Réglez le point de consigne de fin d'échantillonnage à 0,2 minute de plus que le temps nécessaire à l'introduction de l'échantillon. Par exemple, l'échantillonneur statique à espace de tête 7694 a un paramètre Inject time qui contrôle le temps pendant lequel la vanne reste dans la position d'injection. Si ce temps est de 1 minute, le point de consigne de fin d'échantillonnage doit être

réglé sur 1,2 minutes. Si vous utilisez un concentrateur à purge et piégeage 7695, réglez le point de consigne de fin d'échantillonnage à 0,2 minute de plus que le paramètre de temps Desorb.

Si votre colonne est définie et si vous spécifiez un programme de débit ou de pression pour votre colonne, la rampe ne commence qu'après expiration du point de consigne de fin d'échantillonnage.

`Pressure` : pression réelle d'interface et au point de consigne en psi, bar ou kPa.

`Purge time` : temps, après le début de l'analyse, où la purge reprend.

`Purge time :` doit être supérieur à `Sampling end`.

`Purge flow` : débit, en mL/min, à partir de l'orifice de division à `Purge time`. Vous ne pouvez pas accéder à cette valeur ni la fixer si votre *colonne n'est pas définie*.

`Total flow` : lorsque votre colonne est définie, `Total flow` affiche le débit réel vers l'interface. Vous ne pouvez pas entrer un point de consigne. Si votre colonne n'est pas définie, `Total flow` aura les deux valeurs de point de consigne et réelle pendant le temps de purge. Toutes les autres fois, le débit réel de l'interface est affiché.

Colonne définie

```
  BACK INLET (VI)
Mode:       Splitless
Temp       250    250 <
Sampl'g end      1.00
Pressure 10.0    10.0
Purge time       4.00
Purge flow       15.0
Total flow       77.6
Gas saver          On
Saver flow       20.0
Saver time       8.00
```

Colonne non définie

```
  BACK INLET (VI)
Mode:       Splitless
Temp       250    250 <
Sampl'g end      1.50
Pressure 10.0    10.0
Purge time       0.75
Tot flow 77.6    77.6
```

Certains points de consigne dans le système de débit sont interdépendants. Si vous en changez un, les autres peuvent changer pour compenser.

Tableau 55 Points de consigne de débit en mode sans division

Colonne définie	
Lorsque vous changez :	**Ces points de consigne changent :**
Purge	
Débit de purge	Débit total**
Pression	Débit total** Débit de colonne*
Débit de colonne*	Pression Débit total**
Avant et après l'échantillonnage, pas de purge	
Pression	Débit de colonne* Débit total**
Débit de colonne*	Pression Débit total**
Pendant l'échantillonnage : vous ne pouvez pas changer les points de consigne de pression et de débit pendant le temps d'échantillonnage.	

*Ce point de consigne apparaît dans le tableau de commandes de la colonne.
**Cette valeur est uniquement réelle.

Colonne non définie
Purge : vous pouvez changer les points de consigne de pression et de débit total ; les autres points de consigne ne sont pas affectés.
Avant et après l'échantillonnage, pas de purge : vous pouvez changer le point de consigne de pression ; les autres points de consigne ne sont pas affectés.
Pendant l'échantillonnage : vous ne pouvez pas changer les points de consigne de pression et de débit pendant le temps d'échantillonnage.

Paramètres de fonctionnement

Une injection sans division réussie comporte les étapes suivantes:

1. introduisez un échantillon de gaz dans l'interface chauffée ;
2. utilisez une température de four basse pendant que l'échantillon est recueilli en tête de la colonne ;
3. réglez votre temps de fin d'échantillonnage de telle sorte que la totalité de l'échantillon soit chassée de l'échantillonneur ;
4. réglez le temps de purge de telle sorte que tout l'échantillon soit recueilli sur la colonne ;
5. commencez votre programme de température du four.

Tableau 56 Paramètres de fonctionnement en mode sans division

Paramètre	Gamme de points de consigne autorisés	Valeur de départ suggérée
Temps initial du four	0 à 999,9 minutes	≥ temps de purge de l'interface
Température d'interface	Ambiante + 10 °C à 400 °C	≥ température de la ligne de transfert
Fin d'échantillonnage d'interface	0 à 999,9 minutes	0,2 minutes de plus que le temps d'introduction
Temps de purge d'interface	0 à 999,9 minutes	
Temps de l'économiseur de gaz	0 à 999,9 minutes	Doit être postérieur au temps de purge
Débit de l'économiseur de gaz	15 à 100 mL/min	15 mL/min de plus que le débit de colonne maximum

Procédure : Fonctionnement en mode sans division

Ces instructions s'appliquent aux une colonnes *définies* et *non définies*.

1. Vérifiez que le tuyau de l'orifice de division est connecté à votre interface. Vérifiez que le tableau de commandes [Config][Inlet] affiche "split plumbed."
2. Vérifier que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (le cas échéant) sont configurés correctement.
3. Appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet].
   a. Faites défiler jusqu'à `Mode` : et appuyez sur [Mode/Type]. Sélectionnez `Splitless`.
   b. Réglez la température de l'interface et un temps de fin d'échantillonnage.

Colonne définie

```
  BACK INLET (VI)
Mode:       Splitless
Temp       250    250 <
Sampl'g end        1.5
Pressure 10.0     10.0
Purge time        1.75
Purge flow        15.0
Total flow        77.6
Gas saver           On
Saver flow        20.0
Saver time        2.00
```

Colonne non définie

```
  BACK INLET (VI)
Mode:       Splitless
Temp       250    250 <
Sampl'g end       1.50
Pressure 10.0     10.0
Purge time        0.75
Tot flow 77.6     77.6
```

Si un économiseur de gaz est présent, réglez le temps après le temps de débit de purge.

   c. Si votre colonne est définie, entrez un temps de purge et un débit de purge. Eventuellement, activez l'économiseur de gaz. Réglez le temps `Gas saver` *après* le temps de purge et entrez un débit d'économiseur de gaz.
   d. Si votre colonne n'est pas définie, entrez un temps de purge (le débit de purge n'est pas disponible). Réglez le débit total supérieur au débit de colonne plus le débit de purge de septum (environ 6 mL/min), pour garantir un débit de colonne adéquat.
4. Assurez-vous que `Auto Prep Run` est actif (On) (voir page 298) ou utilisez la touche [Prep Run] avant d'introduire un échantillon.

Mode direct

L'introduction directe de l'échantillon permet un transfert quantitatif d'analyste sans risquer de contaminer le système à régulation des gaz. Elle fournit la sensibilité nécessaire à des analyses de composés toxiques dans l'air. Le volume mort minimal de l'interface élimine également l'interaction potentielle des solutés avec des surfaces actives mal balayées.

Pour fonctionner en mode direct, vous devez débrancher physiquement l'orifice de division et reconfigurer le CPG. Ces procédures sont décrites dans la section "Raccordement à une source de gaz externe".

Comprendre la régulation des gaz

Avant la pré-analyse, l'interface est régulée en pression ; la pression est détectée en aval de la vanne proportionnelle de débit. Voir Figure 68a.

Pendant l'échantillonnage, les à-coups de pression causés par les vannes de commutation dans l'unité d'échantillonnage externe peuvent causer des fluctuations dans les débits de colonne. Pour compenser cela, l'interface est à régulation de débit pendant le temps d'échantillonnage. Le débit d'échantillonnage est calculé à partir du point de consigne de pression qui est actif au début de l'introduction de l'échantillon. Ce contrôle de débit démarre lorsque le CPG passe en état Pre Run (lorsque votre système est automatisé et que le voyant Pre Run est allumé ou pendant le fonctionnement manuel lorsque vous appuyez sur [Prep Run]) et se termine à l'expiration du point de consigne `Sampling end` de l'interface.

Le débit vers l'interface est mesuré par un capteur de débit et contrôlé par une vanne proportionnelle. Voir Figure 68b.

Après la fin de l'échantillonnage, l'interface est régulée en pression ; la pression est détectée en aval de la vanne proportionnelle de débit. Voir Figure 68a.

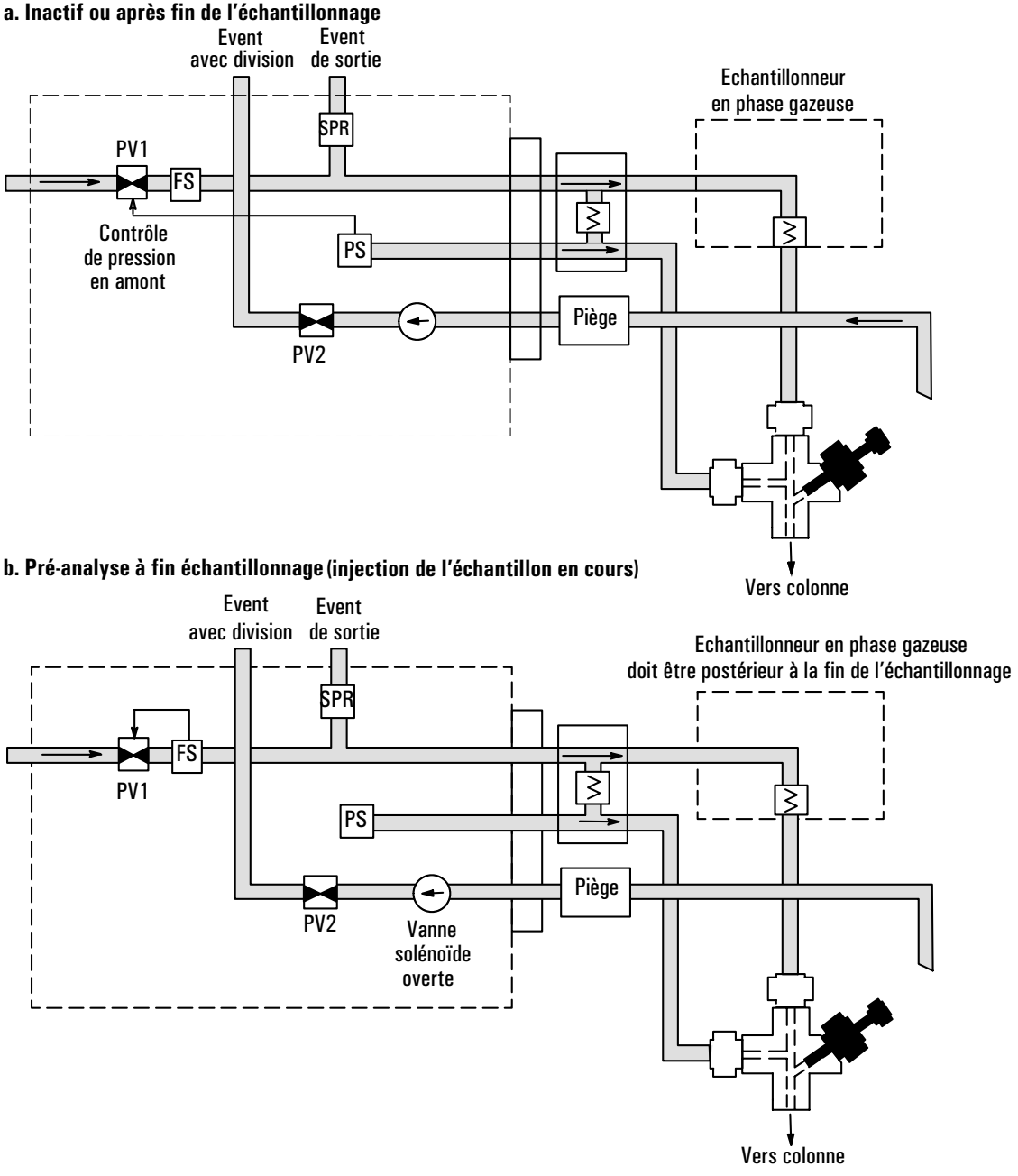


Figure 68 Circuits de gaz en mode direct

Préparation de votre interface pour introduction directe de l'échantillon

Avant d'utiliser votre interface en mode direct, vous devez:

- déconnecter la ligne de l'orifice de division ;
- configurer le CPG pour une injection directe.

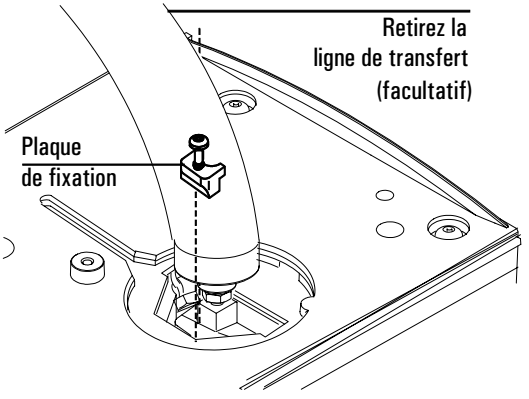
Procédure : Déconnexion du tuyau de l'orifice de division

Avertissement Soyez prudent ! L'interface peut être suffisamment chaude pour vous brûler.

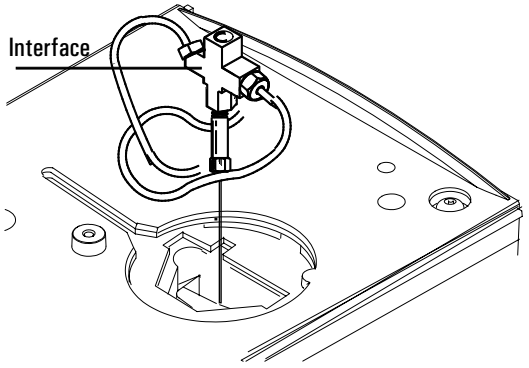
Matériel nécessaire :

- écrou borgne ;
- clé de 1/4 de pouce ;
- clé de 5/16 de pouce ou clé à molette ;
- tournevis Torx T-20.

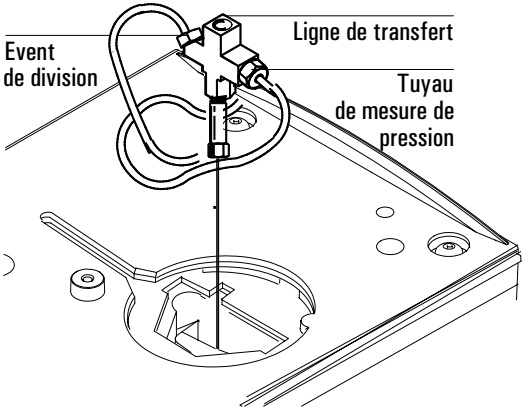
1. Appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet] et désactivez la température et la pression d'interface. Laissez refroidir l'interface.
2. Si vous le souhaitez, retirez la ligne de transfert en desserrant l'écrou à l'aide d'une clé de 1/4 de pouce. Retirez la plaque de fixation de l'interface en desserrant la vis captive avec une tournevis Torx T-20. Rangez la plaque en lieu sûr.



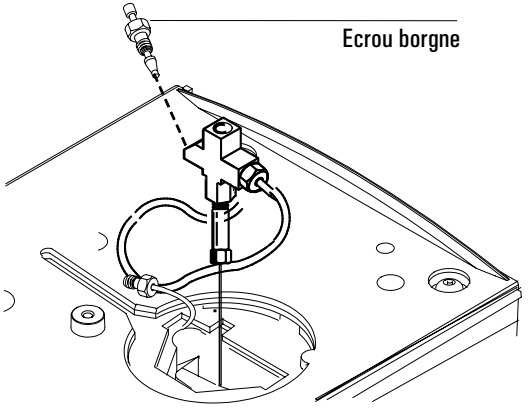
3. Soulevez soigneusement l'interface hors du bloc chauffant.



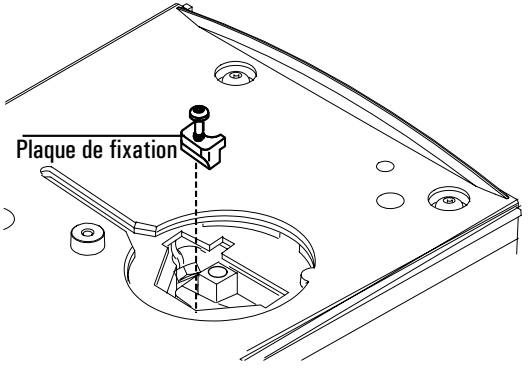
4. Desserrez l'écrou de fixation de la ligne d'orifice de division à l'interface jusqu'à ce que vous puissiez retirer cette ligne. Mettez-le de côté. Il n'est pas nécessaire de le boucher.



5. Installez un écrou borgne dans le port de la ligne de division et serrez-le avec les doigts. Donnez un 1/4 de tour supplémentaire à l'aide des deux clés en opposition, la clé à molette serrant l'interface et la clé de 1/4 de pouce l'écrou.



6. Placez l'interface dans le bloc chauffant. Réinstallez la plaque de fixation retirée à l'étape 2 et serrez la vis. Ne serrez pas excessivement. Si vous avez déposé la ligne de transfert, remplacez-la.

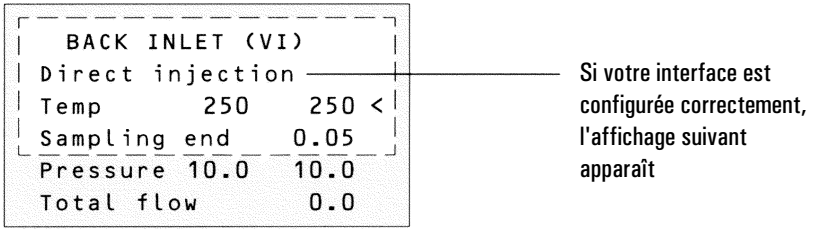


7. Rétablissez les conditions de fonctionnement normales du CPG. Vérifiez l'étanchéité des raccords d'interface.

Procédure : Configuration pour une injection directe

Le CPG ne peut pas reconnaître la présence de l'orifice de division. Lorsque vous déconnectez ou reconnectez l'orifice, vous devez configurer le CPG de telle sorte que la régulation des gaz fonctionne correctement.

1. Appuyez sur [Config] [Back Inlet] ou [Config] [Front Inlet].
2. Appuyez sur [Mode/Type].
3. Choisissez `Split removed.`
4. Appuyez sur [Back Inlet] ou [Front Inlet]. Si votre CPG est correctement configuré, vous verrez l'affichage suivant :



Utilisation du tableau de commandes

`Direct injection` : si votre CPG est configuré correctement, vous verrez l'affichage ci-dessus.

`Temp` : températures réelles de l'interface et au point de consigne.

`Sampl'g end` : intervalle d'introduction de l'échantillon, en minutes. Le débit est calculé du point de consigne de pression actif au début de l'introduction de l'échantillon.

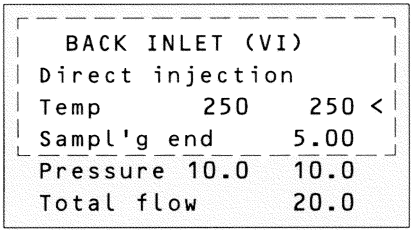
Réglez le point de consigne de fin d'échantillonnage à 0,2 minute de plus que le temps nécessaire à l'introduction de l'échantillon. Par exemple, l'échantillonneur statique à espace de têt e7694 a un paramètre Inject time qui contrôle le temps pendant lequel la vanne reste dans la position d'injection. Si ce temps est de 1 minute, le point de consigne de fin d'échantillonnage doit être réglé sur 1,2 minutes. Si vous utilisez un concentrateur à purge et piégeage 7695, réglez le point de consigne de fin d'échantillonnage à 0,2 minute de plus que le paramètre de temps Desorb.

Si votre colonne est définie et si vous spécifiez un programme de débit ou de pression pour votre colonne, la rampe ne commence qu'après expiration du point de consigne de fin d'échantillonnage.

`Pressure` : pression réelle d'interface et au point de consigne, avant une analyse et après le temps d'échantillonnage.

`Total flow` : débit réel vers l'interface. Il s'agit d'une valeur reportée et non d'un point de consigne.

Colonne définie ou colonne non définie



Certains points de consigne dans le système de débit sont interdépendants. Si vous en changez un, les autres peuvent changer pour compenser.

Tableau 57 Points de consigne de débit en mode direct

Colonne définie	
Lorsque vous changez :	**Ces points de consigne changent :**
Avant et après l'échantillonnage	
Pression	Débit de colonne* Débit total**
Débit de colonne*	Pression Débit total**
Pendant l'échantillonnage	
Vous ne pouvez pas changer les points de consigne de pression et de débit pendant le temps d'échantillonnage.	
Colonne non définie	
Avant et après l'échantillonnage	
Le point de consigne Débit de colonne* n'est pas disponible.	
Vous pouvez changer le point de consigne de pressio n; les autres points de consigne ne sont pas affectés.	
Pendant l'échantillonnage	
Vous ne pouvez pas changer les points de consigne de pression et de débit pendant le temps d'échantillonnage.	

*Ce point de consigne apparaît dans le tableau de commandes de la colonne.
**Cette valeur est uniquement réelle.

Paramètres de fonctionnement

Pour vous aider à sélectionner les paramètres de fonctionnement de votre interface, utilisez les informations du Tableau 58.

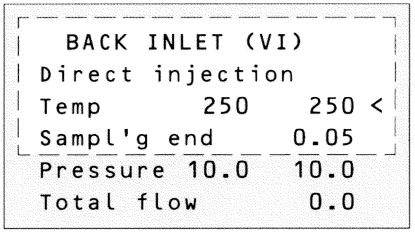
Tableau 58 Paramètres de fonctionnement en mode direct

Paramètre	Gamme de points de consigne autorisés	Valeur de départ suggérée
Temps initial du four	0 à 999,9 minutes	≥ fin d'échantillonnage d'interface
Température d'interface	Ambiante + 10 °C à 400 °C	≥ température de la ligne de transfert
Fin d'échantillonnage d'interface	0 à 999,9 minutes	0,2 minute de plus que le temps d'échantillonnage réel

Procédure : Fonctionnement en mode direct

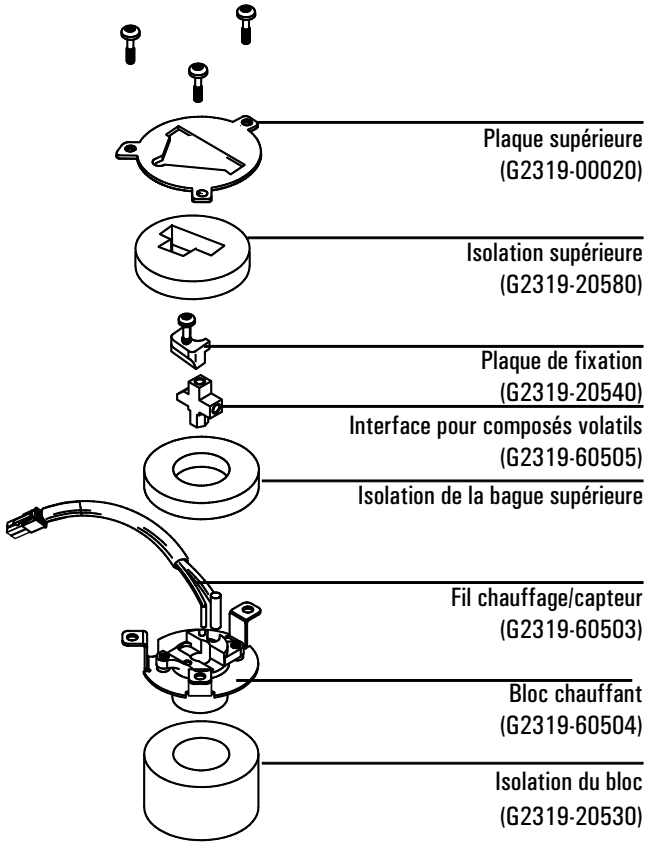
Ces instructions s'appliquent aux une colonnes *définies* et *non définies*.

1. Consultez "Contrôle des débits et des pressions" pour vérifier que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (le cas échéant) sont configurés correctement.
2. Appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet].
   a. Vérifiez que votre CPG est configuré pour une injection directe.
   b. Réglez la température de l'interface.
   c. Réglez la fin de l'échantillonnage: 0,2 minute de plus que le temps d'introduction de l'échantillon.



3. Assurez-vous que `Auto Prep Run` est actif (On) (voir page 298) ou utilisez la touche [Prep Run] avant d'introduire un échantillon.

Maintenance d'une interface pour composés volatils



Non illustré : Module à débit étalonné, G2319-60500
Raccord de régulation des gaz, G2319-60501

Figure 69 Vue éclatée de l'interface pour composés volatils

Procédure : Installation des colonnes

Avertissement Portez des lunettes de sécurité pour vous protéger les yeux des projections de particules pendant que vous manipulez, coupez ou installez des colonnes. Manipulez ces colonnes avec précaution pour ne pas vous piquer.

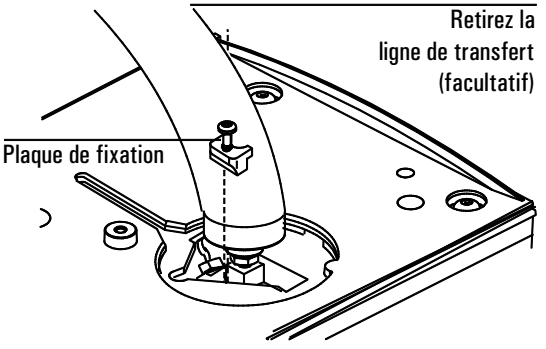
Avertissement Soyez prudent ! L'interface peut être suffisamment chaude pour vous brûler.

Matériel nécessaire **:**

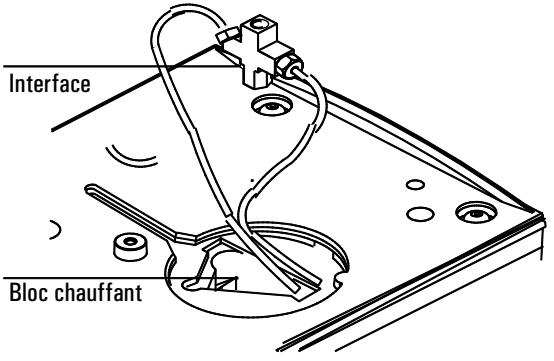
- écrou de colonne et bague ;
- coupe-colonne ;
- papier absorbant ;
- liquide correcteur ;
- clé de 1/4 de pouce ;
- clé de 5/16 de pouce ou clé à molette ;
- règle métrique ;
- tournevis Torx T-20.

1. Appuyez sur [Oven] et réglez le four sur 35 °C. Appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet] et désactivez la température et la pression d'interface. Laissez refroidir l'interface. Lorsque la température du four atteint le point de consigne, éteignez le four.

2. Déconnectez la ligne de transfert, si besoin est. Desserrez l'écrou à l'aide de la clé de 1/4 de pouce et retirez la ligne. Retirez la plaque de fixation de l'interface en desserrant la vis captive avec une tournevis Torx T-20. Rangez la plaque en lieu sûr.

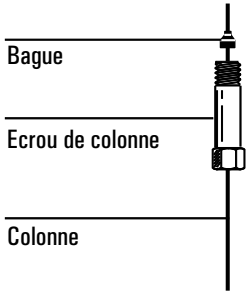


3. Soulevez l'interface hors du bloc chauffant.

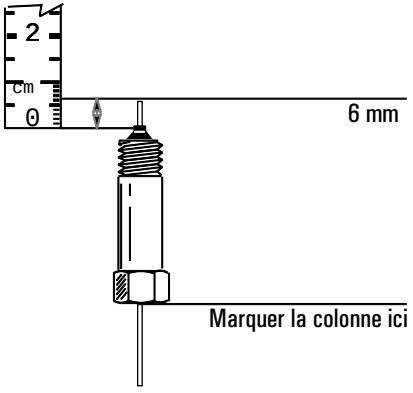


4. A partir de l'intérieur du four, poussez la colonne par l'ouverture dans le sommet du four. Saisissez la colonne à partir du sommet du four.

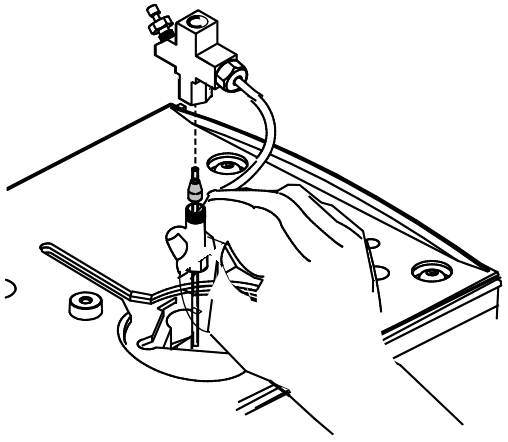
5. Placez un écrou et une bague de colonne capillaire sur la colonne et préparez l'extrémité de colonne. Si vous avez besoin d'aide pour cette opération, voir "Procédure : Préparation des colonnes capillaires".



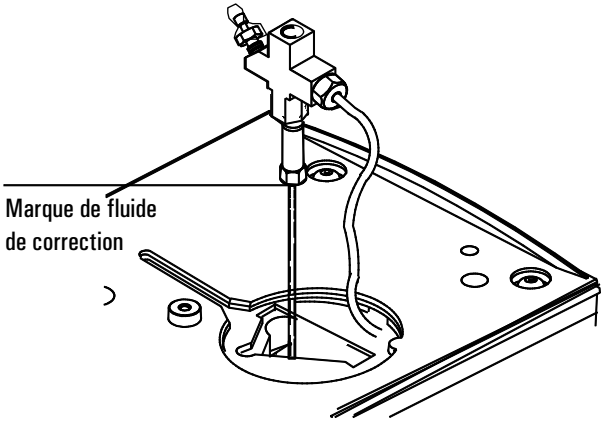
6. Placez la colonne de telle sorte qu'elle dépasse de 6 mm au-dessus de l'extrémité de la bague. Marquez la colonne avec le liquide correcteur en un point aligné avec l'écrou de colonne.



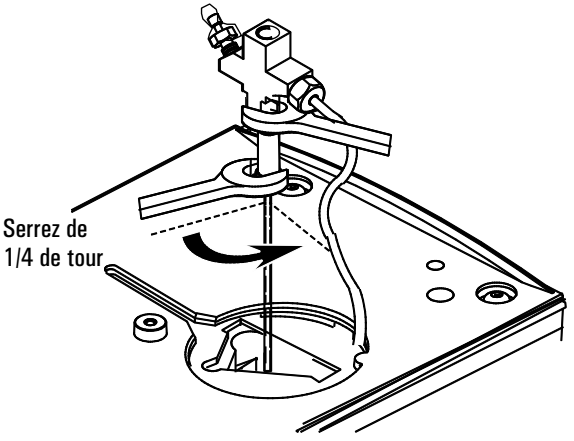
7. Insérez la colonne préparée dans l'interface et serrez l'écrou avec les doigts.



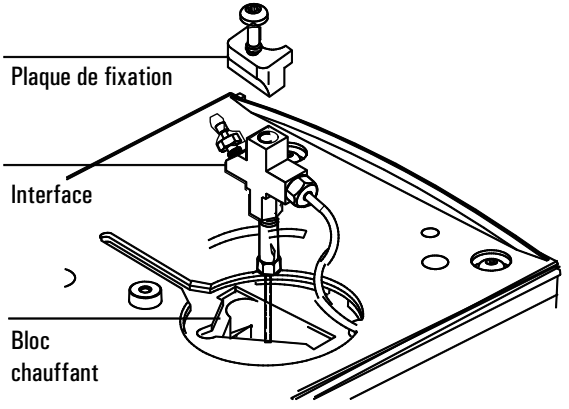
8. Ajustez la position de la colonne de telle sorte que le repère tracé sur la colonne soit aligné avec le bas de l'écrou.



9. Donnez un 1/4 à un 1/2 de tour supplémentaire à l'écrou de colonne. Utilisez la clé à molette pour maintenir l'interface tandis que vous serrez l'écrou de colonne à l'aide de la clé de 1/4 de pouce ; serrez jusqu'à ce que la colonne ne puisse plus être retirée du raccord en exerçant une pression légère.



10. Remettez en place l'interface dans le bloc chauffant. Replacez la plaque de fixation et serrez la vis fermement. Si vous avez retiré la ligne de transfert, réinstallez-la.



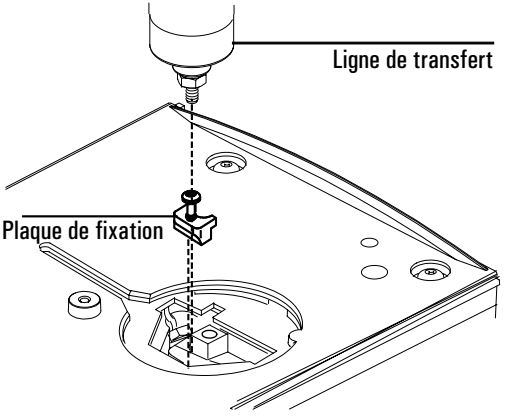
11. Une fois la colonne connectée à l'interface et au détecteur, établissez un débit de gaz vecteur passant par l'interface. Chauffez l'interface à la température de fonctionnement. Si nécessaire, resserrez les raccords.

Procédure : Remplacement ou nettoyage de l'interface

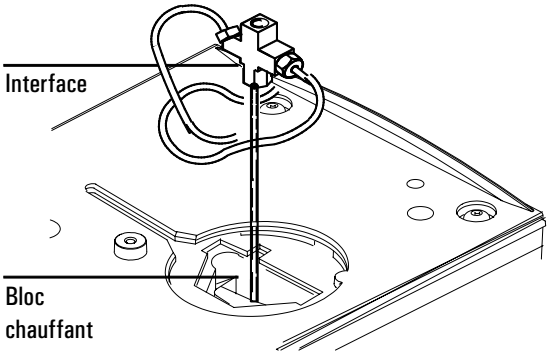
Matériel nécessaire :

- clé de 1/4 de pouce ou de 7 mm ;
- bain à ultrasons ou nouvelle interface ;
- tournevis Torx T-20.

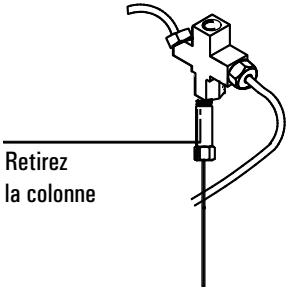
1. Si vous avez entré des paramètres que vous ne souhaitez pas perdre, stockez-les comme une méthode. Laissez le four et l'interface refroidir. Coupez tous les débits à l'alimentation initiale de gaz ou réglez les débits sur 0 dans le tableau de commandes de l'injecteur.
2. Déconnectez la ligne de transfert. Desserrez l'écrou à l'aide d'une clé de 1/4 de pouce et retirez la ligne. Retirez la plaque de fixation de l'interface en desserrant la vis captive avec une tournevis Torx T-20. Rangez la plaque en lieu sûr.



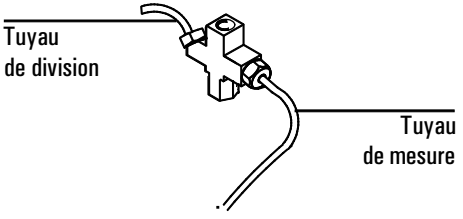
3. Soulevez l'interface hors du bloc chauffant.



4. Si une colonne est installée, retirez-la.



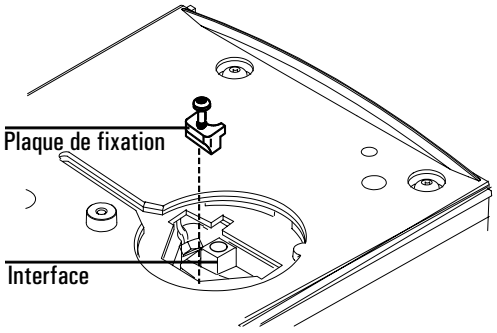
5. Retirez les lignes de division et de captage de pression, en desserrant les écrous hexagonaux avec la clé anglaise.



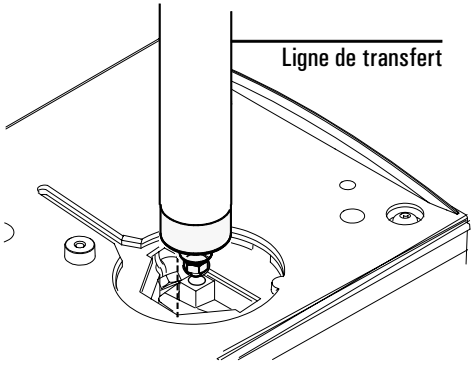
6. Nettoyez ou remplacez l'interface. Si vous nettoyez l'interface, passez-la deux fois aux ultrasons, puis rincez-la.

   Réinstallez la ligne de division et les lignes de captage de pression et serrez les écrous avec les doigts. Donnez un 1/4 de tour supplémentaire aux écrous à l'aide de la clé.

7. Réinstallez la colonne dans l'interface. Voir "Procédure : Installation des colonnes".
8. Placez l'interface dans le bloc chauffant. Remplacez la plaque de fixation que vous avez déposée plus tôt et serrez les vis. Ne serrez pas excessivement.



9. Réinstallez la ligne de transfert. Serrez manuellement l'écrou puis donnez-lui 1/4 de tour de clé supplémentaire.



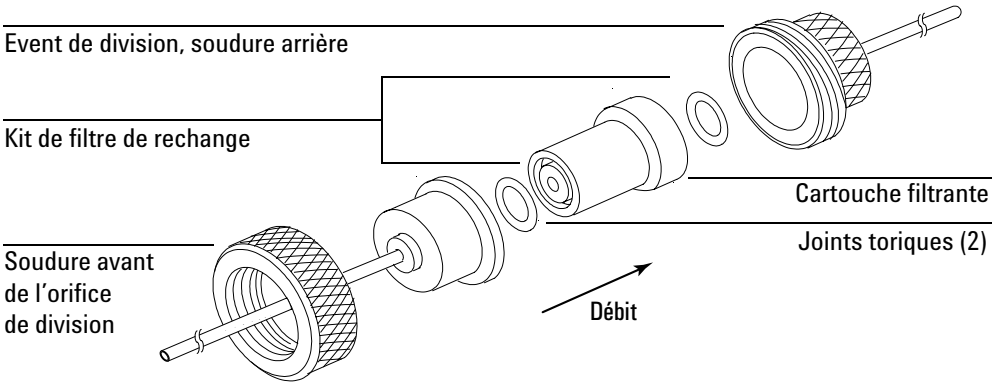
10. Une fois la colonne installée sur l'interface et le détecteur, établissez un débit de gaz vecteur traversant l'interface et maintenez-le pendant 10 à 15 minutes. Vérifiez l'étanchéité. Chauffez l'interface jusqu'à la température de fonctionnement et resserrez les raccords si nécessaire.

Remplacement de la cartouche filtrante du piège de l'orifice de division

Avertissement Mettez hors tension le four et le chauffage de l'injecteur équipé du piège pour orifice de division et laissez-les refroidir. Fermez l'alimentation en gaz vecteur.

Le piège pour orifice de division peut contenir des résidus d'échantillons ou de produits chimiques que vous avez analysé. Respectez les procédures de sécurité appropriées pour ce type de substance lorsque vous remplacez la cartouche du piège.

1. Mettez hors tension l'injecteur et le four et laissez-les refroidir.
2. Fixez tous les débits du CPG à zéro.
3. Retirez le couvercle du module de régulation des gaz.
4. Soulevez l'ensemble piège de son support et dévissez-le.



5. Retirez l'ancienne cartouche et les anciens joints toriques et remplacez-les.
6. Remontez le piège.
7. Vérifiez l'étanchéité.

Procédure : Contrôle d'étanchéité des circuits de gaz

Des fuites dans les circuits de gaz peuvent fausser considérablement les résultats chromatographiques. La procédure suivante vérifie le système de débit jusqu'au module de débit d'interface non inclus. Si cette partie s'avère étanche, passez à la procédure suivante pour vérifier l'interface et son module.

Les détecteurs liquides de fuites sont déconseillés, particulièrement là où le facteur propreté est très important. Si vous utilisez un liquide de détection de fuites, rincez-le immédiatement pour enlever la pellicule savonneuse.

Avertissement Pour éviter toute décharge électrique, veillez à ne pas renverser le liquide de détection sur des fils électriques, particulièrement les fils de chauffage du détecteur.

Matériel nécessaire :

- détecteur électronique de fuite capable de détecter votre type de gaz ou liquide de détection de fuite. Si vous utilisez un tel liquide, essuyez ce qui pourrait en rester après le test ;
- deux clés de 7/16 de pouce.

1. A l'aide du détecteur de fuite, vérifiez l'étanchéité de chacune des connexions effectuées.
2. Eliminez les fuites en serrant les connexions avec les clés anglaises. Recommencez le test et continuez à serrer jusqu'à ce que toutes les connexions soient étanches.

Procédure : Contrôle d'étanchéité du système

Des fuites sont possibles en plusieurs endroits du système interface-échantillonneur. Cette procédure vous aide à déterminer, en général, la présence d'une fuite inacceptable. S'il existe une fuite, vous devez utiliser un détecteur électronique pour connaître le composant fautif.

Avertissement Soyez prudent ! L'interface peut être suffisamment chaude pour vous brûler.

Matériel nécessaire :

- bague non trouée ;
- clé 7/16 de pouce ;
- deux bouchons SWAGELOK de 1/8 de pouce ;
- gants (si l'interface est chaude) ;
- clé 1/4 de pouce ou 7 mm.

1. Procédez aux étapes préliminaires suivantes:
   a. si vous avez entré des paramètres que vous ne souhaitez pas perdre, stockez-les comme une méthode ;
   b. refroidissez le four à la température ambiante, puis mettez-le hors tension ;
   c. lorsque le four est froid, désactivez la pression d'interface à partir du clavier ;
   d. si une colonne est installée, retirez-la et bouchez son raccord avec l'écrou de colonne et une bague non trouée.
2. Bouchez les raccords de purge de septum et d'orifice de division situés sur le module à débit étalonné à l'aide des bouchons Swagelok de 1/8 de pouce.
3. Appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet] pour ouvrir le tableau de commandes. Entrez un point de consigne de pression entre 20 et 25psi, ou entrez votre pression de fonctionnement normale si elle est supérieure. Assurez-vous que la pression à l'alimentation initiale de gaz est d'au moins 10 psi supérieure à celle de l'interface. Attendez quelques minutes que la pression s'équilibre.

4. Désactivez la pression. Comme les raccords de la purge de septum, de l'orifice de division et de la colonne sont bouchés, le gaz doit être enfermé dans le système et la pression doit rester plutôt constante. Si vous souhaitez isoler complètement le système de régulation des gaz, coupez la pression à la source.

5. Continuez à surveiller la pression pendant 10 à 15 minutes. Elle doit descendre d'environ 1 psi pendant les 1 à 2 premières minutes. Après une baisse de pression initiale d'environ 1 psi, elle ne doit pas baisser de plus de 0,03 psi/min.

   Si la baisse de pression est égale ou inférieure à 0,0 3psi/min, vous pouvez considérer que le système interface-échantillonneur de gaz est étanche.

   Si la pression baisse trop rapidement, vous devez vérifier l'interface et l'échantillonneur séparément pour déterminer l'origine de la fuite. Voir "Procédure : Préparation de l'interface pour un contrôle d'étanchéité" pour créer un système de débit fermé, puis revenez à cette section et couvrez à nouveau les étapes 3 à 5.

   Si vous trouvez une suite, référez-vous à la section "Procédure : Elimination des fuites".

   Si l'interface est étanche, vérifiez la pression de l'échantillonneur. Pour cela, consultez son manuel d'utilisation.

Procédure : Préparation de l'interface pour un contrôle d'étanchéité

Pour vérifier l'étanchéité de l'interface indépendamment de l'unité d'échantillonnage de gaz, vous devez déconnecter l'échantillonneur de l'interface afin d'isoler le système de débit de celle-ci de celui de l'échantillonneur.

Avertissement Soyez prudent ! L'interface peut être suffisamment chaude pour vous brûler.

Matériel nécessaire :

- écrou CPG mâle de 1/16 de pouc e;
- bague graphitée/Vespel.

1. Déconnectez la ligne de transfert de l'interface (voir page 500).
2. Déconnectez la ligne de gaz vecteur de l'échantillonneur (voir page 501 si vous avez un échantillonneur à espace de tête ou page 504 si vous avez un concentrateur à purge et piégeage.)
3. Préparez l'extrémité de la ligne de gaz vecteur à l'aide de l'écrou CPG mâle de 1/16 de pouce et de la bague graphite/Vespel.
4. Raccordez la ligne de gaz vecteur à l'interface à l'endroit où se trouvait la ligne de transfert ; serrez manuellement l'écrou puis donnez 1/4 à 1/2 tour à l'aide de la clé de 1/4 de pouce.
5. Revenez à “Test d'étanchéité du système” dans ce chapitre et répétez les étapes 3 à 5.

Procédure : Elimination des fuites

Matériel nécessaire :

- détecteur électronique de fuite ;
- outil servant à resserrer les raccords : clé de 1/4 de pouce, de 5/16 de pouce ou de 7 mm.

1. Utilisez le détecteur de fuite électronique pour vérifier toutes les sources de fuite potentielles de l'interface. En particulier :
   - l'orifice de purge avec son capuchon ;
   - l'orifice bouché de division ;
   - la connexion de colonne bouchée ;
   - l'endroit où les lignes de gaz sont raccordées à l'interface.
2. Supprimez les fuites en serrant les connexions avec la clé adéquate. Vous devrez peut-être répéter le test de fuite.

   Si la baisse de pression est maintenant égale ou inférieur e à 0,03psi/min, vous pouvez considérer que l'interface est étanche.

   Si la baisse de pression est plus rapide, continuez à rechercher les fuites et recommencez le test de pression. Si, bien que tous les raccords semblent étanches, le système d'interface continue à perdre trop de pression, il faudra peut-être remplacer le module d'interface. Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.

Raccordement à une source de gaz externe

La Figure 70 représente un dispositif d'échantillonnage de gaz relié à l'interface pour composés volatils.

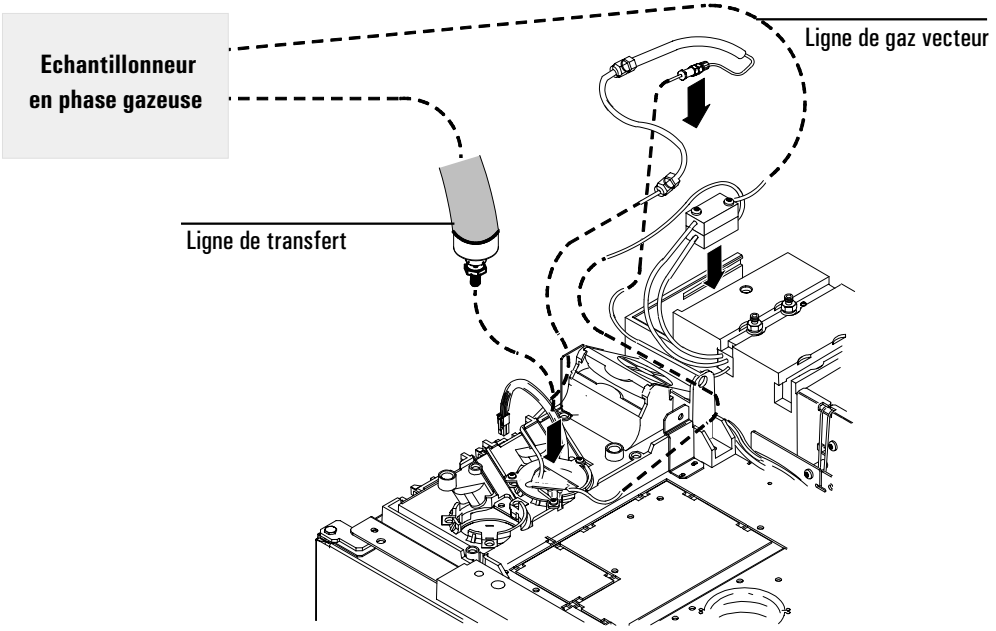


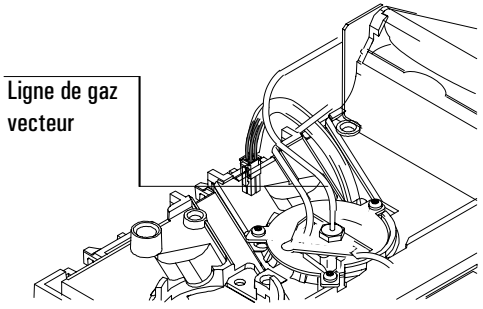
Figure 70 Schéma synoptique d'un échantillonneur de gaz externe

Procédure : Connexion de l'échantillonneur d'espace de tête 7694

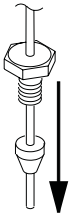
Matériel nécessaire :

- écrou Swagelok de 1/8 de pouce ;
- raccord réducteur de 1/16 de pouce vers 1/8 de pouce ;
- jeu de bagues de 1/8 de pouce ;
- clés
  - une de 7/16 de pouce
  - deux de 5/16 de pouce
  - une de 1/4 de pouce
  - une de 7 mm.

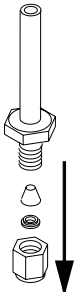
1. Retirez la ligne de gaz vecteur intitulée "alimentation" reliée à l'interface pour composés volatils à l'aide d'une clé de 1/4 de pouce.



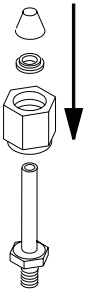
2. Retirez le raccord mâle et la bague Vespel/graphitée de la ligne de gaz vecteur. Gardez les pièces pour utilisation ultérieure.



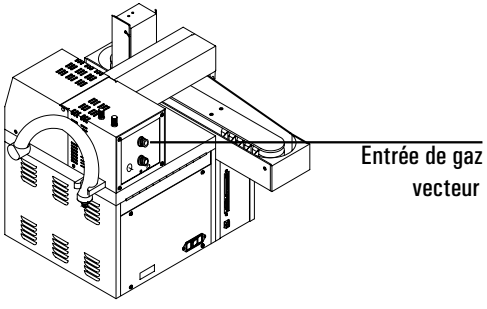
3. Retirez l'écrou et les bagues métalliques d'un raccord réducteur 1/16 de pouce à 1/8 de pouce. Gardez les pièces pour utilisation ultérieure.



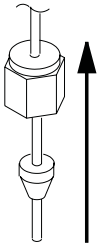
4. Faites glisser un écrou Swagelok de 1/8 de pouce, une bague arrière de 1/8 de pouce et une bague avant de 1/8 de pouce sur l'extrémité non filetée du réducteur.



5. Raccordez le réducteur à l'entrée de gaz intitulée “Vecteur” à l'arrière de l'échantillonneur d'espace de tête en serrant l'écrou Swagelok de 1/8 de pouce à l'aide d'une clé de 7/16-de pouce. Serrez l'écrou manuellement, puis donnez 1/4 de tour de clé.

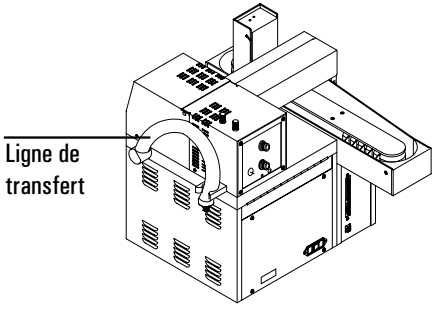


6. Enfilez l'écrou femelle de 1/16 de pouce de l'étape 3 et la bague Vespel/ graphitée de 1/16 de pouce de l'étape 2 sur l'extrémité de la ligne de gaz vecteur.

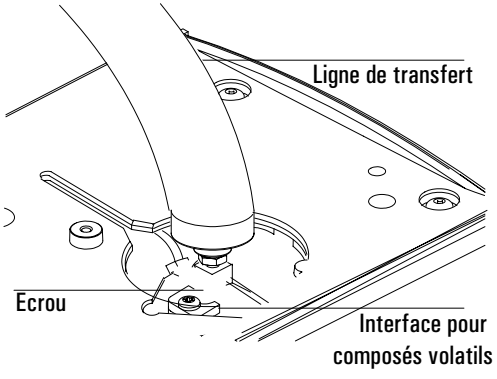


7. Connectez la ligne de gaz vecteur au port d'alimentation de gaz. Utilisez deux clés pour serrer l'écrou Swagelok de 1/16 de pouce de 1/4 de tour. Ne serrez pas excessivement. Si le raccord fuit, donnez 1/8 de tour de clé supplémentaire.

8. Repérez le tuyau de ligne de transfert de l'échantillonneur d'espace de tête.



9. Raccordez la ligne de transfert (avec la bague métallique et l'écrou préinstallé) à l'interface. Serrez manuellement, puis donnez 1/4 de tour de clé. Ne serrez pas excessivement. Si l'écrou fuit, donnez 1/8 de tour de clé supplémentaire.

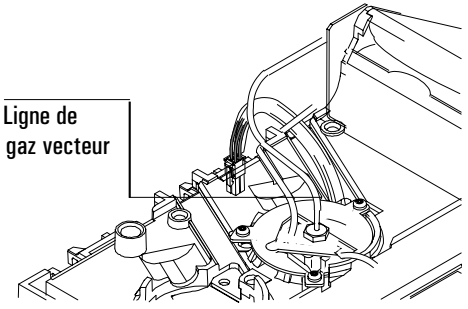


Procédure : Connexion du concentrateur à purge et piégeage 7695

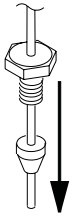
Matériel nécessaire :

- écrou Swagelok de 1/16 de pouce ;
- bague Vespel/graphitée de taille appropriée pour la ligne de transfert ;
- coupe-colonne (silice fondue) ;
- clés de 5/16 de pouce et de 1/4 de pouce ;
- liquide correcteur ;
- règle métrique.

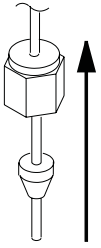
1. Retirez la ligne de gaz vecteur du CPG intitulée “alimentation” reliée à l'interface pour composés volatils à l'aide d'une clé de 1/4 de pouce.



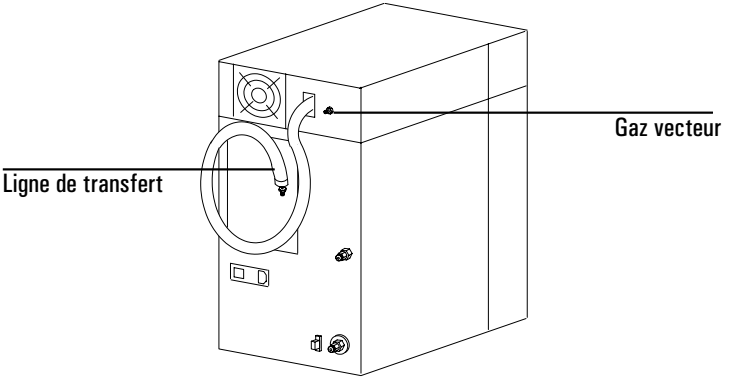
2. Retirez l’écrou et la bague Vespel/graphitée de la ligne de gaz vecteur. Gardez les pièces pour une utilisation ultérieure.



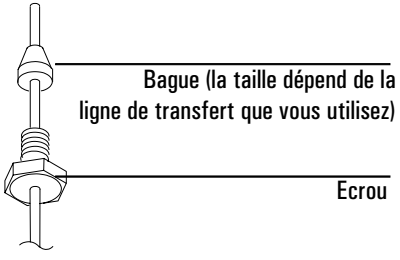
3. Faites glisser un écrou Swagelok de 1/16 de pouce puis la bague Vespel/graphitée mentionnée à l'étape 2 sur l'extrémité de la ligne de gaz vecteur.



4. Raccordez la ligne de gaz vecteur à l'entrée intitulée “Gaz vecteur” à l'arrière du concentrateur d'espace de tête à l'aide d'une clé de 5/16 de pouce. Serrez manuellement puis donnez
1/4 de tour de clé. Ne serrez pas excessivement. Si l'écrou fuit, serrez-le jusqu'à ce qu'il soit étanche.

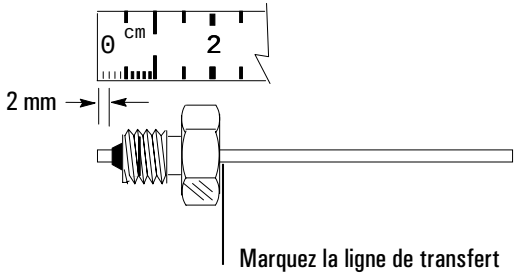


5. Faites glisser l'écrou mâle de 1/16 de pouce mentionné à l'étape 2 et une bague Vespel/graphitée appropriée sur l'extrémité de la ligne de transfert à purge et piégeage.

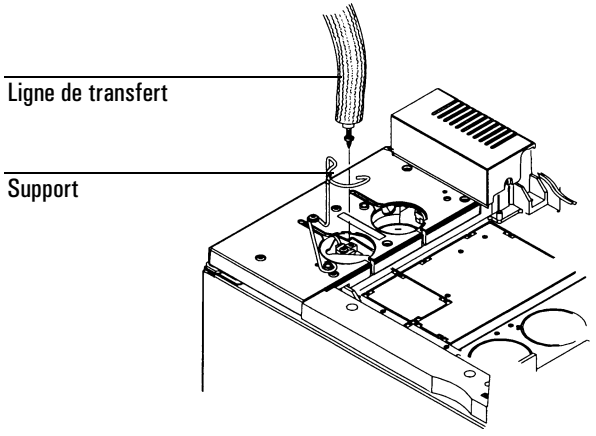


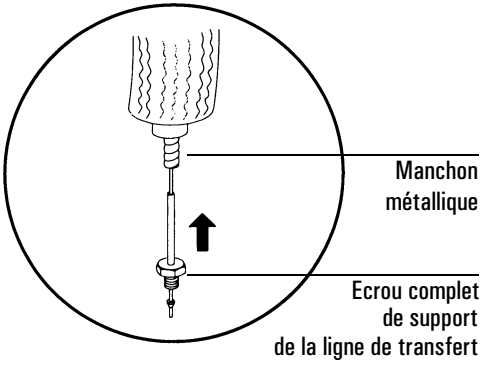
6. Si vous utilisez une ligne de transfert *plaqué-nickel*, passez à l'étape 8. Si vous utilisez une ligne de *transfert en silice fondue*, préparez l'extrémité de cette ligne.

7. Placez la ligne de transfert de telle sorte que 2 mm de tuyau soient exposés à l'avant de la bague et marquez la ligne de transfert avec le liquide correcteur de machine à écrire, à un point de même niveau que l'écrou.

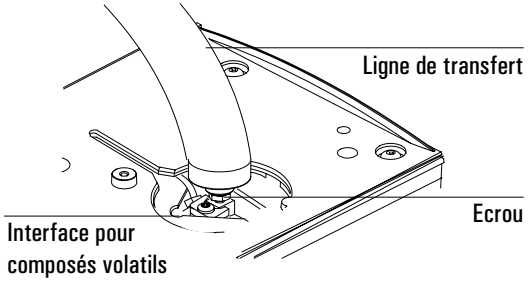


8. Pour raccorder la ligne de transfert à l'interface pour composés volatils, introduisez l'ensemble écrou de support de la ligne de transfert dans le manchon métallique de l'ensemble ligne de transfert chauffé.





Ensuite, raccordez la ligne de transfert à l'interface pour composés volatils en serrant manuellement l'écrou mâle de 1/16 de pouce tout en ajustant la position de la ligne de transfert de telle sorte que la marque de fluide correcteur reste alignée avec l'écrou. Serrez manuellement l'écrou puis donnez 1/4 de tour à l'aide d'une clé de 1/4 de pouce. Ne serrez pas excessivement. Si le raccord fuit, serrez-le jusqu'à ce qu'il soit étanche.



9. Une fois la colonne raccordée à l'interface et au détecteur, établissez un débit de gaz vecteur à travers l'interface et maintenez-le pendant 10 à 15 minutes. Vérifiez l’étanchéité. Chauffez l'interface jusqu'à la température de service et resserrez les raccords, si nécessaire.

19 Injecteurs non EPC

Injecteur pour colonne remplie avec purge

Injecteur avec ou sans division : mode avec division

Injecteur avec ou sans division : mode sans division

Configuration

Procédure : Configuration d'un injecteur non EPC

Tableaux de commandes d'injecteur

Tableaux de commandes de colonne

Procédure : Réglage du débit de gaz vecteur pour l'injecteur pour colonne remplie avec purge

Procédure : Réglage des débits de l'injecteur pour le mode avec division

Procédure : Réglage des débits pour le mode sans division

Injecteurs non EPC

Les commandes pour ces injecteurs se trouvent sur un module de régulation des gaz fixé sur le côté gauche du CPG.

Injecteur pour colonne remplie avec purge

Cet injecteur ne demande qu'un réglage : celui du débit du gaz vecteur au travers de la colonne. Le débit de purge de septum est défini automatiquement d'après la pression du gaz d'origine. Il peut être mesuré à un orifice sur le panneau avant.

Injecteur avec ou sans division : mode avec division

Le gaz vecteur se divise entre la colonne et l'orifice de division, selon leurs résistances relatives. Une petite quantité de gaz vecteur balaie le septum et sort par l'orifice de la purge de septum.

Injecteur avec ou sans division : mode sans division

Dans une injection sans division, [Prep Run] active une vanne qui empêche le gaz vecteur de sortir par le bas de l'insert de l'injecteur. Le débit total ne change pas mais la plus grande partie sort par la ligne de purge de septum. Tout gaz vecteur qui passe par l'insert va dans la colonne : l'échantillon n'est pas divisé.

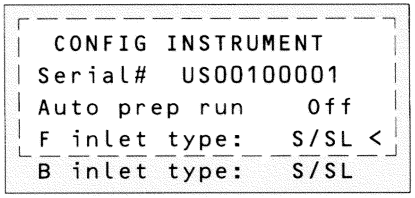
Au moment de la purge, la vanne commute pour chasser la vapeur résiduelle de l'injecteur. Le système est maintenant en configuration avec division, avec le débit de purge et la vapeur résiduelle (essentiellement du solvant) sortant par l'orifice de division.

Configuration

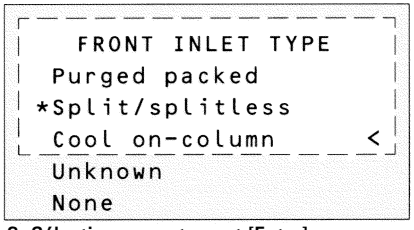
Le CPG reconnaît la présence d'un injecteur non EPC (il recherche les connexions chauffage/détecteur) sans connaître leur type. Vous devez fournir ces informations grâce à la configuration.

Procédure : Configuration d'un injecteur non EPC

1. Appuyez sur [Config], sélectionnez Instrument et [Enter].

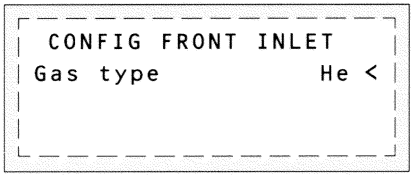


2. Sélectionnez l'injecteur et appuyez sur [Mode/Type].



3. Sélectionnez un type et [Enter].

4.Appuyez sur [Config][Front Inlet] (ou [Back Inlet].

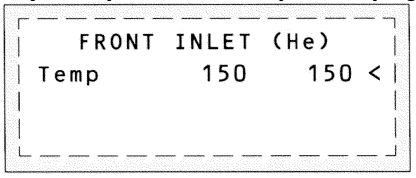


5. Appuyez sur [Mode/Type], sélectionnez un gaz et [Enter].

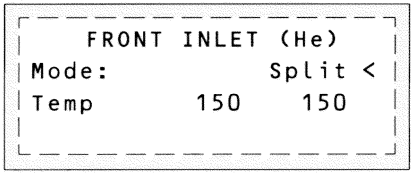
Tableaux de commandes d'injecteur

Les tableaux de commandes pour les injecteurs non EPC sont semblables à ceux des versions EPC, à cela près qu'il n'existe pas de réglages de débit et de pression.

Injecteur pour colonne remplie avec purge



Injecteur avec/sans division en mode avec division



Injecteur avec/sans division en mode sans division

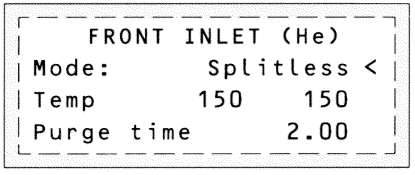
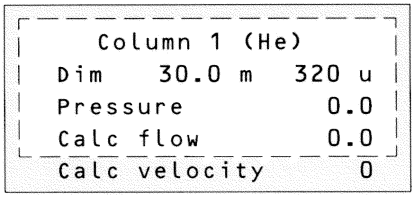


Figure 71 Tableaux de commandes d'injecteur non EPC

Tableaux de commandes de colonne

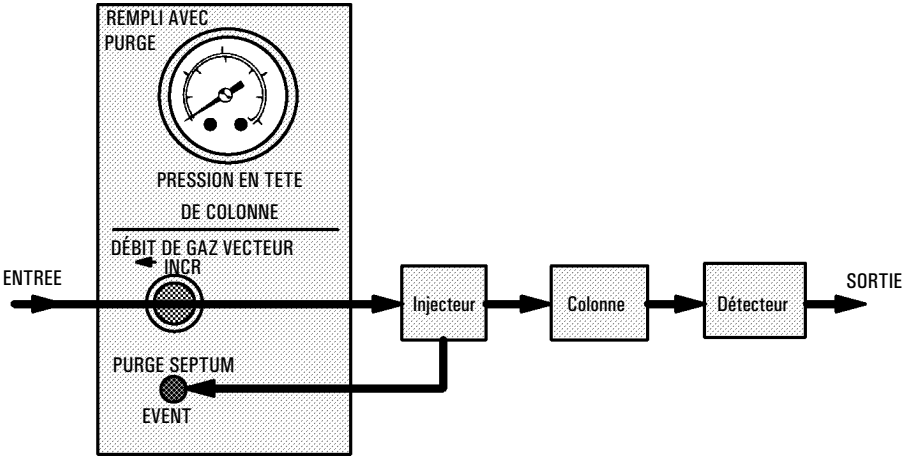
Lorsqu'un injecteur non EPC est utilisé avec une colonne définie, le tableau de commandes de colonne se comporte comme une calculatrice. Bien que vous ne puissiez pas contrôler les débits à partir du clavier, vous pouvez déterminer les débits que vous définirez manuellement.



Entrez une pression. Le débit et la vitesse linéaire sont calculés et affichés.

Procédure : Réglage du débit de gaz vecteur pour l'injecteur pour colonne remplie avec purge

Le trajet du débit interne dans l'instrument est le suivant :



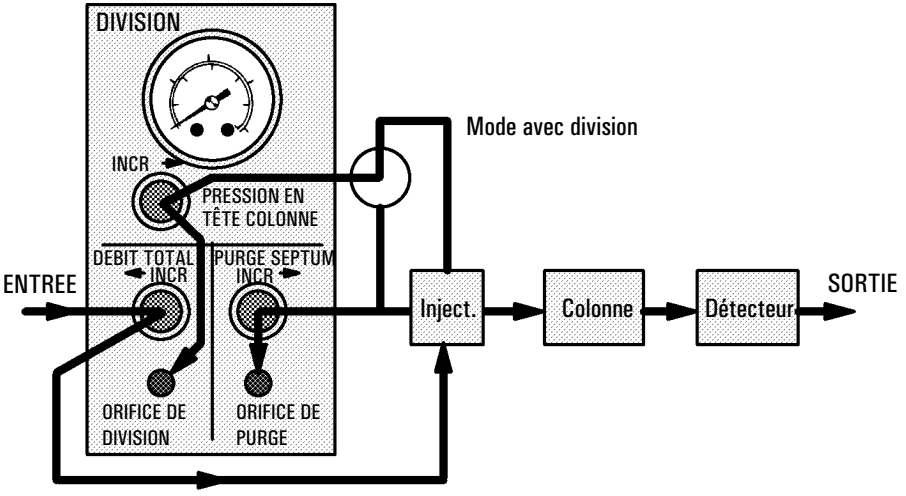
1. Repérez le bouton libellé CARRIER FLOW. Tournez-le le plus loin possible dans le *sens des aiguilles d'une montre*. Ne forcez pas, la fermeture est accompagnée d'un arrêt légèrement "mou".

2. Ouvrez la vanne de la bouteille de gaz vecteur et réglez la pression du manodétendeur à double détente sur 410 kPa (60 psi). S'il existe un manodétendeur local dans la ligne de gaz vecteur, réglez le manodétendeur de la bouteille sur 550 kPa (80 psi) et le manodétendeur local sur 410 kPa (60 psi).
3. Raccordez un débitmètre à la sortie du détecteur. Il ne doit pas y avoir de débit à ce moment. S'il y en a, désactivez les débits de gaz vecteur à l'aide du clavier.
4. Tournez le bouton CARRIER FLOW dans le sens ◄INCR pour activer le gaz vecteur. Ajustez et mesurez pour obtenir le débit souhaité. Si nécessaire, augmentez la pression à l'origine.

La purge de septum est définie automatiquement.

Procédure : Réglage des débits de l'injecteur pour le mode avec division

Le trajet du débit interne dans l'instrument est le suivant :

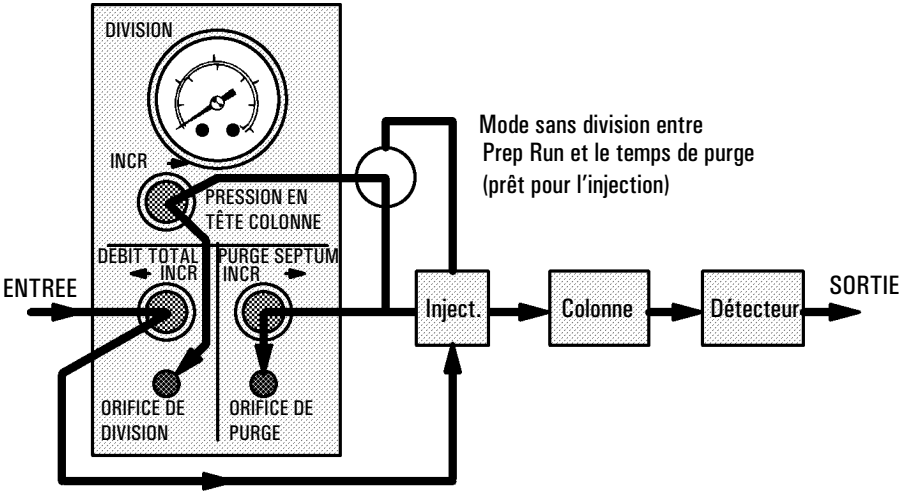


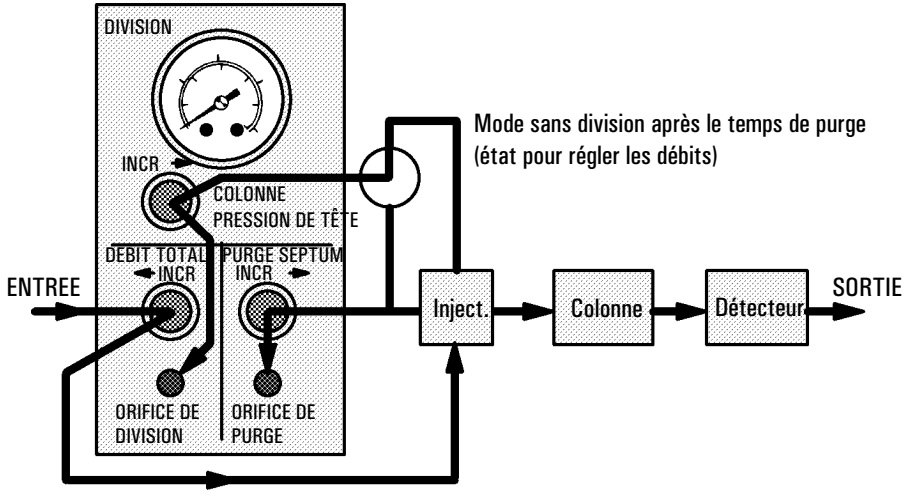
1. Repérez le bouton libellé TOTAL FLOW. Tournez-le le plus loin possible *dans le sens des aiguilles d'une montre*. Ne forcez pas, la fermeture est accompagnée d'un arrêt légèrement "mou".

2. Repérez le bouton marqué SEPTUM PURGE. Tournez-le *dans le sens inverse des aiguilles d'une montre* pour arrêter le débit. Il n'y a pas de position d'arrêt précise, lorsque le bouton tourne librement (semblant ne rien toucher à l'intérieur), il est fermé.
3. Ouvrez la vanne de la bouteille de gaz vecteur et réglez la pression du manodétendeur à double détente sur 410 kPa (60 psi). S'il existe un manodétendeur local dans la ligne de gaz vecteur, réglez le manodétendeur de la bouteille sur 550 kPa (80 psi) et le manodétendeur local sur 410 kPa (60 psi). Si vous utilisez des colonnes capillaires à petit diamètre, il vous faudra peut-être utiliser des pressions plus élevées.
4. Raccordez un débitmètre à la sortie du détecteur. Il ne doit pas y avoir de débit à ce moment. S'il y en a, désactivez les débits de gaz vecteur à l'aide du clavier.
5. Tournez le bouton TOTAL FLOW dans le sens ◄INCR pour ouvrir le débit de gaz vecteur.
6. Tournez le bouton COLUMN HEAD PRESSURE dans le sens INCR►. Ajustez et mesurez pour obtenir le débit de colonne souhaité. Si vous ne le pouvez pas, augmentez TOTAL FLOW jusqu'à ce que vous le puissiez. Utilisez TOTAL FLOW pour un ajustement approximatif et COLUMN HEAD PRESSURE pour un ajustement précis.
7. Déplacez le débitmètre sur le SPLIT VENT. Mesurez et ajustez TOTAL FLOW pour obtenir le débit avec division souhaité. Si nécessaire, augmentez la pression à l'origine.
8. Déplacez le débitmètre sur le PURGE VENT. Tournez le bouton SEPTUM PURGE dans le sens INCR► pour obtenir le débit de purge de septum souhaité.
9. Répétez les étapes 6, 7 et 8 jusqu'à ce que tous les débits soient corrects.

Procédure : Réglage des débits pour le mode sans division

Le trajet du débit interne dans l'instrument est le suivant :





1. Repérez le bouton libellé TOTAL FLOW. Tournez-le le plus loin possible *dans le sens des aiguilles d'une montre*. Ne forcez pas, la fermeture est accompagnée d'un arrêt légèrement "mou".

2. Repérez le bouton marqué SEPTUM PURGE. Tournez-le dans le sens inverse des aiguilles d'une montre pour arrêter le débit. Il n'y a pas de position d'arrêt précise, lorsque le bouton tourne librement (semblant ne rien toucher à l'intérieur), il est fermé.
3. Ouvrez la vanne de la bouteille de gaz vecteur et réglez la pression du manodétendeur à double détente sur 410 kPa (60 psi). S'il existe un manodétendeur local dans la ligne de gaz vecteur, réglez le manodétendeur de la bouteille sur 550 kPa (80 psi) et le manodétendeur local sur 410 kPa (60 psi). Si vous utilisez des colonnes capillaires à petit diamètre, il vous faudra peut-être utiliser des pressions plus élevées.
4. Raccordez un débitmètre à la sortie du détecteur. Il ne doit pas y avoir de débit à ce moment. S'il y en a, désactivez les débits de gaz vecteur à l'aide du clavier.
5. Tournez le bouton TOTAL FLOW dans le sens◄INCR pour ouvrir le débit de gaz vecteur.
6. Tournez le bouton COLUMN HEAD PRESSURE dans le sens INCR►. Ajustez et mesurez pour obtenir le débit de colonne souhaité. Si vous ne le pouvez pas, augmentez TOTAL FLOW jusqu'à ce que vous le puissiez. Utilisez TOTAL FLOW pour un ajustement approximatif et COLUMN HEAD PRESSURE pour un ajustement précis.
7. Déplacez le débitmètre sur le SPLIT/SPLITLESS INLET VENT. Mesurez et ajustez TOTAL FLOW pour obtenir le débit avec division souhaité. Si nécessaire, augmentez la pression à l'origine.
8. Déplacez le débitmètre sur le SEPTUM PURGE VENT. Tournez le bouton SEPTUM PURGE dans le sens INCR► pour obtenir le débit de purge de septum souhaité.
9. Répétez les étapes 6, 7 et 8 jusqu'à ce que tous les débits soient corrects.

20 Le module de régulation des gaz

Utilisation d'un module de régulation des gaz

Utilisation du PCM (Pneumatics control module)

Avec un injecteur

Avec une vanne ou un autre dispositif

Les tableaux de commandes

Colonne remplie ou colonne non définie

Colonnes capillaires définies

Procédure : Utilisation de colonnes capillaires non définies et de colonnes remplies

Procédure : Utilisation des colonnes capillaires définies

Maintenance d'un PCM

Procédure : Contrôle de l'étanchéité des circuits de gaz

Le module de régulation des gaz

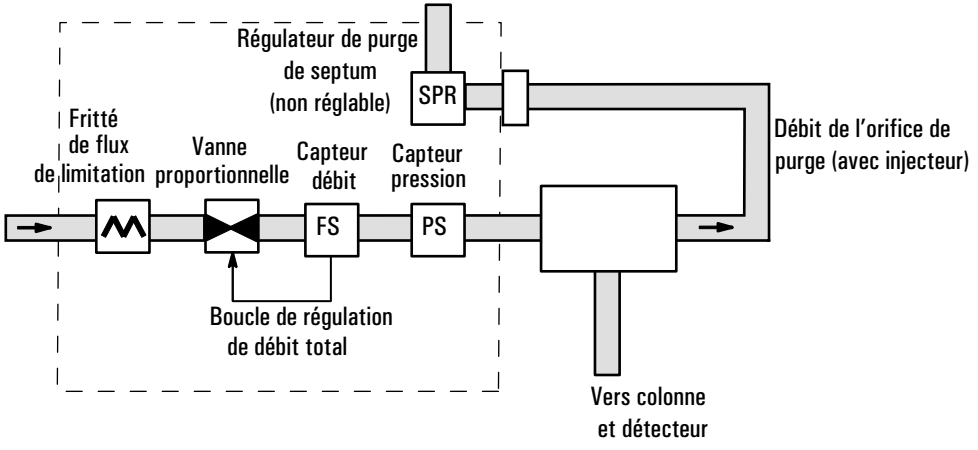
Utilisation d'un module de régulation des gaz

Le module de régulation des gaz (PCM) offre une voie pour la régulation du débit et/ou de la pression, remplaçant un module de régulation de débit électronique (ECM) pour cette voie. Il n'est pas nécessaire de le raccorder à un fritté d'injecteur particulier.

Le PCM peut réguler les débits et les pressions de gaz pour un certain nombre d'applications, notamment :

- les injecteurs standard non Agilen t;
- les applications avec vanne sans injecteur. Par exemple, le PCM peut fournir un débit ou une pression à une colonne raccordée à une vanne d'échantillonnage de gaz. Dans le cas d'autres applications avec vanne, il peut s'agir de fournir un débit de gaz auxiliaire, en particulier pour les colonnes remplies ;
- les systèmes de préparation d'échantillons. Il est souvent nécessaire de fournir une source de gaz de purge régulé à l'échantillonneur d'espace de tête et au concentrateur d'espace de tête Agilent ;
- les tubes catalyseurs et les autres dispositifs de conversion, comme le tube catalyseur en nickel. Il est souvent nécessaire de fournir à ces dispositifs une source de gaz d'appoint ou de gaz réactif régulé.

Mode à régulation de débit (colonnes capillaires non définies et colonnes remplies)



Mode à régulation de pression (recommandé pour des colonnes capillaires)

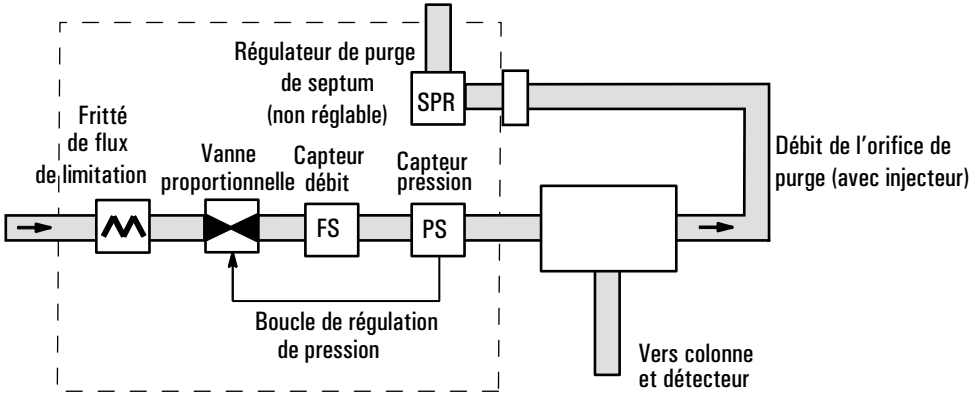


Figure 72 Module de régulation des gaz

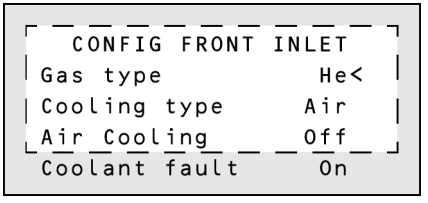
Utilisation du PCM (Pneumatics control module)

Avec un injecteur

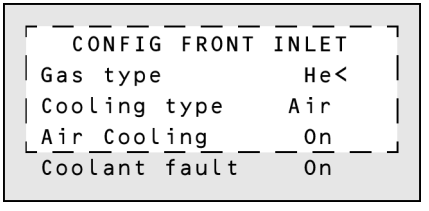
Certains types d'injecteur utilisent un système de refroidissement par air comprimé pour réduire le temps de cycle thermique. Vous devez configurer le refroidissement par air comprimé avant de l'utiliser.

Configuration du refroidissement par air comprimé :

1. appuyez sur la touche [Config] puis sur la touche [Front Inlet]. L'écran ci-dessous doit apparaître :



2. Faites défiler jusqu'à la ligne Air Cooling et appuyez sur la touche [ON]. L'écran ci-dessous doit à présent apparaître :



   Lorsque le refroidissement par air Air cooling est activé (On), une tension est accessible au niveau du connecteur de la vanne arrière qui permet de commander l'actionneur à air comprimé.

3. Votre injecteur est maintenant configuré pour le refroidissement par air et il est prêt à l'utilisation.

Avec une vanne ou un autre dispositif

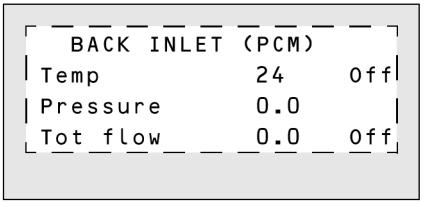
Lorsque l'on utilise le PCM avec une vanne, le PCM est souvent raccordé en série avec la vanne (ou dispositif)) et une colonne et fournit un débit de gaz régulé à la colonne par l'intermédiaire de la vanne (ou du dispositif).

Les tableaux de commandes

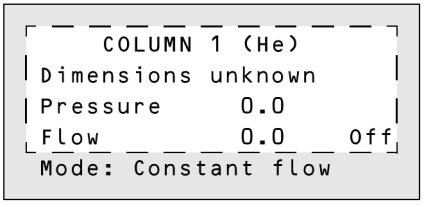
Le PCM peut réguler soit le débit d'un injecteur/d'une vanne/d'un dispositif, soit la pression appliquée à la colonne à laquelle il est raccordé. Seule la configuration de la colonne détermine si le PCM assure la régulation de la pression ou du débit. Si une colonne capillaire est utilisée et si la colonne est définie, l'injecteur est à régulation de pression. Si la colonne n'est pas définie (colonnes remplies et colonnes capillaires non définies), il est à régulation de débit.

Pour plus d'informations sur les procédures de configuration des colonnes, des pressions, etc., voir "Contrôle des débits et des pressions".

Colonne remplie ou colonne non définie



Injecteur



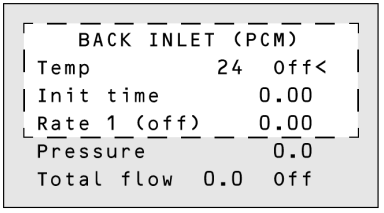
Colonne

`Temp` : les valeurs du point de consigne et de la température réelle sont affichées si un injecteur/dispositif chauffé est installé.

`Pressure` : pression réelle (en psi, bar ou kPa) fournie à l'injecteur. Vous ne pouvez pas y entrer un point de consigne.

`Tot flow` : entrez votre point de consigne ici ; la valeur réelle apparaît alors.

Colonnes capillaires définies



Colonne définie

`Temp` : les valeurs du point de consigne et de la température réelle sont affichées si un injecteur/dispositif chauffé apparaît alors.

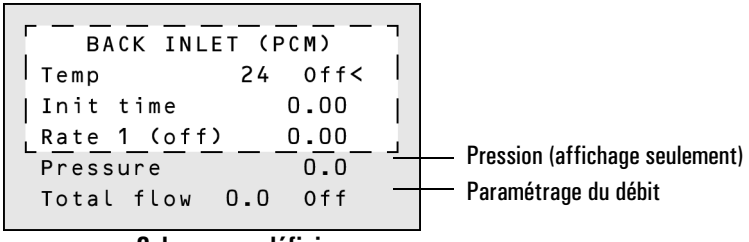
`Pressure` : l'injecteur est à régulation de pression. Entrez votre point de consigne ici (en psi, bar ou kPa) et la valeur réelle est affichée.

`Tot flow` : débit total réel de l'injecteur. C'est une valeur mesurée, et non un point de consigne.

Procédure : Utilisation de colonnes capillaires non définies et de colonnes remplies

Si la colonne n'est pas définie, seuls les modes à régulation de débit sont disponibles.

1. Consultez "Contrôle des débits et des pressions" pour vérifier que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (éventuel) sont configurés correctement.
2. Si un injecteur est installé, appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet] et entrez une température.



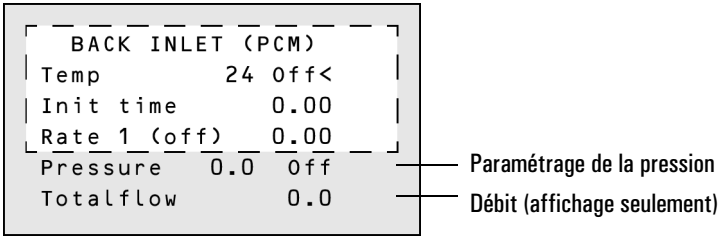
Colonne non définie

3. Injectez l'échantillon (ou actionnez la vanne).

Procédure : Utilisation des colonnes capillaires définies

La procédure suivante suppose que vous avez déjà fixé le débit ou la pression.

1. Consultez "Contrôle des débits et des pressions" pour vérifier que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (éventuel) sont configurés correctement.
2. Si un injecteur est installé, appuyez sur [Front Inlet] ou [Back Inlet] et entrez une température.



Colonne définie

3. Injectez l'échantillon (ou actionnez la vanne).

Maintenance d'un PCM

Procédure : Contrôle de l'étanchéité des circuits de gaz

Des fuites dans le circuit d'alimentation en gaz peuvent fausser considérablement les résultats chromatographiques.

Les détecteurs liquides de fuites sont déconseillés, particulièrement là où la propreté est très importante.

Si vous utilisez un liquide de détection de fuites, rincez-le immédiatement pour enlever la pellicule savonneuse.

Avertissement Pour éviter que le liquide de détection ne provoque une décharge électrique, mettez le CPG hors tension et débranchez le cordon d'alimentation. Veillez à ne pas renverser de liquide sur les fils électriques, particulièrement ceux du chauffage du détecteur.

Matériel nécessaire :

- détecteur de fuite électronique (recommandé) ou liquide de détection des fuites. Si vous utilisez un tel liquide, essuyez ce qui pourrait en rester après le test ;
- deux clés de 7/16 de pouce.

1. A l'aide du détecteur de fuite, vérifiez l'étanchéité de chacune des connexions effectuées. Vérifiez les liaisons avec le PCM.
2. Eliminez les fuites en serrant les connexions. Recommencez le test et continuez à serrer jusqu'à ce que toutes les connexions soient étanches.

Si c'est le PCM qui fuit (et non ses raccords), contactez Agilent Technologies.

21 Utilisation des détecteurs

Utilisation de l'hydrogène
Procédure : Préparation des tableaux de commandes du détecteur

Débit de gaz d'appoint
Gaz d'appoint
Procédure : Définition du gaz d'appoint
Procédure : Changement du mode de débit de gaz d'appoint

Débits maximum

Raccourci clavier [Det Control]

Utilisation des détecteurs

Le chromatographe en phase gazeuse 6890 (le CPG) possède plusieurs systèmes de détection. D'autres viendront s'y ajouter. Contactez votre ingénieur commercial Agilent pour connaître les toutes dernières informations.

Nom	Sensibilité	Réagit à	Commentaires
A conductivité thermique, TCD	Moyenne	Tout sauf le gaz vecteur	Le "détecteur universel" pour tout
A ionisation de flamme, FID	Haute	Presque tous les composés organiques	Le "détecteur universel" pour les composés organiques
Microdétecteur à capture d'électrons, μ-ECD	Très haute	Gamme limitée de composés, principalement des halocarbones	Utilisé pour l'analyse au niveau de trace de pesticides et d'herbicides
Azote-phosphore, NPD	Très haute	Composés azotés ou phosphorés	Utilisé dans l'industrie pharmaceutique et les analyses d'environnement
A photométrie de flamme, FPD	Haute	Composés soufrés ou phosphorés	Utilisé dans les analyses d'environnement et les analyses biochimiques

Utilisation de l'hydrogène

Avertissement Lorsque vous utilisez de l'hydrogène (H_2) comme gaz vecteur ou gaz combustible, sachez qu'il peut diffuser dans le four et provoquer une explosion. Par conséquent, coupez l'alimentation jusqu'à ce que toutes les connexions soient faites et vérifiez que les écrous des colonnes de l'injecteur et du détecteur sont soit raccordés à une colonne, soit munis de capuchons chaque fois que l'instrument reçoit de l'hydrogène (H_2).

Avertissement L'hydrogène (H_2) est inflammable. Des fuites survenant dans un espace clos peuvent causer un incendie ou une explosion. Dans toute application utilisant l'hydrogène (H_2), vérifiez l'étanchéité de toutes les connexions, lignes et vannes avant d'utiliser l'instrument. Coupez toujours l'alimentation d'hydrogène (H_2) à la source avant de travailler sur l'instrument.

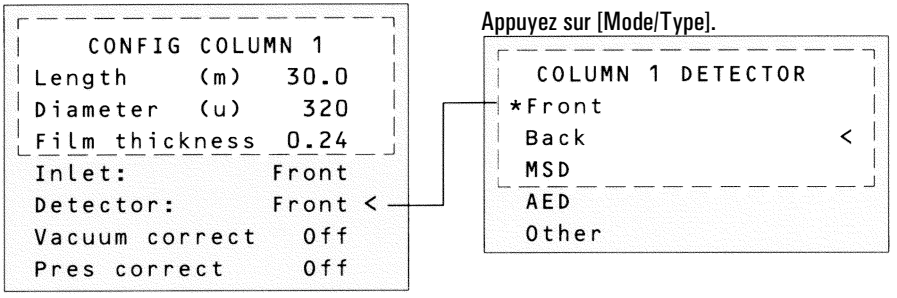
Procédure : préparation des tableaux de commandes du détecteur

Pour utiliser votre détecteur, vous devez être familiarisé avec ces tableaux de commandes. Suivez ces trois étapes pour préparer tous les types de détecteurs.

1. Vérifiez votre configuration de colonne. (Cette vérification se fait normalement lors de la préparation de l'injecteur, mais il n'est pas superflu de la répéter.)

   - Vous devez indiquer à l'instrument le type de détecteur (avant ou arrière) auquel votre colonne est connectée. Si vous n'avez qu'un détecteur, il vaut mieux n'avoir qu'une colonne configurée, sauf si vous avez vraiment deux colonnes raccordées à ce détecteur.
   - Si vous utilisez une colonne capillaire, vous devez entrer la longueur et le diamètre de la colonne si vous voulez choisir les modes de débit de gaz d'appoint. C'est ce que l'on appelle colonne définie. Si vous n'entrez pas ces valeurs, vous êtes en colonne non définie, et vos choix de contrôle sont limités.

1. Appuyez sur [Config][Col 1] ou [Config] [Col 2].



2. Faites défiler jusqu'à `Detector:` Appuyez sur [Front] ou [Back] ou appuyez sur [Mode/Type] et choisissez `Front` ou `Back`.
3. Entrez les dimensions de la colonne, si nécessaire.

2. Vérifiez la configuration du détecteur (type de gaz d'appoint).

   Il s'agit avant tout de vérifier que le gaz d'appoint entré (ou le gaz d'appoint et d'anode sur l'ECD, de référence et d'appoint sur le TCD) est le même que le gaz relié à votre détecteur.

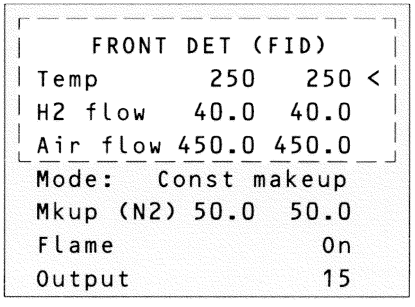
   Ceci est important parce que :

   - lorsque les types de gaz réels et configurés sont différents pour un détecteur EPC, le débit calculé n'est pas correct et sa stabilité est affectée ;
   - les circuits électroniques de certains détecteurs changent selon la configuration du type de gaz. Si les types de gaz réels et configurés sont différents, le détecteur ne peut fonctionner correctemen t;
   - les bonnes pratiques de laboratoire doivent être respectées. Notez le type de gaz utilisé.

   La plupart des détecteurs ont d'autres éléments configurables. Nous les décrirons plus loin dans cette section.

3. Préparez le tableau de commandes de votre détecteur. Chaque ligne pour le FID est décrite brièvement ci-après. Les points de consigne de débit (nombre de droite) et les valeurs réelles (nombre de gauche) sont affichés.

Appuyez sur [Front Det] ou [Back Det].
(colonne non définie)



FRONT DET (FID) : le titre indique la position du détecteur et le type de détecteur installé.

Temp : champs de la température avec point de consigne (nombre de droite) et la valeur instantanée (nombre de gauche).

H_2 flow, Air flow : gaz de détecteur pour le FID.

Mkup (N_2) : sert à définir les débits de gaz d'appoint. Le type de gaz est affiché entre parenthèses. Les lignes de l'affichage varient selon votre instrument et la manière dont vous l'avez configuré.

Flame : commande marche/arrêt (on/off) pour le FID, appelé aussi ligne de commande du détecteur. Chaque détecteur possède son propre type de commande on/off.

Output : valeur de sortie réelle du détecteur. Vous ne pouvez pas y entrer un point de consigne.

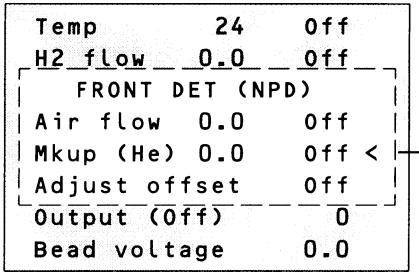
Débit de gaz d'appoint

Le gaz d'appoint entre dans le détecteur près de l'extrémité de la colonne. Il a pour fonction d'accélérer la progression des pics dans le détecteur (surtout avec des colonnes capillaires) de telle sorte que la séparation de pic réalisée par la colonne ne soit pas perdue par suite du nouveau mélange dans le détecteur.

Gaz d'appoint

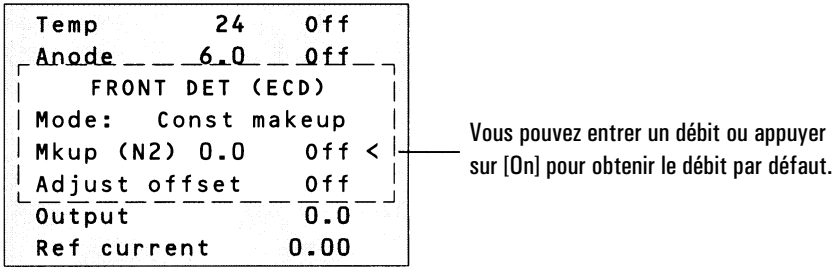
La ligne de gaz d'appoint du tableau de commandes du détecteur change selon la configuration de l'instrument.

Si la *colonne n'est pas définie* avec l'injecteur, le débit de gaz d'appoint est constant. Le tableau de commande du détecteur est similaire à celui-ci :

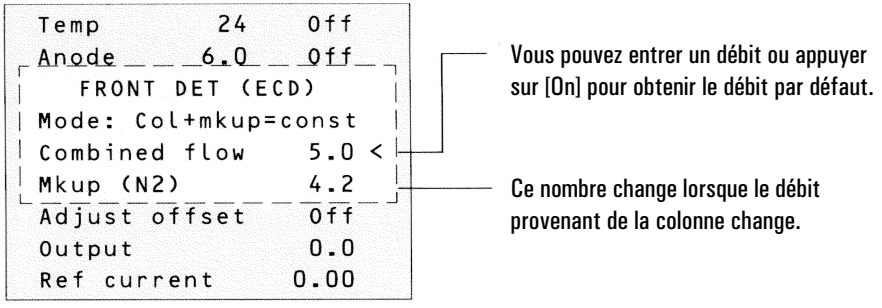


Si vous fonctionnez avec une *colonne définie*, vous avez le choix entre deux modes de gaz d'appoint.

Le mode `Const makeup` donne au détecteur un débit constant de gaz d'appoint. Si vous le choisissez, votre tableau de commandes se présente ains i:

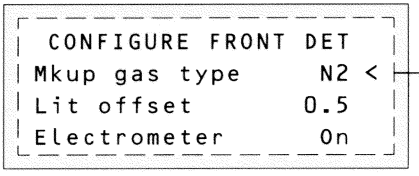


Le mode `Col+mkup=const` donne au détecteur un débit variable de gaz d'appoint. Selon que le débit de la colonne augmente ou diminue, le débit de gaz d'appoint varie pour donner au détecteur un débit combiné constant. Si vous sélectionnez cette option, entrez une valeur dans la ligne `Combined flow`. La ligne `Combined flow` affiche toujours la même valeur, tandis que la valeur dans la ligne `Mkup` du tableau de commande varie avec le débit d'appoint.



Procédure : Définition du gaz d'appoint

1. Appuyez sur [Config] [Front Det] ou [Config] [Back Det]:



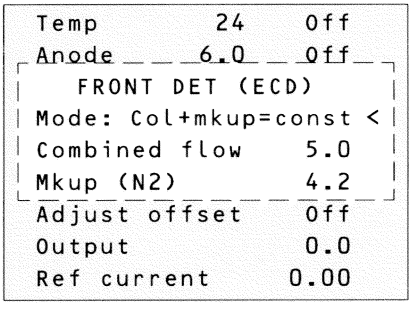
2. Faites défiler jusqu'à `Mkup gas type` et appuyez sur [Mode/Type].



3. Faites défiler jusqu'au gaz correct et appuyez sur [Enter].

Procédure : Changement du mode de débit de gaz d'appoint

1. Faites défiler jusqu'à `Mode` :



2. Appuyez sur [Mode/Type].



3. Choisissez un mode de débit et appuyez sur [Enter].

Débits maximum

Les débits maximaux admissibles avec les détecteurs sont les suivants :

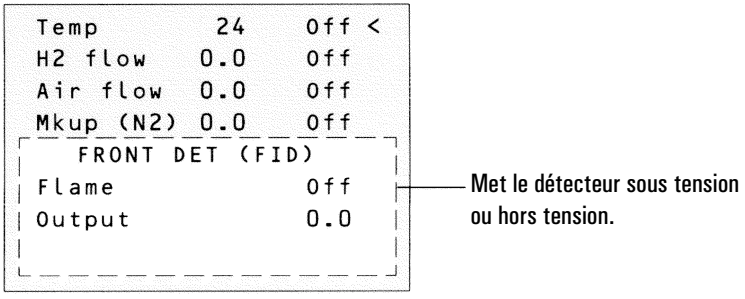
Détecteur et gaz	Débit maximum, mL/min
Ionisation de flamme	
Hydrogène	100
Air	800
Appoint (azote, hélium, argon)	100
Conductivité thermique	
Azote	référence 100 ; appoint 10
Hélium	référence 100 ; appoint 12
Hydrogène	référence 100 ; appoint 18
Argon	référence 100 ; appoint 10
Microdétecteur à capture d'électrons	
Azote	purge d'anode 12 ; appoint 200
Argon/Méthane	purge d'anode 12 ; appoint 200
Azote-phosphore	
Hydrogène	30
Air	200
Appoint (azote, hélium, argon)	100
Photométrie de flamme	
Hydrogène	250
Air	200
Appoint (azote, hélium, argon)	130

Raccourci clavier [Det Control]

Il existe une autre méthode pour ouvrir un tableau de commandes de détecteur, en appuyant sur [Front Det] [Det Control] ou [Back Det] [Det Control]. Si vous n'avez qu'un détecteur, [Det Control] ouvre ce tableau.

En appuyant sur [Det Control], vous accédez à la commande On/Off du tableau de commande de votre détecteur : `Flamme` pour le FID et le FPD, `Filament` pour le TCD, `Adjust offset` pour le NPD et l'ECD.

Appuyez sur [Det Control]



22 Le détecteur à ionisation de flamme

Informations générales

Régulation des gaz du FID

Considérations spéciales

Conditions qui empêchent le détecteur de fonctionner

Arrêt du détecteur

Buses

Réallumage automatique : Décalage avec flamme allumée

Procédure : Changement du point de consigne de réallumage automatique

Electromètre

Vitesses des données

Procédure : Utilisation de la fonction Fast peaks

Fonctionnement du FID

Pressions de gaz

Fonctionnement avec EPC

Procédure : Utilisation du FID

Conditions de vérification et chromatogramme

Conditions de vérification du FID

Chromatogramme type de vérification du FID

Maintenance d'un détecteur à ionisation de flamme

Correction des problèmes matériels du FID

Remplacement ou nettoyage de la buse

Procédure : Retrait et inspection de la buse

Procédure : Nettoyage de la buse

Procédure : Installation de la buse

Nettoyage du collecteur

Procédure : Retrait du collecteur

Procédure : Nettoyage du collecteur

Procedure : Réassemblage du détecteur

Procédure : Remplacement du câble de briquet d'allumage du FID

Le tube catalytique au nickel

Débits de gaz

Température

Remplacement du remplissage du catalyseur

Le détecteur à ionisation de flamme (FID)

Informations générales

Le détecteur à ionisation de flamme transmet l'échantillon et le gaz vecteur de la colonne, par une flamme air-hydrogène. Cette dernière à elle seule crée peu d'ions, mais si un composé organique est brûlé, le nombre d'ions produits augmente. Une tension de polarisation attire ces ions vers un collecteur placé près de la flamme. Le courant produit est proportionnel à la quantité d'échantillon brûlé. Ce courant est détecté par un électromètre, converti sous forme numérique, puis envoyé à une unité de sortie.

Régulation des gaz du FID

Figure 73 Illustration de la conception du circuit gazeux du FID.

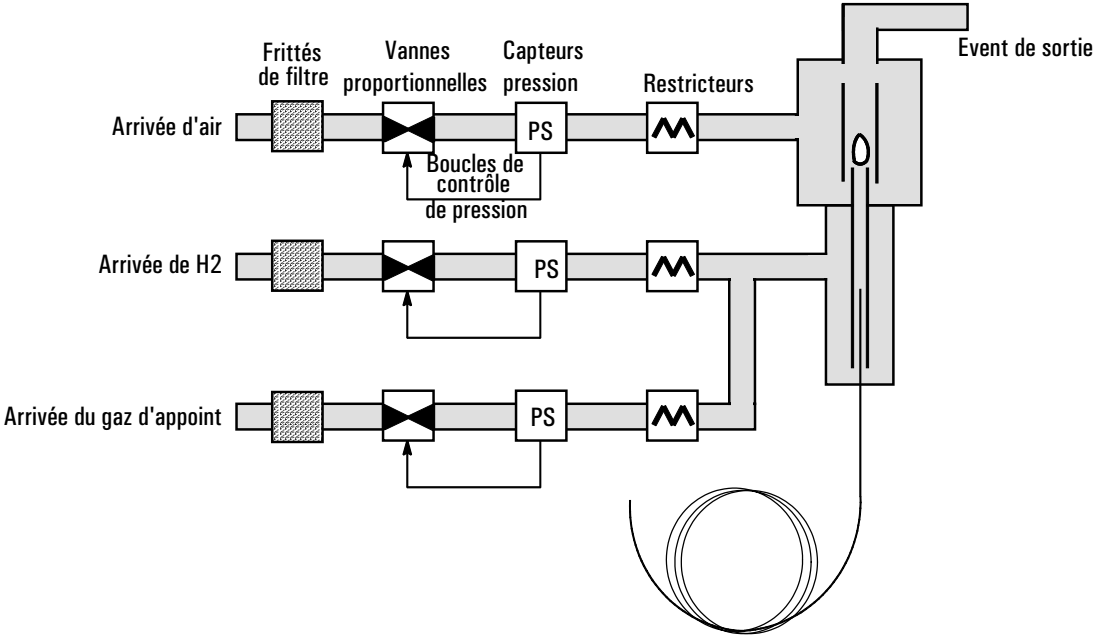


Figure 73 Schéma d'un détecteur à ionisation de flamme

Considérations spéciales

Conditions qui empêchent le détecteur de fonctionner

- Température réglée au-dessous de 150 °C
- Débit d'air ou d'hydrogène réglé sur `Off` ou sur 0.0
- Allumage défaillant

Arrêt du détecteur

Si un gaz critique au fonctionnement du détecteur est fermé par suite d'une défaillance de la régulation des gaz ou de l'allumage, votre détecteur s'arrête lui aussi. Tout s'arrête alors, sauf la température du détecteur et le débit de gaz d'appoint.

Buses

Il existe deux types de FID. Le FID *optimisé pour capillaire* n'est utilisé qu'avec des colonnes capillaires, et le FID *adaptable* convient pour une utilisation avec des colonnes remplies mais peut être adapté pour fonctionner avec des colonnes capillaires.

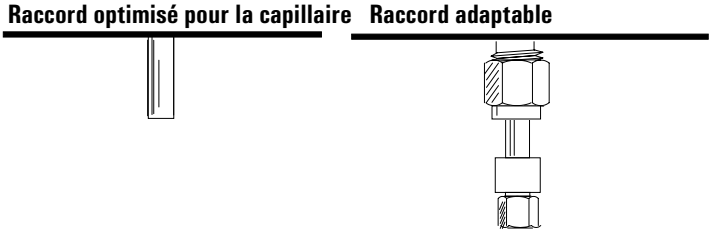


Tableau 59 Buses pour le FID optimisé pour capillaire

Type de buse	Réf.	D.i. de la buse
Capillaire	G1531-80560	0,29 mm (0,011")
Haute température (*pour la distillation simulée*)	G1531-80620	0,47 mm (0,018")

Tableau 60 Buses pour le FID adaptable

Type de buse	Réf.	D.i. de la buse
Capillaire	19244-80560	0,29 mm (0,011")
Remplie	18710-20119	0,47 mm (0,018")
Remplie grand diamètre (*pour colonnes à fort ressuage*)	18789-80070	0,030-pouce
Haute température (*pour la distillation simulée*)	19244-80620	0,47 mm (0,018")

Votre détecteur est livré avec une buse pour colonne capillaire. Vous devez changer la buse si vous utilisez des colonnes remplies ou si vous réalisez des analyses de distillation simulée. Reportez-vous aux instructions spécifiques section "Remplacement ou nettoyage de la buse".

Réallumage automatique : décalage avec flamme allumée

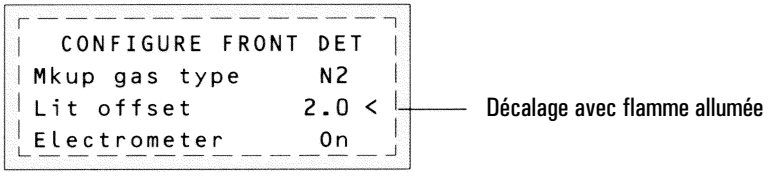
`Lit offset` est la différence entre la sortie prévue du FID selon que la flamme est allumée ou éteinte. Si la sortie tombe au-dessous de cette valeur, le FID essaiera tentera deux réallumages. Si la sortie n'augmente pas d'au moins cette valeur, le détecteur arrête toutes les fonctions à l'exception de la température et du débit de gaz d'appoint.

Le réglage par défaut pour `Lit offset` est de 2,0 picoamps. Il s'agit d'une bonne valeur de travail pour tous les gaz et systèmes, sauf s'ils sont très propres. Vous pouvez changer ce point de consigne si :

- votre détecteur tente un réallumage alors que la flamme est encore allumée, produisant ainsi une fermeture ;
- votre détecteur ne tente pas de réallumage quand la flamme est éteinte.

Procédure : Changement du point de consigne de réallumage automatique

1. [Appuyez sur [Config][Front Det] ou [Config][Back Det].



2. Faites défiler jusqu'à `Lit offset` et entrez un nombre.
La valeur par défaut est de 2,0 pA.
Entrez 0 pour désactiver la fonction de rallumage automatique.
La gamme de points de consigne va de 0 à 99, 9pA.

Electromètre

Le tableau de commandes de configuration du détecteur contient un point de consigne `On/Off` pour `l'électromètre`. Vous n'avez pas à y toucher pendant l'utilisation du FID. Vous ne devez arrêter (off) l'électromètre que pour nettoyer le détecteur.

Attention N'arrêtez pas l'électromètre pendant une analyse. Vous annuleriez la sortie `(Output)` du détecteur.

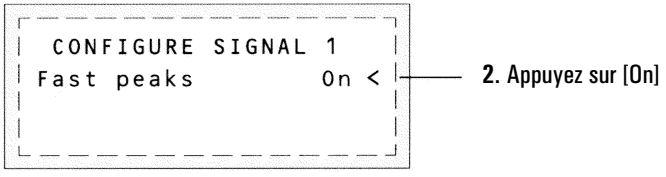
Vitesses des données

La sortie analogique pour le FID peut être présentée avec deux vitesses. La plus rapide permet des largeurs de pic minimum de 0,004 minute, tandis que la vitesse standard permet des largeurs de pic de 0,01 minute.

Procédure : Utilisation de la fonction Fast peaks

Si vous utilisez la fonction *fast peaks*, votre intégrateur doit être suffisamment rapide pour traiter les données provenant du CPG. Une bande passante de 15 Hz est recommandée pour l'intégrateur. Pour utiliser des pics rapides :

1. Appuyez sur [Config][Signal 1] ou [Config][Signal 2]



La sortie numérique vers la ChemStation peut se faire à onze vitesses, allant de 0,1 Hz à 200 Hz, capables de traiter des pics d'une largeur de 0,001 à 2 minutes. Voir "Traitement des signaux".

La fonction fast peaks ne s'applique pas à la sortie numérique.

Fonctionnement du FID

Utilisez les informations du Tableau 61 pour la sélection des températures et des débits. Choisissez une pression d'alimentation minimale à partir de la Figure 74.

Tableau 61 Températures et débits recommandés—FID

Gaz	Gamme de débits (mL/min)	Débit suggéré (mL/min)
Gaz vecteur *(hydrogène, hélium, azote)*		
Colonnes remplies	10 à 60	
Colonnes capillaires	1 à 5	
Gaz du détecteur		
Hydrogène	24 à 60*	40
Air	200 à 600*	450
Colonne plus appoint capillaire *Recommandé : azote* *Alternative : hélium*	10 à 60	50
Température du détecteur		
< 150 °C, la flamme ne s'allumera pas, évite les dommages dus à la condensation La température du détecteur doit être supérieure d'environ 20 °C à la plus haute température de la rampe du four, selon le type de colonne.		
Décalage avec flamme allumée [Config][Front Det] ou [Config][Back Det]		
Si la sortie du détecteur (quand la flamme est allumée) moins la sortie du détecteur (quand la flamme est éteinte) descend au-dessous de cette valeur, le FID tente de rallumer la flamme à deux reprises. Si la sortie n'augmente pas d'au moins cette valeur, le détecteur s'arrête. 2,0 pA est le réglage recommandé. 0,0 pA désactive la fonction de réallumage automatique.		

*Le rapport air-hydrogène doit se situer entre 8 % et 12 % pour que la flamme reste allumée.

Pressions de gaz

Choisissez un débit, déterminez la pression. Fixez une pression de source égale à cette pression plus 10 psi (70 kPa).

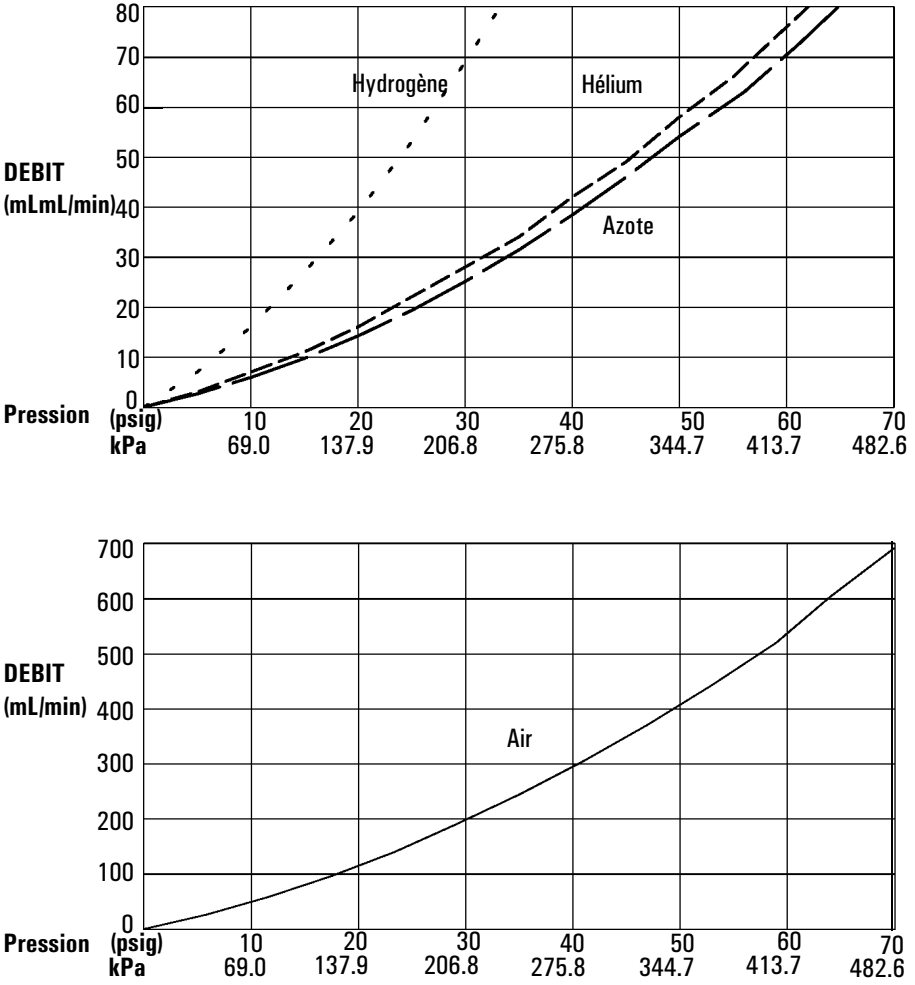
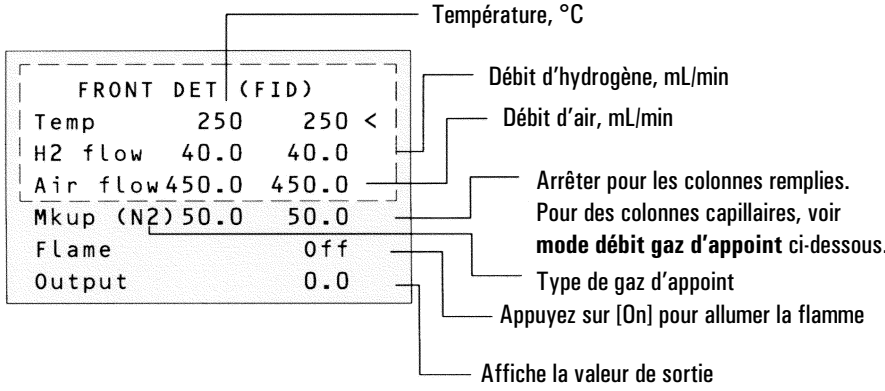


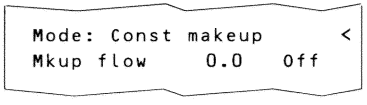
Figure 74 Relations type débit/pression de source pour les gaz de FID *(à 25 °C et 1 atmosphère)*

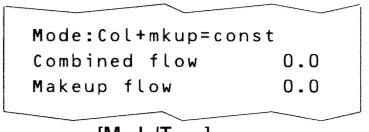
Fonctionnement avec EPC

Appuyez sur [Front Det] ou [Back Det].

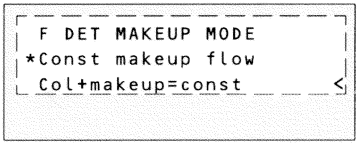


Mode de débit gaz d'appoint :
Si les dimensions de la colonne sont spécifiées, le tableau de commande contient également l'un des éléments suivants :

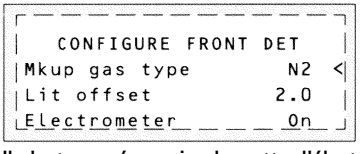




Pour **changer le mode appoint,** faites défiler jusqu'à Mode: et appuyez sur [Mode/Type]. Faites une sélection et entrez les valeurs de débit appropriées.

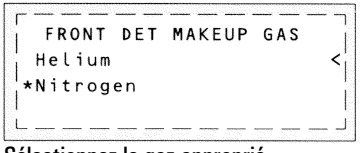


Pour visualiser **makeup gas** ou changer **Lit offset,** appuyez sur [Config][Front Det] ou [Config][Back Det] :



Il n'est pas nécessaire de mettre l'électromètre, sous et hors tension sauf si vous effectuez une procédure de maintenance.

Pour changer **le type makeup gas,** appuyez sur [Mode/Type]:



Sélectionnez le gaz approprié.

Figure 75 Tableau de commandes FID

Procédure : Utilisation du FID

Vérifiez que tous les gaz du détecteur sont connectés, une colonne installée, la buse correcte en place et que le système ne présente aucune fuite. Vérifiez la température du four, la température de l'injecteur et le débit de colonne. Utilisez la Figure 75 pour vous guider.

Avertissement Avant d'ouvrir l'air ou l'hydrogène, vérifiez qu'une colonne est installée ou que le raccord de colonne du FID est bouché. Si de l'air et de l'hydrogène peuvent pénétrer dans le four, il y a un risque d'explosion.

1. Appuyez sur [Front Det] ou [Back Det] pour ouvrir le tableau de commandes FID.
2. Définissez la température du détecteur. Elle doit être supérieure à 150 °C pour que la flamme s'allume.
3. Changez le débit de l'hydrogène, si nécessaire, et appuyez sur [Off].
4. Changez le débit d'air, si nécessaire, et appuyez sur [Off].
5. Si vous utilisez des ***colonnes remplies***, fermez le débit de gaz d'appoint et passez à l'étape 7.
6. Si vous utilisez des ***colonnes capillaires*** :
   a. vérifiez que le type de gaz d'appoint est le même que celui qui est relié à votre instrument (à côté de la ligne `Mkup` du tableau de commandes). Changez le type de gaz si nécessaire ;
   b. si votre colonne capillaire est *définie* et reliée à un injecteur EPC, choisissez un nouveau mode de débit, si vous le souhaitez, et fixez le débit de gaz d'appoint ou le débit combiné ;
   c. si votre colonne capillaire *n'est pas définie* ni reliée à un injecteur sans EPC, fixez un débit de gaz d'appoint. Seul un débit constant est disponible dans ce cas.
7. Faites défiler jusqu'à `Flame` et appuyez sur [On]. Cette manoeuvre ouvre l'air et l'hydrogène et déclenche la séquence d'allumage. Le signal augmente en principe jusqu'à 5 à 20 pA après l'allumage. Vérifiez que la flamme est allumée, en présentant une surface froide et brillante, telle qu'un miroir ou une clé chromée, à la sortie du collecteur. Une condensation soutenue indique que la flamme est allumée.

Raccourci procédure: (suppose que des consignes correctes sont stockées)

1. Tableau de commandes du détecteur.
2. Mettez la Température sur On.
3. Mettez le Gaz d'appoint sur On, si nécessaire.
4. Appuyez sur [Det Control].
5. Appuyez sur [On].

Conditions de vérification et chromatogramme

Ce chapitre contient des exemples type des chromatogrammes d'échantillons de test. Cet exemple peut servir de guide général des performances de l'instrument.

Notez que les volumes d'injection énumérés avec les conditions de fonctionnement n'indiquent pas forcément le volume absolu total injecté. Le volume donné est simplement la graduation (position du piston) lue sur une seringue 10 mL standard. Pour un injecteur chauffé, le volume d'échantillon réel injecté inclura également un supplément de 0,4 à 0,7 μL, représentant le volume d'échantillon évaporé de l'intérieur de l'aiguille de la seringue. Pour l'injecteur en tête de colonne dédié (non chauffé), la position du piston de la seringue reflète plus précisément le vrai volume injecté.

Notez aussi que la procédure et les résultats suivants ne visent qu'à démontrer le bon fonctionnement d'un système d'injection et/ou de détection ; ils ne conviennent pas forcément pour tester un système donné en fonction des limites de spécifications.

Conditions de vérification du FID

Colonne et échantillon

Type	HP-5 30m x 0,3 2mm x 0,2 5μm ré f.19091J-413
Echantillon	Vérification FI 18710-60170
Volume d'injection	1 μl

Injecteur

Température	250 °C pour colonne remplie avec purge ou avec/sans division
	Suivi de la température du four , On-column à froid
	40 °C PTV (voir ci-dessous)
Pression d'injection	25 psi (Pression constante, hélium)

Avec/sans division

Mode	Sans division
Débit de purge	60 mL/min
Temps de purge	0,75 min

PTV

Mode	Sans division
Température de l'injecteur	40 °C
Temps initial	0,1 min
Vitesse 1	720 °C/min
Temp. finale 1	350 °C
Temps final 1	2 min
Vitesse 2	100 °C/min
Temp. finale 2	250 °C
Temps final 2	0 min
Pression d'injection	25 psi (Pression constante)
Temps de purge	0,75 min
Débit de purge	60 mL/min

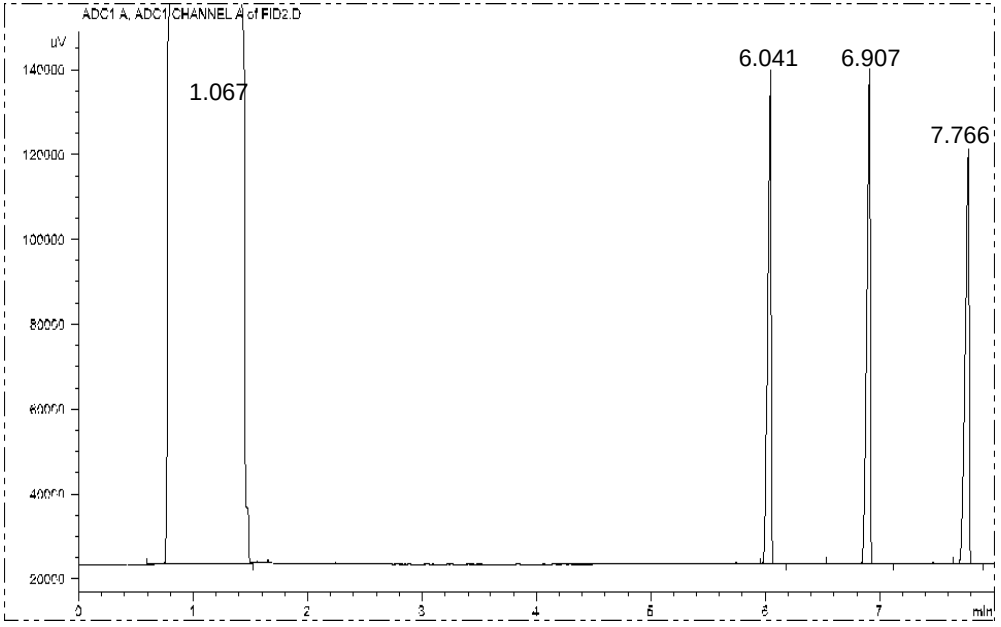
Détecteur

température	300 °C
Débit H2	30 mL/min
Débit d'air	400 mL/min
Dépit d'appoint (N2)	25 mL/min
Décalage	Devrait être < 20 pA

Four

Temp. initiale	40 °C
Temps initial	0 min
Vitesse 1	25 °C/min
Temp. Finale	90 °C
Temps final	0 min
Vitesse 2	15 °C/min
Temp. Finale	170 °C
Temps final	2 min

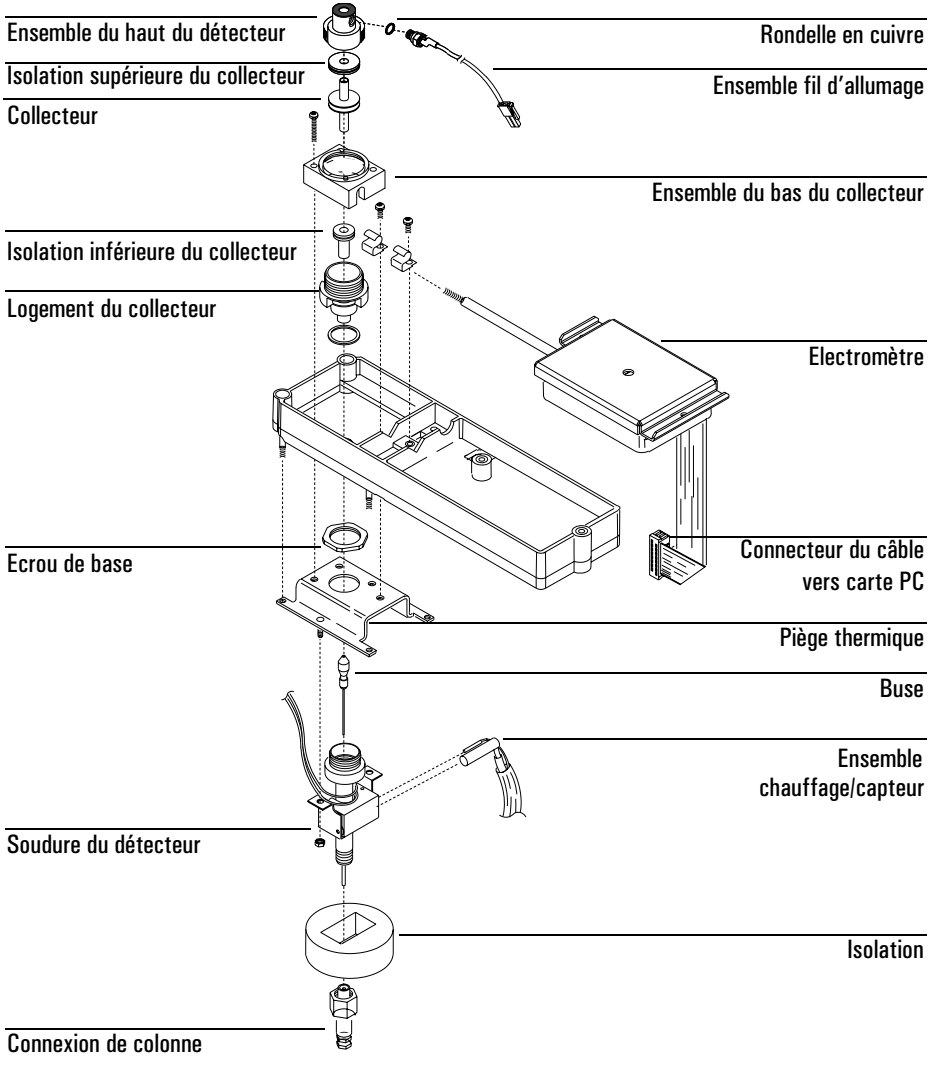
Chromatogramme type de vérification du FID



Vos temps de rétention seront différents mais les pics doivent être symétriques, comme dans cet exemple.

Maintenance d'un détecteur à ionisation de flamme

Avertissement Les détecteurs à ionisation de flamme utilisent de l'hydrogène comme combustible. Si le débit d'hydrogène est ouvert et si aucune colonne n'est connectée au raccord du détecteur, l'hydrogène peut pénétrer dans le four et créer un risque d'explosion. Les raccords du détecteur doivent être en permanence connectés à une colonne ou munis d'un bouchon.



Correction des problèmes matériels du FID

La flamme s'éteint ou ne s'allume pas

- Vérifiez le débit de colonne : il est peut-être trop important. Diminuez le débit ou la pression. Changez pour une colonne plus restrictive (plus longue ou de d.i. moindre). Si vous devez utiliser une colonne de grand diamètre intérieur, arrêtez le débit de colonne suffisamment longtemps pour permettre au FID de s'allumer. Vérifiez si la buse est partiellement ou totalement bouchée.
- Vérifiez que la buse installée convient bien pour votre colonne. Vous trouverez la liste des types de buses à la page 538.
- L'injection de gros volumes de solvant aromatique risque d'éteindre la flamme. Adoptez un solvant non aromatique.
- Le seuil d'allumage est peut-être trop bas ou trop haut. Ajustez-le.

Avertissement Les détecteurs à ionisation de flamme utilisent de l'hydrogène comme combustible. Si le débit d'hydrogène est ouvert et si aucune colonne n'est connectée au raccord du détecteur, l'hydrogène peut pénétrer dans le four et créer un risque d'explosion. Les raccords du détecteur doivent être en permanence connectés à une colonne ou munis d'un bouchon.

Remplacement ou nettoyage de la buse

Les buses doivent être nettoyées ou remplacées périodiquement. Même dans des conditions d'utilisation normales, des dépôts s'accumulent dans la buse (généralement de la silice blanche provenant du ressuage de colonne ou de la suie charbonneuse noire). Ces dépôts réduisent la sensibilité et entraînent du bruit et des pics chromatographiques parasites. Bien que vous puissiez nettoyer la buse, il est plus pratique de la remplacer. Si vous optez pour le nettoyage, attention à ne pas l'endommager.

Vous pouvez aussi être amené à changer la buse quand vous changez de colonnes ou d'analyses. Par exemple, les colonnes remplies et capillaires utilisent des buses différentes. Installez la buse appropriée *avant* de changer la colonne.

Pour changer une buse, vous devez d'abord retirer l'ensemble collecteur du FID. Cette procédure se compose de trois étapes : retrait et inspection de la buse, nettoyage de la buse (en option) et installation de la buse.

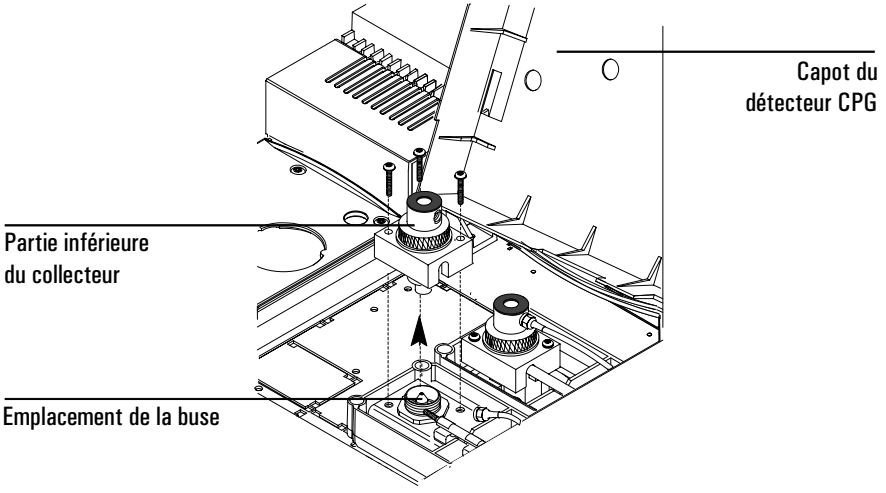
Procédure : Retrait et inspection de la buse

Matériel nécessaire :

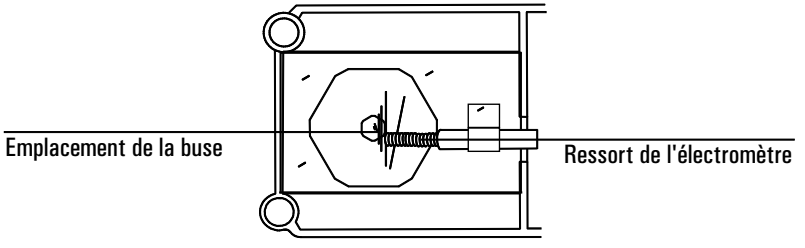
- gants de protection si le détecteur est chaud ;
- tournevis Torx T-20 ;
- clé de 1/4 de pouce ;
- précelles (ou brucelles).

1. Procédez aux étapes préliminaires suivantes:
   - laissez refroidir le détecteur à la température ambiante ;
   - arrêtez le détecteur et coupez les gaz au clavier du CPG ;
   - arrêtez l'électromètre ; appuyez sur [Config] [Front Det] ou [Config] [Back Det] pour accéder au tableau de commandes ;
   - laissez refroidir l'injecteur puis coupez son arrivée de gaz ;
   - laissez refroidir le four, retirez la colonne et bouchez sa connexion. Voir "Colonnes et pièges" ;
   - ouvrez le capot du détecteur du CPG pour accéder au FID.

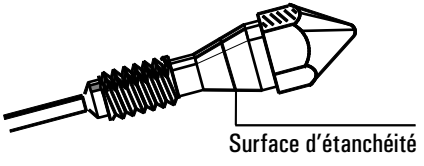
2. Si le détecteur est chaud, mettez des gants. Retirez les trois vis de fixation de l'ensemble du bas du collecteur. Soulevez l'ensemble. L'isolateur peut rester au bas du collecteur.



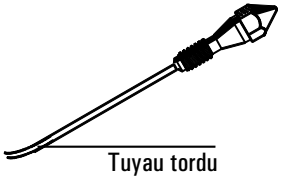
3. A l'aide de la clé, desserrez la buse et sortez-la en tirant bien droit, éventuellement en vous aidant d'une pince.



4. Vérifiez si la surface d'étanchéité de la buse n'est pas rayée. Vous devez observer un cercle délimitant la surface d'étanchéité ; toute autre trace est inacceptable.



5. Vérifiez si la surface d'étanchéité de la buse n'est pas rayée. Examinez la buse par transparence à contre-jour et vérifiez qu'il n'y a pas de contamination ni de débris de colonne. S'il n'y a pas de contamination, le tuyau est clair.



Tuyau tordu

Procédure: Nettoyage de la buse

Il est souvent plus simple de remplacer des buses sales par des neuves plutôt que de les nettoyer, particulièrement en cas de contamination importante.

Prenez garde si vous choisissez de nettoyer une buse à l'aide d'une corde à piano. Ne rayez pas l'intérieur de la buse : cela l'endommagerait. Vous pouvez renoncer à la corde et n'utiliser qu'un bain aqueux.

Matériel nécessaire :

- bain de nettoyage à ultrasons ;
- détergent aqueux ;
- méthanol de qualité CPG dans une bouteille de rinçage en Téflon ;
- kit de nettoyage du détecteur à ionisation de flamme (réf. 9301-0985) ;
- air comprimé ou azote, sec et filtré ;
- précelles ou brucelles.

1. Insérez une corde à piano par le sommet de la buse. Faites un va et vient plusieurs fois jusqu'à ce qu'elle se déplace librement. Attention à ne pas rayer la buse.

2. Procédure de nettoyage avec un détergent aqueux :

   a. remplissez le bain de nettoyage à ultrasons avec un détergent aqueux et placez la buse dans le bain. Nettoyez-la pendant 5 minutes ;

   b. nettoyez l'intérieur de la buse à l'aide d'un fil métallique de nettoyage de buse ;

   c. nettoyez-les à nouveau pendant 5 minutes.
   A partir de ce stade, ne manipulez les pièces qu'avec des précelles (ou des brucelles) !

   d. retirez les pièces du bain et rincez-les complètement avec de l'eau chaude puis avec un peu de méthanol ;

   e. séchez la buse à l'aide d'air ou d'azote comprimé, puis laissez-la sécher à l'air sur une serviette en papier.

Procédure : Installation de la buse

Attention Ne serrez pas excessivement la buse ! Vous risqueriez de déformer et d'endommager définitivement la buse, la base du détecteur, ou les deux.

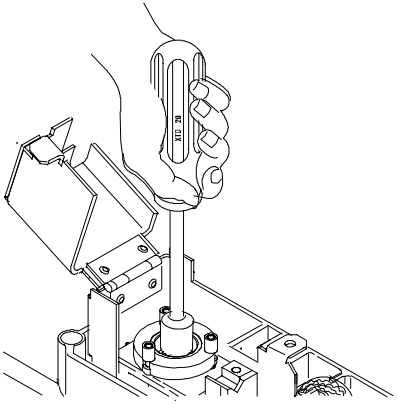
Attention Ne manipulez la buse propre ou neuve qu'avec des précelles !

Matériel nécessaire :

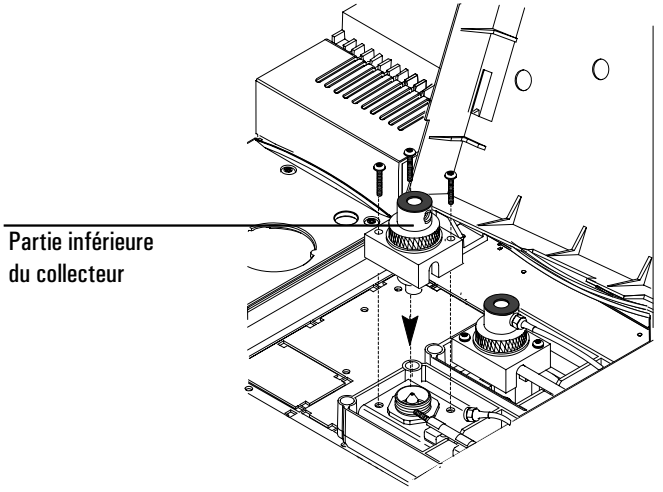
- gants de protection si le détecteur est chaud ;
- précelles ;
- clé de 1/4 de pouce ;
- tournevis Torx T-20.

Voir la page 538 pour les tableaux des types de buses.

1. Insérez la buse et serrez avec le guide-écrou.



2. Remettez en place l'ensemble collecteur. Serrez ses trois vis de fixation.



3. Réinstallez la colonne sur le détecteur. Vous pouvez à présent rétablir les conditions de fonctionnement normales.

Nettoyage du collecteur

Le collecteur doit être nettoyé périodiquement pour enlever les dépôts (généralement constitués de silice blanche provenant du ressuage de colonne ou de suie charbonneuse noire). Ces dépôts réduisent la sensibilité et causent du bruit et des pics chromatographiques parasites.

La procédure de nettoyage présentée ici vous conseille d'utiliser un bain à ultrasons pour nettoyer le collecteur et les autres pièces du détecteur. Toutefois, si le collecteur n'est pas très sale, il suffit de le gratter avec une brosse en nylon puis de chasser les particules avec de l'air comprimé ou de l'azote.

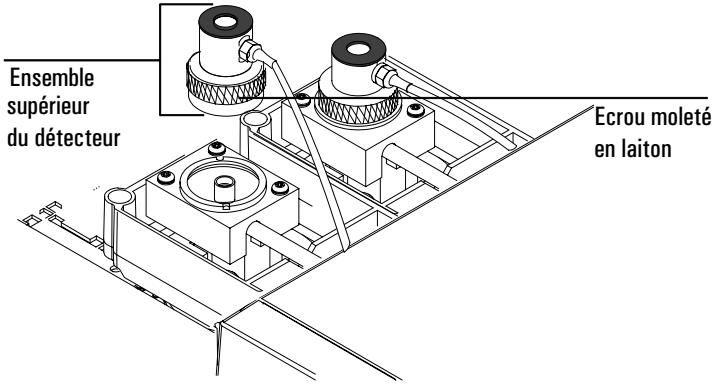
Cette procédure se compose de trois étapes : retrait du collecteur, nettoyage du collecteur et remontage du détecteur.

Procédure : Retrait du collecteur

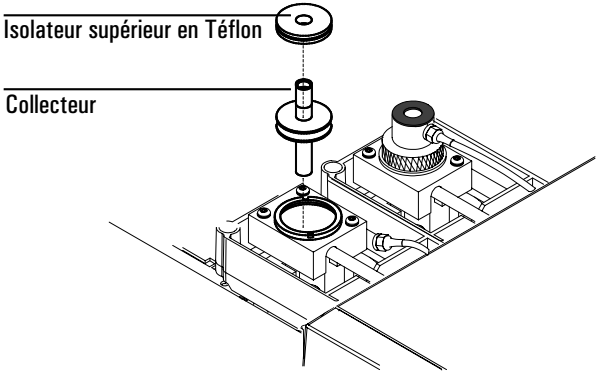
Matériel nécessaire :

- tournevis Torx T-20 ;
- clé de 1/4 de pouce ;
- précelles ou brucelles ;
- gants si le détecteur est chaud.

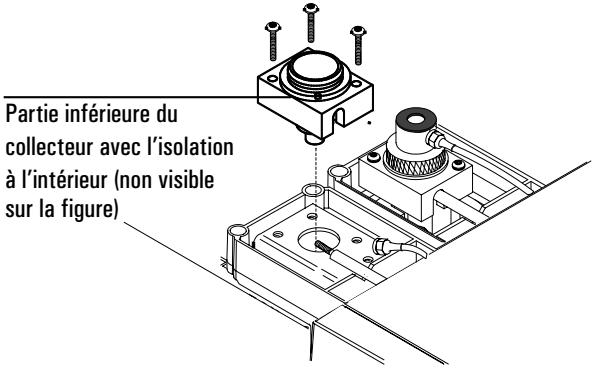
1. Procédez aux étapes préliminaires suivantes:
   - laissez refroidir le détecteur à la température ambiante ;
   - quand le détecteur est froid, coupez la zone de température et les gaz au clavier du CPG ;
   - arrêtez l'électromètre ; sa commande se trouve dans le tableau Config Det. Appuyez sur [Config] [Front Det] or [Config] [Back Det] pour accéder au tableau de commandes ;
   - ouvrez le capot du détecteur du CPG pour accéder au FID.
2. Si le détecteur est chaud, mettez des gants. Desserrez l'écrou en laiton moleté. Soulevez verticalement l'ensemble supérieur. L'isolateur supérieur en Téflon risque de coller au bas de l'ensemble. Retirez l'isolateur.



3. Retirez le collecteur vers le haut. L'isolateur supérieur peut être solidaire du collecteur. Vous devrez peut-être utiliser les brucelles pour le saisir.



4. Retirez les trois vis de maintien de l'ensemble du bas du collecteur. Soulevez l'ensemble. Retirez l'isolateur inférieur de l'ensemble du bas. Vous devrez peut-être utiliser les précelles pour le saisir.



Procédure : Nettoyage du collecteur

Matériel nécessaire :

- bain de nettoyage à ultrasons ;
- détergent aqueux ;
- méthanol de qualité CPG dans une bouteille de rinçage en Téflon ;
- kit de nettoyage du détecteur à ionisation de flamme (réf. 9301-0985) ;
- air comprimé ou azote, sec et filtré ;
- précelles ou brucelles.

Procédure de nettoyage :

1. remplissez le bain de nettoyage à ultrasons avec un détergent aqueux et plongez-y les deux isolateurs et le collecteur. Nettoyez-les pendant 5 minutes ;
2. nettoyez chaque pièce avec les brosses en nylon ;
3. nettoyez-les à nouveau pendant 5 minutes.
   A partir de ce stade, ne manipulez les pièces qu'avec des précelles ou des brucelles !
4. retirez les pièces du bain et rincez-les complètement avec de l'eau chaude puis avec un peu de méthanol ;
5. mettez les pièces à sécher à l'air sur une serviette en papier.

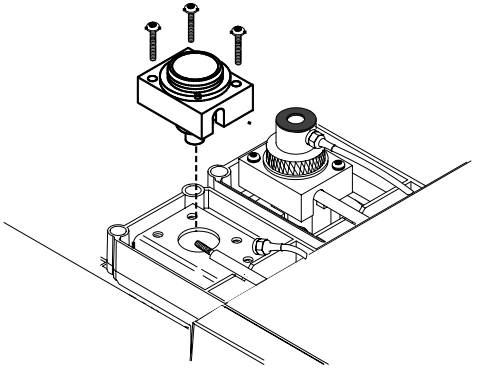
Procédure : Réassemblage du détecteur

Attention Ne manipulez le collecteur et les isolateurs propres qu'avec des précelles (ou des brucelles) !

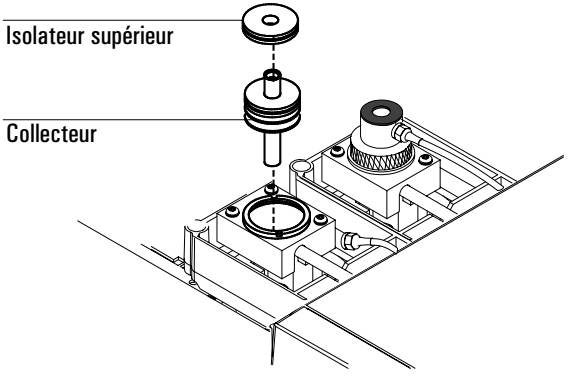
Matériel nécessaire :

- précelles ou brucelles ;
- tournevis Torx T-20.

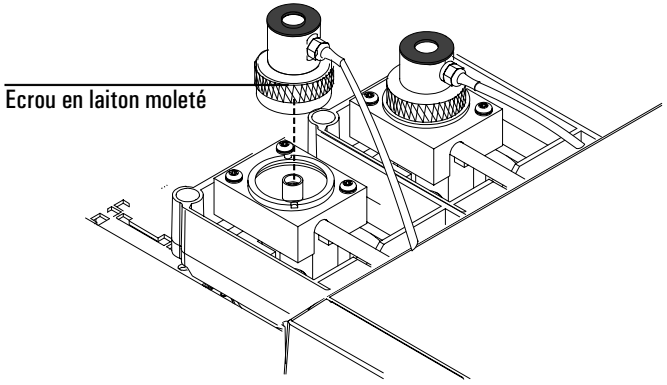
1. Insérez l'isolateur inférieur dans l'ensemble collecteur inférieur. Installez ce dernier et serrez les trois vis.



2. Remettez en place le collecteur et installez l'isolateur supérieur en Téflon.



3. Installez l'ensemble collecteur supérieur et serrez l'écrou moleté avec les doigts.



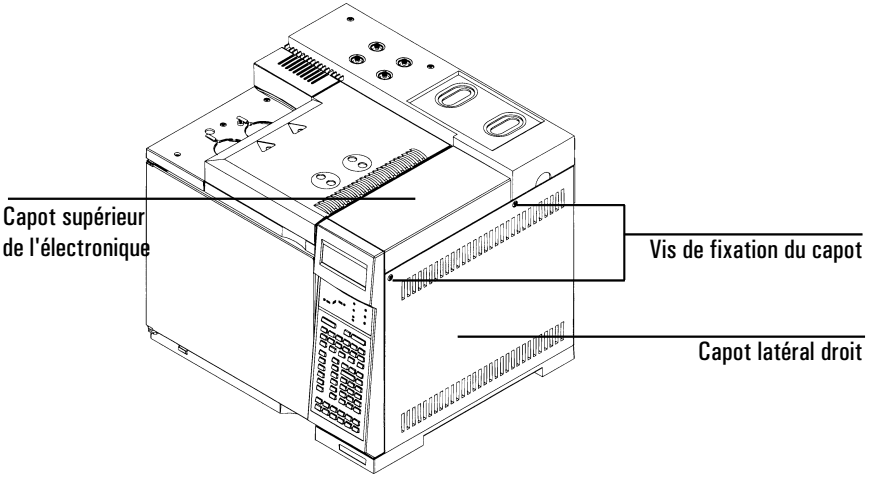
4. Fermez le capot du détecteur du CPG. Vous pouvez à présent rétablir les conditions de fonctionnement normales.

Procédure: Remplacement du câble de briquet d'allumage du FID

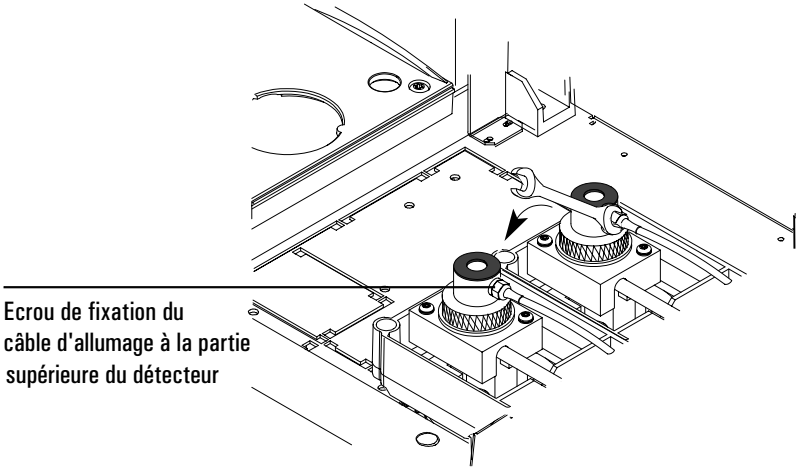
Matériel nécessaire :

- clé de 5/16 de pouce ;
- tournevis Torx T-20 ;
- bracelet antistatique ;
- nouvel ensemble de fil d'allumage (réf. G1531-60680).

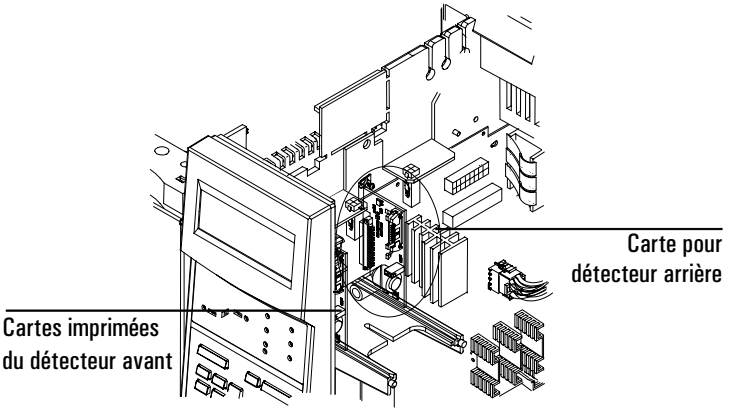
1. Procédez aux étapes préliminaires suivantes :
   - laissez le détecteur refroidir à la température ambiante. Arrêtez le CPG ;
   - soulevez le capot du détecteur du CPG pour accéder au FID ;
   - retirez le capot supérieur de la partie électronique.
2. Retirez les deux vis de fixation du capot latéral droit et retirez le capot.



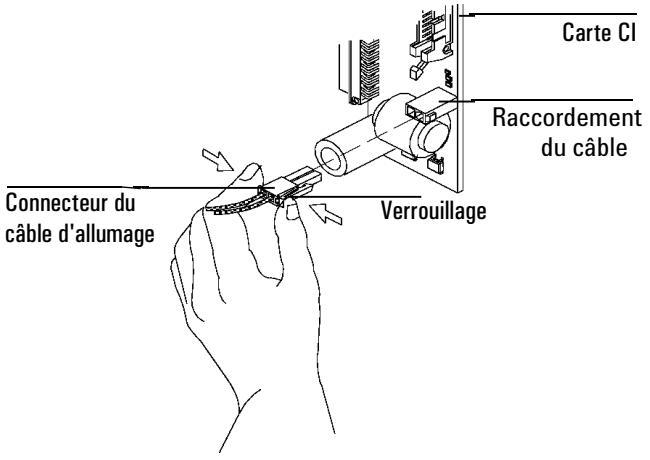
3. A l'aide de la clé, desserrez le fil d'allumage de l'ensemble du haut du détecteur. Déconnectez le fil complètement. Ne perdez pas la rondelle en cuivre qui se trouve entre l'ensemble du haut et le raccord du fil d'allumage.



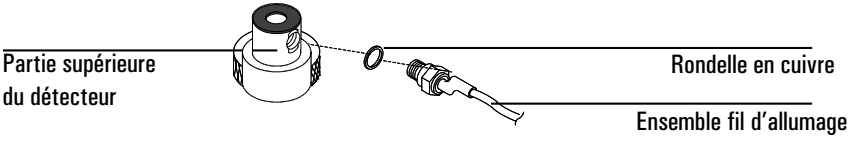
4. L'autre extrémité du fil d'allumage est connectée à la carte du détecteur. A l'aide de la figure ci-dessous, repérez la carte. Munissez-vous d'un bracelet antistatique et reliez-le à une masse correcte.



5. Pour déconnecter le câble, pressez les verrous de chaque côté et retirez-le doucement. Branchez le nouveau câble d'allumage en exerçant une pression sur le verrou et en glissant le connecteur dans la fente.



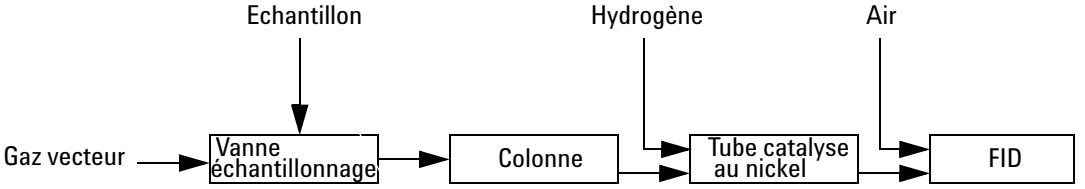
6. Placez la rondelle en cuivre sur l'autre extrémité du câble d'allumage. Raccordez l'autre extrémité du câble d'allumage à l'ensemble du haut du détecteur et serrez la vis à la main jusqu'à ce qu'elle soit bien ajustée. Utilisez le tournevis pour la serrer fermement.



7. Remettez en place le capot latéral droit et les deux vis. Remettez en place le capot supérieur de la partie électronique.
8. Mettez le CPG sous tension et rétablissez les conditions de fonctionnement normales.

Le tube catalytique au nickel

Le tube catalyseur en nickel, réf. G2747A, est utilisé pour l'analyse de traces de CO et de CO_2 à l'aide d'un détecteur à ionisation de flamme. L'échantillon de gaz est séparé sur la colonne et passe sur le catalyseur chaud en présence d'hydrogène ; le CO et le CO_2 sont alors convertis en CH_4.



Débits de gaz

Pour une installation FID standard :

Gaz	Débit de gaz, mL/min
Vecteur (hélium)	30
Hydrogène FID	30 (voir Attention)
Air FID	400

Pour une installation TCD/FID en série :

Gaz	Débit de gaz, mL/min
Vecteur (hélium)	30
Débit de commutation TCD	25
Hydrogène FID	45 (voir Attention)
Air FID	500

Attention

Le débit d'hydrogène est régulé en pression, la chute de pression au niveau du FID étant connue. Le tube catalyseur en nickel augmente la chute de pression de sorte que l'étalonnage n'est plus valide. Vous devez mesurer le débit d'hydrogène à l'aide d'un débitmètre à bulle ou équivalent. Pour plus de détails, voir "Procédure : Mesure des débits de gaz avec un débitmètre à bulle".

Le catalyseur en nickel ne doit pas être exposé à l'air, cela l'endommagerait.

Température

Le tube catalyseur en nickel est généralement monté en position d'injecteur arrière et régulé en température en fonction du point de consigne de température de l'injecteur arrière. Pour la plupart des analyses, fixez les températures suivantes :

- tube catalyseur en nickel 375 °C ;
- FID 400 °C.

Remplacement du remplissage du catalyseur

Le catalyseur en nickel peut être endommagé s'il est exposé à l'air ou s'il est souillé par des impuretés contenues dans les échantillons ou les gaz. Si ses performances se dégradent sérieusement, remplacez le remplissage du tube catalyseur.

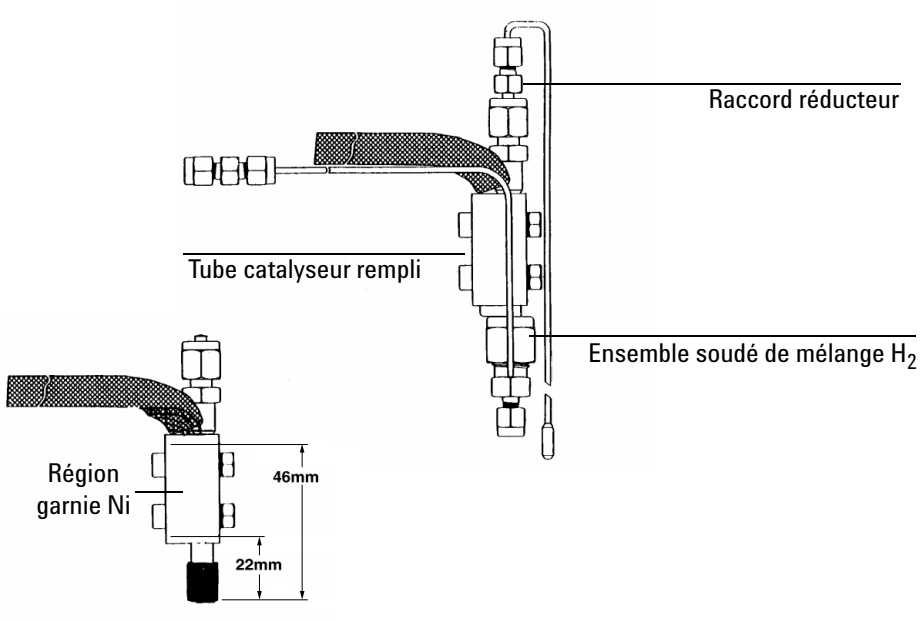
Avertissement L'hydrogène (H2) est inflammable et crée des risques d'explosion s'il est mélangé à de l'air en espace confiné (par exemple, dans le four). Avant toute intervention sur l'instrument, coupez toujours l'alimentation en H2 à la source.

Avertissement L'oxyde de nickel et certains oxydes de silicium sont considérés comme cancérigènes pour l'homme. Effectuez toutes les opérations sous une hotte de laboratoire et portez à tout moment des gants de coton. Nettoyez la paillasse à l'aide d'un aspirateur de type HEPA en évitant de soulever les poussières. Si vous renversez de la poudre de catalyseur, alertez le service sécurité de votre établissement.

Avertissement Pour vous protéger contre les dermatoses, lavez-vous les bras et les mains avec de l'eau et du savon après manipulation du catalyseur. ll est recommandé de porter des manches longues lors des manipulations et des opérations de nettoyage. En l'absence de manches longues, des gants longs feront l'affaire.

Attention N'oubliez pas de lire la fiche de données de sécurité fournie avec le catalyseur avant d'appliquer cette procédure.

1. Mettez hors tension les zones de chauffage de l'injecteur arrière. Mettez hors tension tous les chauffages. Quand le tube catalyseur atteint la température ambiante, mettez le CPG hors tension et déconnectez le cordon d'alimentation. Evacuez l'hydrogène et le gaz vecteur résiduels.
2. Retirez les trois vis de fixation du couvercle qui se trouvent au-dessus du tube catalyseur (NCT).Retirez le couvercle et l'isolation autour du NCT.
3. De l'intérieur, desserrez les deux vis de fixation de l'isolation thermique de la buse. Retirez le réchauffeur et l'isolation.
4. Utilisez deux clés pour déconnecter la soudure de l'arrivée de H_2 de la base du tube catalyseur. Attention à ne pas exercer de contrainte sur le tube de 1/16 de pouce. L'adaptateur pourrait être endommagé.



5. A l'aide de deux clés, retirez le raccord réducteur situé au-dessus du tube catalyseur.
6. Retirez délicatement le tube catalyseur de la zone d'injection. Les deux extrémités du tube sont à présent accessibles.
7. Utilisez un crochet pour retirer le bouchon de laine de verre du tube. Assurez-vous qu'il ne reste pas de laine de verre dans le tube.
8. Videz l'ancien catalyseur du tube (il peut être nécessaire d'utiliser un outil pointu pour le fragmenter). Assurez-vous qu'il ne reste rien dans le tube.
9. Utilisez un bâtonnet pour repousser le bouchon de laine supérieur hors du tube.
10. Nettoyez complètement l'intérieur du tube avec du méthanol. N'utilisez pas d'outil métallique pointu à l'intérieur du tube. Un coton-tige utilisé avec précaution assure un bon nettoyage. Séchez le tube.
11. La figure précédente donne les dimensions du tube pour un remplissage correct. S'il y a du catalyseur en dehors de la zone chauffée, une asymétrie marquée des pics de CO peut être observée.

    Fabriquez une jauge de profondeur simple avec un bâtonnet de bois, une tige ou un tube quelconque. Utilisez de la bande adhésive ou de la peinture pour repérer le bâtonnet à 46 mm de l'extrémité inférieure et à 2 2mm de cette même extrémité.
12. Faites une boule de laine de verre de la taille d'un pois. Enfoncez-la dans le tube à partir de l'extrémité de 1/4 de pouce et mettez-la bien en place. Mesurez la profondeur du bouchon de laine de verre à l'aide de la jauge. Il doit être à 46 mm de l'extrémité du tube. Rajoutez de la laine de verre en cas de besoin. Pour les mesures, mieux vaut comprimer légèrement le bouchon de laine de verre.
13. Retournez le tube catalyseur et ajoutez doucement le catalyseur. Tapotez doucement le tube pour aider le catalyseur à se placer. Quand le niveau du catalyseur est à 22 mm de l'extrémité, cessez d'ajouter du catalyseur. N'écrasez PAS le catalyseur en remplissant le tube ou en mesurant la profondeur.

14. Ajoutez un bouchon de laine de verre pour remplir la partie restante du tube jusqu'à 5 mm de l'extrémité. Durant l'installation, ce bouchon doit être légèrement comprimé.

Attention Avant d'installer le tube catalyseur dans le four, essuyez-le soigneusement pour éliminer toute trace de catalyseur.

15. Pour le remontage, procédez aux étapes 1 à 6 dans l'ordre inverse. Vérifiez que l'isolation est soigneusement réinstallée autour du tube avant de remettre en place le couvercle de l'injecteur et l'isolation thermique.
16. Vérifiez que la nouvelle installation ne fuit pas.

Avertissement L'hydrogène (H_2) est inflammable et crée des risques d'explosion s'il est mélangé à de l'air en espace confiné (par exemple, dans le four).

17. Ouvrez l'alimentation en gaz vecteur et en hydrogène. Laissez-les s'écouler pendant 15 minutes.
18. Chauffez le catalyseur en nickel à 375 °C et maintenez-le à cette température pendant 30 minutes. L'accessoire est alors prêt à l'emploi.

23 Le détecteur à conductivité thermique (TCD)

Informations générales

Régulation des gaz du TCD

Conditions qui empêchent le détecteur de fonctionner

Passivation du filament

Gaz vecteur, gaz de référence et gaz d'appoint

Polarité négative

Recherche d'hydrogène

Fonctionnement du TCD

Pressions de gaz

Fonctionnement du TCD

Procédure : Utilisation du TCD

Conditions de vérification et chromatogramme

Conditions de vérification du TCD

Chromatogramme de vérification type du TCD

Maintenance d'un détecteur à conductivité thermique (TCD)

Correction des problèmes de performances du TCD

Procédure : Nettoyage thermique

Le détecteur à conductivité thermique (TCD)

Informations générales

Le TCD compare les conductivités thermiques des deux débits de gaz : gaz vecteur pur (appelé aussi gaz de référence) et gaz vecteur plus composants d'échantillon (appelé aussi effluent).

Ce détecteur contient un filament chauffé électriquement qui le rend plus chaud que le corps du détecteur. La température du filament demeure constante pendant que les débits alternés de gaz de référence et d'effluent le traversent. Lorsqu'on ajoute de l'échantillon, l'alimentation électrique nécessaire pour garder constante la température du filament change. Les deux débits de gaz sont commutés sur le filament cinq fois par seconde et les différences d'alimentation électrique sont mesurées et enregistrées.

Lorsque le gaz vecteur est de l'hélium (ou de l'hydrogène), l'échantillon provoque la chute de la conductivité thermique. Avec de l'azote, la conductivité thermique monte généralement, parce que la plupart des matières sont plus conductrices que l'azote.

Comme le TCD ne détruit pas l'échantillon pendant le processus de détection, ce détecteur peut être connecté en série à un détecteur à ionisation de flamme ou à un autre type de détecteur.

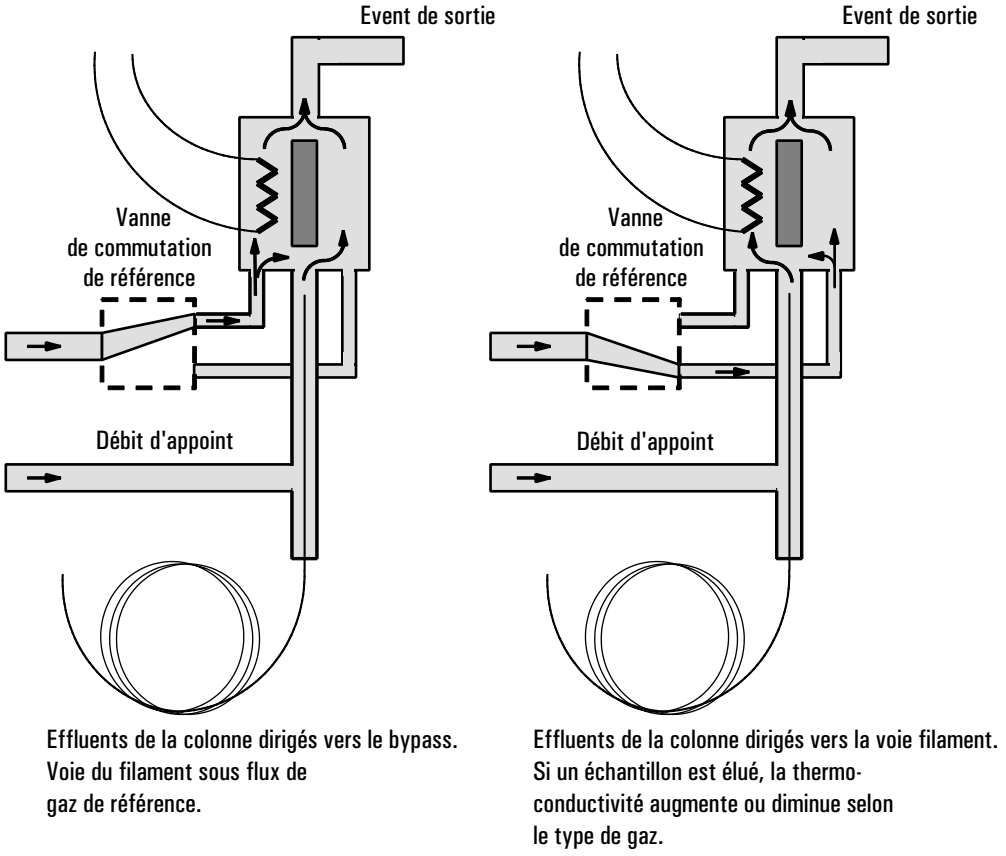


Figure 76. TCD — Schéma de principe

Régulation des gaz du TCD

Figure 77 Illustration du circuit gazeux d'un TCD.

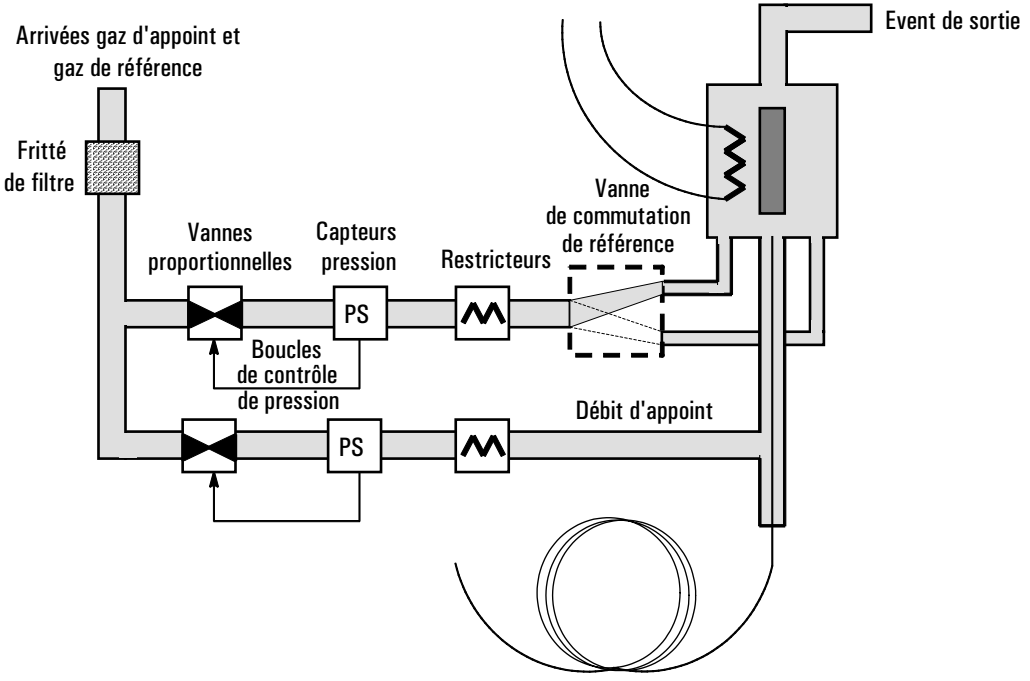


Figure 77. Régulation des gaz du TCD

Conditions qui empêchent le détecteur de fonctionner

- Température réglée au-dessous de 150 °C
- Filament coupé ou en court-circuit
- Débit du gaz de référence réglé sur 0

Passivation du filament

Le filament en tungstène-rhénium du TCD a été traité chimiquement pour résister aux attaques de l'oxygène. Toutefois, des composés chimiquement actifs, tels que des acides et des composés halogénés, peuvent attaquer le filament. Le symptôme immédiat est un changement permanent de la sensibilité du détecteur consécutif à une modification de la résistance du filament.

Dans la mesure du possible, il convient d'éviter d'utiliser ces composés. Si ce n'est pas possible, il se peut que vous ayez à remplacer fréquemment le filament.

Gaz vecteur, gaz de référence et gaz d'appoint

Le gaz de référence et le gaz d'appoint doivent être le même que le gaz vecteur et le type de gaz doit être défini dans les tableaux de commande de l'injecteur et du détecteur.

Avec des colonnes remplies, nous recommandons un petit débit de gaz d'appoint (2 à 3 ml/min) pour obtenir les meilleures formes de pic.

Pour sélectionner un débit de référence pour colonnes capillaires ou remplies, aidez vous de la Figure 78. Tout rapport dans la limite de ± 0,25 de celui de la figure, convient.

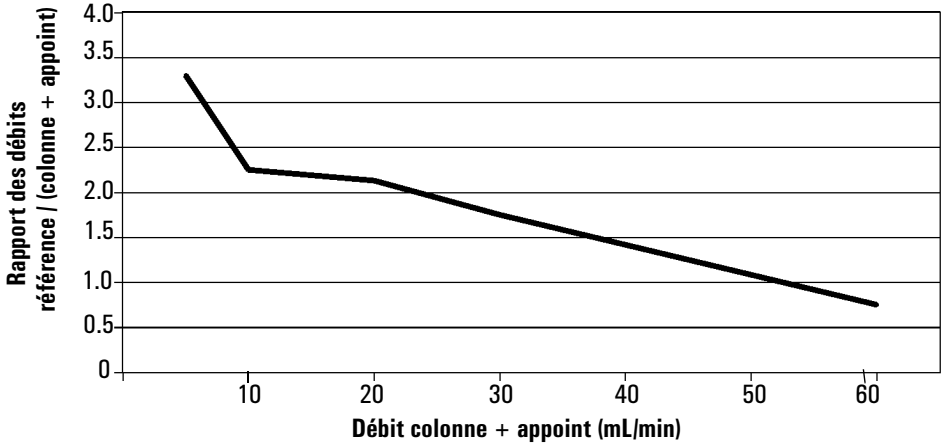


Figure 78. Sélection du débit de gaz de référence

Polarité négative

Les composants d'échantillon avec des conductivités thermiques supérieures à celles du gaz vecteur produisent des pics négatifs. Par exemple, l'hélium ou l'hydrogène forment un pic négatif avec de l'azote ou de l'argon-méthane comme gaz vecteur.

En réglant `Neg polarity sur ON`, vous inversez le pic afin que l'intégrateur ou la ChemStation puisse le mesurer. `Neg polarity` peut être une entrée de table d'événements ; voir"Programmation dans l'analyse".

Recherche d'hydrogène

L'hydrogène est le seul élément dont la conductivité thermique soit supérieure à l'hélium, et des mélanges de petites quantités d'hydrogène (< 20 %) dans l'hélium à des températures modérées affichent des conductivités thermiques inférieures à celles de l'un ou l'autre des composants seuls. Si vous recherchez de l'hydrogène avec de l'hélium comme gaz vecteur, un pic d'hydrogène peut apparaître positif, négatif, ou divisé.

Il existe deux solutions à ce problème :

- utiliser de l'azote ou de l'argon-méthane comme gaz vecteur. Cela élimine les problèmes inhérents à l'utilisation de l'hélium comme vecteur, mais réduit la sensibilité pour des composants autres que de l'hydrogène ;
- utiliser le détecteur à des températures supérieures : de 200 °C à 300 °C.

Vous pouvez trouver la bonne température de fonctionnement du détecteur en analysant une gamme connue de concentrations d'hydrogène, en augmentant la température de fonctionnement jusqu'à ce que le pic d'hydrogène présente une forme normale et soit toujours dans la même direction (négative par rapport à la réponse normale à de l'air ou du propane), indépendamment de la concentration. Cette température assure également une haute sensibilité et une gamme dynamique linéaire.

Comme les pics d'hydrogène sont négatifs, vous devez activer la polarité négative aux moments appropriés, afin que le pic apparaisse positif.

Fonctionnement du TCD

Utilisez les informations du Tableau 62 pour la sélection des températures et des débits pour le TCD. La Figure 79 permet de déterminer les pressions de source minimales. Avec un détecteur EPC, vous devez ajouter 10psi (69 kPa) à la pression de source du graphique.

Tableau 62.Débits et températures recommandés

Type de gaz	Gamme de débits
Gaz vecteur (hydrogène, hélium,azote)	Remplie, 10 à 60 mL/min Capillaire, 1 à 5 mL/min
Référence (même type de gaz que le vecteur)	15 à 60 mL/min Voir Figure 79 pour sélectionner une valeur.
Appoint du capillaire (même type de gaz que le vecteur)	5 à 15 mL/min - colonnes capillaires 2 à 3 mL/min - colonnes remplies
Température du détecteur	
< 150 °C, le filament ne peut être allumé La température du détecteur doit être supérieure de 30 °C à 50 °C à la plus haute température de rampe du four.	

Pressions de gaz

Choisissez un débit, déterminez la pression. Fixez une pression de source égale à cette pression plus 10 psi (70 kPa).

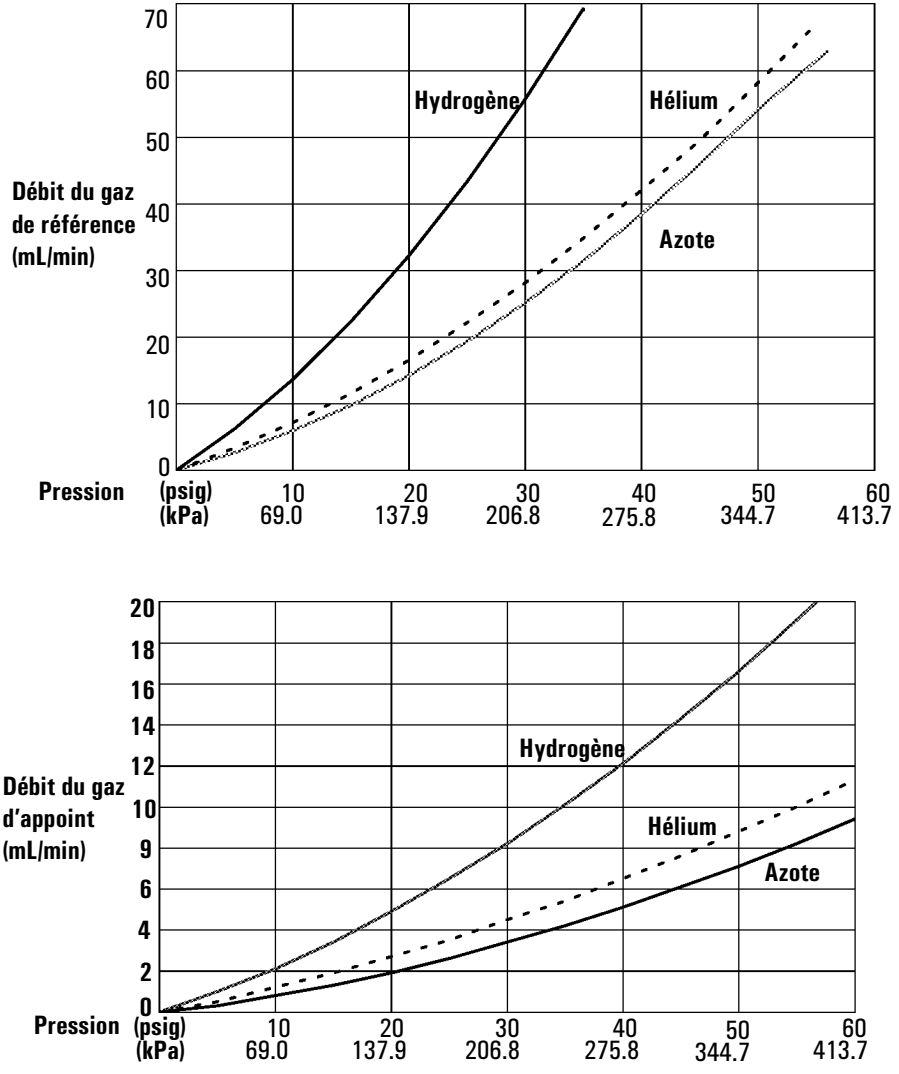
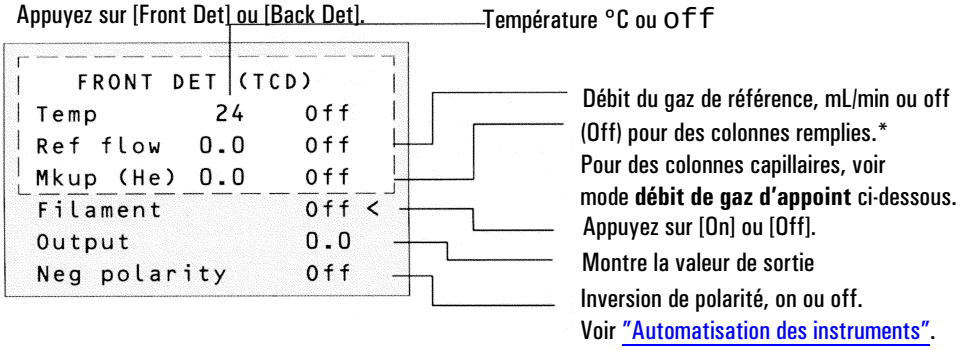


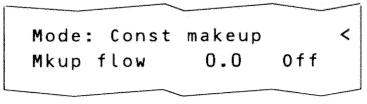
Figure 79. Relations pression/débit pour les gaz d'appoint et de référence (à 25 °C et une pression de 1 atmosphère)

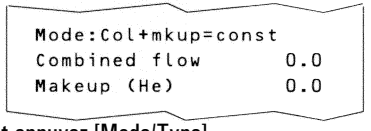
Fonctionnement du TCD



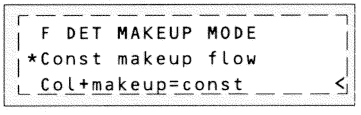
Mode de débit gaz d'appoint :

Si configuré pour des colonnes capillaires, votre tableau de commandes contiendra aussi l'un d'eux :

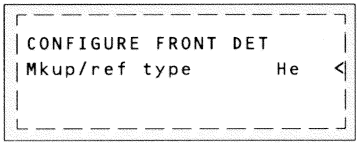




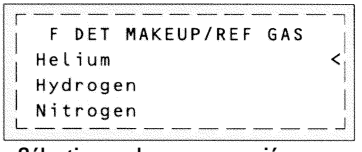
Pour **changer le mode d'appoint**, faites défiler jusqu'à Mode: et appuyez [Mode/Type].
Faites une sélection et entrez les valeurs de débit appropriées.



Pour **visualiser le gaz d'appoint/référence,** appuyez sur [Config][Front Det] ou [Config][Back Det]:



Pour **changer le gaz d'appoint/référence,** appuyez sur [Mode/Type]:



Sélectionnez le gaz approprié.

* Un débit de gaz d'appoint de 2 à 3 mL/min améliore la forme des pics.

Figure 80. Tableau de commande du TCD

Procédure : Utilisation du TCD

Cette procédure suppose que les gaz du détecteur sont connectés, le système étanche et une colonne installée. Avant d'utiliser le détecteur, réglez la température du four, de l'injecteur et le débit d'injecteur/colonne.

1. Appuyez sur [Front Det] ou [Back Det] pour ouvrir le tableau de commandes du détecteur.
2. Définissez la température du détecteur. Ne dépassez pas la température maximum autorisée pour la colonne parce qu'une partie de celle-ci passe au travers du bloc chauffé et dans la cellule.
3. Vérifiez que le type de gaz est le même que celui qui est relié à votre instrument (à côté de la ligne `Mkup` du tableau de commandes). Changez le type de gaz si nécessaire (voir "Débit de gaz d'appoint").

Attention Les circuits électroniques du détecteur dépendent de la configuration du type de gaz correct.

4. Définissez le débit du gaz de référence.
5. Si vous utilisez des ***colonnes remplies***, coupez l'alimentation en gaz d'appoint (ou procédez à l'étape 6 et fixez un débit de 2 à 3 mL/min, voir "Gaz vecteur, gaz de référence et gaz d'appoint") et procédez à l'étape 7.
6. Si vous utilisez des ***colonnes capillaires*** :
   a. si votre colonne est *définie* et utilisée avec un injecteur EPC, choisissez un nouveau mode de débit ("Débit de gaz d'appoint") si vous le souhaitez, et réglez le débit du gaz d'appoint ou combiné ;
   b. si votre colonne est connectée à un injecteur sans EPC, entrez un débit de gaz d'appoint. Seul un débit constant est disponible dans ce cas.
7. Activez le filament. Laissez-lui environ 30 minutes pour qu'il se stabilise thermiquement. Un délai plus long sera peut-être nécessaire pour la sensibilité la plus haute.
8. Si nécessaire, mettez `Negative polarity` sur [On] pour inverser les pics de sens négatif. Quand un échantillon contient des composants donnant des pics de sens positif et negatif, `Neg polarity`, peut être activé (on) et désactivé (off) pendant une analyse comme un événement de table d'événements.

Raccourci procédure :
(suppose que vos points de consigne sont stockés)

1. Ouvrez le tableau de commandes du détecteur.
2. Température sur On.
3. Gaz d'appoint sur On, si nécessaire.
4. Appuyez sur [Det Control].
5. Appuyez sur [On]

Conditions de vérification et chromatogramme

Ce chapitre contient des exemples types des chromatogrammes d'échantillons de test. Cet exemple peut servir de guide général des performances de l'instrument.

Notez que les volumes d'injection énumérés avec les conditions de fonctionnement n'indiquent pas forcément le volume absolu total injecté. Le volume donné est simplement la graduation (position du piston) lue sur une seringue 10 µL standard. Pour un injecteur chauffé, le volume d'échantillon réel injecté inclura également un supplément de 0,4 à 0,7 µL, représentant le volume d'échantillon évaporé de l'intérieur de l'aiguille de la seringue. Pour l'injecteur en tête de colonne dédié (non chauffé), la position du piston de la seringue reflète plus précisément le vrai volume injecté.

Notez aussi que la procédure et les résultats suivants ne visent qu'à démontrer le bon fonctionnement d'un système d'injection et/ou de détection ; ils ne conviennent pas forcément pour tester un système donné en fonction des limites de spécifications.

Conditions de vérification du TCD

Colonne et échantillon

Type	HP 5 30m × 0,32mm × 0,25 µm Réf. 19091J-413
Echantillon	Vérification FI 18710-60170
Volume d'injection	1 µl

Injecteur

Température	250 °C pour colonne remplie avec purge ou avec/sans division
	Suivi de la température du four, à froid en tête de colonne
	40 °C PTV (voir ci-dessous)
Pression d'injection	25 psi (pression constante pour des injecteurs EPC, hélium)

Avec/sans division

Mode	Sans division
Débit de purge	60 mL/min
Temps de purge	0,75 min

Injecteur, suite

PTV

Mode	Sans division
Température de l'injecteur	40 °C
Temps initial	0,1 min
Vitesse 1	720 °C/min
Temp. finale 1	350 °C
Temps final 1	2 min
Vitesse 2	100 °C/min
Temp. finale 2	250 °C
Temps final 2	0 min
Pression d'injection	25 psi (pression constante pour injecteurs PTV)
Temps de purge	0,75 min
Débit de purge	60 ml/min

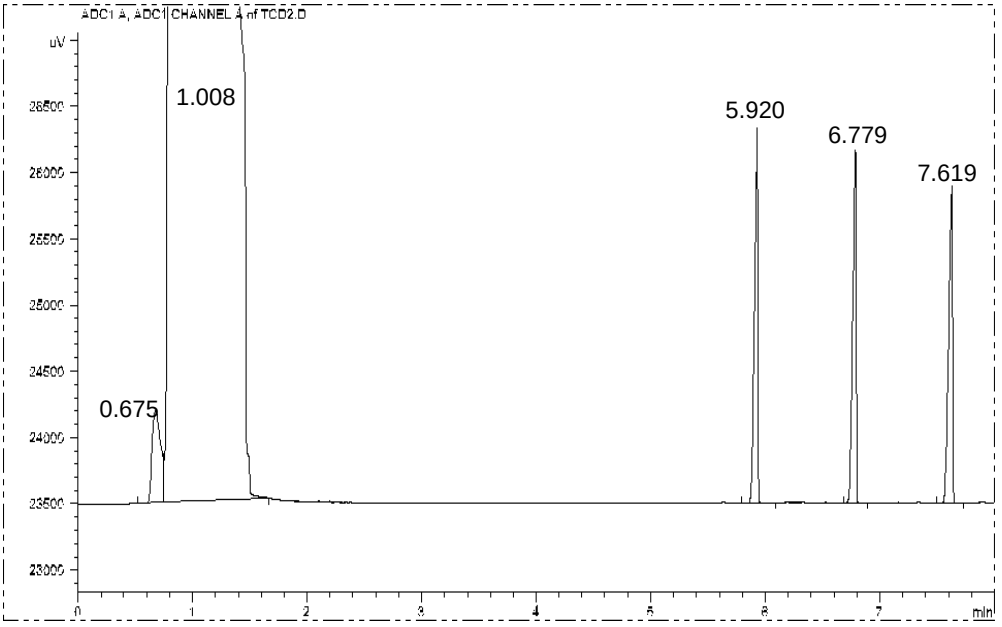
Détecteur

Température	300 °C
Débit de référence (He)	30 ml/min
Débit de gaz d'appoint (He)	2 mL/min
Décalage	Doit être < 30 coups

Four

Temp. initiale	40 °C
Temps initial	0 min
Vitesse 1	25 °C/min
Temp. Finale	90 °C
Temps final	0 min
Vitesse 2	15 °C/min
Temp. Finale	170 °C
Temps final	2 min

Chromatogramme de vérification type du TCD



Vos temps de rétention seront différents mais les pics doivent ressembler à ceux de cet exemple.

Maintenance d'un détecteur à conductivité thermique (TCD)

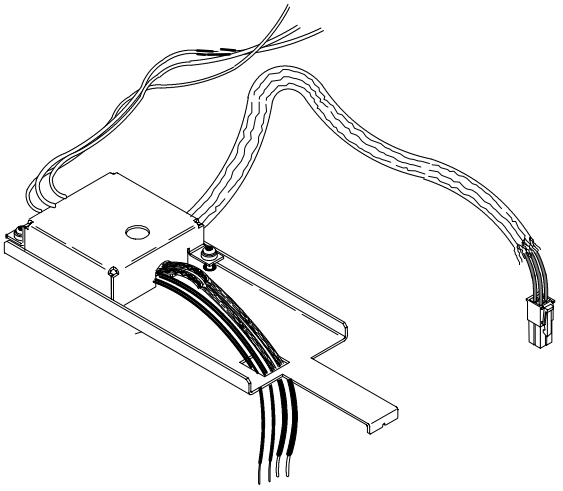


Figure 81. Le TCD

Correction des problèmes de performances du TCD

Si le TCD affiche des problèmes tels qu'une ligne de base fluctuante, un niveau de bruit accru, ou des changements dans la réponse d'un chromatogramme de vérification, il est probablement contaminé par des particules provenant d'un ressuage de colonne ou d'échantillons sales.

Le nettoyage du TCD s'effectue selon un procédé appelé "nettoyage thermique". Avant le nettoyage thermique, vous devez vous assurer que les composants des lignes de gaz sont étanches et exempts de contaminants.

Attention Le conditionnement du détecteur en présence d'une fuite d'air importante risque de détruire le filament.

Procédure : Nettoyage thermique

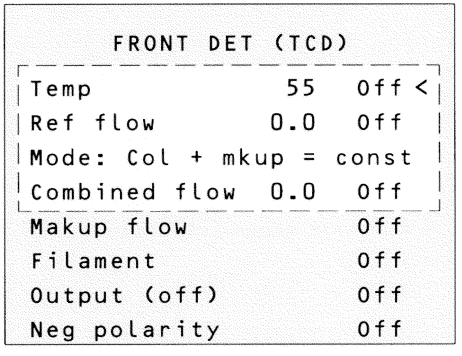
La seule procédure de maintenance courante nécessaire sur le TCD est le nettoyage thermique.

Le TCD peut être contaminé par des particules provenant d'un ressuage de colonne ou d'échantillons sales. Une ligne de base fluctuante, un niveau de bruit accru, ou des changements dans la réponse d'un chromatogramme de vérification indiquent une contamination.

Le nettoyage thermique est également connu sous le nom de **conditionnement**. Avant de procéder au nettoyage thermique, vous devez vous assurer que les composants des lignes de gaz sont étanches et exempts de contaminants.

Attention Vous devez arrêter le TCD et boucher le raccord de colonne du détecteur pour empêcher que de l'oxygène pénétrant dans le détecteur ne détériore le filament de manière irréparable.

1. Arrêtez le détecteur.
2. Retirez la colonne du détecteur et bouchez son raccord.
3. Réglez le débit de gaz de référence entre 20 et 30 mL/min. Réglez la température du détecteur à 400 °C.



4. Laissez le nettoyage thermique se poursuivre pendant plusieurs heures. Ensuite, laissez refroidir le système pour lui permettre de revenir à des températures de fonctionnement normales.

24 Le détecteur azote phosphore (NPD)

Informations générales

Configuration logicielle

Régulation des gaz du NPD

Conditions qui empêchent le NPD de fonctionner

Pureté des gaz

L'élément actif

Réglage du décalage (offset)
Interruption de adjust offset
Arrêt du détecteur
Réglage d'adjust offset sur la table d'événements (clock table)
Temps de stabilisation
Procédure : Changement du temps de stabilisation
Fermeture de l'hydrogène pendant un pic de solvant
Fermeture du débit d'hydrogène entre les analyses
Tension de l'élément actif
Allongement de la vie de l'élément actif

Programmation de la température

Electromètre

Vitesse des données
Procédure : Définition de la vitesse des données pour le NPD

Buses et collecteurs

Fonctionnement du NPD

Pressions de gaz

Utilisation avec EPC

Procédure : Utilisation du NPD

Conditions de vérification et chromatogramme

Conditions de vérification du NPD

Chromatogramme de vérification type du NPD

Le détecteur azote/phosphore (NPD)

Vue éclatée des pièces composant le NPD

Correction des problèmes matériels du NPD

Procédure : Remplacement de l'ensemble élément actif

Procédure : Nettoyage du détecteur et du collecteur ; changement des isolants et des joints

Remplacement ou nettoyage de la buse

Procédure : Retrait et inspection de la buse

Procédure: Nettoyage de la buse

Procédure : Remplacement de la buse et réassemblage du détecteur

Le détecteur azote phosphore (NPD)

Informations générales

Le NPD fait passer l'échantillon et le gaz vecteur par un plasma d'hydrogène/air. Une source céramique chauffée, appelée élément actif, se trouve juste au-dessus de la buse. Le faible rapport d'hydrogène/air ne peut pas soutenir une flamme, minimisant l'ionisation des hydrocarbures, tandis que les ions d'alcali sur la surface de l'élément actif facilitent l'ionisation des composés organiques d'azote ou de phosphore. Le courant de sortie est proportionnel au nombre d'ions collectés. Il est détecté par un électromètre, converti sous forme numérique et envoyé à une unité de sortie.

Configuration logicielle

On suppose que les microprogrammes/logiciels suivants sont install és:

Produit	Révision du logiciel/microprogramme
CPG 6890	A.03.03 ou ultérieure
ChemStation Agilent pour CPG	A.05.02 ou ultérieure
ChemStation Agilent pour MSD	G1701AA ou ultérieure

L'utilisation de révisions de logiciels/microprogrammes antérieures à celle du tableau réduirait la durée de vie de l'élément actif. Pour la mise à jour, contactez Agilent.

Régulation des gaz du NPD

La Figure 82 illustre le diagramme des débits du NPD.

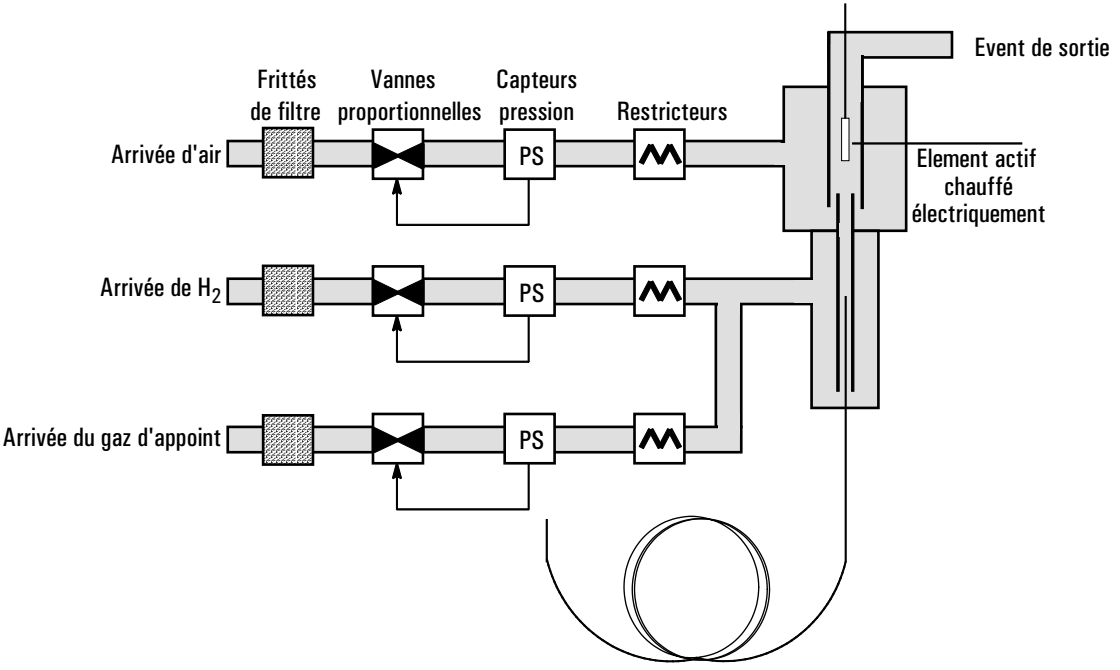


Figure 82. Régulation des gaz du NPD

Conditions qui empêchent le NPD de fonctionner

- Les points de consigne d'hydrogène et d'air sont réglés sur 0.
- Si la température du détecteur est au-dessous de 150 °C ou si le four est arrêté (off), le processus `Adjust offset` ne démarrera pas.

Pureté des gaz

Du fait de sa sensibilité élevée, le NPD doit être alimenté en gaz très pur. Nous recommandons d'installer des pièges à humidité et à composés organiques sur les circuits de gaz vecteur et de tous les gaz de détecteur, notamment l'hydrogène, l'air et les gaz d'appoint du détecteur.

L'élément actif

Deux éléments actifs sont disponibles:

Couleur de l'élément actif	Réf.	Avantages	Inconvénients
Blanc	G1530-60570	Standard	Traîne des pics de phosphore
Noir	5183-2007	Durable, pas de traîne des pics de phosphore	Sensibilité à l'azote inférieure, environ 40 %

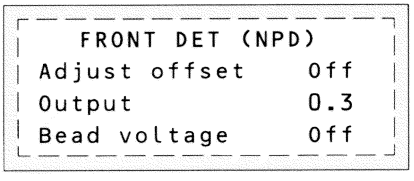
Trois points de consigne sont liés à l'élément actif : `Adjust offset`, `Bead voltage` et `Equib time`.

Réglage du décalage (offset)

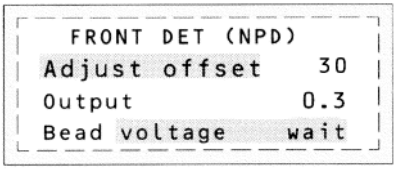
Si vous entrez une valeur ici ou si vous appuyez sur [On] pour utiliser la valeur stockée, le débit du gaz de détecteur s'ouvre, l'élément actif chauffe et la tension de l'élément actif évolue jusqu'à ce que la `sortie` soit stable et égale à la valeur entrée. Le processus `Adjust offset` comporte cinq phases.

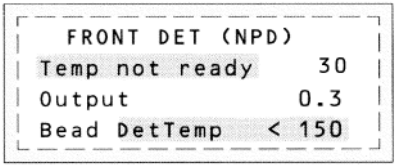
Détecteur off. Lorsque le détecteur est hors tension, `Adjust offset` et `Bead voltage` sont `désactivés` et la valeur initiale `Output` est affichée.

Appuyez sur [Front Det] [Det Control] ou [Back Det] [Det control].

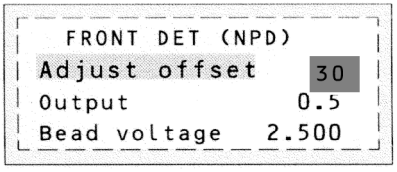


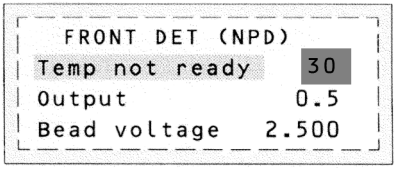
Détecteur on : température du détecteur inférieure à 150 °C. Lorsque vous entrez une valeur `Adjust offset` ou que vous appuyez sur [On], les débits de gaz de détecteur sont coupés et les messages suivants clignotent :



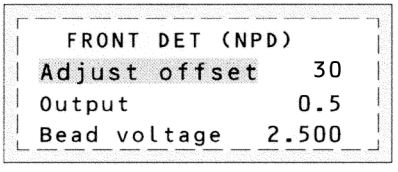


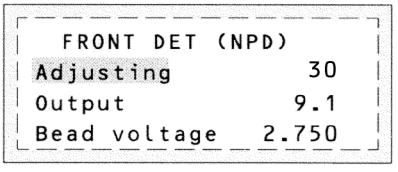
Détecteur on : attente pour que le four et/ou le détecteur atteignent le point de consigne de température et se stabilisent. Lorsque la température du détecteur dépasse 150 °C, les débits d'hydrogène et d'air sont ouverts et l'élément actif commence à chauffer tandis que le four et le détecteur atteignent leur point de consigne et se stabilisent. L'affichage suivant clignote :



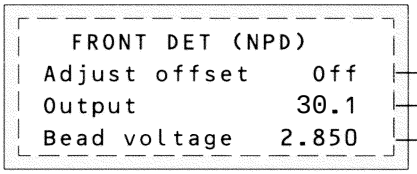


Détecteur on : pendant adjust offset et le temps de stabilisation. Lorsque les températures du détecteur et du four atteignent leurs points de consigne et se stabilisent, le processus `Adjust offset` commence. La tension de l'élément actif augmente jusqu'à ce que la sortie s'approche de la valeur `Adjust offset`. La phase de stabilisation (voir "Temps de stabilisation") commence. L'affichage clignote.





Détecteur on et ready (actif et prêt). Une fois la valeur `Adjust offset` atteinte et le temps de stabilisation écoulé, la ligne `Adjust offset` est `Off`. Votre détecteur est actif et prêt.



Interruption de adjust offset

Le curseur étant sur la ligne `Adjust offset`, appuyez sur [Delete]. Cela annule l'ajustement sans couper les gaz du détecteur et la tension de l'élément actif. Ceci est utile pour démarrer une analyse avant que le temps de stabilisation de l'élément ne soit écoulé.

Arrêt du détecteur

Attention Si vous mettez `Adjust offset` sur [Off] à un moment quelconque, la tension de l'élément actif, l'hydrogène et les débits d'air sont tous coupés.

Réglage d'adjust offset sur la table d'événements (clock table)

Vous pouvez utiliser la fonction de programmation sur 24 heures (Clock table) pour déclencher `Adjust offset` à un temps spécifié. Vous trouverez plus de détails à la section "Programmation d'événements sur 24 heures".

Attention Il n'est pas recommandé de procéder à un `Adjust offset` entre deux analyses. Avant que le four n'atteigne son point de consigne initial et que le système ne soit thermiquement stable, un ressuage de colonne et une traîne de pic résiduel risquent de masquer une ligne de base par ailleurs stable. Cela peut provoquer une perte de temps entre des analyses.

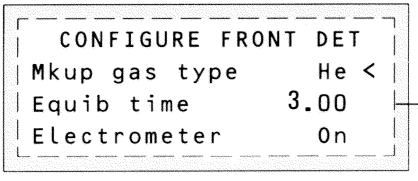
Temps de stabilisation

Le temps de stabilisation commence à courir lorsque la valeur `Output` s'approche de la valeur `Adjust offset`. Au cours de la stabilisation, la valeur `Output` est mesurée et comparée à la valeur `Adjust offset`. Si la valeur `Output` reste proche de la valeur `Adjust offset` pendant tout le temps de la stabilisation, le détecteur passe à l'état prêt. Cependant, si `Output` atteint une valeur trop élevée ou trop basse au cours de la stabilisation, le processus de réglage du décalage (adjust offset) continue et celui du temps de stabilisation (equilibration time) recommence.

Nous recommandons d'utiliser un temps de stabilisation de 0,0 minute et le processus `Adjust offset` automatique. Pour certains éléments actifs, le processus automatique n'est pas adapté. Pour cela, nous suggérons de commencer à 2,0 V et d'augmenter progressivement la tension de l'élément actif, par incréments de 10 mV, jusqu'à ce que vous atteigniez le décalage désiré.

Procédure : Changement du temps de stabilisation

1. Appuyez sur [Config][Front Det] ou [Config][Back Det]:



2. Entrez une valeur (en minutes). De longues durées de stabilisation réduisent la durée de vie de l'élément actif

Fermeture de l'hydrogène pendant un pic de solvant

Lors de l'utilisation du NPD, la ligne de base dérive après un pic de solvant et peut demander un certain temps pour se stabiliser, en particulier dans le cas de solvants chlorés . Pour réduire au minimum cet effet, fermez le débit d' hydrogène pendant le pic de solvant et rouvrez-le quand le solvant élue. Cette technique permet à la ligne de base de retrouver sa valeur d'origine en moins de 30 secondes. Cela prolonge également la vie de l'élément actif. L'hydrogène peut être ouvert et fermé automatiquement dans le cadre d'un tableau d'analyse. Voir "Programmation dans l'analyse".

Fermeture du débit d'hydrogène entre les analyses

Pour prolonger la vie de l'élément actif, fermez le débit d'hydrogène entre les analyses. Laissez les autres débits ouverts et laissez le chauffage du détecteur sous tension. Ouvrez le débit d'hydrogène pour l'analyse suivante : l'élément actif s'allume presque immédiatement. Ce processus peut être automatisé à l'aide des entrées des tableaux d'analyse.

Tension de l'élément actif

`Bead voltage` correspond à la tension utilisée pour chauffer l'élément actif. Il peut s'agir d'une valeur dépendant de la valeur `Adjust offset` ou d'une valeur entrée en tant que point de consigne.

On n'utilise pas Equib time quand on entre un point de consigne de tension d'`élément actif`, de sorte que l'on ne peut pas estimer la stabilité de la ligne de base. Utilisez le point de consigne `Bead voltage` lorsque le démarrage automatique ne fonctionne pas.

`Bead voltage` est également utile pour réaliser de petits réglages entre les analyses. Si vous constatez une dérive de la ligne de base, vous pouvez entrer une petite modification ponctuelle pour compenser la dérive sans avoir à attendre que le temps `Equib time` expire.

Les tensions typiques de la nouvelle gamme d'éléments actifs sont comprises entre 2,5 et 3 , 7V. Les tensions plus élevées réduisent la durée de vie de l'élément actif.

Allongement de la vie de l'élément actif

- Utilisez la valeur Adjust offset ou Bead voltage la plus basse possible.
- Analysez des échantillons propres.
- Mettez l'élément actif hors tension lorsqu'il n'est pas utilisé.
- Maintenez le détecteur à une température élevée (de 320 à 335 °C).
- Fermez le débit d'hydrogène pendant les pics de solvant et entre les analyses.
- Si votre NPD est inactif (`Off`) pendant longtemps dans un environnement très humide, de l'eau risque de s'accumuler dans votre détecteur. Pour la faire évaporer :
  a. fixez la température du détecteur à 1 0 0°C et maintenez cette température pendant 30 minutes ;
  b. fixez la température du détecteur à 1 5 0°C et maintenez cette température pendant 30 minutes.

Programmation de la température

Le NPD est sensible aux débits. Si vous utilisez un programme de température (la résistance au flux de la colonne varie avec la température), configurez les instruments comme suit :

- réglez le gaz vecteur en mode `Constant flow`. Réglez le débit de gaz d'appoint du détecteur EPC sur `Const makeup` ;
- si vous décidez de travailler en mode pression constante, le gaz d'appoint doit être réglé en mode `Col+mkup=const mode.`

Electromètre

Le tableau de commande Configure Detector contient un point de consigne `On/Off` pour le `l'électromètre`. Il n'est pas nécessaire de mettre l'électromètre en marche et de l'arrêter pendant que vous utilisez votre NPD.

Attention N'arrêtez pas l'électromètre pendant une analyse. Cela désactive la `sortie` du détecteur.

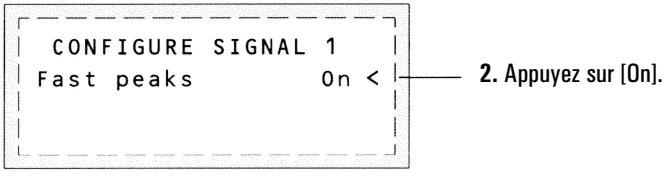
Vitesse des données

La sortie analogique pour le NPD peut être délivrée à deux vitesses. La plus rapide permet des largeurs de pic minimum de 0,004 minute, tandis que la vitesse standard permet des largeurs de pic de 0,01 minute.

Procédure : Définition de la vitesse des données pour le NPD

Si vous utilisez la fonction *Fast peaks*, votre intégrateur doit être suffisamment rapide pour traiter les données provenant du CPG. La largeur de bande de l'intégrateur doit être d'au moins 15 Hz. Pour utiliser des pics rapides :

1. Appuyez sur [Config][Signal 1] ou [Config][Signal 2].



La sortie numérique vers la ChemStation peut se faire à 11 vitesses, allant de 0,1 Hz à 200 Hz, capable de traiter des pics d'une largeur de 0,001 à 2 minutes. Voir "Traitement des signaux".

La fonction *fast peaks* ne s'applique pas à la sortie numérique.

Buses et collecteurs

Le NPD *optimisé pour capillaire* n'est utilisé qu'avec des colonnes capillaires. Il est livré avec la buse et le collecteur standard.

Tableau 63. Buses et collecteurs pour le NPD optimisé pour capillaire

Type	Réf.	d.i.	A utiliser avec
Buse standard	G1531-80560	0,29 mm	N'importe quel collecteur
Buse étendue (en option)	G1534-80580		N'importe quel collecteur
Collecteur standard	G1534-20530	7 mm	
Collecteur de petit d.i. (en option)	G1534-20660	5 mm	

Le NPD *adaptable* convient pour une utilisation avec des colonnes remplies mais peut être adapté pour fonctionner avec des colonnes capillaires. Il est livré avec la buse pour colonnes capillaires et le collecteur standard. Pour utiliser des colonnes remplies, vous devez remplacer la buse. Reportez-vous aux instructions de la section "Remplacement ou nettoyage de la buse".

Tableau 64. Buses et collecteurs pour le NPD adaptable

Type	Réf.	d.i.	A utiliser avec
Buse pour colonne capillaire	19244-80560	0,29 mm	N'importe quel collecteur
Buse étendue	G1534-80590		N'importe quel collecteur
Collecteur standard	G1534-20530	7 mm	
Collecteur de petit d.i.	G1534-20660	5 mm	

Les buses étendues, utilisées avec les collecteurs de petit d.i., réduisent l'exposition de l'échantillon au métal chaud et l'asymétrie des pics de certains composés très polaires.

Fonctionnement du NPD

Utilisez les informations du Tableau 65 pour la sélection des températures et des débits. Choisissez une pression de source minimale à partir de la Figure 83. Vous devez ajouter 10 psi (69 kPa) à la pression de source sur le graphique.

Tableau 65. Débits, températures et informations relatives à l'élément actif

Type de gaz	Débit recommandé
Gaz vecteur *(hélium, hydrogène*, azote)*	*Capillaire*, choisissez le débit optimal en fonction des dimensions de la colonne.
Gaz du détecteur	
Hydrogène	3,0 mL/min (débit maximum = 5 mL/min)
Air	60 mL/min
Appoint du capillaire *(hélium,** azote)*	Azote : 5 à 10 mL/min Hélium : moins de 5 mL/min
Température (Par défaut : 250 °C ; plage : de l'ambiante à 400 °C) < 150 °C, le processus `Adjust offset` ne commence pas. La température recommandée est comprise entre 325 et 335°C. La température du détecteur doit être supérieure à la plus haute température de rampe du four. Avec des températures du détecteur plus hautes, l'élément actif nécessite moins de tension de chauffage.	
La valeur **Adjust offset** par défaut est de 30 pA, la gamme suggérée de 30 à 40 pA, et la gamme admissible de 10 à 99 pA. ≥ 50 pA augmente la sensibilité mais raccourcit la vie de l'élément actif. Des valeurs plus basses réduisent la sensibilité et prolongent la vie de l'élément actif, mais si elles sont trop basses, il en résultera une altération du solvant. Une fois Adjust offset sur on, laissez de 20 à 60 minutes au détecteur pour qu'il passe à l'état prêt.	
Equib time (Par défaut : 5 minutes ; plage : 0 à 999,9 minutes) Le temps recommandé est de 0, 0minute.	
Bead voltage (0 à 4,095 V) Utilisé pour effectuer de petits réglages ou pour activer manuellement l'élément actif. Fixez un temps Equib time = 0,0 et réglez la tension Bead voltage sur 2,0. Augmentez la tension par incrément de 0,01 V jusqu'à ce que l'élément actif s'allume.	

Pressions de gaz

Choisissez un débit, déterminez la pression. Fixez une pression de source égale à cette pression plus 10 psi (70 kPa).

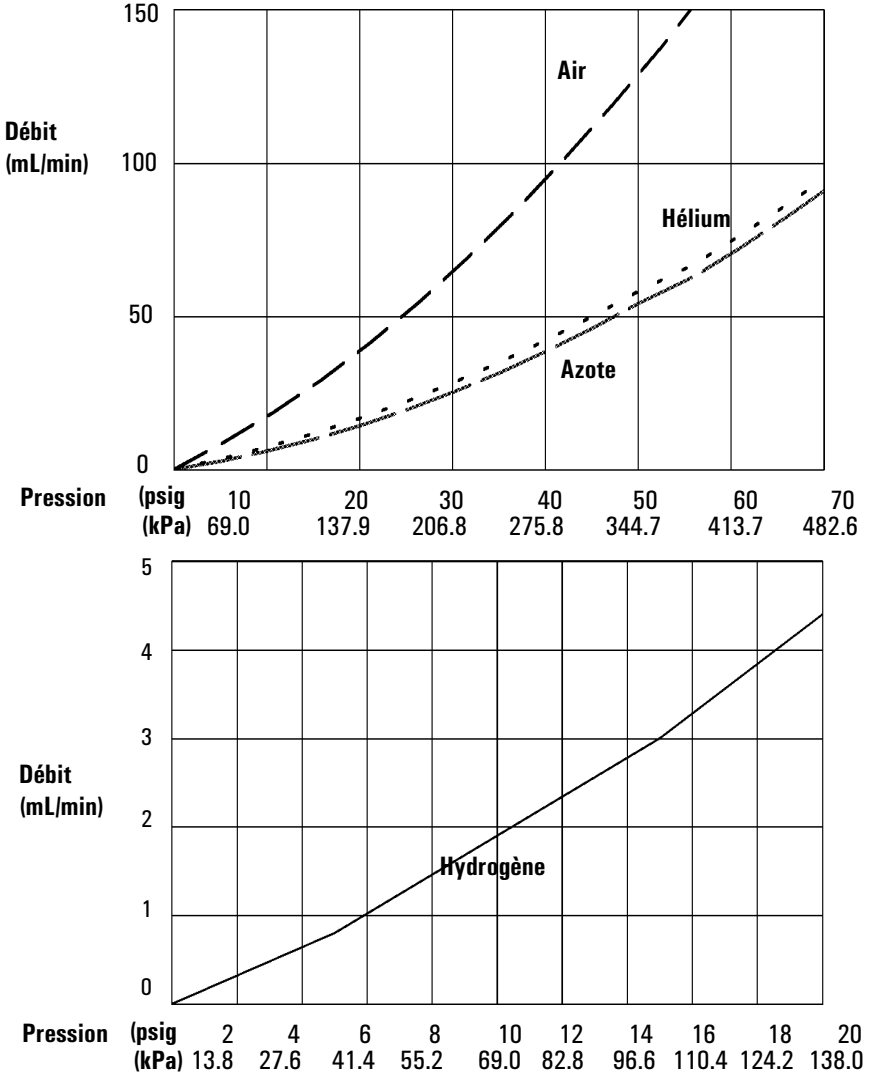
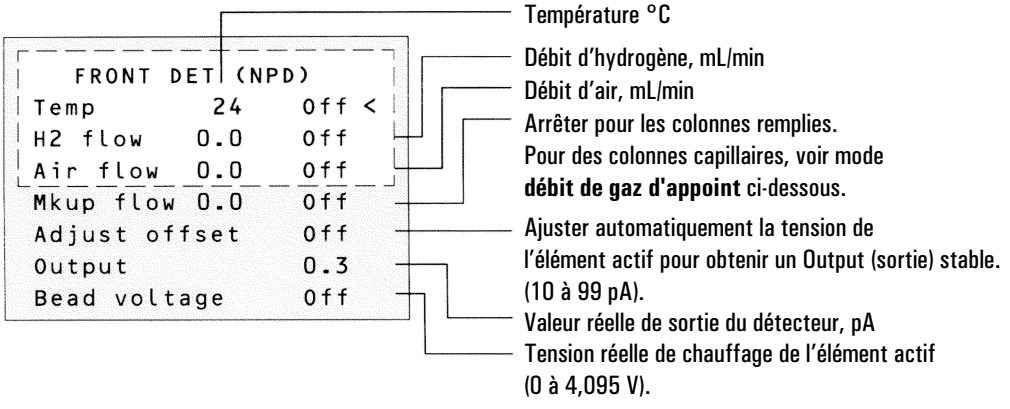


Figure 83. Relations débit/pression pour les gaz de NPD *(à 25 °C et 1 atmosphère)*

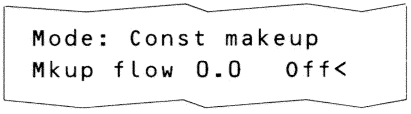
Utilisation avec EPC

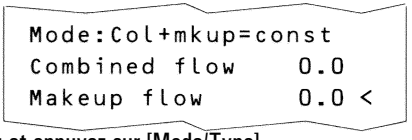
Appuyez sur [Front Det] ou [Back Det].



Mode débit gaz d'appoint

Si les dimensions de la colonne sont spécifiées, le tableau de commande contient également l'un des éléments suivants :

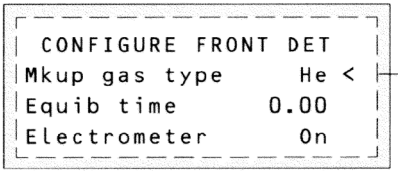




Pour **changer le mode appoint,** faites défiler jusqu'à Mode: et appuyez sur [Mode/Type].
Faites une sélection et entrez les valeurs de débit appropriées.



Pour changer **type de gaz d'appoint** ou **temps de stabilisation,** appuyez sur [Config] ou [Config][Back Det] :



Il n'est pas nécessaire de mettre en marche l'électromètre (marche/arrêt).

Appuyez sur [Mode/Type] pour **changer le gaz d'appoint :**



Sélectionnez le gaz approprié.

Figure 84. Tableau de commandes NPD

Procédure : Utilisation du NPD

Avant d'utiliser le NPD, vérifiez que les gaz du détecteur sont connectés, une colonne installée, l'injecteur correct installé, et que le système est étanche. Réglez la température du four et de l'injecteur, ainsi que le débit de colonne. Utilisez les informations de la Figure 84 pour modifier les tableaux de commande.

Avertissement Avant d'ouvrir l'air ou l'hydrogène, assurez-vous qu'une colonne est installée ou que le raccord de colonne NPD est bouché. Si de l'air et de l'hydrogène peuvent pénétrer dans le four, il y a un risque d'explosion.

1. Appuyez sur [Config][Front Det] ou [Config][Back Det].
   a. Si vous utilisez un gaz d'appoint, vérifiez que son type est le même que celui du gaz relié à l'instrument. Si nécessaire, changez le type de gaz (page 531). L'utilisation de l'azote est recommandée.
   b. Vérifiez le temps de stabilisation. Valeur recommandée : 0,0.
2. Appuyez sur [Front Det] ou [Back Det] pour ouvrir le tableau de commandes NPD.
3. Définissez la température du détecteur. Gamme recommandée : 325 à 335 °C.
4. Si vous le désirez, entrez un débit d'hydrogène (débit recommandé 3,0) et appuyez sur [Off].
5. De même, entrez un débit d'air (débit recommandé 60) et appuyez sur [Off].

   Si vous utilisez des ***colonnes remplies***, coupez le gaz d'appoint et passez à l'étape 7.

   Si votre ***colonne capillaire*** est *définie* et connectée à un injecteur EPC, choisissez un nouveau mode de débit (page 531), si nécessaire, et réglez le débit du gaz. Si vous avez préparé votre colonne en mode débit constant, choisissez `const makeup`. Si vous l'avez préparée en mode pression constante, choisissez `Col+makeup=const`.

   Si votre colonne n'est *pas définie*, ou si elle est connectée à un injecteur sans EPC, entrez un débit de gaz d'appoint. Seul le débit constant est disponible.
6. Entrez la valeur `Adjust offset` ou appuyez sur [On] pour commencer l'ajustement. Vos débits d'hydrogène et d'air seront activés dès que le détecteur atteindra 150 °C.

Procédure raccourcie : *(suppose des consignes correctes et enregistrées)*

1. Ouvrez le tableau de commandes du détecteur.
2. Mettez la Température sur On.
3. Gaz d'appoint sur On, si nécessaire.
4. Appuyez sur [Det Control].

Conditions de vérification et chromatogramme

Cette section contient un exemple de chromatogramme type d'échantillon de test. Cet exemple peut servir de guide général des performances de l'instrument.

Notez que les volumes d'injection énumérés avec les conditions de fonctionnement n'indiquent pas forcément le volume absolu total injecté. Le volume donné est simplement la graduation (position du piston) lue sur une seringue 10 µl standard. Pour un injecteur chauffé, le volume d'échantillon réel injecté inclura également un supplément de 0,4 à 0,7 µl, représentant le volume d'échantillon évaporé de l'intérieur de l'aiguille de la seringue. Pour l'injecteur en tête de colonne dédié (non chauffé), la position du piston de la seringue reflète plus précisément le vrai volume injecté.

Notez aussi que la procédure et les résultats suivants ne visent qu'à démontrer le bon fonctionnement d'un système d'injection et/ou de détection ; ils ne conviennent pas forcément pour tester un système donné en fonction des limites de spécifications.

Conditions de vérification du NPD

Colonne et échantillon

Type	5 30 m × 0,32 mm × 0,25 μm Réf. 19091J-413
Echantillon	Vérification FI 18789-60060
Volume d'injection	1 μL

Injecteur

Température	200 °C pour colonne remplie avec purge ou avec/sans division
	Suivi de la température du four, à froid en tête de colonne
	60 °C PTV (voir ci-dessous)
Pression d'injection	25 psi (pression constante pour des injecteurs EPC, hélium)
Avec/sans division	
Mode	Sans division
Débit de purge	60 mL/min
Temps de purge	0,75 min

Injecteur, suite

PTV

Mode	Sans division
Température de l'injecteur	60 °C
Temps initial	0,1 min
Vitesse 1	720 °C/min
Temp. finale 1	350 °C
Temps final 1	2 min
Vitesse 2	100 °C/min
Temp. finale 2	250 °C
Temps final 2	0 min
Pression d'injection	25 psi (pression constante pour les injecteurs EPC)
Temps de purge	0,75 min
Débit de purge	60 mL/min

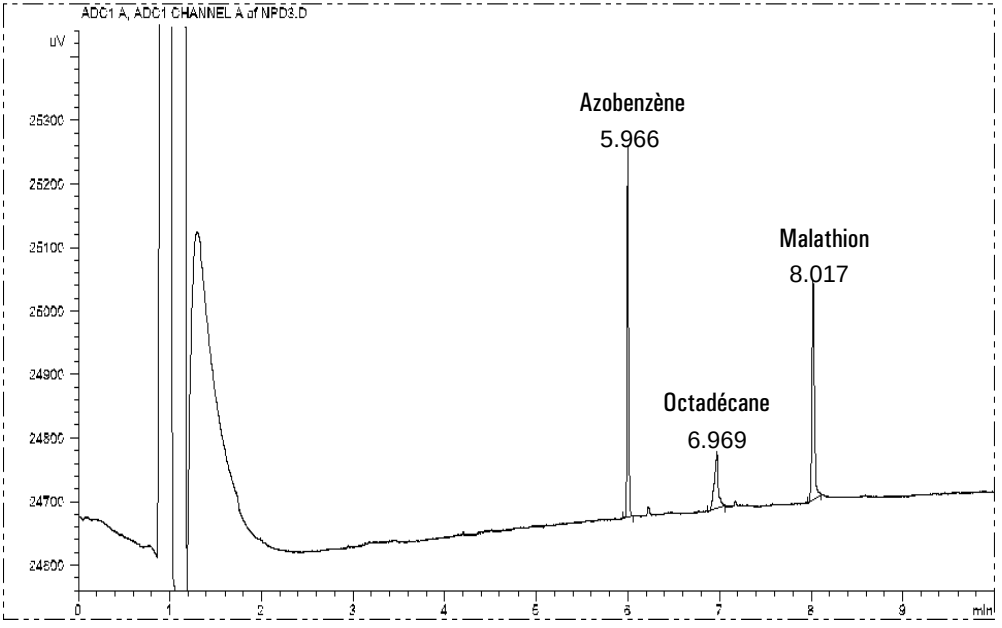
Détecteur

Température	300 °C (325 à 330°C recommandée)
Débit H_2	3 mL/min
Débit d'air	60 mL/min
Débit d'appoint + colonne	10 mL/min (azote recommandé)
Décalage	50 pA (30 à 3 5pA recommandé)

Four

Temp. initiale	60 °C
Temps initial	0 min
Vitesse 1	20 °C/min
Temp. Finale	200 °C
Temps final	3 min

Chromatogramme de vérification type du NPD



Vos temps de rétention seront différents mais les pics doivent ressembler à ceux de cet exemple.

Le détecteur azote/phosphore (NPD)

Vue éclatée des pièces composant le NPD

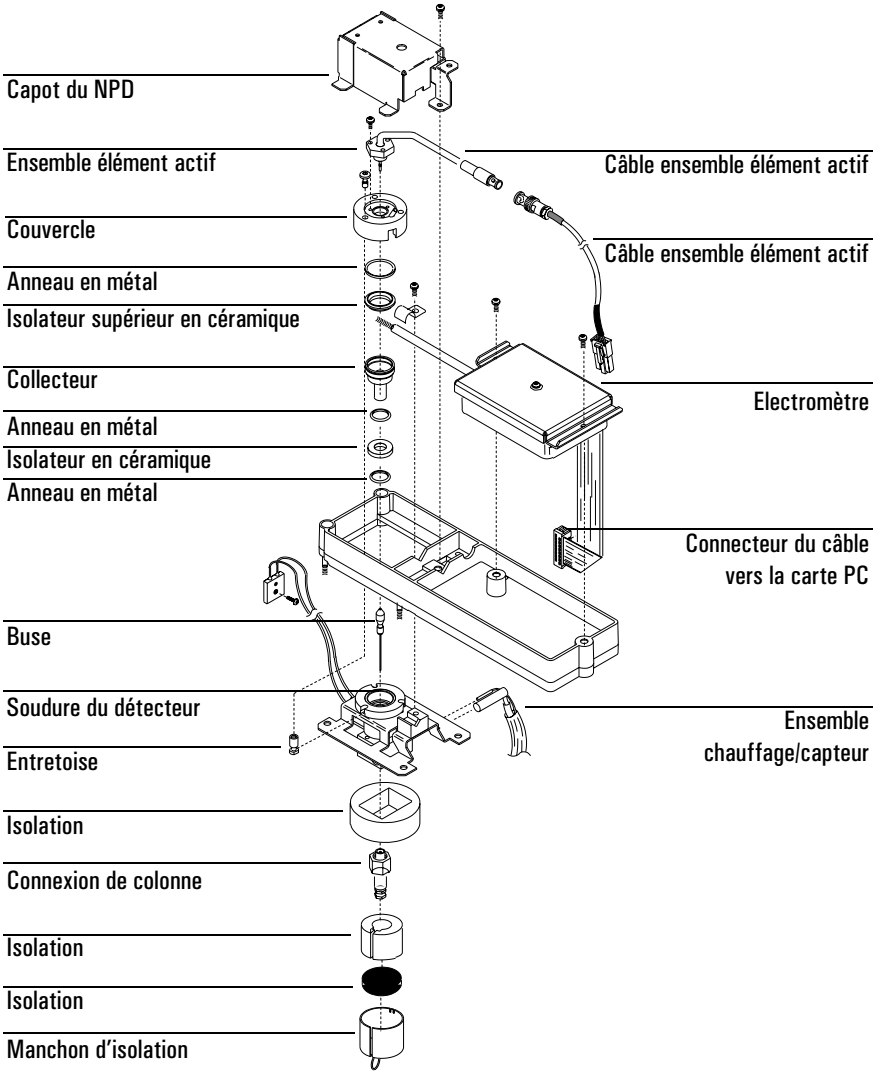


Figure 85. Le NPD

Correction des problèmes matériels du NPD

Pas de réponse du détecteur à l'échantillon injecté

- Une grande concentration de solvant a éteint le plasma hydrogène/air. Augmentez la tension de l'élément actif. Utilisez le détecteur avec un décalage supérieur (par exemple, 40 à 50 pA), ou utilisez un gaz d'appoint à un débit de 5 mL/min.
- Vérifiez que l'hydrogène se dirige vers le détecteur. Vérifiez que de l'hydrogène arrive par l'alimentation externe. Vérifiez que le débit et la pression sont activés au clavier. Le débit d'hydrogène doit se situer entre 1 et 5 , 5mL/min.
- L'élément actif n'est pas activé. Regardez par le trou d'aération du couvercle du détecteur pour voir si l'élément actif est allumé et d'une couleur orange. Si ce n'est pas le cas, vérifiez qu'un courant suffisant atteint l'élément actif. Vérifiez le courant de repos du détecteur. Réduisez la tension de l'élément à zéro pour établir un niveau de référence puis voyez s'il se produit une forte augmentation soudaine dans la sortie au moment où la tension de l'élément actif augmente, indiquant que l'allumage a eu lieu. Si l'élément actif ne s'allume pas alors qu'il reçoit 4 V, il est probablement grillé. Remplacez-le.
- Le câble d'alimentation de l'élément actif est défectueux. Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.
- Lorsque l'isolation thermique céramique supérieure est contaminée, on observe un décalage élevé (2 à 15 pA ou plus) lorsque l'élément actif est hors tension. Cela affecte directement la sensibilité. Remplacez la céramique d'isolation.

Pas de ligne de base ; le signal de sortie dépasse 8 millions

- Le câble ruban de l'électromètre n'est pas correctement branché à la carte PC. N'oubliez pas de mettre le CPG hors tension avant de reconnecter le câble ! Si le signal ne chute pas à un niveau normal (< 3pA), vous devez remplacer l'électromètre. Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.
- Le collecteur est en court-circuit avec le boîtier du détecteur. Vérifiez l'isolation.

Le niveau de la ligne de base est de 0,0

- Electromètre hors service. Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.

Important décalage positif de la ligne de base, avec un retour très lent vers la ligne de base d'origine

- Le solvant contient des concentrations notables d'hydrocarbures chlorés. Créez un tableau d'événements d'arrêt de l'hydrogène au moment de l'injection. Une fois le solvant passé au travers du détecteur, rétablissez le flux d'hydrogène au niveau de fonctionnement précédent. Généralement, le NPD reviendra rapidement à une ligne de base stable.

La ligne de base ne se rétablit pas après le pic de solvant

- Créez un tableau d'événements d'arrêt de l'hydrogène au moment de l'injection. Une fois le solvant passé au travers du détecteur, rétablissez le flux d'hydrogène au niveau de fonctionnement précédent. Généralement, le NPD reviendra rapidement à une ligne de base stable.

  Ajoutez du gaz d'appoint à un débit de 5 mL/min.

  Une grande concentration de solvant a éteint le plasma hydrogène/air. Augmentez la tension de l'élément actif. Utilisez le détecteur avec un décalage supérieur (par exemple, 4 0 à 5 0pA).

Adjust offset ne fonctionne pas correctement (trop haut ou trop bas de quelques centaines de pA)

- Une flamme brûle au sommet de la buse. Si le débit d'hydrogène est trop important, la flamme continuera à brûler à la pointe de la buse. Arrêtez complètement l'arrivée d'hydrogène et diminuez le débit. Le débit d'hydrogène ne doit jamais être supérieur à 4,0 mL/min.

Grand signal de solvant avec un très petit signal NPD

- Vérifiez le débit d'hydrogène. S'il est trop important, une flamme brûle peut-être à la pointe de la buse. Arrêtez complètement l'arrivée d'hydrogène et diminuez le débit. Le débit d'hydrogène ne doit jamais être supérieur à 4 , 0mL/min.
- Il se peut que le collecteur soit contaminé. Remplacez le collecteur et l'isolation céramique.

Pics de traîne

- Vérifiez que l'insert et que la colonne adéquats sont utilisés.
- Traîne des pics de certains composés polaires due au contact avec le métal du collecteur. L'utilisation de buses étendues optionnelles est recommandée.
- Certains composés sont à l'origine de la traîne des pics, en particulier ceux qui contiennent du phosphore. Pour les composés phosphorés, l'élément actif céramique noir optionnel est recommandé.

La ligne de base dérive (vers le haut) notablement pendant un programme de four

- Si la température du four augmente spectaculairement pendant une analyse (par exemple, de 50 à 350 °C), un changement compris entre 10 et 15 pA est normal. Cependant, si la dérive de la ligne de base vous semble excessive, chauffez les injecteurs et le four à une température supérieure à 300 °C pendant 60 minutes afin d'éliminer l'excès de dérive de la ligne de base pendant les programmes de température du four.
- Vérifiez que l'isolation du détecteur n'est pas fendue ou endommagée.

Ligne de base du détecteur du CPG élevée à température ambiante

- La présence d'humidité dans le détecteur peut amener la ligne de base à des dizaines ou même des centaines de pA quand le détecteur est à une basse température (telle que l'ambiante). Réglez la température du détecteur à 150 °C avec les gaz du détecteur actifs. La ligne de base devrait descendre au-dessous de 1 pA en 10 minutes environ.

La ligne de base du signal ne descend pas au-dessous de 3pA quand la tension de l'élément actif est de 0

- Il se peut que les isolateurs en céramique soient sales. Les isolateurs doivent être très propres pour que les performances du NPD soient satisfaisantes. Reportez-vous à la procédure de nettoyage de la page 614, “Nettoyage du collecteur et du détecteur, changement des isolants et des joints”.

Procédure : Remplacement de l'ensemble élément actif

L'élément actif, appelé parfois "source," est responsable du fonctionnement du NPD. Cet élément est un assemblage constitué d'un câble terminé par un connecteur avec une vis hexagonale sur laquelle est montée la bille céramique. L'ensemble actif du NPD doit parfois être démonté pour être remplacé ou pour pouvoir accéder au collecteur pour le nettoyer.

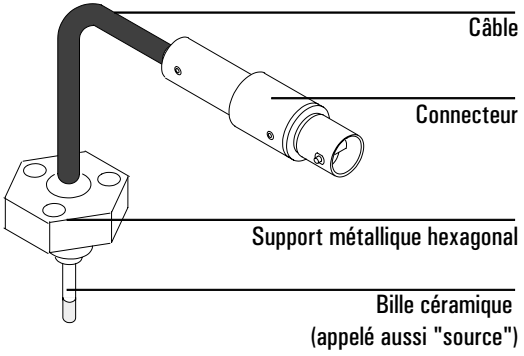


Figure 86. Ensemble élément actif du NPD

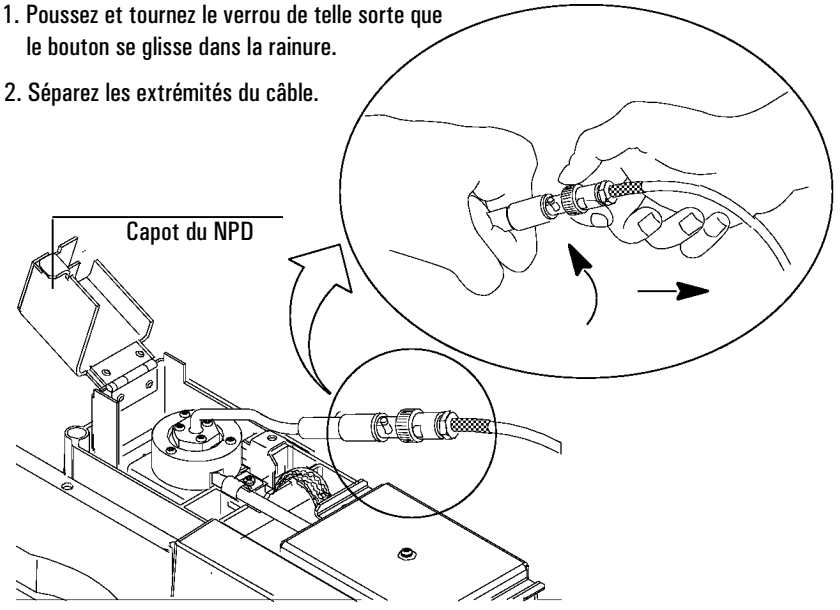
Attention L'élément actif en céramique est fragile. Veillez à ne pas le briser ou le fendre. Pendant l'entretien du NPD, évitez de toucher l'élément actif avec les doigts et évitez-lui tout contact avec d'autres surfaces.

Attention Soyez prudent ! Les raccords du four ou du détecteur peuvent être suffisamment chauds pour causer des brûlures.

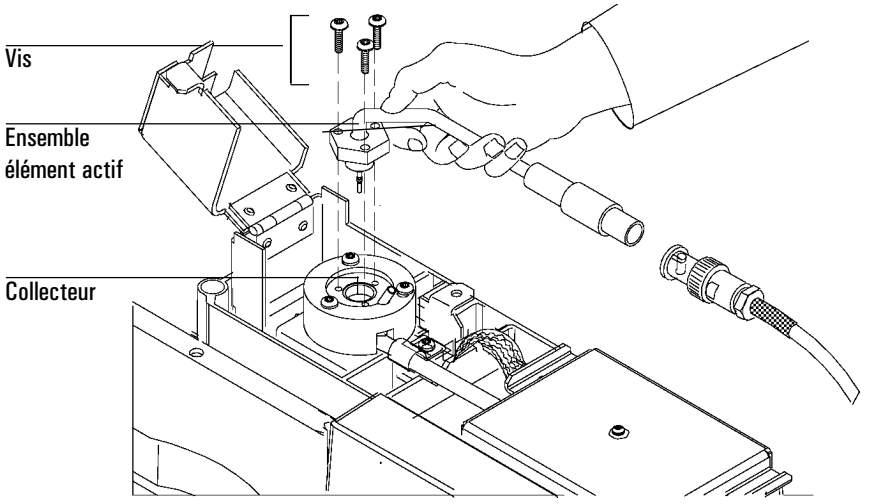
Matériel nécessaire :

- tournevis Torx T-10 ;
- bouchon pour l'élément actif.

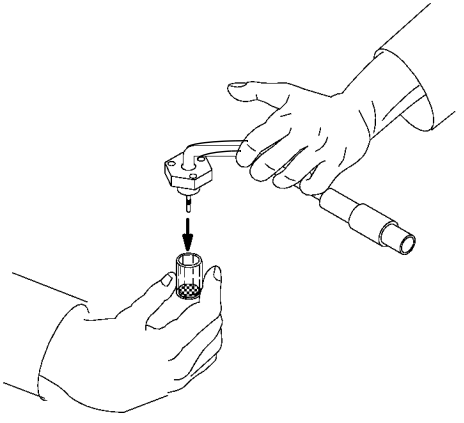
1. Procédez aux étapes préliminaires suivantes:
   - laissez la température du détecteur redescendre à 100 °C ou au-dessous avant de remplacer l'élément actif ;
   - soulevez le capot supérieur du CPG et ouvrez le capot du NPD de manière à accélérer le refroidissement du détecteur ;
   - arrêtez le détecteur. Fixez une tension de l'élément actif 'bead voltage' inférieure à 2,0 V. Laissez ouverts tous les débits de gaz ;
   - retirez le capot du détecteur du CPG ainsi que le couvercle de l'électronique.
2. Débranchez le câble en tournant l'anneau et en séparant les extrémités.



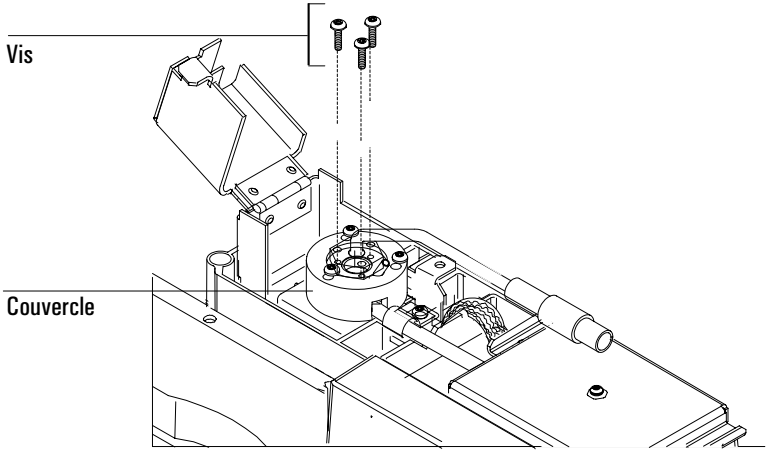
3. A l'aide du tournevis, retirez les trois vis sur l'ensemble élément actif. Saisissez le câble avec délicatesse et soulevez verticalement l'ensemble d'élément actif. Evitez de heurter l'élément actif contre les parois du collecteur.



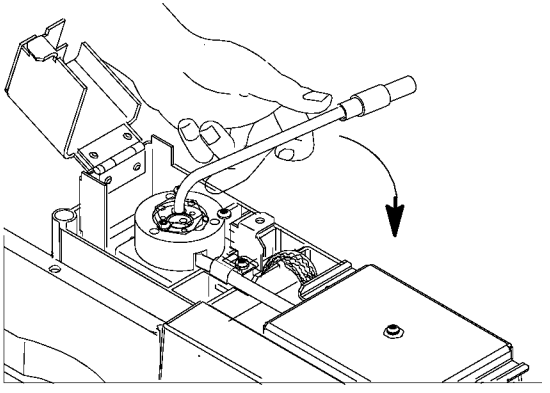
4. Otez le bouchon du nouvel élément actif en poussant le bouchon à partir du côté du câble. Faites attention à ne pas heurter l'élément actif contre les parois du bouchon.



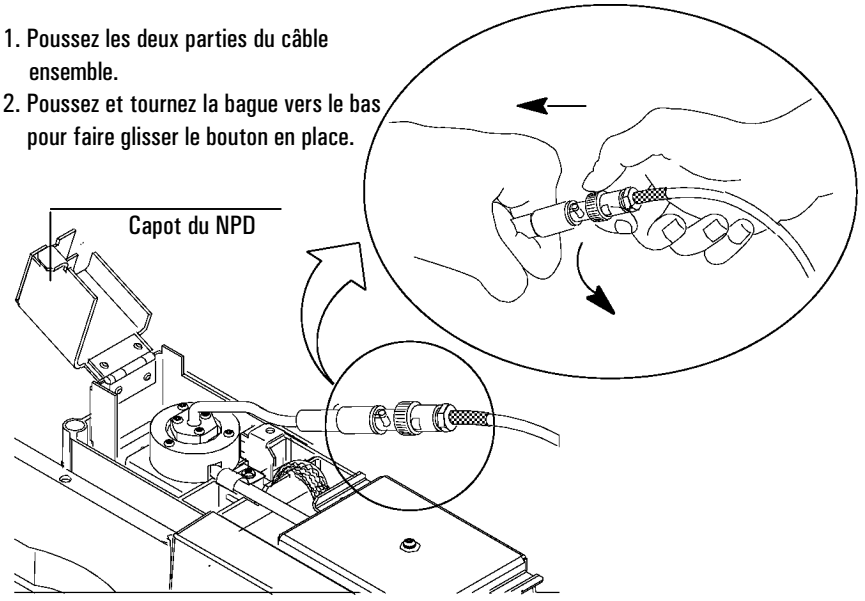
5. Montez le nouvel ensemble d'élément actif sur le nouveau couvercle du NPD. Veillez à ne pas heurter l'élément actif contre les parois du couvercle du collecteur. Remettez les trois vis en place. Serrez la première avec les doigts puis les deux autres normalement et terminez en serrant complètement la première vis.



6. Avec précaution, courbez le câble de l'ensemble élément actif de 90 degrés. Vous devez soutenir l'élément actif comme illustré ci-dessous.



7. Reliez à nouveau le câble d'alimentation de l'ensemble élément actif au câble d'alimentation du NPD et tournez l'anneau pour bloquer la connexion.



8. Fermez le capot du NPD et celui du détecteur du CPG. Remettez en place le capot supérieur de la partie électronique. Les trois capots doivent être fermés pour obtenir une ligne de base NPD stable. Vous pouvez aussi rétablir les conditions de fonctionnement normales.

9. Chauffez le détecteur à 150 °C pendant environ 15 minutes. Ensuite, chauffez jusqu'à la température de fonctionnement (325 à 335 °C recommandée). Attendez 15 minutes pour qu'il se stabilise.

10. Fixez un temps de stabilisation égal à 0,0. Lancez le processus `Adjust offset` ou augmentez progressivement la tension de l'élément actif, par incrément de 0,01 V, jusqu'à ce la ligne de base atteigne le décalage désiré.

Procédure : Nettoyage du détecteur et du collecteur ; changement des isolants et des joints

Après un certain temps, des résidus provenant de l'élément actif ou de l'échantillon peuvent s'accumuler dans le collecteur et nuire à la stabilité de la ligne de base. Après deux ou trois changements de l'élément actif, vous devez nettoyer le collecteur.

Les isolateurs en céramique doivent rester très propres pour fournir une ligne de base stable. Portez toujours des gants pour manipuler les isolants. Quand les isolateurs sont propres, le décalage doit être inférieur à 1,0 pA (généralement de l'ordre de 0,5 pA), le débit de l'hydrogène étant fermé, et la tension de l'élément actif 0.

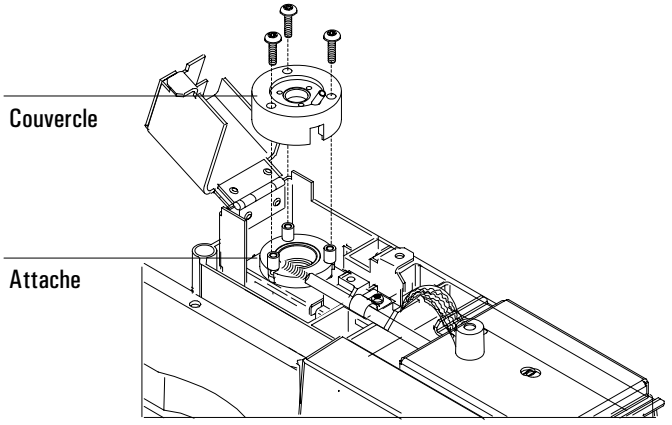
Les circlips (anneaux en C) en métal s'usent un peu lors des assemblages et désassemblages successifs. Après plusieurs assemblages et désassemblages (cinq ou plus), leur étanchéité risque d'être moindre, causant une ligne de base irrégulière. Il existe une isolation céramique et un kit d'étanchéité (réf. 5182-9722). Laissez toujours le détecteur refroidir jusqu'à l'ambiante avant de changer les joints et l'isolation.

Attention Soyez prudent ! Les raccords du four ou du détecteur peuvent être suffisamment chauds pour causer des brûlures.

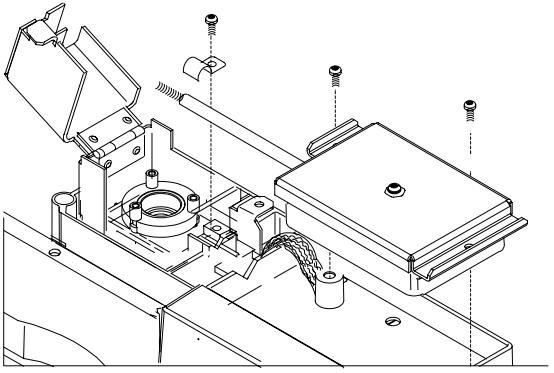
Matériel nécessaire :

- tournevis Torx T-10 et T-20 ;
- bouchon pour l'élément acti f;
- coton-tiges ;
- méthanol ou acétone ;
- air comprimé ou azote ;
- gants non pelucheux ;
- précelles ou brucelles ;
- nouvelles bagues métalliques et isolation céramique (réf. du kit 5182-9722).

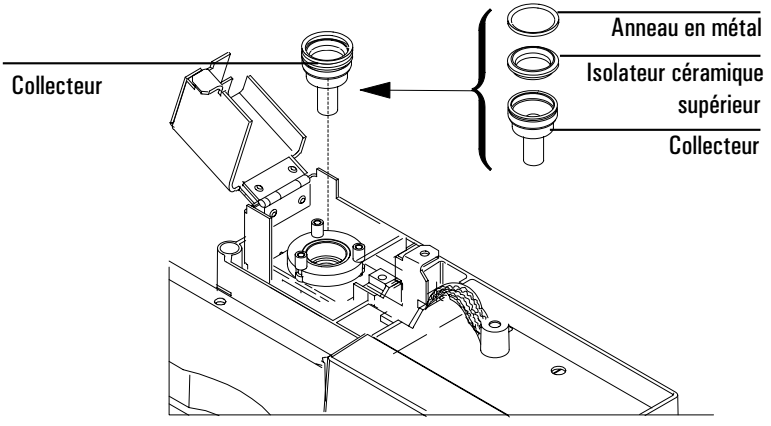
1. Procédez aux étapes préliminaires suivantes:
   - refroidissez le détecteur jusqu'à 60 °C ou moins. Pour un refroidissement plus rapide, soulevez le capot du détecteur du CPG et ouvrez le capot à charnière du NPD ;
   - arrêtez la température, les gaz et la tension de l'élément actif ;
   - arrêtez l'électromètre ; appuyez sur [Config] [Front Det] ou [Config] [Back Det], faites défiler jusqu'à `Electrometer` et appuyez sur [Off];
   - retirez le capot supérieur de la partie électronique.
2. Mettez les gants non pelucheux avant de toucher une partie quelconque du détecteur.
3. Retirez l'élément actif. Pour des instructions sur la façon de procéder, reportez-vous à la page 609. Bouchez soigneusement l'élément actif.
4. A l'aide du tournevis T-20, retirez les trois vis de fixation du couvercle, puis retirez celui-ci. L'anneau en métal et l'isolant en céramique peuvent être solidaires du couvercle.



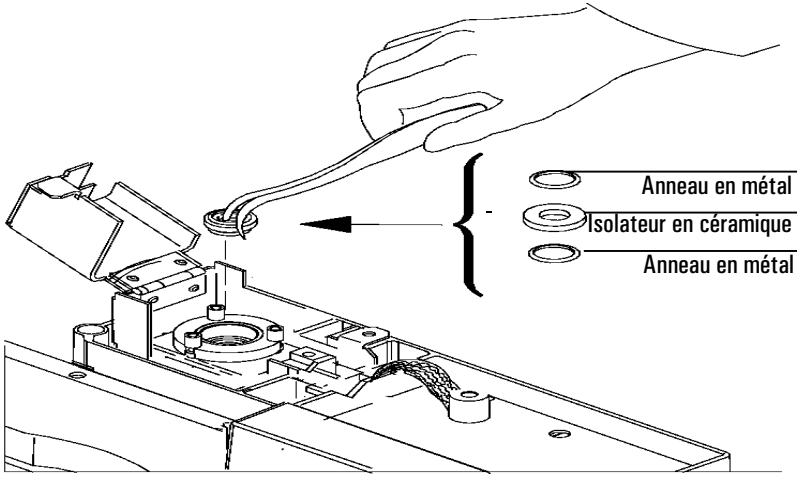
5. Retirez les trois vis de fixation de l'électromètre et de l'interconnexion. Ecartez l'électromètre du détecteur pour libérer l'interconnexion. Tournez l'électromètre vers la droite pour dégager un espace de travail.



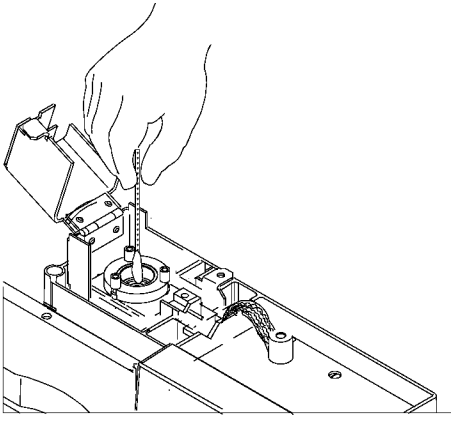
6. Retirez le grand anneau métallique et l'isolateur en céramique supérieur s'ils n'étaient pas solidaires du couvercle. Retirez le collecteur. Si vous utilisez le détecteur à de hautes températures, ces pièces peuvent être collées à l'intérieur du détecteur. Poussez-les et remuez-les pour les détacher.



7. Avec les précelles, retirez l'isolant inférieur en céramique et les deux petits anneaux en métal du dessus et du dessous. Si ces pièces sont collées ensemble, ne les séparez pas. Si elles ne sont pas collées, n'oubliez pas quel anneau était au-dessus de l'isolant et lequel était au-dessous ! Vous devrez les réassembler dans la même position.

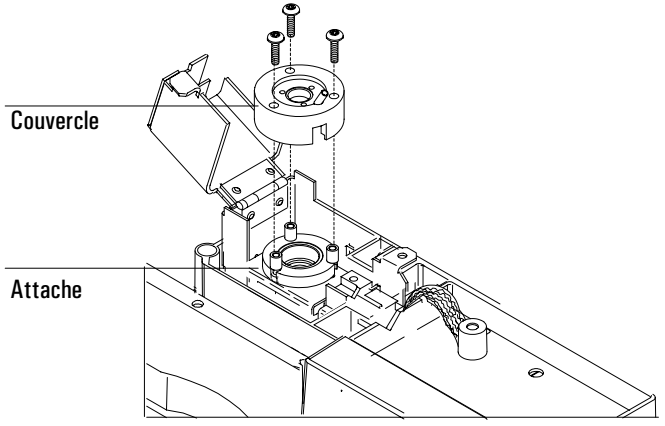


8. A l'aide d'un coton-tige humecté de solvant, nettoyez les résidus à l'intérieur du collecteur et autour du "manchon". Passez aussi un coton-tige sur la base du détecteur, autour de la buse.

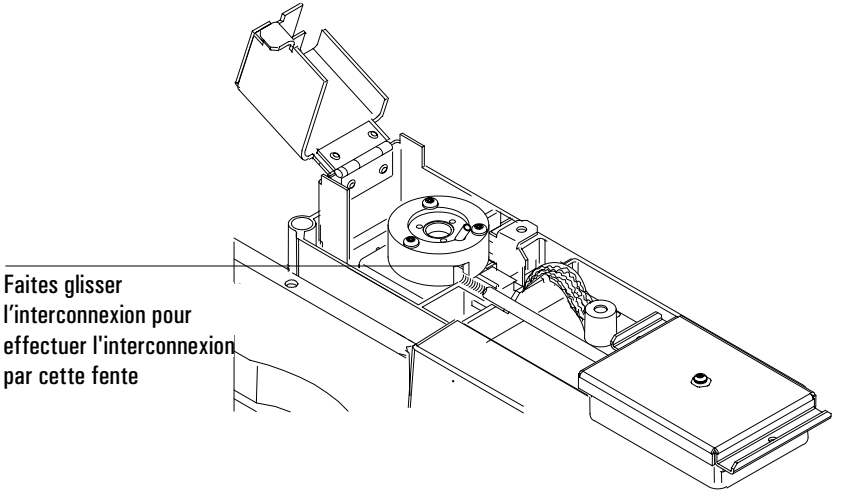


Si le collecteur ou l'isolation céramique supérieure sont vraiment encrassés, il est inutile de les nettoyer. Remplacez-les.

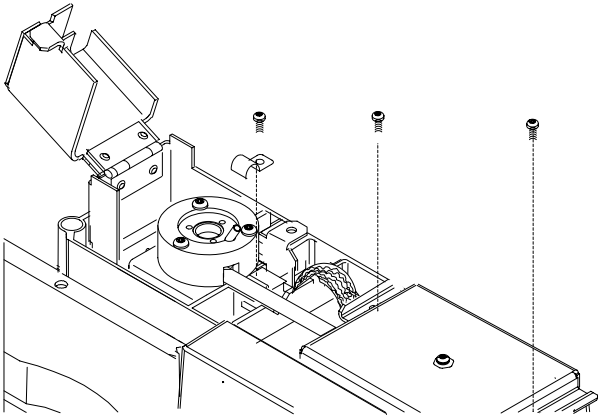
9. Réinstallez l'ancien anneau en métal inférieur ou insérez le nouveau, l'isolant inférieur en céramique et le second anneau en métal. Installez le collecteur propre (ou neuf). Réinstallez l'ancien isolant supérieur en céramique ou insérez le nouveau et le grand anneau en métal au-dessus du collecteur.
10. Remettez le couvercle en place, en vérifiant que les trois attaches sont dans leurs emplacements. Maintenez le couvercle à plat pendant le serrage de chacune des trois vis, jusqu'à ce qu'elles touchent le couvercle. Serrez chacune d'elles d'un demi-tour jusqu'à ce qu'elles soient serrées.



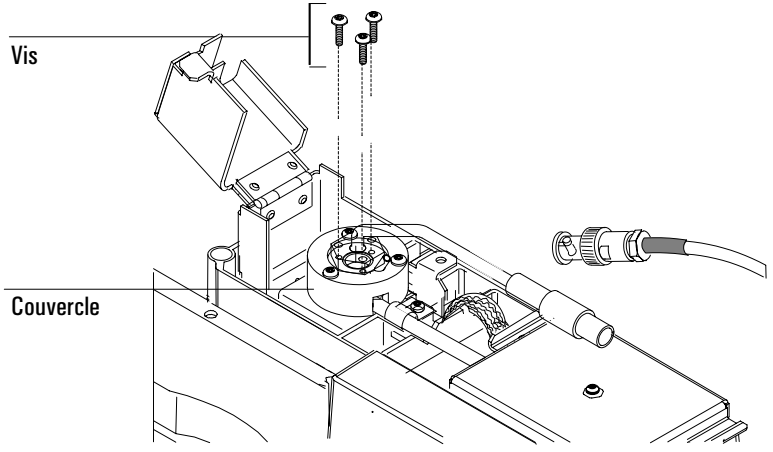
11. Glissez l'interconnexion de l'électromètre dans la fente sur le couvercle. Abaissez l'électromètre dans le plateau de montage.



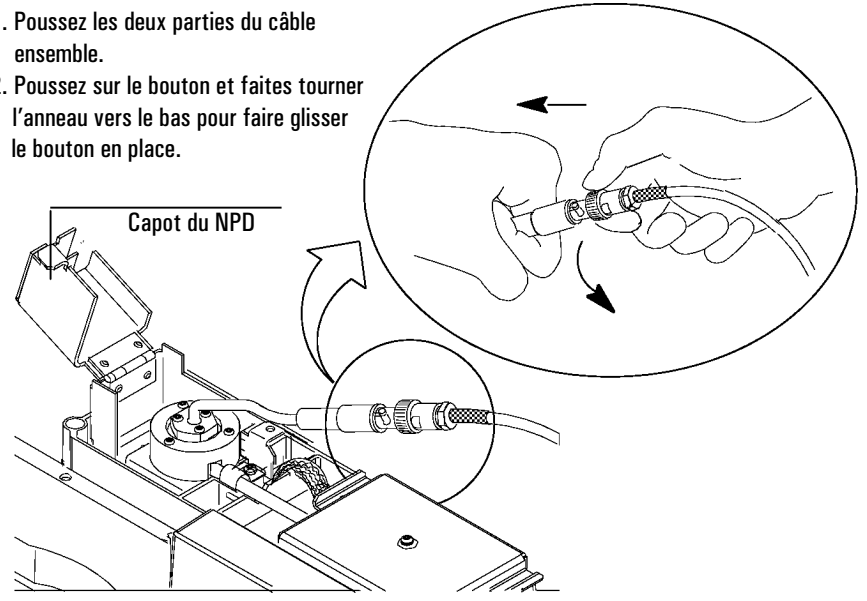
12. Remettez le support en place, replacez et serrez les trois vis.



13. Otez le bouchon de l'élément actif et remettez-le en place. Remettez les trois vis en place. Vissez la première vis sans la serrer. Serrez à fond les autres vis, puis serrez la première.



14. Reliez à nouveau le câble d'alimentation de l'ensemble élément actif au câble d'alimentation du NPD et tournez l'anneau pour bloquer la connexion. Fermez le capot du NPD et celui du détecteur du CPG. Remettez en place le capot supérieur de la partie électronique. Vous pouvez rétablir les conditions de fonctionnement normales.



Une fois le détecteur réassemblé, vous devez vérifier son fonctionnement. Ouvrez les gaz puis activez la tension de l'élément actif pour rétablir le fonctionnement du détecteur. Vérifiez que la valeur du décalage convient à votre détecteur. Si les valeurs ne sont pas normales, trois raisons sont possibles: le ressort sur l'électromètre ne fait pas correctement contact avec le détecteur, la connexion de colonne présente une fuite, ou le détecteur n'a pas été réassemblé correctement.

Remplacement ou nettoyage de la buse

Comme il n'y a pas de flamme dans le NPD, il n'y a pas de dépôt de silice et de suie sur la buse comme c'est le cas sur celle du FID. Bien que vous puissiez nettoyer la buse, il est plus pratique de la remplacer. Si vous optez pour le nettoyage, veillez à ne pas l'endommager. Si vous nettoyez la buse, utilisez la corde à piano (réf. 18765-20070), en veillant à ne pas endommager l'intérieur de la buse. Vous pouvez aussi utiliser un bain à ultra-sons pour le nettoyage.

Le Tableau 66 fournit la liste des buses pour NPD.

Tableau 66. Buses pour NPD

Type	Réf.	A utiliser avec
Buse standard	G1531-80560	NPD optimisé pour capillaire
Buse étendue (en option)	G1534-80580	NPD optimisé pour capillaire
Buse étendue (en option)	G1534-80590	NPD adaptable

Le nettoyage de la buse comprend quatre étape s: retrait, inspection pour détecter les dommages ou l'usure, nettoyage (facultatif) et remplacement de la buse et réassemblage du détecteur.

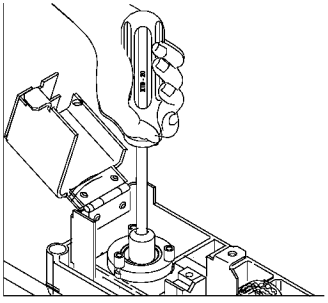
Procédure : Retrait et inspection de la buse

Matériel nécessaire :

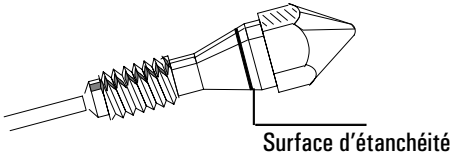
- tournevis Torx T-10 et T-20 ;
- clé de 1/4 de pouce ;
- bouchon pour l'élément acti f;
- gants non pelucheux ;
- précelles ou brucelles ;
- bracelet antistatique.

1. Procédez aux étapes préliminaires suivantes:
   - soulevez le capot supérieur et celui du NPD. Refroidissez le détecteur jusqu'à 60 °C ou moins. Coupez les gaz de l'injecteur ;
   - arrêtez la température, les gaz et la tension de l'élément actif ;
   - arrêtez l'électromètre ; appuyez sur [Config] [Front Det] ou [Config] [Back Det], faites défiler jusqu'à `Electrometer` et appuyez sur [Off];
   - refroidissez le four à la température ambiante. Retirez la colonne de l'extrémité du détecteur et bouchez la connexion de colonne du détecteur ;
   - ouvrez le capot du détecteur du CPG et retirez le capot supérieur de la partie électronique.
2. Retirez le collecteur, les isolants en céramique et les anneaux en métal. Reportez-vous à la procédure commençant à la page 614.

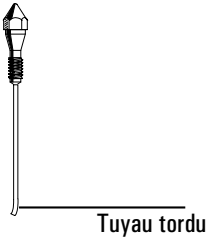
3. A l'aide du guide écrou, desserrez la buse. Sortez la buse en la tirant bien droit. Utilisez la pince, le cas échéant.



4. Vérifiez si la surface d'étanchéité de la buse n'est pas rayée. A l'exception d'un petit anneau autour de la surface d'étanchéité, toute autre rayure est inacceptable.



5. Vérifiez que le tuyau de la buse n'est ni tordu ni serti.



6. Inspectez la buse pour voir si elle présente des traces de contamination, en regardant au travers de la buse, face à une source lumineuse. S'il n'y a pas de contamination, le tuyau est clair.

Attention La buse étendue adaptable pour NPD est plus longue que la buse étendue optimisée pour capillaire pour NPD et ne doit pas être installée dans un détecteur optimisé pour capillaire.

Procédure: Nettoyage de la buse

Il est souvent plus simple de remplacer des buses sales par des neuves plutôt que de les nettoyer, particulièrement en cas de contamination importante.

Attention Prenez garde si vous choisissez de nettoyer une buse à l'aide d'une corde à piano. Ne rayez pas la buse : cela l'endommagerait. Vous pouvez renoncer à la corde et n'utiliser qu'un bain aqueux.

Matériel nécessaire :

- bain de nettoyage à ultrasons ;
- détergent aqueux ;
- méthanol de qualité CPG dans une bouteille de rinçage en Téflon ;
- kit de nettoyage du détecteur à ionisation de flamme (réf. 9301-0985) ;
- air comprimé ou azote, sec et filtr é;

1. Insérez une corde à piano par le sommet de la buse. Faites un va et vient plusieurs fois jusqu'à ce qu'elle se déplace librement. Attention à ne pas rayer la buse.
2. Procédure de nettoyage avec un détergent aqueux :
   a. remplissez le bain de nettoyage à ultrasons avec un détergent aqueux et placez la buse dans le bain. Nettoyez pendant 5 minutes ;
   b. nettoyez l'intérieur de la buse à l'aide d'un fil métallique de nettoyage de buse ;
   c. nettoyez-les à nouveau pendant 5 minutes.

   A partir de ce stade, ne manipulez les pièces qu'avec des précelles !
   a. Retirez la buse du bain et rincez-la soigneusement à l'eau chaude, puis avec une petite quantité de méthanol.
   b. Séchez la buse avec de l'air ou de l'azote comprimé, puis placez la buse sur une serviette en papier et laissez-la sécher.

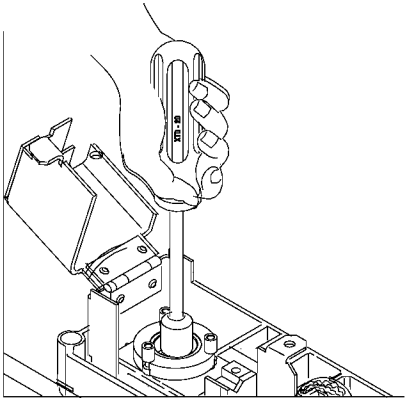
Procédure : Remplacement de la buse et réassemblage du détecteur

Matériel nécessaire :

- tournevis Torx T-10 et T-20 ;
- bouchon pour l'élément acti f;
- bracelet antistatique ;
- gants non pelucheux.

Attention La buse étendue adaptable pour NPD est plus longue que la buse étendue optimisée pour capillaire pour NPD et ne doit pas être installée dans un détecteur optimisé pour capillaire.

1. Introduisez la buse dans le détecteur et vissez-la à l'aide d'une clé sans la serrer. Ne serrez pas excessivement la buse !



2. Remontez le détecteur. Reportez-vous à la procédure commençant à la page 618.

25 Le micro-détecteur à capture d'électrons

Informations relatives à la réglementation et à la sécurité

L'isotope Ni^{63}

Licences pour ECD

Licence spécifique

Licence générale

Avertissements relatifs au µ-ECD

Précautions à prendre pour la manipulation du µ-ECD

Informations générales

Linéarité

Gaz du détecteur

Température

Electromètre

Fonctionnement du µ-ECD

Procédure : Utilisation du µ-ECD

Conditions de vérification et chromatogramme

Conditions de vérification du µ-ECD

Chromatogramme type de vérification du µ-ECD

Maintenance du détecteur

Correction des problèmes de performances

Vérification des fuites de gaz

Nettoyage thermique

Test par essuyage (test de fuite radioactive)

Le micro-détecteur à capture d’électrons

Informations relatives à la réglementation et à la sécurité

Ce chapitre décrit le micro détecteur à capture d'électrons (µ-ECD).

Le µ-ECD contient une cellule plaquée avec du Ni^{63}, un isotope radioactif. Le Ni^{63} libère des particules β qui entrent en collision avec les molécules du gaz vecteur pour produire des électrons de faible énergie : chaque particule β produit environ 100 électrons. Les électrons libres produisent un courant faible (appelé *courant de référence* ou *de repos)* collecté et mesuré dans un circuit pulsé.

Quand une molécule de composant d’échantillon entre en contact avec les électrons libres, ces derniers peuvent être capturés par les molécules de l’échantillon pour créer des ions chargés négativement. La tension au travers des électrodes de cellule est pulsée pour collecter les électrons libres restants, tandis que les ions les plus lourds sont relativement inaffectés et chassés par l’évent avec le débit du gaz vecteur.

Le courant de cellule est mesuré et comparé au courant de référence. La vitesse d’impulsion est ajustée pour maintenir un courant de cellule constant. Plus le nombre d'électrons non capturés est important, plus la vitesse d'impulsion requise pour atteindre la valeur du courant de référence est basse. Quand un composant capture des électrons passant par la cellule, la vitesse d’impulsion augmente. Cette vitesse d’impulsion est convertie en une tension et enregistrée.

L'isotope Ni^{63}

L'isotope radioactif utilisé dans la cellule est du Ni^{63}. Il est plaqué sur les surfaces internes du corps de la cellule et se présente sous forme solide aux températures utilisées en chromatographie. Le Tableau 67 donne une liste d'autres propriétés.

Tableau 67.Propriétés du Ni^{63}

Demi-vie :	101,1 années
Emission :	65,87 keV maxi, radiation bêta
Point de fusion :	1 453 °C
Dimensions de l'élément actif de l'ECD :	Diamètre interne 6 mm Hauteur 4,2 mm
Activité totale (cellule μ-ECD) :	555 MBq (15 millicuries) maximum

Licences ECD

Les ECD achetés aux Etats-Unis sont couverts par une licence générale ou par une licence spécifique. En dehors des Etats-Unis, contactez votre bureau de vente Agilent local pour obtenir des renseignements.

Licence spécifique

Pour obtenir une licence spécifique pour ECD, vous devez être possesseur d'une licence Matériaux de la Nuclear Regulatory Commission (NRC) ou de l'organisme national de votre pays, vous autorisant à posséder la quantité et le type de radio-isotope utilisés par le détecteur. Vous pouvez expédier, vendre ou transmettre le µ-ECD à d'autres détenteurs de licences spécifiques. Si la licence le permet, vous pouvez également ouvrir le µ-ECD pour le nettoyer.

Licence générale

Avec une licence générale, une licence Matériaux n'est pas nécessaire. Vous pouvez automatiquement obtenir une licence générale en achetant un µ-ECD directement chez Agilent Technologies. Dans certains états, il peut être nécessaire que vous vous déclariez auprès d'un organisme de réglementation local.

Certaines restrictions s'appliquent aux licences générales :

1. les propriétaires ne sont pas autorisés à ouvrir la cellule µ-ECD ;
2. les propriétaires ne sont pas autorisés à modifier la cellule ;
3. les propriétaires ne doivent pas utiliser de solvant, y compris l'eau, pour nettoyer la cellule interne ;
4. les propriétaires ne doivent pas intervenir sur ou tenter de neutraliser le circuit de surchauffe éventuellement fourni avec l'µ-EC D;
5. les propriétaires ne doivent pas céder le µ-ECD à une autre personne ou le transférer vers un autre lieu, sauf dans le cadre de la réglementation applicable ;
6. les propriétaires sont tenus d'effectuer un test de fuite radioactive au moins tous les 6 mois ;
7. les propriétaires doivent conserver les enregistrements conformément aux exigences de l'organisme réglementaire local (la NRC ou, dans certains états, un organisme national) ;
8. les propriétaires doivent prévenir l'organisme réglementaire en cas d'incidents ou de pannes susceptibles d'entraîner des risques.

Des informations supplémentaires se trouvent dans la publication “Informations pour les détenteurs de licences générales”, réf. 5961-5664.

Avertissements relatifs au µ-ECD

Bien que les particules bêta à ce niveau d'énergie aient peu de puissance de pénétration (l'épiderme ou quelques feuilles de papier suffiront à arrêter la plupart d'entre elles) elles peuvent être dangereuses si l'isotope est avalé ou inhalé. C'est pourquoi vous devez manipuler la cellule avec précaution : vous devez effectuer des tests de fuite radioactive aux intervalles requis, les raccords de l'injecteur et de la sortie doivent être bouchés lorsque le détecteur n'est pas utilisé, vous ne devez pas introduire de produits chimiques corrosifs dans le détecteur, et l'effluent provenant du détecteur doit être ventilé du laboratoire.

Avertissement Vous devez éviter d'utiliser des matériaux susceptibles de réagir avec la source Ni^{63} pour former des composés volatils ou dégrader physiquement le plaquage. Ces matériaux sont notamment les composés oxydants, les acides, les halogènes hydratés, l'acide nitrique, l'hydroxide d'ammonium, le sulfure d'hydrogène, les PCB et le monoxyde de carbone. Cette liste n'est pas exhaustive mais indique les types de composés susceptibles d'endommager les détecteurs au Ni^{63}.

Avertissement Dans le cas *très improbable* où *à la fois* le four *et* la zone chauffée de l'ECD ne seraient plus sous contrôle thermique (chauffage maximum incontrôlé dépassant les 400 °C) en *même* temps, *et* où l'ECD resterait exposé à cette condition *pendant plus de 12 heures*, prenez les mesures suivantes:

- après avoir mis l'instrument hors tension et lui avoir laissé le temps de refroidir, bouchez les orifices de l'injecteur du détecteur et de l'évent. Mettez des gants en plastique jetables et observez les précautions normales de sécurité de laboratoire ;
- renvoyez la cellule pour échange, en suivant les indications du Formulaire de Vérification de Licence (réf. 19233-90750) ;
- joignez une lettre précisant la condition d'erreur.

Il est improbable, même dans cette situation très rare, que des matières radioactives s'échappent de la cellule. Cependant, il est possible que le plaquage de Ni^{63} à l'intérieur de la cellule subisse des dommages permanents et que la cellule doive de ce fait être renvoyée pour échange.

Avertissement N'utilisez pas de solvants pour nettoyer le µ-ECD.

Avertissement Vous ne devez pas ouvrir la cellule µ-ECD à moins que vous n'ayez été autorisé à le faire par votre organisme réglementaire local. Ne touchez pas aux quatre boulons à six pans creux. Ils maintiennent ensemble les deux moitiés de la cellule. Toucher à ces boulons constitue une violation de la licence générale et peut entraîner des risques.

Précautions à prendre pour la manipulation du µ-ECD

- Ne mangez pas, ne buvez pas ou ne fumez pas lorsque vous manipulez des µ-ECD.
- Portez toujours des lunettes de sécurité lorsque vous travaillez à proximité des µ-ECD ouvert.
- Portez des vêtements de protection tels que des blouses de laboratoire, des lunettes de sécurité et des gants et conformez-vous aux bonne pratiques de laboratoire. Après avoir manipulé des µ-ECD, lavez vos mains méticuleusement à l'aide d'un nettoyant doux non corrosif.
- Bouchez les raccords d'entrée et de sortie quand le µ-ECD ne fonctionne pas.
- Reliez l'évent du µ-ECD à une hotte de laboratoire ou dirigez-le vers l'extérieur. Consultez la dernière révision du titre 10, Code of Federal Regulations, part 20, (y compris l'annexe B) ou la réglementation applicable à votre pays. Pour la France, renseignez-vous sur les exigences équivalentes auprès de la CIREA.

  Agilent Technologies recommande un diamètre interne de la ligne d'évent de 6 mm (1/4 de pouce) ou supérieure. Avec un tel diamètre, la longueur de la ligne n'est pas déterminante.

Informations générales

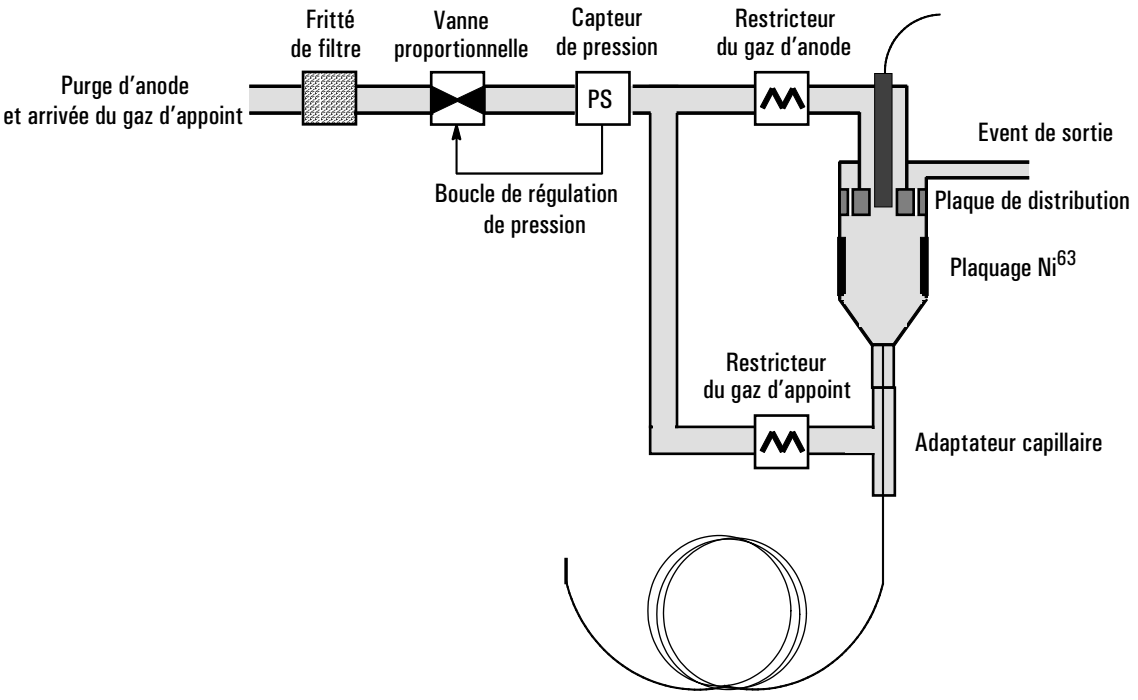


Figure 87. Circuit gazeux du μ-ECD

Linéarité

Le facteur de réponse du μ-ECD par rapport à la courbe de concentration est linéaire pour quatre ordres de grandeur ou plus (gamme dynamique linéaire = 10^4 ou plus) pour une large gamme de composés. Vous devez néanmoins effectuer une courbe d'étalonnage sur vos échantillons pour trouver les limites de la gamme linéaire pour vos matériaux.

Gaz du détecteur

Le µ-ECD fonctionne avec de l'azote ou de l'argon/méthane comme gaz d'appoint et gaz d'anode.

En raison de la sensibilité du détecteur, les gaz vecteur et d'appoint doivent être secs et exempts d'oxygène. Vous devez installer dans les lignes d'alimentation des gaz vecteur et d'appoint, des pièges à humidité, des pièges chimiques et à oxygène.

Température

La température du détecteur doit être réglée suffisamment haut pour empêcher la traîne de pic ; le point de consigne doit être basé sur la température d'élution du dernier composé. Si vous travaillez à des températures trop élevées, vous risquez d'augmenter la décomposition des échantillons et des colonnes, sans pour autant améliorer vos résultats.

Electromètre

Le tableau de commande Configure Detector contient un point de consigne `On/Off` pour le `l'électromètre`. Gardez l'électromètre en marche pendant tout le temps d'utilisation du détecteur.

Fonctionnement du µ-ECD

Si vous envisagez d'utiliser la sortie analogique provenant du µ-ECD, vous devez régler la gamme de sortie sur 10. Pour cela, entrez

[SIG 1] [RANGE] [10] [ENTER]

Utilisez les informations du Tableau 68 pour la sélection des températures et des débits. La pression de source maximale ne doit pas dépasser 100 psi. Utilisez la pression de source maximale pour obtenir le débit d'appoint maximum.

Tableau 68.Paramètres de fonctionnement

Gaz	Débit recommandé
Gaz vecteur	
Colonnes remplies *(azote ou argon-méthane)*	30 à 60 mL/min
Colonnes capillaires *(hydrogène, azote, ou argon-méthane)*	0,1 à 20 mL/min, selon le diamètre
Gaz d'appoint capillaire (azote ou argon-méthane)	10 à 150 mL/min (30 à 60 mL/min typique)
Température	
250 °C à 400 °C La température du détecteur est en principe réglée sur 25 °C de plus que la température de rampe du four la plus haute.	

Remarques

1. Si le gaz vecteur diffère du gaz d'appoint, le débit de gaz d'appoint doit être égal à au moins trois fois le débit du gaz vecteur.
2. Vous pouvez augmenter la sensibilité du µ-ECD en réduisant le débit de gaz d'appoint.
3. Vous pouvez augmenter la vitesse chromatographique du µ-ECD (pour des pics rapides) en augmentant le débit de gaz d'appoint.

Procédure : Utilisation du μ-ECD

Vérifiez que les gaz du détecteur sont connectés, une colonne correctement installée et le système étanche. Réglez la température du four, la température et le débit de l'injecteur. Assurez-vous que votre type de gaz vecteur ([Config][Inlet]) est le même que celui relié au CPG.

1. Appuyez sur [Front Det] ou [Back Det] pour ouvrir le tableau de commandes du µ-ECD.
2. Définissez la température du détecteur. Pour garder la cellule du µ-ECD propre, cette température doit être supérieure à celle du four.

Attention Les circuits électroniques du détecteur dépendent de la configuration correcte de gaz.

Procédure raccourcie : *(suppose des consignes correctes et enregistrées)*

1. Ouvrez le tableau de commandes du détecteur.
2. Mettez la Température sur On.
3. Mettez le Gaz d'appoint sur On, si nécessaire.
4. Appuyez sur [Det Control] et vérifiez la sortie.

3. Vérifiez que le type de gaz d'appoint est le même que celui relié à votre instrument. Le type de gaz se trouve entre parenthèses à côté de la ligne `Mkup` dans le tableau de commandes. Changez le type de gaz si nécessaire.
4. Entrez une valeur pour le gaz d'appoint.

   Si vous utilisez des *colonnes remplies*, ***coupez le gaz d'appoint.***

   Si votre ***colonne capillaire*** est *définie*, choisissez un nouveau mode de débit, si vous le souhaitez, et fixez le débit de gaz d'appoint ou le débit combiné.

   Si votre colonne capillaire n'est *pas définie* ou connectée à un injecteur sans EPC, seul un débit constant est disponible. Entrez un débit de gaz d'appoint.

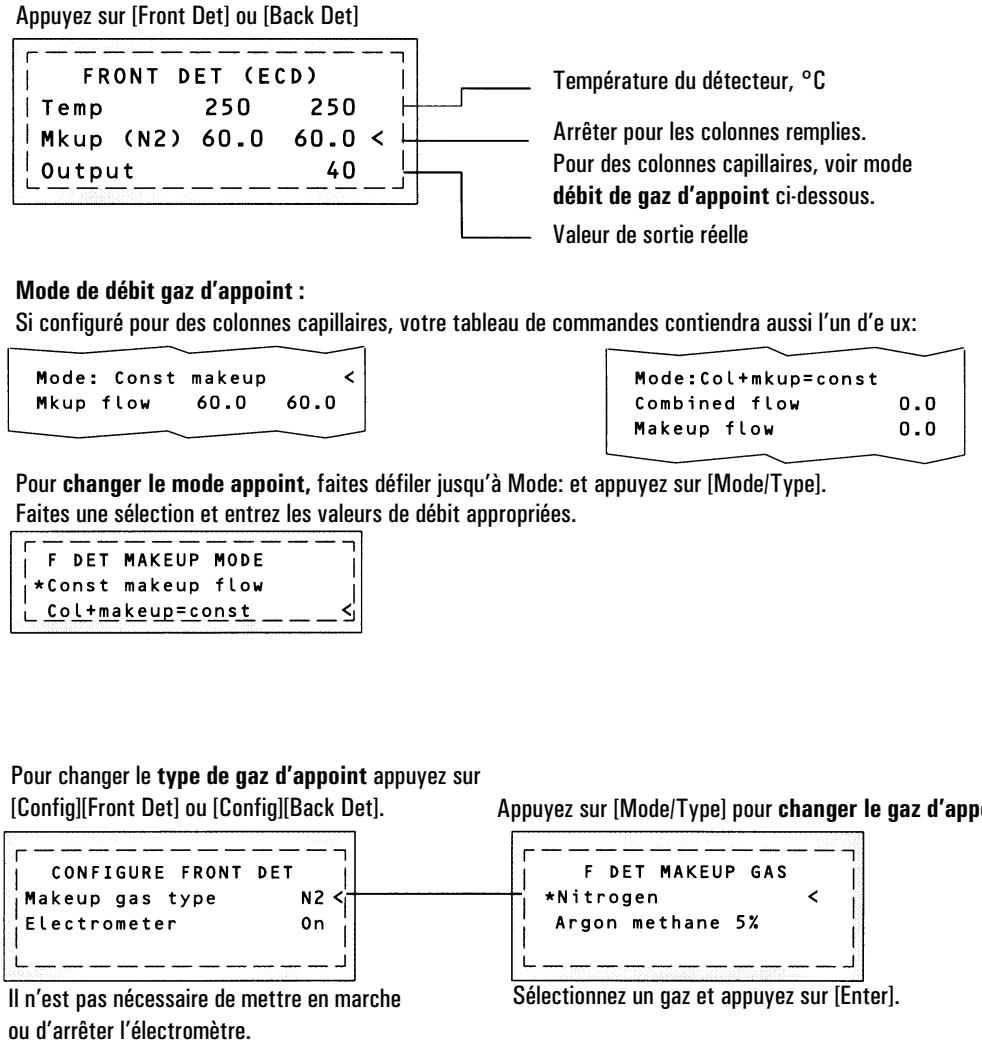


Figure 88. Tableau de commandes μ-ECD

Conditions de vérification et chromatogramme

Cette section contient un exemple de chromatogramme type d'échantillon de test. Cet exemple peut servir de guide général des performances de l'instrument.

Notez que les volumes d'injection énumérés avec les conditions de fonctionnement n'indiquent pas forcément le volume absolu total injecté. Le volume donné est simplement la graduation (position du piston) lue sur une seringue 10 µl standard. Pour un injecteur chauffé, le volume d'échantillon réel injecté inclura également un supplément de 0,4 à 0,7 µl, représentant le volume d'échantillon évaporé de l'intérieur de l'aiguille de la seringue. Pour l'injecteur en tête de colonne dédié (non chauffé), la position du piston de la seringue reflète plus précisément le vrai volume injecté.

Notez aussi que la procédure et les résultats suivants ne visent qu'à démontrer le bon fonctionnement d'un système d'injection et/ou de détection ; ils ne conviennent pas forcément pour tester un système donné en fonction des limites de spécifications.

Conditions de vérification du µ-ECD

Colonne et échantillon

Type	HP-5 3 0m × 0,3 2mm × 0,25 μm Réf. 19091J-413
Echantillon	Vérification ECD 18713-60040
Volume d'injection	1 μl

Injecteur

Température	200 °C Rempli avec purge
	250 °C Avec/sans division
	Suivi de la température du four, à froid en tête de colonne
	80 °C PTV (voir ci-dessous)
Pression d'injection	25 psi (pression constante pour des injecteurs EPC, hélium)

Avec/sans division

Mode	Sans division
Débit de purge	60 mL/min
Temps de purge	0,75 min

Injecteur, suite

PTV

Mode	Sans division
Température de l'injecteur	80 °C
Temps initial	0,1 min
Vitesse 1	720 °C/min
Temp. finale 1	350 °C
Temps final 1	2 min
Vitesse 2	100 °C/min
Temp. finale 2	250 °C
Temps final 2	0 min
Pression d'injection	25 psi (pression constante pour les injecteurs EPC)
Temps de purge	0,75 min
Débit de purge	60 mL/min

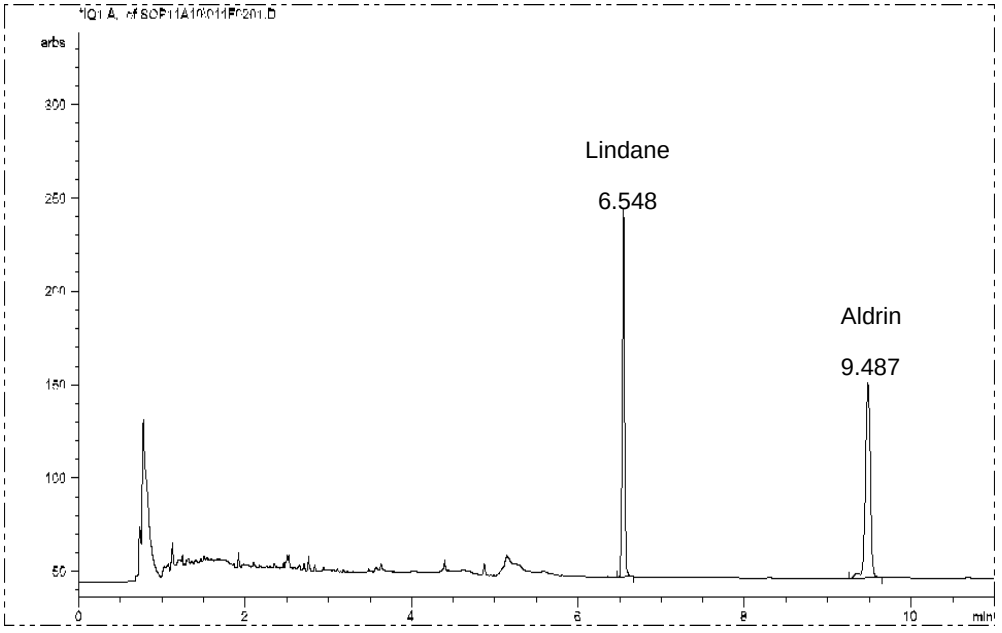
Détecteur

température	300 °C
Purge d'anode, azote	60 mL/min
Gaz d'appoint, azote	25 ± 2 mL/min
Décalage	Doit être < 1 000 coups

Four

Temp. initiale	80 °C
Temps initial	0 min
Vitesse 1	15 °C/min
Temp. Finale	180 °C
Temps final	10 min

Chromatogramme type de vérification du µ-ECD



Vos temps de rétention seront différents mais les pics doivent ressembler à ceux de cet exemple.

Maintenance du détecteur

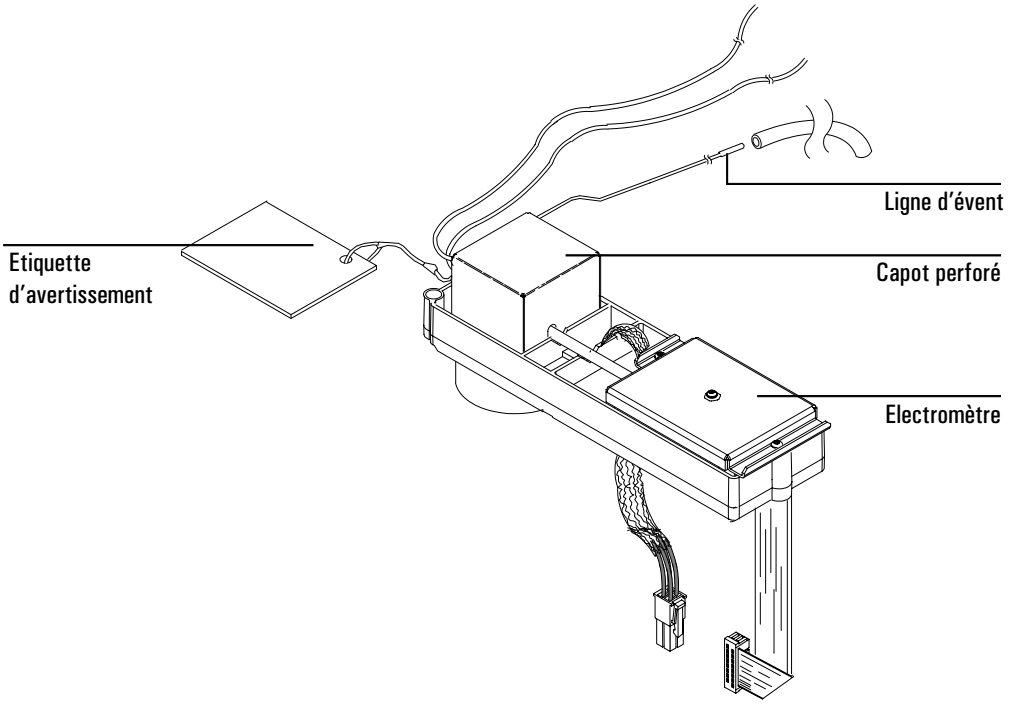


Figure 89. Le μ-ECD

Correction des problèmes de performances

Les problèmes de performance, comme une valeur de sortie trop élevée ou trop basse ou des résultats chromatographiques insatisfaisants (par exemple, une ligne de base avec bruit), peuvent être dus à des fuites ou à des dépôts dans le détecteur ou dans une autre partie du système chromatographique. Une suite de tests vous permettra de cerner le problème.

Toutefois, avant de tester le détecteur, interrogez-vous. Si vous constatez un niveau de sortie élevé juste après avoir modifié récemment le système CPG, il est fort probable que le changement lui-même a soit introduit des contaminants, soit provoqué une fuite. Par exemple, si vous avez récemment changé les alimentations de gaz, le nouveau gaz contient peut-être des impuretés. Ou si vous venez d'installer une nouvelle colonne, il se peut qu'il y ait une fuite sur le raccord du détecteur.

En revanche, si la valeur de sortie ou le niveau de bruit a augmenté graduellement, il s'agit probablement d'une accumulation progressive de particules. Par exemple, le détecteur contient peut-être des contaminants provenant d'un ressuage de colonne, ou un piège est saturé. Si le changement est graduel et si vous n'avez pas modifié récemment le système CPG, vous pouvez commencer par vérifier la contamination. *Remarque : dans cette procédure, la contamination fait référence à des particules non radioactives provenant d'un ressuage de colonne ou d'échantillons chargés, par exemple !*

1. Vérifiez que le détecteur fonctionne normalement et qu'au minimum 2 heures se sont écoulées depuis la dernière analyse.

   Vérifiez la valeur de sortie dans le tableau de commandes du détecteur. Si elle s'écarte considérablement de la norme (en plus ou en moins) continuez cette procédure pour identifier la cause de la valeur anormale.

2. Utilisez un détecteur électronique de fuite pour vérifier l'étanchéité de l'injecteur, du détecteur et des raccords de colonne. Eliminez les fuites puis vérifiez le niveau de sortie. S'il demeure anormal, continuez à l'étape 3.

3. Testez plutôt l'injecteur que le détecteur. Lisez les procédures de maintenance "L'injecteur avec ou sans division", "L'injecteur pour colonne remplie avec purge", "L'injecteur à froid en tête de colonne", "L'injecteur vaporisateur à température programmable", "Interface pour composés volatils".

   Si l'injecteur ne fuit pas, passez à l'étape 4 pour rechercher des fuites dans le détecteur.

   Si l'injecteur fuit, éliminez les fuites et vérifiez la sortie. Si elle demeure anormale, le détecteur fuit peut-être aussi. Passez à l'étape 4.

4. Effectuez le test d'étanchéité du détecteur décrit plus loin.

   Si le détecteur ne fuit pas, le problème est dû à la contamination. Passez à l'étape 5.

   Si le détecteur fuit, éliminez les fuites puis revérifiez la sortie. Si elle demeure anormale, passez à l'étape 5.

5. Vérifiez la contamination :

   a. retirez la colonne et bouchez la connexion du détecteur avec le bouchon (réf. 19234-20650) et écrou capillaire (réf. 19234-20570) ;

   b. faites fonctionner le détecteur dans vos conditions d'utilisation normales, en ne le faisant traverser que par du gaz d'appoint. Surveillez la sortie. Si elle est normale pour votre détecteur, la contamination provient d'une autre partie du système CPG. Passez à l'étape 6 ;

   c. si la sortie est anormale, le détecteur est contaminé. Effectuez un conditionnement thermique pour le décontaminer. La procédure est décrite plus loin dans ce document, voir "Nettoyage thermique".

6. Elément par élément, vérifiez la contamination sur le reste du système CPG, en procédant aux changements suivants et en surveillant la sortie :

   - remplacez la colonne par une colonne vide et comparez les valeurs de sortie ;
   - changez l'injecteur (si possible) et comparez la sortie ;
   - changez de source de gaz et comparez la sortie ;

- remplacez les pièges et comparez la sortie.

Vérification des fuites de gaz

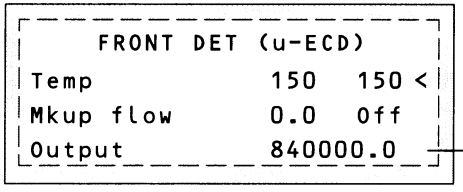
En cas de fuite, il est peu probable qu'elle provienne du détecteur. Si vous soupçonnez la présence d'une fuite dans votre système CPG, commencez par vérifier la tuyauterie de gaz vers le CPG, l'injecteur et les connexions de l'injecteur, de la colonne et du détecteur.

Pour ce test, le four et l'injecteur doivent présenter leur température de fonctionnement normale.

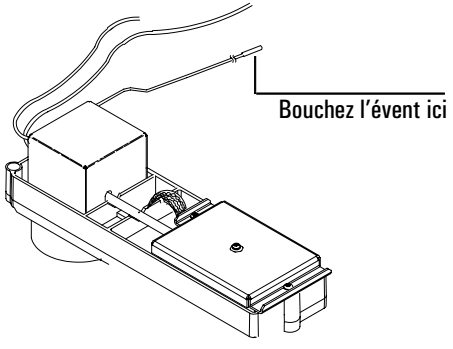
Matériel nécessaire :

- un bouchon d'évent (réf. 5060-9055) ;
- un détecteur électronique de fuite capable de détecter votre gaz vecteur.

1. Arrêtez la pression de l'injecteur. Laissez un certain temps pour purger le système de son gaz.
2. Coupez le gaz d'appoint.



3. Bouchez l'évent de ventilation du détecteur avec le bouchon.



4. Réglez la pression de l'injecteur à 15 psi (103 kPa). Surveillez la pression du système à partir de l'injecteur. Laissez le temps au système de monter en pression (au moins 1 minute). Arrêtez la pression ou le gaz. Si vous avez un injecteur sans EPC, arrêtez la pression à l'arrivée initiale.

   Surveillez la pression pendant 10 à 15 minutes. Si elle reste stable ou ne baisse que de 0,2 ou de 0 , 3psi/min, vous pouvez considérer que le détecteur est étanche. Si la pression baisse davantage, il y a une fuite. Continuez à l'étape 5.

5. A l'aide du détecteur électronique, vérifiez les fuites au raccord de colonne et à l'évent bouché. Si vous trouvez des fuites, serrez les raccords et renouvelez le test.

   Si les autres composants du système sont étanches, le détecteur présente peut-être une fuite. Vous ne pouvez pas désassembler le détecteur sans l'accord express de la Nuclear Regulatory Commission ou Agreement State Licensing Agency (Etats-Unis seulement). Pour plus d'informations, contactez Agilent.

Nettoyage thermique

Si votre ligne de base est bruyante ou si la valeur de sortie est anormalement haute, et si vous n'avez trouvé aucune fuite dans le système CPG, il se peut que le détecteur soit contaminé par un ressuage de colonne. Pour éliminer la contamination, effectuez un nettoyage thermique (appelé aussi "conditionnement") du détecteur.

Avertissement Le désassemblage et/ou le nettoyage autre que thermique d'un détecteur ne doit être effectué que par du personnel habilité à manipuler des matières radioactives. Des quantités de Ni^{63} radioactif à l'état de traces peuvent être supprimées pendant d'autres procédures, entraînant une exposition dangereuse possible aux radiations β et x.

Avertissement Pour prévenir toute contamination du laboratoire par un matériau radioactif, l'orifice de ventilation du détecteur doit toujours être raccordé à un collecteur de fumée ou ventilé conformément à la dernière révision du Titre 10, CFR, Part 20, ou la régulation locale avec laquelle la Nuclear Regulatory Commission a conclu un accord (Etats-Unis seulement). Pour la France, renseignez-vous sur les exigences équivalentes auprès de la CIREA.

Matériel nécessaire :

- bouchon pour la connexion du détecteur (réf.19234-20650);
- écrou pour connecter le bouchon (réf. 19234-20570).

1. Le détecteur et le four étant aux températures de fonctionnement normales, appuyez sur [Front Det] ou [Back Det] pour ouvrir le tableau de commandes. Notez la valeur de sortie (Output) pour comparaison ultérieure.
2. Arrêtez le débit de purge d'anode et de gaz d'appoint.
3. Retirez la colonne du détecteur. N'oubliez pas de boucher l'extrémité non connectée. Installez le bouchon et l'écrou dans le raccord du détecteur de colonne pour boucher la connexion.

4. Entrez les valeurs suivantes:
   - température = 350 à 375 °C ;
   - débit de gaz d'appoint = 60 mL/min.
5. Réglez la température du four à 250 °C.
6. Laissez le nettoyage thermique se poursuivre pendant plusieurs heures puis laissez refroidir le système à la température de fonctionnement normale.
7. Vérifiez la valeur de sortie du µ-ECD sur le tableau de commande. elle devrait être inférieure à celle de la première lecture. Dans la négative, contactez Agilent.

Test par essuyage (test de fuite radioactive)

Vous devez vérifier, au minimum tous les six mois, qu'il n'y a pas de fuite radioactive au niveau du détecteur à capture d'électrons. Vous devez conserver les enregistrements des tests et des résultats en vue d'une possible inspection de la Nuclear Regulatory Commission et/ou de l'agence responsable. Des tests plus fréquents peuvent être effectués si nécessaire.

La procédure utilisée est le **wipe test** (test par essuyage). Un kit de test par essuyage est fourni avec chaque détecteur neuf. Pour effectuer le test, suivez les instructions qui se trouvent sur la carte d'information fournie avec le Kit de test par essuyage.

26 Détecteur à photométrie de flamme

Informations générales

Linéarité

Effets de quenching (extinction)

Saturation du PMT

Filtres optiques

Insert en silice fondue

Conditions qui empêchent le détecteur de fonctionner

Arrêt du détecteur

Configuration logicielle

FPD à deux longueurs d'onde

Utilisation du détecteur

Considérations relatives à la température du détecteur

Configuration du chauffage

Décalage avec flamme allumée

Procédure : Modification du point de consigne Lit offset

Séquence d'allumage de la flamme

Allumage de la flamme

Electromètre on/off

Débits de données de l'électromètre

Procédure : Utilisation de la fonction Fast peaks

Fonctionnement du FPD

Procédure : Utilisation du FPD

Conditions de vérification et chromatogramme

Conditions de vérification du FPD

Chromatogramme type de vérification du FPD

Maintenance du détecteur

Problèmes d'allumage de la flamme

Remplacement des filtres de longueur d'onde

Contrôle d'étanchéité

Nomenclatures

Nettoyage/remplacement des fenêtres, des filtres et des joints

Nettoyage/remplacement de la buse

Remplacement de l'adaptateur en silice fondue de la ligne de transfert

Remplacement du tube photomultiplicateur

Le détecteur à photométrie de flamme (FPD)

Informations générales

L'échantillon brûle dans une flamme riche en hydrogène où certaines espèces sont réduites et excitées. Le débit de gaz entraîne les espèces excitées vers une zone d'émission moins chaude située au-dessus de la flamme où elles peuvent se désintégrer et émettre de la lumière. Un filtre passe-bande étroit sélectionne la lumière propre à une espèce et un écran protège le tube photomultiplicateur (PMT) de l'émission intense de carbone.

La lumière atteint une surface photosensible dans le PMT, où un photon libère un électron. Cet électron produit jusqu'à un million d'électrons secondaires.

Le courant issu du PMT est amplifié et numérisé par l'électronique du FPD. Le signal est disponible sous forme numérique sur la sortie communication ou sous forme de tension sur la sortie analogique.

Le FPD ne doit pas être stocké à une température supérieure à 50 °C conformément aux spécifications du fabricant du PMT.

Linéarité

Plusieurs phénomènes produisent une émission de soufre. L'espèce excitée est diatomique et l'intensité d'émission est donc approximativement proportionnelle au carré de la concentration des atomes de soufre.

L'espèce excitée en mode phosphore est monatomique, la relation entre intensité d'émission et concentration des atomes est donc linéaire.

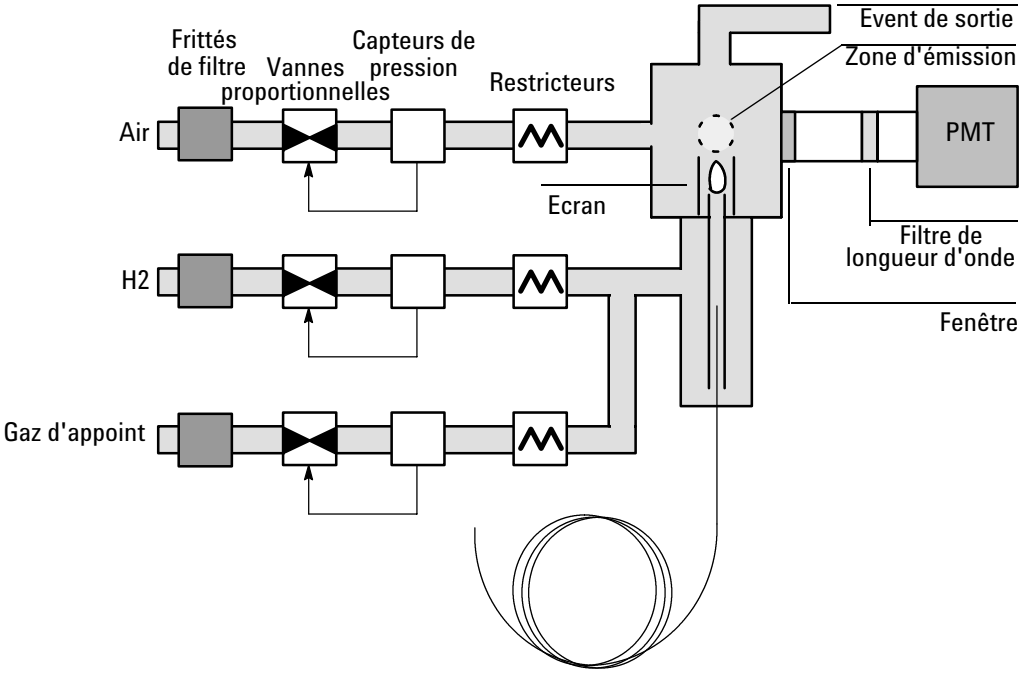


Figure 90. Schéma d'un détecteur à photométrie de flamme

Effets de quenching (extinction)

L'extinction (quenching) des hydrocarbures intervient quand une forte concentration de dioxyde de carbone d'un pic d'hydrocarbure se trouve dans la flamme en même temps que l'espèce contenant du soufre. Une partie de la lumière émise par l'espèce soufrée est absorbée par des espèces contenant du CO_2.

L'autoextinction intervient aux concentrations élevées d'espèces contenant des hétéroatomes. Certaines autres espèces à leur état fondamental (non activées) réabsorbent le photon émis, ce qui l'empêche d'atteindre le PMT.

De bonnes pratiques chromatographiques permettent de réduire ces effets. La colonne doit assurer une bonne séparation des composés, de ceux contenant du soufre ou du phosphore ainsi que de ceux qui n'en contiennent pas mais qui sont susceptibles d'absorber de la lumière. Il est profitable d'effectuer un étalonnage multiniveaux soigneux !

Pour obtenir des réponses cohérentes, vous devez maintenir le gaz et les détecteurs propres. Comme la plupart des composés soufrés ou phosphorés comportent des sites chimiques actifs, le système d'injection et la colonne doivent rester très propres.

Saturation du PMT

Le tube photomultiplicateur peut être saturé si l'intensité lumineuse est trop forte. Quand cela se produit, une augmentation de la concentration se caractérise par un accroissement faible ou nul du signal et le sommet des pics est arrondi ou aplati. Diluez l'échantillon pour remédier à ce problème.

Filtres optiques

La longueur d'onde de transmission des filtres est indiquée sur le bord des filtres. Chaque filtre comporte une face miroir (orientée face à la flamme quand elle est installée) et une surface colorée.

Le filtre à soufre est bleu/violet et transmet à 393 nanomètres.

Le filtre à phosphore est jaune/vert et transmet à 5 2 5nanomètres.

Insert en silice fondue

Le FPD utilise un adaptateur en silice fondue inerte dans la ligne de transfert. Cet adaptateur permet d'utiliser des colonnes en silice fondue de petit d.i. allant jusqu'à 530 µm qui éluent juste à la base de la flamme, réduisant ainsi au minimum la traîne des pics de l'échantillon ou les pertes sur les sites chimiques actifs. Cet adaptateur est également compatible avec les colonnes remplies standard.

Conditions qui empêchent le détecteur de fonctionner

- Température réglée au-dessous de 120 °C
- Débit d'air ou d'hydrogène réglé sur `Off` ou sur `0,0`
- Allumage défaillant

Arrêt du détecteur

Si un gaz critique au fonctionnement du détecteur est fermé par suite d'une défaillance de la régulation des gaz ou de l'allumage, votre détecteur s'arrête lui aussi. Tout s'arrête alors, sauf la température du détecteur et le débit de gaz d'appoint.

Configuration logicielle

Pour utiliser un FPD monolongueur d'onde avec une ChemStation Agilent, celle-ci doit être équipée de la version 4.02 ou ultérieure du logiciel.

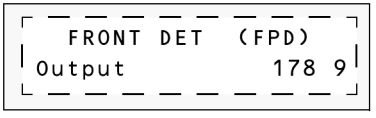
Pour utiliser un FPD à deux longueurs d'onde avec une ChemStation Agilent, celle-ci doit être équipée de la version 5.01 ou ultérieure du logiciel.

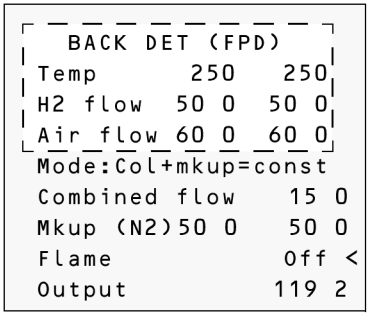
FPD à deux longueurs d'onde

Il s'agit d'un module comprenant un brûleur unique et deux boîtiers PMT, l'un avec un filtre à soufre et l'autre avec un filtre à phosphore. Les débits de gaz optimums pour ces deux éléments étant assez différents, les performances de ces détecteurs constituent un compromis.

Le détecteur se monte en position arrière et est chauffé par les chauffages des zones Back Det et AUX 2. Le point de consigne de la zone AUX 2 est fixé automatiquement par le point de consigne de la zone Back Det.

Deux lignes de signaux et deux cartes électromètre sont utilisées, une pour chaque PMT. Le tableau de commande Back Det contrôle le détecteur tandis que le tableau Front Det fonctionne dans un mode spécial, le mode "signal only". Les tableaux ci-dessous sont des tableaux de commande types pour un FPD à deux longueurs d'onde :





Si une zone chauffée est définie comme étant la position Front Det, un message indique "F det type mismatch". Dans ce cas, appuyez sur [Config], faites défiler jusqu'à la ligne `Instrument` et appuyez sur [Enter]. Faites défiler jusqu'à la ligne `F det`, appuyez sur [Mode/Type] et sélectionnez `Sig only FPD`.

Utilisation du détecteur

Considérations relatives à la température du détecteur

La flamme du FPD produit une quantité considérable de vapeur d'eau. Pour éviter toute condensation, le détecteur doit fonctionner à une température supérieure à 120 °C.

Les températures excessivement hautes peuvent entraîner la décomposition thermique de nombreux composés soufrés et phosphorés thermiquement labiles.

La température du détecteur peut influencer considérablement la sensibilité. Si vous analysez des composés à haut point d'ébullition, la température du détecteur doit être fixée 25 °C au-dessus de la température finale du four (la température maximale admissible étant de 250 °C).

Configuration du chauffage

Le brûleur du FPD comporte deux zones chauffées, l'une pour le corps du détecteur et l'autre pour la ligne de transfert.

Un FPD monolongueur d'onde peut être installé en position avant ou arrière. En position avant, il utilise les chauffages Front Det et AUX 1. En position arrière, il utilise les chauffages Back Det et AUX 2. Un second détecteur (éventuellement, un autre FPD) peut être installé dans l'autre position.

Un FPD à deux longueurs d'onde (détection simultanée du soufre et du phosphore) doit être installé en position arrière, où il utilise les zones Back Det et AUX 2. Il est impossible d'installer un second détecteur.

Le logiciel fixe automatiquement la température de la zone AUX comme étant égale au point de consigne de la zone Det. Vous n'avez pas à entrer deux points de consigne distincts.

Décalage avec flamme allumée

Le décalage avec flamme allumée est la différence que l'on s'attend à trouver entre la sortie du FPD quand la flamme est allumée et cette sortie quand la flamme est éteinte. Il sert à déterminer si une tentative d'allumage a réussi et à détecter une condition d'extinction de la flamme.

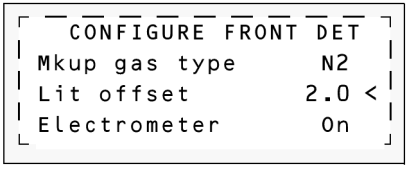
Si la sortie quand la flamme est allumée moins la sortie quand la flamme est éteinte est supérieure à la valeur `Lit offset`, la flamme est considérée comme allumée.

Le réglage par défaut pour `Lit offset` est de 2,0 picoamps. Il s'agit d'une bonne valeur de travail pour tous les gaz et systèmes, sauf s'ils sont très propres. Vous pouvez changer ce point de consigne si :

- votre détecteur tente un réallumage alors que la flamme est encore allumée, produisant ainsi une fermeture ;
- votre détecteur ne tente pas de réallumage quand la flamme est éteinte.

Procédure : Modification du point de consigne Lit offset

1. Appuyez sur [Config][Front Det] ou [Config][Back Det].



2. Faites défiler jusqu'à `Lit offset` et entrez un nombre.
   La valeur par défaut est de 2,0 pA.
   Entrez 0 pour désactiver la fonction de rallumage automatique.
   La gamme de points de consigne va de 0 à 99,9 pA.

Séquence d'allumage de la flamme

Lorsque l'une quelconque des méthodes d'allumage de la flamme décrites à la page suivante est mise en oeuvre, le FPD exécute automatiquement la séquence suivante :

1. fermeture des débits de tous les gaz (air, hydrogène, appoint) de détecteur. L'alimentation en gaz vecteur reste ouverte ;
2. réglage du débit d'air à 200 mL/min ;
3. mise de l'ensemble d'allumage sous tension ;
4. augmentation du débit d'hydrogène de 10 à 70 mL/min ;
5. retour du débit d'air au point de consigne de débit d'air ;
6. retour du débit d'hydrogène au point de consigne de débit d'hydrogène ;
7. ouverture du débit du gaz vecteur ;
8. comparaison des variations du signal avec la valeur `Lit offset`. Si la variation est supérieure à la valeur `Lit offset`, le détecteur déclare la flamme allumée (lit). Si elle est inférieure, il déclare que la flamme est éteinte (not lit).

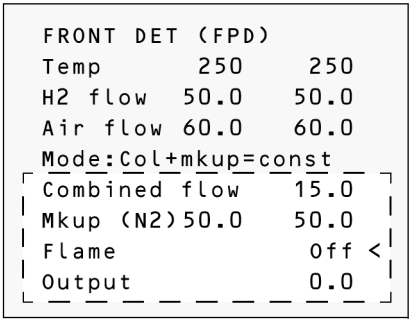
Pour que le processus fonctionne, les modules de régulation des gaz doivent être suffisamment alimentés en air pour fournir un débit de 200 mL/min. Nous recommandons une pression d'alimentation de 90 psi (6,2 bars).

Allumage de la flamme

Manuel

Pour démarrer la séquence d'allumage de la flamme :

Appuyez sur [Front Det] ou [Back Det]



Faites défiler jusqu'à Flame et appuyez sur [On]

Automatique

Si la sortie du FPD quand la flamme est allumée descend au-dessous de la sortie quand la flamme est éteinte plus la valeur `Lit offset`, cela correspond à une condition d'extinction de la flamme. Le FPD exécute la séquence d'allumage de la flamme pour la rallumer. Si elle échoue, il réexécute la séquence. Si la seconde tentative échoue également, le détecteur arrête toutes les fonctions excepté le chauffage et le débit de gaz d'appoint.

Electromètre on/off

Le tableau de commande Configure Detector contient un point de consigne On/Off pour l'électromètre.

On	Haute tension et circuits de traitement des signaux sous tension. **Si le tube photomultiplicateur est exposé à la lumière ambiante alors que l'électromètre fonctionne, le tube sera détruit.**
Off	Haute tension et circuits de traitement des signaux hors tension. Dans ces circonstances, il n'y a aucun danger à exposer le tube photomultiplicateur à la lumière ambiante.

Attention N'oubliez jamais d'éteindre l'électromètre avant de retirer le boîtier PMT afin de ne pas détruire le tube.

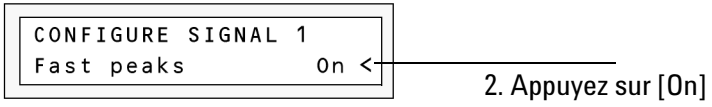
Débits de données de l'électromètre

La sortie des données analogiques du FPD peut s'effectuer à deux vitesses. La plus rapide permet des largeurs de pic minimum de 0,00 4minute, tandis que la vitesse standard permet des largeurs de pic de 0,01 minute.

Procédure : Utilisation de la fonction Fast peaks

Si vous utilisez la fonction *Fast peaks*, votre intégrateur doit être suffisamment rapide pour traiter les données provenant du CPG. Une bande passante de 15 Hz minimum est recommandée pour l'intégrateur. Pour utiliser des pics rapides :

1. Appuyez sur [Config][Signal 1] ou [Config][Signal 2]



La fonction Fast peaks ne s'applique pas à la sortie numérique.

Fonctionnement du FPD

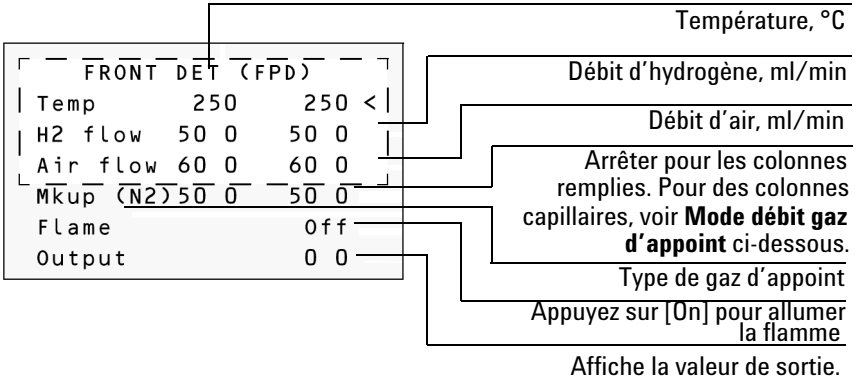
Le Tableau 69 indique le débit permettant d'obtenir la sensibilité maximale de la flamme du FPD, qui est riche en hydrogène et pauvre en oxygène. Il est difficile d'allumer la flamme avec ces débits, en particulier en mode soufre. L'hélium, utilisé comme gaz vecteur ou gaz d'appoint, peut refroidir les gaz du détecteur au-dessous de leur température d'allumage. Nous vous recommandons d'utiliser l'azote plutôt que l'hélium.

Tableau 69. Températures et débits recommandés

	Débits en mode soufre mL/min	**Débits en mode soufre mL/min**
Vecteur (hydrogène, hélium, azote, argon)		
Colonnes remplies	10 à 60	10 à 60
Colonnes capillaires	1 à 5	1 à 5
Gaz du détecteur		
Hydrogène	50	150
Air	60	110
Vecteur + appoint	60	60
Pression d'alimentation Pression d'alimentation en ai r: au moins 9 Opsi pour la séquence d'allumage. Autre s: suffisants pour atteindre les débits désirés.		
Température du détecteur Au-dessous de 120 °C, la flamme ne s'allume pas. Fixez une température environ 2 5°C au-dessus de la température finale du four (la limite est 250°C).		
Lit offset [Config] [Front Det] **ou** [Back Det] Si la sortie du détecteur (quand la flamme est allumée) moins la sortie du détecteur (quand la flamme est éteinte) descend au-dessous de cette valeur, le FPD tente de rallumer la flamme à deux reprises. Si la sortie n'augmente pas au moins de cette quantité, le détecteur s'arrête. On recommande un Lit offset de 2,0 pA. Sélectionner 0 ou [Off] désactive la fonction d'auto-allumage.		

Si la flamme ne s'allume pas avec les débits indiqués ci-dessus pour le mode soufre, changez les valeurs du mode phosphore. Une fois la flamme allumée, faites évoluer progressivement les débits vers les valeurs du mode soufre. Il est nécessaire de procéder à des expérimentations pour déterminer les débits appropriés pour votre détecteur.

Appuyez sur [Front Det] ou [Back Det].



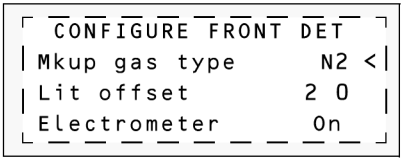
Mode débit gaz d'appoint : si les dimensions de la colonne sont spécifiées, le tableau de commande contient également les éléments suivants.

```
Mode:Const makeup  <          Mode:Col+mkup=const
Mkup flow 0.0    Off          Combined flow    0.0
                              Débit d'appoint  0.0
```

Pour **changer le mode d'appoint,** faites défiler jusqu'à Mode: et appuyez sur [Mode/Type]. Faites une sélection et entrez les valeurs de débit appropriées.



Pour visualiser **le type de gaz** ou changer **Lit offset**, appuyez sur [Config][Front Det] ou [Config][Back Det]:



Il n'est pas nécessaire de mettre l'électromètre, sous et hors tension sauf si vous effectuez une procédure de maintenance.

Pour changer **le type de gaz** d'appoint, appuyez sur [Mode/Type]:



Sélectionnez le gaz approprié.

Figure 91. Tableau de commande du FPD

Procédure : Utilisation du FPD

Vérifiez que tous les débits sont raccordés au détecteur, qu'une colonne est installée et que le système est étanche. Vérifiez la température du four, la température de l'injecteur et le débit de colonne.

Avertissement Vérifiez qu'une colonne est installée ou que le raccord de colonne du FPD est en place avant d'ouvrir le débit d'air ou d'hydrogène. Si de l'air et de l'hydrogène peuvent pénétrer dans le four, il y a un risque d'explosion.

1. Appuyez sur [Front Det] ou [Back Det] pour ouvrir le tableau de commande du FPD.
2. Définissez la température du détecteur. Elle doit être supérieure à 120 °C pour que la flamme s'allume.
3. Changez le débit de l'hydrogène, si nécessaire, et appuyez sur [Off].
4. Changez le débit d'air, si nécessaire, et appuyez sur [Off].
5. Si vous utilisez des **colonnes remplies**, fermez le débit de gaz d'appoint et passez à l'étape 7.
6. Si vous utilisez des **colonnes capillaires :**
   a. vérifiez que le type de gaz d'appoint est le même que celui qui est relié à votre instrument (à côté de la ligne `Mkup` du tableau de commandes). Changez le type de gaz si nécessaire ;
   b. si votre colonne capillaire est définie, choisissez un nouveau mode de débit, si vous le souhaitez, et fixez le débit de gaz d'appoint ou le débit combiné ;
   c. si votre colonne capillaire n'est pas définie, entrez un débit de gaz d'appoint. Seul le débit constant est disponible.
7. Faites défiler jusqu'à `Flame` et appuyez sur [On]. Cette manoeuvre ouvre l'air et l'hydrogène et déclenche la séquence d'allumage. A l'allumage, le signal augmente. Les niveaux types sont 4 à 40 pA en mode soufre, et 10 à 70 pA en mode phosphore. Vérifiez que la flamme est allumée en plaçant une surface brillante et froide, comme un miroir ou une clé chromée, au-dessus de l'évent. Une condensation soutenue indique que la flamme est allumée.

Conditions de vérification et chromatogramme

Cette section contient des exemples de chromatogrammes types d'échantillons de test. Cet exemple peut servir de guide général des performances de l'instrument.

Notez que les volumes d'injection énumérés avec les conditions de fonctionnement n'indiquent pas forcément le volume absolu total injecté. Le volume donné est simplement la graduation (position du piston) lue sur une seringue 10 µL standard. Pour un injecteur chauffé, le volume d'échantillon réel injecté inclura également un supplément de 0,4 à 0,7 µL, représentant le volume d'échantillon évaporé de l'intérieur de l'aiguille de la seringue. Pour l'injecteur en tête de colonne dédié (non chauffé), la position du piston de la seringue reflète plus précisément le vrai volume injecté.

Notez aussi que la procédure et les résultats suivants ne visent qu'à démontrer le bon fonctionnement d'un système d'injection et/ou de détection ; ils ne conviennent pas forcément pour tester un système donné en fonction des limites de spécifications.

Conditions de vérification du FPD

Colonne et échantillon

Type	HP 5 30 m × 0,32 mm × 0,25 μm Réf. 19091J-413
Echantillon	Vérification FPD 8500-3697
Volume d'injection	1 μl

Injecteur

Température	250 °C pour colonne remplie avec purge ou avec/sans division
	Suivi de la température du four , On-column à froid
	80 °C PTV (voir ci-dessous)
Pression d'injection	25 psi (pression constante pour des injecteurs EPC, hélium)

Avec/sans division

Mode	Sans division
Débit de purge	60 mL/min
Temps de purge	0,75 min

PTV

Mode	Sans division
Température de l'injecteur	80 °C
Temps initial	0,1 min
Vitesse 1	720 °C/min
Temp. finale 1	350 °C
Temps final 1	2 min
Vitesse 2	100 °C/min
Temp. finale 2	250 °C
Temps final 2	0 min
Pression d'injection	2 psi (pression constante pour injecteurs EPV)
Temps de purge	0,75 min
Débit de purge	60 mL/min

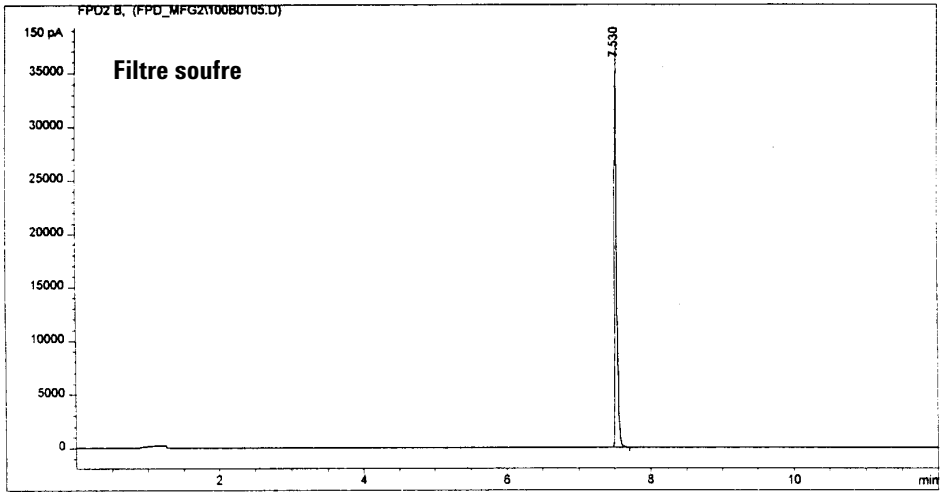
Détecteur

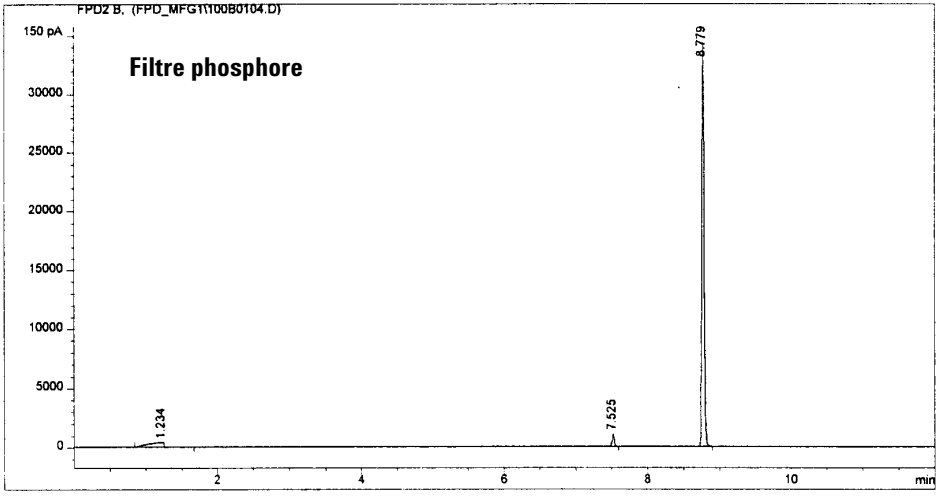
Température	200 °C
Débit d'hydrogène	75 ± 2 mL/min
Débit d'air	100 ± 2 mL/min
Débit d'appoint	60 ± 2 mL/min, azote
Décalage, flamme éteinte (0-fa)	Doit être < 40 unités d'affichage
Décalage, flamme allumée (0+fb)	< [(0-fa) + 85 unités d'affichage]

Four

Temp. initiale	60 °C
Temps initial	0 min
Vitesse 1	25 °C/min
Temp. Finale	110 °C
Temps final 0 min	
Vitesse 2	10 °C/min
Temp. finale 2	170 °C
Temp. finale 1	3 min

Chromatogrammes types de vérification du FPD





Vos temps de rétention seront différents mais les pics doivent ressembler à ceux de cet exemple.

Maintenance du détecteur

Attention Ne stockez pas le FPD à une température supérieure à 50 °C car cela pourrait endommager le PMT.

Problèmes d'allumage de la flamme

Si la flamme du FPD ne s'allume pas ou reste allumée, procédez comme sui t:

1. assurez-vous qu'il y a un problème. Le meilleur moyen de vérifier si la flamme est allumée est de tenir un miroir ou une surface brillante à proximité de la sortie du tube en aluminium, le tube "drip" en caoutchouc retiré au préalable, et d'observer si de la condensation apparaît ;
2. vérifiez la valeur `Lit offset`. Si elle est égale à zéro, la fonction d'auto-allumage est désactivée. Si elle est trop élevée, le CPG ne saura pas que la flamme est allumée et arrêtera le détecteur ;
3. augmentez la pression d'alimentation en air du module de régulation des gaz. Ceci facilite l'allumage de la flamme mais n'affecte pas le point de consigne de débit d'air ;
4. si la flamme ne s'allume pas du tout, vérifiez le circuit d'allumage. Observez l'affichage, qui fait apparaître momentanément plus de 65 500 comptes quand la flamme s'allume. Si l'affichage ne change pas, vérifiez le brochage au niveau de la carte à circuit imprimé, le branchement du câble sur l'ensemble d'allumage et les fusibles 5 A sur la carte principale du CPG. Si le briquet est défaillant, remplacez-le (réf. 0854-0141) ;
5. il est plus facile d'allumer la flamme si la température du détecteur est élevée ;
6. dans certaines conditions de fonctionnement, il est plus facile d'allumer la flamme quand le tube "drip" en caoutchouc est retiré. Après avoir allumé la flamme, repositionnez le tube "drip" ;

7. si la flamme ne s'allume toujours pas, il se peut qu'il y ait une fuite importante dans le système. Il en résulte que les débits mesurés sont différents des débits réels, ce qui crée des conditions d'allumage non idéales. Vérifiez que l'ensemble du système est complètement étanche ;
8. si l'analyse le permet, utilisez de l'hélium comme gaz vecteur et gaz d'appoint plutôt que de l'azote ;
9. augmentez les débits d'hydrogène et d'air jusqu'à ce que la flamme s'allume puis réduisez-les pour atteindre les valeurs du Tableau 69. Déterminez expérimentalement les meilleures valeurs.

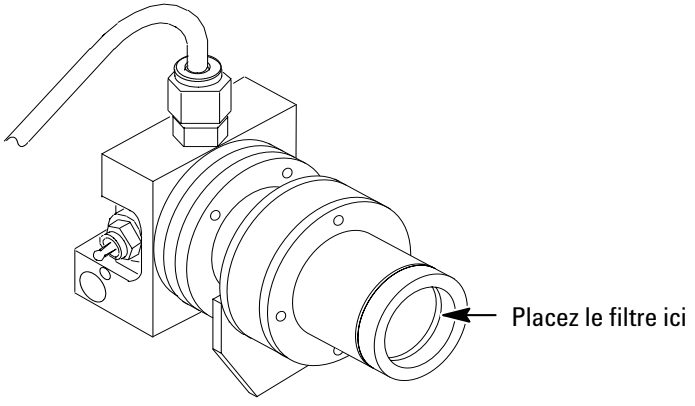
Remplacement des filtres de longueur d'onde

Installez le filtre optique approprié, selon que vous opérez en mode soufre ou en mode phosphore. En mode soufre, utilisez le filtre à 393 nanomètres (réf. 19256-80000). En mode phosphore, utilisez le filtre à 525 nanomètres (réf. 19256-80010).

Pour remplacer le filtre :

Avertissement Mettez le système hors tension à l'interrupteur principal, situé sous la partie latérale gauche de la porte du four. Si le tube photomultiplicateur est exposé à la lumière ambiante alors qu'il est sous tension, il sera détruit.

1. Retirez le ressort de maintien du boîtier du tube photomultiplicateur ;
2. séparez le boîtier du photomultiplicateur du corps du détecteur. Un mouvement de rotation facilite cette dissociation.
3. retirez l'ancien filtre. Utilisez un morceau de papier pour essuyer les traces de doigts ;
4. introduisez le nouveau filtre dans la cavité de telle façon que la face argentée soit orientée face à la flamme ;



5. enfoncez le boîtier PMT à fond dans le corps du détecteur ;
6. installez le ressort autour du boîtier ;
7. remettez le système sous tension.

Contrôle d'étanchéité

Fermez toutes les alimentations en gaz. Bouchez le tuyau de sortie du détecteur à l'aide d'un bouchon Swagelok de 1/4 de pouce (réf. 0100-0196) et d'une bague Vespel à 40% de graphite (réf. 0100-1061).

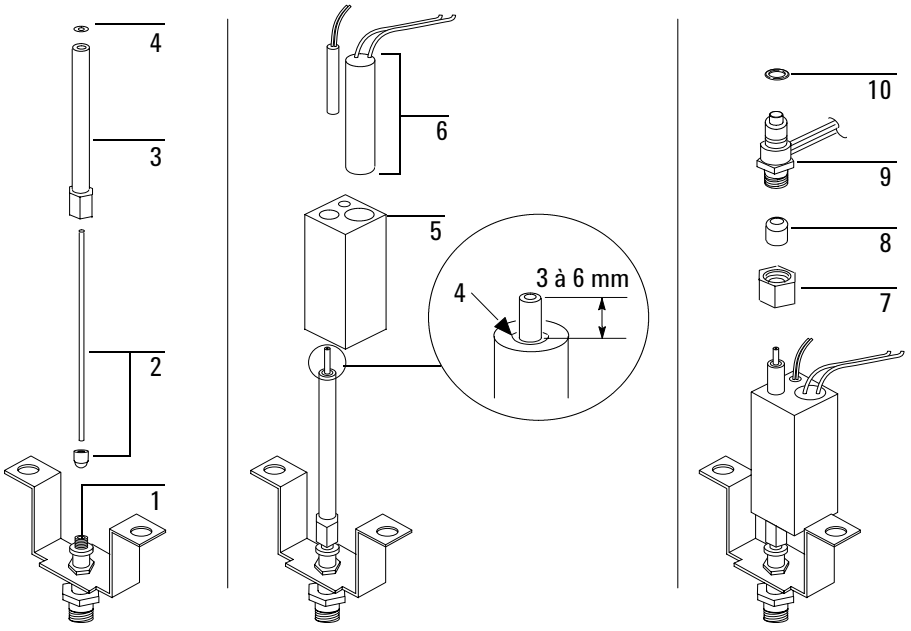
Attention Lorsque vous testez le système de débit sous pression, ne dépassez pas 210 kPa (30 psig). Les pressions plus élevées peuvent endommager la fenêtre ou les joints du détecteur.

Ouvrez le débit de l'un des gaz pendant quelques secondes puis fermez-le. Le débit indiqué (qui est en fait une pression) doit rester constant ou diminuer lentement. Dans le cas contraire, il y a une fuite dans le système. Commencez à vérifier les sources de fuite possibles et surveillez le débit pour déterminer quand la fuite est éliminée.

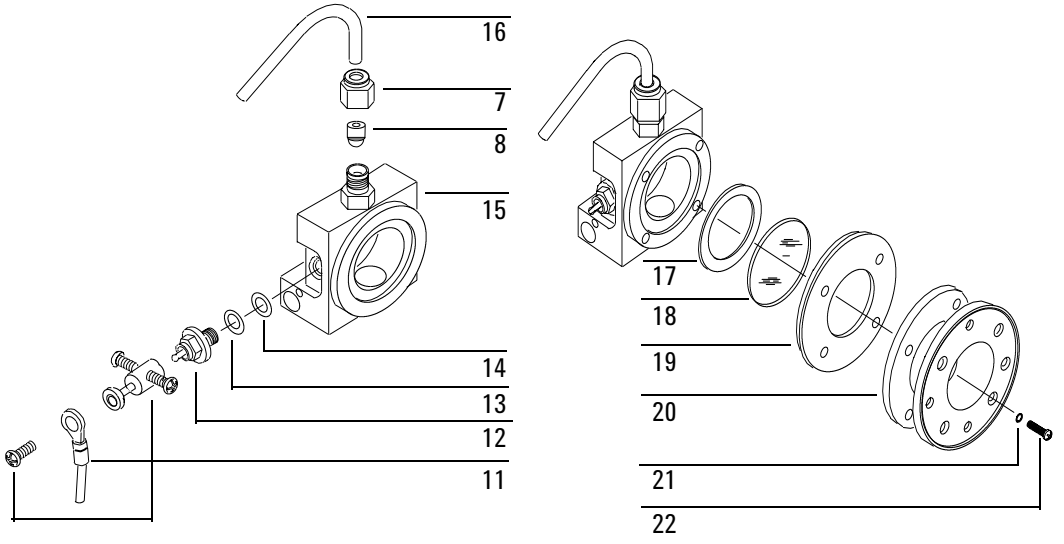
Les sources de fuite possibles, dans l'ordre décroissant de probabilité, son t:

1. le septum ;
2. les raccords de colonne ;
3. les raccords de type SWAGELOCK du circuit d'alimentation ;
4. les joints toriques ou Vespel du détecteur ;
5. un autre circuit du système.

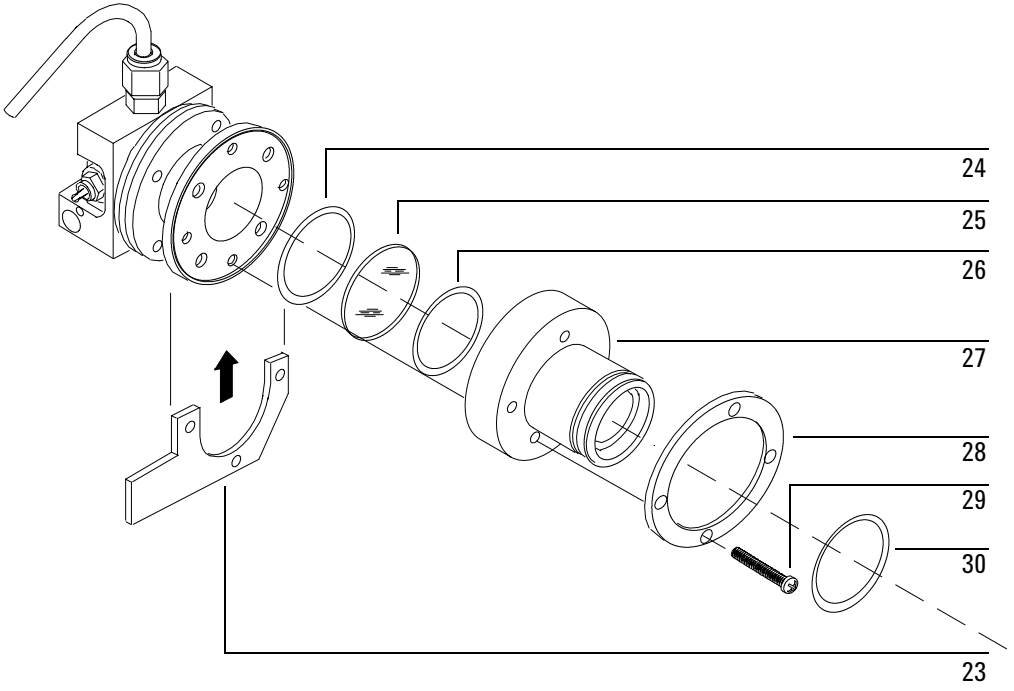
Nomenclatures



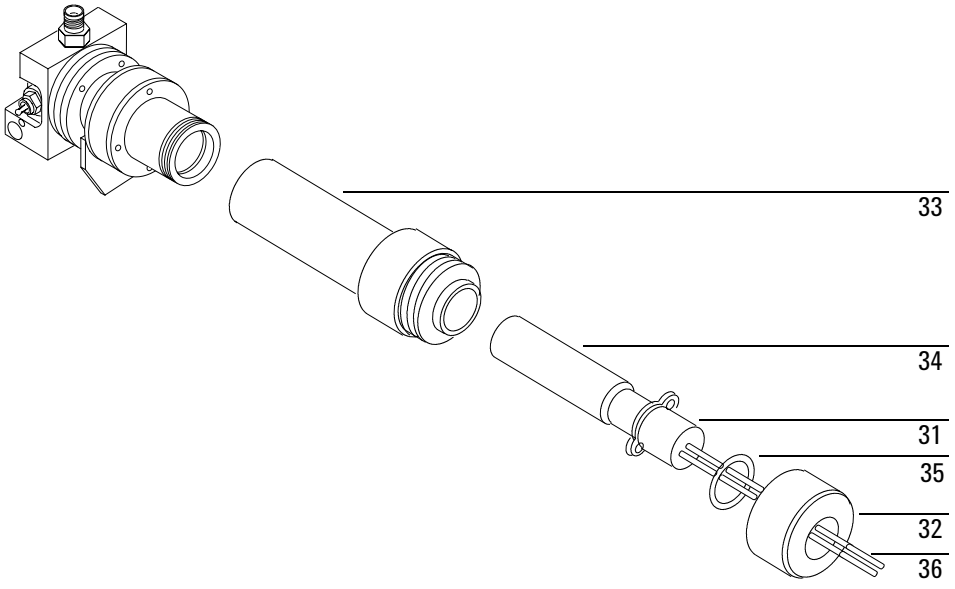
Article	Description	Réf.
1	Soudure d'embase	
2	Kit adaptateurs/bagues de grand diamètre	19256-60590
3	Tube de transfert	19256-80550
4	Joint torique Kalrez, tube de transfert	0905-1101
5	Bloc de chauffage inférieur	
6	Ensemble chauffage/capteur	
7	Ecrou 1/4 de pouce en laiton	0100-0056
8	Bague Vespel de 1/4 de pouce d.i	5080-8774
9	Cartouche de buse	G1535-80500
10	Joint torique Kalrez, cartouche de buse	0905-1103



Article	Description	Réf.
7	Ecrou 1/4 de pouce en laiton	0100-0056
8	Bague Vespel de 1/4 de pouce d.i	5080-8774
11	Ensemble câble d'allumage	G1535-60600
12	Circuit d'allumage	0854-0141
13	Entretoise, allumage	19256-20590
14	Joint torique Kalrez, allumage	0905-1102
15	Soudure, corps	
16	Tuyau de sortie en aluminium Tuyau de sortie en acier inoxydable	19256-20700 19256-20705
17	Joint, écran thermique	19256-80040
18	Fenêtre, premier écran thermique	19256-80030
19	Disque, écran thermique	19256-20580
20	Couplage, acier inoxydable	19256-20550
21	Rondelle de blocage (4 nécessaires)	2190-0108
22	Vis M3 x 12 (4 nécessaires)	0515-0911



Article	Description	Réf.
23	Bride	19256-00090
24	Joint torique en silicone, 0,926 pouce d.i. (orange)	0905-0955
25	Fenêtre, deuxième écran thermique	19256-80060
26	Joint torique en silicone, 1,05 pouce d.i. (orange)	0905-1104
27	Adaptateur de bride	
28	Bride	19256-00200
29	Vis M3 x 25 (4 nécessaires)	0515-0065
30	Joint torique en Viton, 1,239 pouce d.i. (marron)	0905-1100
Filtres (non représentés)		
	Mode soufre	19256-80000
	Mode phosphore	19256-80010



Article	Description	Réf.
31	Embase de tube	19256-20670
32	Bouchon	19256-20710
33	Boîtier PMT	19256-20650
34	Remplacement des tubes photomutliplicateurs	
	Tube photomultiplicateur SEUL	G1535-80050
	Ensemble tube photomultiplicateur plus boîtier	19256-60510
35	Joint torique pour PMT	0905-1099
36	Ensemble câble du réseau de résistances	19256-60580

Nettoyage/remplacement des fenêtres, des filtres et des joints

Le ressuage de la colonne et/ou l'effluent peuvent contaminer la première fenêtre en quartz (écran thermique), la plus proche du module détecteur. La poussière, les traces de doigts et les contaminants atmosphériques peuvent salir les deux fenêtres en quartz, le filtre et/ou la fenêtre du tube photomultiplicateur. La contamination d'un élément quelconque du trajet optique entre la flamme et le PMT peut réduire la sensibilité du détecteur.

1. Mettez l'électromètre hors tension.
2. Fermez l'alimentation en hydrogène, en air et en gaz auxiliaire du détecteur. Mettez les chauffages hors tension. Laissez refroidir le détecteur.
3. Retirez le ressort de maintien du boîtier du tube photomultiplicateur.

Attention N'oubliez jamais d'éteindre l'électromètre avant de retirer le boîtier PMT afin de ne pas détruire le tube.

Attention Dans la mesure du possible, mettez l'électromètre hors tension avant de retirer le boîtier PMT afin d'éviter de détruire le tube.

4. Retirez le boîtier PMT du détecteur et retirez le filtre. Nettoyez les deux faces du filtre à l'aide d'un papier optique non pelucheux. Nettoyez la fenêtre PMT située dans le boîtier. Evitez de rayer les surface s; n'utilisez pas de fluides de nettoyage susceptibles de laisser un film au séchage.
5. Inspectez les filtres : éclats, rayures et/ou fissures dans le trajet optique, lumière parasite, réduisant la sensibilité du détecteur. Remplacez les filtres si besoin est.

Vérifiez que la fenêtre PMT n'est pas endommagée ; si besoin est, remplacez le PMT.

a. Retirez les quatre vis de l'adaptateur de bride PMT et retirez la bride. Prenez garde car une fenêtre en quartz est exposée et peut tomber. Nettoyez la fenêtre à l'aide de papier optique de nettoyage.

b. Déposez les quatre vis du coupleur en acier inoxydable et retirez le coupleur avec soin. La fenêtre en quartz restante peut tomber. Nettoyez la fenêtre à l'aide de papier optique de nettoyage.

Attention Cette fenêtre (la plus proche de la flamme) peut être collante lorsque le détecteur est froid. ll est plus facile de la retirer quand le détecteur est chaud mais faites attention de ne pas vous brûler.

6. Notez la position et le type des joints installés sur les pièces démontées. Les joints doivent être remplacés en même temps que les pièces.

7. Inspectez les fenêtres : éclats, rayures, fissures ou condensation dans le trajet optique, lumière parasite, réduisant la sensibilité. Remplacez les fenêtres si besoin est.

8. Remontez les pièces dans l'ordre inverse en vous assurant que le type et la position de tous les joints sont corrects. Serrez les vis fermement et uniformément pour garantir l'étanchéité aux gaz et à la lumière. Si le filtre comporte une face argentée, elle doit être orientée vers la flamme (la flèche sur le bord du filtre doit pointer vers le PMT).

Nettoyage/remplacement de la buse

En cas de problème au niveau de la réponse (sensibilité, bruit, sélectivité), vérifiez qu'il n'y a pas de dépôt sur la buse du FPD et, si besoin est, nettoyez-la ou remplacez-la. Pour cela, le module détecteur doit être retiré de l'instrument. Ensuite :

1. mettez hors tension le chromatographe en phase gazeuse et débranchez le cordon d'alimentation. Retirez les couvercles du détecteur ;
2. laissez les zones chauffées refroidir ;

Attention Couvrez autant que possible l'extrémité ouverte du boîtier PMT pour éviter d'endommager le tube.

Attention Dans la mesure du possible, mettez l'électromètre hors tension avant de retirer le boîtier PMT afin d'éviter de détruire le tube.

3. retirez le tube photomultiplicateur du module détecteur ; retirez également le filtre, placez-les en lieu sûr ;
4. retirez le tuyau d'évacuation d'air chaud ;
5. retirez le couvercle métallique. Sur le détecteur monolongueur d'onde, il est fixé par deux vis en haut et deux vis en bas, et sur le détecteur à deux longueurs d'onde, par deux vis en haut. Desserrez les vis qui fixent le détecteur à l'attache en U. Utilisez deux clés pour desserrer le raccord à la base de l'ensemble buse du tube de transfert et sortez avec précaution le brûleur du tube de transfert de façon à ne pas endommager l'adaptateur en silice fondue.

   Il est inutile de déconnecter les raccords, câbles d'allumage ou chauffages/capteur. Laissez-les raccordés et déconnectez le bloc détecteur de la ligne de transfert au niveau du raccord de 1/4 de pouce, puis soulevez délicatement le bloc et faites le tourner suffisamment pour atteindre la buse ;

6. retirez l'ensemble buse et inspectez-le. Pour vous aider à le libérer, faites le tourner légèrement. L'ensemble buse glisse plus facilement hors du bloc FPD si le bloc est encore chaud. Utilisez un fil métallique ou une brosse pour éliminer tous les dépôts ;
7. cette opération est également l'occasion idéale pour inspecter/nettoyer le briquet (voir “Problèmes d'allumage de la flamme” page 666) et inspecter/nettoyer les fenêtres en quartz (voir ”Nettoyage/remplacement des fenêtres, des filtres et des joints”) ;
8. utilisez de l'air ou de l'azote comprimé pour chasser les particules de la buse et du corps du module détecteur ;
9. inspectez l'orifice de la buse et nettoyez les dépôts à l'aide d'un fil métallique approprié. Si la buse présente un dommage quelconque, remplacez-la. Mieux vaut remplacer la buse que d'essayer de la nettoyer, en particulier quand la sensibilité requise est extrêmement élevée ;
10. installez un nouveau joint torique Kalrez sur la buse. Ne réutilisez pas l'ancien joint torique;

Attention Attention de ne pas écraser ou à ne pas forcer latéralement sur l'adaptateur en silice fondue lors de sa réinstallation dans le détecteur.

11. remontez toutes les pièces du module détecteur ; remontez le module sur l'instrument. Utilisez une nouvelle bague Vespel pour raccorder le module détecteur à la ligne de transfert ;
12. réinstallez l'ensemble PMT dans le détecteur ; ouvrez de nouveau les débits et mettez l'instrument sous tension.

Remplacement de l'adaptateur en silice fondue de la ligne de transfert

Vous devez occasionnellement inspecter, nettoyer et/ou remplacer l'adaptateur en silice fondue de la ligne de transfert entre la colonne et le module FPD.

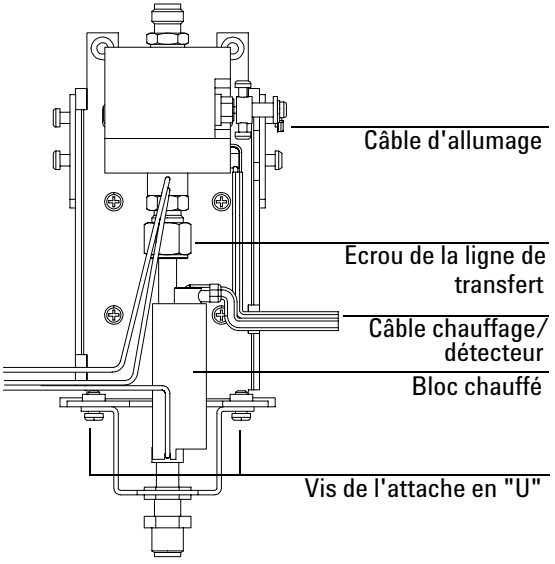
1. Mettez hors tension le chromatographe en phase gazeuse et débranchez le cordon d'alimentation. Retirez les couvercles du détecteur.
2. Laissez refroidir les zones chauffées.
3. Dans le four, déconnectez la colonne du FPD.

Attention N’oubliez jamais d’éteindre l’électromètre ou l’alimentation avant de retirer le boîtier PMT afin de ne pas détruire le tube.

Attention Dans la mesure du possible, couvrez l'extrémité ouverte du boîtier PMT pour éviter que la lumière n'endommage le tube.

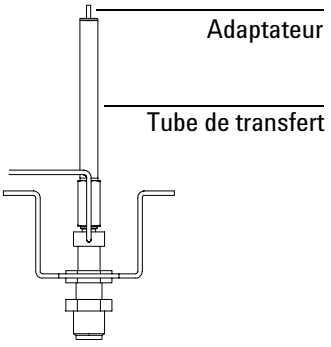
4. Retirez le (ou les ensembles) tube photomultiplicateur des modules détecteurs ; retirez également le ou les filtres. Placez-les en lieu sûr.

5. Repérez le câble d'allumage relié à la partie latérale du détecteur. Suivez le câble jusqu'à la carte à circuits imprimés et débranchez-le de la carte.



6. Retirez le tuyau d'évacuation d'air chaud et le couvercle métallique : sur le détecteur monolongueur d'onde, il est fixé par deux vis en haut et deux vis en bas, et sur le détecteur à deux longueurs d'onde, par deux vis en haut.
7. Retirez les quatre vis de fixation du détecteur à la partie supérieur du four (une dans chaque coin). Retirez le détecteur du CPG.
8. Desserrez l'écrou de la ligne de transfert. Retirez les deux vis de fixation de l'attache en "U" au détecteur. Retirez l'attache en "U" et les pièces associées de la partie inférieure du détecteur.

9. Retirez l'écrou de la ligne de transfert et sa bague, l'ensemble câble du chauffage/capteur et le bloc chauffé.



10. A l'aide d'une clé plate, dévissez le tube de transfert de la base du détecteur. Soulevez le tube de transfert (contenant l'adaptateur en silice fondue) verticalement pour le sortir de l'instrument. Retirez l'adaptateur en silice fondue et la bague Vespel de 1/16 de pouce en les tirant par en-dessous. Vérifiez qu'ils sont en bon état.

11. Si besoin est, installez un nouvel adaptateur en silice fondue et une nouvelle bague Vespel. Lors de cette opération, introduisez avec précaution l'adaptateur en silice fondue à travers le joint torique Kalrez en haut de la ligne de transfert de façon à ne pas endommager le joint torique.

12. Remplacez avec précaution l'adaptateur en silice fondue, la bague et le tube sur la base du détecteur. L'adaptateur en silice fondue doit dépasser de 6 à 7 mm (1/4 de pouce) du haut de la soudure du tube de transfert. A l'aide d'une clé, serrez fermement le tube de transfert (serrage manuel plus 1/2 tour).

13. Réinstallez le bloc chauffé, l'ensemble câble du chauffage/capteur, l'écrou et la bague. L'encoche à la base du bloc permet de l'adapter au-dessus du tuyau venant du raccord du détecteur.

14. Serrez les vis de l'attache en U, puis serrez l'écrou du tube de transfert.

15. Placez le détecteur au-dessus de l'instrument, orientez-le correctement et installez les quatre vis de fixation. Installez le couvercle supérieur et le tuyau d'évacuation d'air chaud.

16. Branchez le câble d'allumage sur la carte à circuits imprimés.
17. Installez le (ou les) ensemble(s) PMT.
18. Rétablissez les conditions de fonctionnement normales.

Remplacement du tube photomultiplicateur

Si le PMT est défectueux (haute tension et flamme allumée : peu ou pas de signal et/ou bruit élevé non imputable aux autres sources comme les câbles, le trajet optique, les températures élevées, la carte électronique, etc.), vous devez le remplacer.

1. Mettez hors tension le chromatographe en phase gazeuse et débranchez le cordon d'alimentation.

Attention Dans la mesure du possible, maintenez l'extrémité ouverte du boîtier PMT couverte pour éviter la détérioration du tube par la lumière.

2. Libérez les câbles du PMT du collier situé sur le support. Tirez quelques centimètres de câble à travers le serre-câbles en direction du bouchon. Dévissez le bouchon de l'ensemble PMT. Séparez-le de l'ensemble.
3. Faites glisser l'ensemble câble du réseau de résistances, le tube photomultiplicateur et son embase hors du boîtier jusqu' à ce qu'une longueur d'environ 1 pouce (2,5 cm) de tube soit exposée.

Attention Dans la mesure du possible, protégez le nouveau PMT de la lumière pour éviter d'endommager le tube.

4. Retirez l'embase du PMT. Retirez le PMT et remplacez-le par un nouveau.
5. Tout en adaptant l'embase sur le nouveau tube, vérifiez que la broche manquante sur la base du tube est alignée avec la cavité libre de l'embase.

6. Remontez les pièces dans l'ordre inverse. Assurez-vous que la fenêtre PMT orientée face au module détecteur est exempte de graisse, de trace de doigts, de poussière, etc. Vérifiez que le joint torique est en place sur l'ensemble réseau de résistances/PMT, ce joint ayant un rôle déterminant. Si le joint torique est endommagé, remplacez-le.
7. Vissez le bouchon sur l'ensemble PMT. Tirez les câbles à travers le serre-câbles pour retendre les câbles à l'extrémité de l'ensemble. Placez les câbles dans le collier sur le côté du support du boîtier PMT.

27 Fonctionnement de base

Echantillons

Préparation du CPG pour analyser les échantillons
Analyse des échantillons - Injection manuelle
Analyse des échantillons - Injection ALS ou Vanne

Méthodes

Création des méthodes
Réglage du débit et de la pression de la colonne

Séquences

Création des séquences
Démarrage/Arrêt/Pause d'une séquence

Maintenance

Changement de la colonne
Vérification des performances

Echantillons

Préparation du CPG pour analyser les échantillons

1. Vérifiez les alimentations en gaz et les pressions.
2. Vérifiez l'alimentation. Remettez sous tension au besoin.
3. Mettez le CPG, l'ordinateur et le système de communication sous tension.
4. Vérifiez l'identité de la ou des colonnes installées.
5. Si nécessaire changez la colonne. Voir “Changement de la colonne”.
6. Vérifiez la disponibilité des échantillons à analyser
7. Confirmez quelles sont les séquences et des méthodes requises.

Analyse des échantillons - Injection manuelle

1. **Préparez le CPG.** Voir “Préparation du CPG pour analyser les échantillons”.
2. **Préparez le ou les échantillons** pour l'injection.
3. **Chargez la méthode désirée.** Appuyez sur [Load] [Method], puis saisissez le numéro de méthode souhaité et appuyez sur [Enter]. Voir “Procédure : Chargement d’une méthode stockée précédemment”.
4. **Attendez que l'invite "Ready"** apparaisse.
5. **Prélevez l'échantillon avec la seringue**.
6. **En un seul geste,** injectez l'échantillon et appuyez sur le bouton [Start].

   Le voyant d'analyse s'allume et reste allumé jusqu'à la fin de l'analyse.

Analyses en cours - Injection ALS ou Vanne

1. **Préparez le CPG.** Voir "Préparation du CPG pour analyser les échantillons".
2. **Préparez le ou les échantillons** pour l'injection.
3. **Placez les flacons d'échantillons** sur le plateau ou la tourelle (ALS du CPG) de l'ALS. Notez la position de chaque échantillon sur le plateau ou la tourelle.
   - Pour éditer les points de consigne de l'injecteur, voir "Procédure : Modification des points de consigne de l'injecteur".
   - Pour configurer l'injecteur, voir "Configuration de l'injecteur".
   - Pour éditer les consignes du plateau, voir "Procédure : Modification des points de consigne du plateau d'échantillons".
   - Pour configurer le lecteur de codes-barres, voir "Procédure : Configuration du lecteur de codes-barres".
4. **Chargez la séquence désirée**. Appuyez sur [Load] [Sequence] puis saisissez le numéro de séquence souhaité et appuyez sur [Enter].
   - Pour créer une séquence, voir "Création des séquences".
   - Pour créer une sous-séquence ALS, voir "Procédure : Création d'une sous-séquence d'échantillonneur".
   - Pour créer une sous-séquence vanne, voir "Procédure : Création d'une sous-séquence de vanne".
   - Pour modifier une séquence, voir "Procédure : Modification d'une procédure précédemment stockée".
5. **Démarrez la séquence**. Appuyez sur [Seq control]. Faites défiler jusqu'à `Start sequence`. Appuyez sur [Enter].

   Le voyant d'analyse s'allume et reste allumé jusqu'à la fin de l'analyse.

Méthodes

Création des méthodes

Pour plus d'informations, voir "Méthodes analytiques" :

1. **Réglez les paramètres du four**. Appuyez sur [Oven], et faites défiler vers le bas.
   - Pour créer une analyse isotherme, voir "Procédure : Pour effectuer une analyse isotherme".
   - Pour créer une analyse monorampe, voir "Procédure : Préparation d'un programme à une seule rampe".
   - Pour créer un programme de température de four multirampe, voir "Procédure : Préparation d'un programme à une seule rampe".
2. **Réglez les paramètres de colonne**. Appuyez sur [Col 1] ou [Col 2] et entrez :
   a. La longueur et le diamètre de la colonne (colonne capillaire). Voir "Procédure : Configuration d'une colonne".
   b. Colonne mode A si disponible. Voir "Procédure : Sélection d'un mode de colonne".
   c. La pression ou le débit en tête de colonne. Voir "Procédure : Configuration d'une colonne", "Procédure : Sélection d'un mode de colonne", ou "Procédure : Pour définir le débit, la pression ou la vitesse linéaire moyenne initial(e)".
3. **Réglez les paramètres d'injection**. Appuyez sur [Fron tInlet] ou [Back Inlet].
   - Sélectionnez le mode de l'injecteur, si disponible.
   - Entrez les paramètres. Par exemple, réglez la température, la pression, le rapport de division, le débit de division et le débit total. Voir "Utilisation d'un injecteur avec/sans division", "Utilisation d'un injecteur pour colonne remplie avec purge", "Utilisation de l'injecteur à froid en tête de

colonne", "Présentation du PTV Agilent", ou "Utilisation d'une interface pour composés volatils".

4. **Réglez les paramètres du détecteur**. Appuyez sur [Fron tDet] ou [Back Det].

   - Entrez les paramètres. Par exemple, réglez la température, le débit d'hydrogène, le débit d'air, le gaz d'appoint et son débit. Voir "Fonctionnement avec EPC", "Fonctionnement du TCD", "Utilisation avec EPC", "Procédure : Utilisation du µ-ECD", ou "Fonctionnement du FPD".

5. **Stockez ces paramètres comme une méthode**. Appuyez sur [Store] [Method]. Entrez un numéro de méthode (de 1 à 9), puis appuyez sur la touche [Enter].

Réglage du débit et de la pression de la colonne

1. Placez la nouvelle valeur dans le tableau de contrôle des colonnes. Voir "Procédure : Pour définir le débit, la pression ou la vitesse linéaire moyenne initial(e)".

2. Pour enregistrer les modifications, appuyez sur [Store] [Method]. Entrez un numéro de méthode (1 à 9), et appuyez sur [Enter].

Séquences

Création des séquences

Pour créer une séquence,

1. **Appuyez sur [Seq]** pour ouvrir le tableau de commandes des séquences.

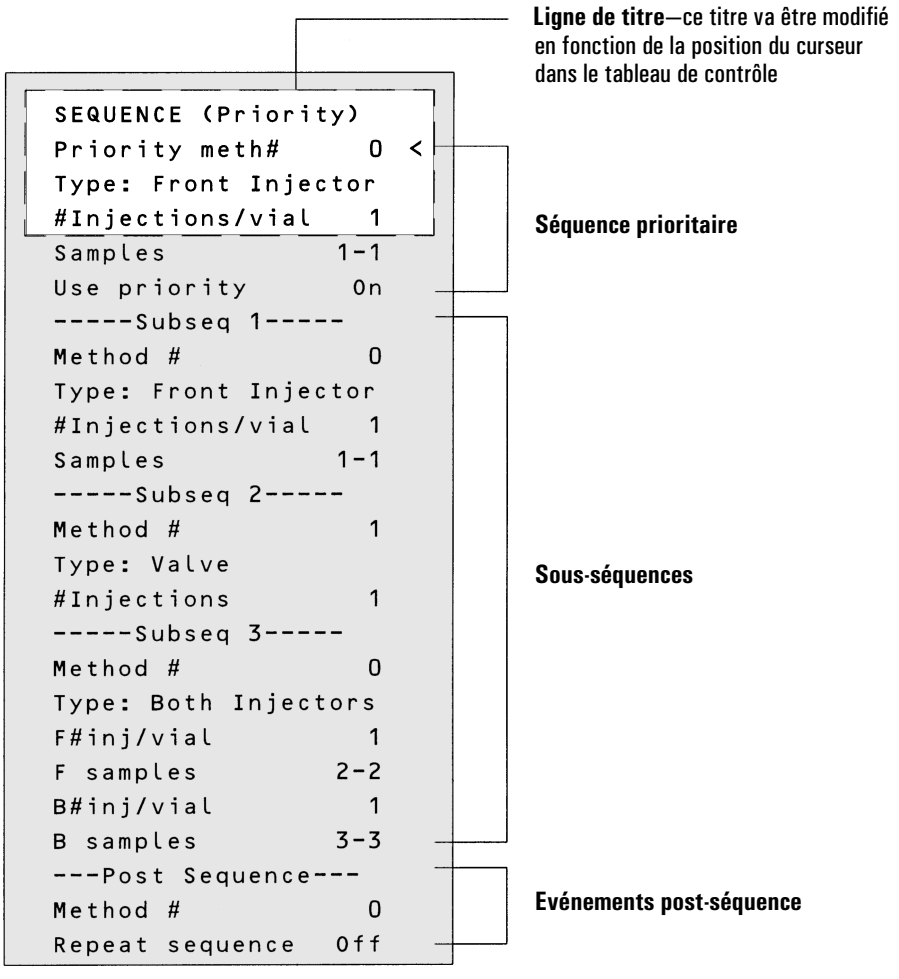


Figure 92 Exemple de table de séquences

2. **Faites défiler jusqu'à `SEQUENCE (Priority)`**. Utiliser la séquence priorité "priority sequence" (mettez-la sur `On`) seulement si vous souhaitez interrompre une séquence en cours pour pouvoir passer un échantillon urgent. Dans le cas contraire, mettez-la sur `Off`. Voir "Séquence prioritaire".
3. **Faites défiler jusqu'à `Subseq 1`**. Réglez le type de séquence (échantillonneur ou vanne) à l'aide de la touche [Mode/Type] key. Définissez les échantillons à analyser, le remplacement et la méthode à utiliser pour chacun.
   - Pour les détails concernant la création d'une sous-séquence d'échantillonneur, voir "Procédure : Création d'une sous-séquence d'échantillonneur".
   - Pour les détails concernant la création d'une sous-séquence de vanne, voir "Procédure : Création d'une sous-séquence de vanne".
   - Pour des informations générales à propos des séquences, voir "Séquences analytiques".
4. **Créez les sous-séquences supplémentaires** selon vos besoins.
   - Créez une sous-séquence pour chaque série d'échantillons à introduire au moyen de la vanne ou de l'ALS avec une méthode propre à cette série.
   - Créez une sous-séquence pour chaque série d'échantillons nécessitant une méthode différente.
   - Vous pouvez créer jusqu'à 5 sous-séquences.
5. **Définissez les événements post-séquence nécessaires** . Faites défiler jusqu'à `SEQUENCE (Post Seq)`.
   - Saisissez le numéro de méthode post-séquence. Entrez `0` pour ne pas charger la méthode.
   - Pour répéter la séquence indéfiniment, activez `Repeat Sequence` .
   - Pour plus d'informations, voir "Post-séquence" ou "Procédure : Définition des événements Post Sequence".
6. **Stockez la séquence terminée**. Voir "Procédure : Stockage d'une séquence".

Pour plus d'informations, voir "Séquences analytiques".

Démarrage/Arrêt/Pause d'une séquence

Pour commander une séquence, il faut accéder à la table Contrôle des séquences en pressant [Se qControl].

Que souhaitez-vous faire ?	Voir
Start : démarrer une séquence	Procédure : Démarrage/exécution d'une séquence
Stop : arrêter la séquence après l'analyse en cours	Procédure : Arrêt d'une séquence
Pause : arrêter une séquence	Procédure : Pause et relance d'une séquence
Analyser un échantillon prioritaire maintenant, reprendre ensuite la séquence	Séquence prioritaire
Abort : abandonner l'analyse et la séquence immédiatement	Appuyez sur la touche [Stop] pour arrêter immédiatement l'analyse et la séquence en cours. Pour plus de détails, voir Interruption d'une séquence.

Maintenance

Changement de la colonne

Pour changer une colonne :

1. **Sélectionnez les raccords appropriés** ainsi que les adaptateurs convenables pour :
   - les colonnes capillaires, voir "Bagues pour colonnes capillaires" ;
   - les colonnes remplies métalliques, voir "Raccords" et "Bagues pour colonnes métalliques remplies" ;
   - les colonnes remplies en verre, voir "Bagues et joints toriques pour des colonnes en verre remplies".
2. **Préparez votre colonne**.
   - Si vous utilisez une colonne capillaire, voir "Procédure : Préparation des colonnes capillaires".
   - Si vous utilisez une colonne remplie métallique, voir "Préparation des colonnes métalliques remplies".
3. **Diminuez les températures** du four, de l'injecteur et du détecteur à < 40 °C.
4. **Contrôlez l'insert**. Assurez-vous que l'insert et les autres accessoires d'injecteur appropriés sont montés. Vous trouverez des instructions complémentaires à la section "Inserts".

Injecteur	Section de référence
Avec/sans division	"Inserts"
Rempli avec purge	"Adaptateurs et inserts"
A froid en tête de colonne	"Matériel"
Injecteur vaporisateur à température programmable	"Adaptateurs d'injecteur"

5. **Installez la colonne.**

Type de colonne	Injecteur ou détecteur	Section de référence
Capillaire	Injecteur avec/sans division	"Procédure : Installation des colonnes capillaires dans l'injecteur avec/sans division"
	Injecteur à froid en tête de colonne	"Procédure : Installation des colonnes capillaires dans l'injecteur à froid en tête de colonne"
	Injecteur pour colonne remplie avec purge	"Procédure : Installation des colonnes capillaires dans l'injecteur pour colonne remplie avec purge"
	Injecteur à température de volatilisation programmée et interface pour produits volatils	"Procédure : Installation des colonnes capillaires dans l'injecteur PTV et dans l'interface pour composés volatils"
	FID NPD	"Procédure : Installation des colonnes capillaires dans les détecteurs NPD et FID"
	TCD	"Procédure : Installation des colonnes capillaires dans le TCD"
	µ-ECD	"Procédure : Installation des colonnes capillaires dans le m-ECD"
	FPD	"Procédure : Installation des colonnes capillaires dans le FPD"
Remplie métallique	N'importe laquelle	"Procédure : Installation d'un adaptateur dans un raccord de détecteur" et "Procédure : Installation de colonnes métalliques remplies"
Remplie en verre	N'importe laquelle	"Procédure : Installation des colonnes en verre remplies"

6. Si nécessaire, **conditionnez votre colonne**. Voir "Conditionnement des colonnes".

7. Si vous utilisez une colonne capillaire, configurez-la (définissez-la) si vous le souhaitez. Voir "Procédure : Configuration d'une colonne".

Saisissez l'opportunité pour vérifier le septum de l'injecteur et le changer le cas échéant.

Vérification des performances

Pour vérifier les performances de votre CPG, analysez le mélange échantillon recommandé pour le type de détecteur utilisé comme indiqué ci-dessous.

1. **Installez la colonne test**. Pour les FID, TCD, NPD, µ-ECD et FPD, utilisez une colonne capillaire HP-5, 30 m x 0,32 mm x 0,25 µm (référence 19091J-413).
2. Au besoin, **installez les inserts et/ou adaptateurs adéquats** :

Injecteur	Article
Avec/sans division	Insert, réf. 5062-3587 (sans division)
Rempli avec purge	Insert, réf. 5062-3587 (désactivé)
A froid en tête de colonne	Insert, réf. 19245-20525
Injecteur vaporisateur à température programmable	Insert à chicane, réf. 5183-2037 Adaptateur 320 μm réf. 5182-9761

3. **Définissez les conditions du test** sur votre CPG.

Type de détecteur :	Section de référence :
FID	"Conditions de vérification du FID"
TCD	"Conditions de vérification du TCD"
NPD	"Conditions de vérification du NPD"
μ-ECD	"Conditions de vérification du μ-ECD"
FPD	"Conditions de vérification du FPD"

4. **Préparez le (les) échantillon(s)**.
5. Quand le CPG est prêt, **effectuez l'injection et démarrez l'analyse**.
   - Si vous utilisez l'injection manuelle, Voir "Analyse des échantillons - Injection manuelle".
   - Si vous utilisez l'injection automatique, Voir "Analyses en cours - Injection ALS ou Vanne".

6. **Comparez vos résultats** avec ceux du chromatogramme de référence correspondant :

Type de détecteur :	Section de référence :
FID	"Chromatogramme type de vérification du FID"
TCD	"Chromatogramme de vérification type du TCD"
NPD	"Chromatogramme de vérification type du NPD"
μ-ECD	"Chromatogramme type de vérification du μ-ECD"
FPD	"Chromatogrammes types de vérification du FPD"

Souvenez-vous que le chromatogramme de référence est un exemple type destiné à vous guider et non un modèle absolu.

28 Préparation du site

Plages de température et d'humidité

Exigences en matière de ventilation
- Orifice de sortie d'air chaud du four
- Evacuation des gaz toxiques ou nocifs

Exigences en matière de paillasse

Exigences en matière d'alimentation électrique
- Mise à la terre
- Tension du secteur
- Etats-Unis - Four à chauffage rapide, 240V
- Installation au Canada
- Configuration du CPG pour utilisation avec un MSD

Exigences en matière de gaz
- Gaz pour colonnes remplies
- Gaz pour colonnes capillaires
- Pureté des gaz

Circuit d'alimentation en gaz
- Tuyaux d'alimentation en gaz vecteur et en gaz de détecteur
- Manodétendeurs à double détente
- Manodétendeur - raccordement des tuyaux d'alimentation en gaz
- Pièges

Exigences en matière de refroidissement cryogénique
- Choisir un réfrigérant
- Utilisation du dioxyde de carbone
- Utilisation de l'azote liquide

Alimentation en air des actionneurs de vanne

Coup d'oeil sur la préparation du site

Avant l'arrivée du CPG, assurez-vous que votre laboratoire remplit les conditions suivantes en matière d'environnement, de poids, de puissance et de gaz. Consultez également cette liste de contrôle pour connaître les fournitures nécessaires à l'exploitation du CPG, telles que les pièges et le tuyau. Ce chapitre contient d'autres informations sur la préparation du site.

Liste de contrôle pour la préparation du site

- ❒ Le site est bien ventilé et exempt de matériaux corrosifs et d'obstacles en surplomb.
- ❒ La température du site se situe dans la plage recommandée de 20 à 2 7%.
- ❒ L'humidité du site se situe dans la plage recommandée de 50 à 60 %.
- ❒ L'espace est suffisant pour le CPG avec EPC: 50 cm x 58,5 cm x 50 cm (21 pouces x 23 pouces x 21 pouces). L'espace est suffisant pour le CPG sans EPC: 50 cm x 68 cm x 50 cm (21 pouces x 26,7 pouces x 21 pouces).
- ❒ La paillasse peut supporter le poids du système 6890. Voir page 702.
- ❒ La prise électrique comporte une protection de terre. Voir page 703.
- ❒ L'alimentation électrique répond à toutes les exigences du CPG. Voir page 703.
- ❒ La tension est appropriée pour le type de four. **Four normal :** 2,250 VA. **Four à programmation rapide de température :** 2,950 VA.
- ❒ L'alimentation en gaz répond aux exigences de vos colonnes et détecteurs. Voir page 706.
- ❒ Les gaz présentent la pureté nécessaire. Tous doivent être de qualité chromatographique — 99,99 95% ou plus de pureté. L'air doit être de haute pureté (air reconstitué). Les actionneurs des vannes n'utilisent pas l'air du détecteur.
- ❒ Un tuyau en cuivre de 1/8 de pouce (ou de 1/4 de pouce) préconditionné est disponible pour le raccordement des gaz de l'injecteur et du détecteur. Voir page 713.
- ❒ L'alimentation en gaz de l'injecteur et du détecteur est équipée de manodétendeurs à double détente.

Fournitures en option :

- ❒ Pièges de qualité supérieure pour les gaz de l'injecteur et du détecteur—piège à tamis moléculaire, piège à hydrocarbures et/ou piège à oxygène.
- ❒ N_2 liquide ou CO_2 liquide (selon les besoins) pour le refroidissement cryogénique.
- ❒ Tuyau en cuivre isolé de 1/4 de pouce pour l'alimentation en N_2 liquide, **OU** tuyau en acier inoxydable à parois épaisses de 1/8 de pouce pour l'alimentation en CO_2 liquide.
- ❒ Isolation des tuyaux du circuit de N_2 liquide.
- ❒ Air comprimé pur pour actionneurs de vanne. Voir page 721.

Préparation du site

La préparation du site comprend deux étapes principales : vous devez d'une part vous assurer que le CPG peut fonctionner dans votre laboratoire, et d'autre part, obtenir les fournitures et outils nécessaires pour installer l'instrument. Vous trouverez au début du chapitre "Installation" la liste de ces outils et fournitures. Agilent Technologies commercialise la plupart de ces fournitures. Consultez le catalogue Agilent des consommables et fournitures, vous y trouverez la description des produits et des renseignements sur la manière de passer commande. Vous pouvez en obtenir un exemplaire auprès de votre bureau de vente local.

Plages de température et d'humidité

En utilisant le CPG dans les plages recommandées, vous en tirerez le maximum en matière de performances et de longévité.

Plage de température recommandée	**Plage de température**
20 à 27 °C	5 à 40 °C
Plage d'humidité recommandée	**Plage d'humidité**
50 à 60 %	Jusqu'à 31 °C, 5 à 80 % A 40 °C, 5 à 50%
Plage d'altitude recommandée	
Jusqu'à 2000 m	

Si le CPG vient de subir des conditions de température ou d'humidité extrêmes, laissez-lui 15 minutes de réadaptation aux plages recommandées.

Exigences en matière de ventilation

Le CPG se refroidit par convection : l'air ambiant entre par des orifices situés sur les côtés et au-dessous de l'instrument. L'air chauffé sort par des fentes situées sur les panneaux supérieurs, arrière et latéraux. Ces fentes doivent être parfaitement dégagées pour que l'air circule librement.

Attention Pour un bon refroidissement et par mesure de sécurité générale, utilisez toujours l'instrument avec les panneaux correctement installés.

Orifice de sortie d'air chaud du four

L'air chaud (jusqu'à 4 5 0°C) sort du four du CPG par un orifice situé à l'arrière. Prévoyez un dégagement d'au moins 20 cm (10 pouces) à l'arrière de l'instrument pour l'évacuation de cet air.

Avertissement Ne placez pas d'équipements sensibles à la chaleur (par exemple, des bouteilles de gaz, des produits chimiques, des régulateurs et des tuyaux en plastique) sur le trajet de l'air chaud. Ces équipements seraient endommagés et les tuyaux en plastique fondraient. Si vous travaillez derrière l'instrument pendant les cycles de refroidissement, prenez les précautions nécessaires pour ne pas vous brûler.

Si la place est limitée, le déflecteur d'évacuation du four (réf. 19247-60510) peut améliorer son refroidissement. Il chasse l'air chaud par le haut. Vous pouvez l'installer sur un système d'évacuation de 10,2cm (4"), diriger l'air chaud vers une hotte de laboratoire ou évacuer l'air chaud à l'extérieur du bâtiment à l'aide d'une conduite d'évacuation d'air de 10,2 cm de diamètre (4" de diamètre).

Evacuation des gaz toxiques ou nocifs

Pendant l'utilisation normale du CPG équipé de nombreux détecteurs et injecteurs, une partie du gaz vecteur et des échantillons est évacuée hors de l'instrument. Si les composants de l'échantillon sont toxiques ou nocifs, ou si vous utilisez de l'hydrogène comme gaz vecteur, l'évacuation doit être dirigée vers un collecteur de fumée. Raccordez le CPG au collecteur ou fixez un tuyau de ventilation de grand diamètre à la sortie, pour assurer une bonne ventilation.

Pour éviter toute contamination par les gaz toxiques, vous pouvez installer un piège chimique (réf. G1544-60610) sur l'orifice de division.

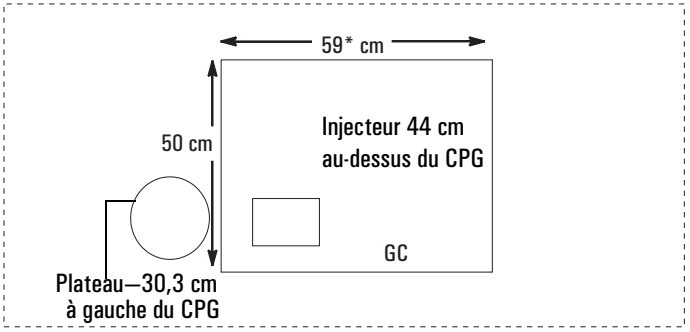
Exigences en matière de paillasse

La largeur du CPG avec régulation électronique des gaz (EPC) est de 59 cm (23 pouces). La largeur du modèle sans EPC est de 68 cm (26,7 pouces). Les deux modèles ont une hauteur de 50 cm (21 pouces) et une profondeur de 50 cm (21 pouces).

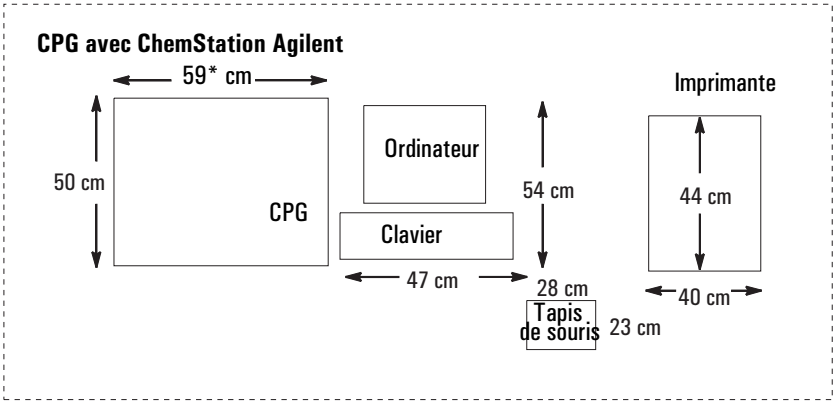
La zone au-dessus du CPG doit être dégagée. Toute étagère ou obstruction en surplomb limite l'accès par le haut et gêne le refroidissement. Assurez-vous également que la zone retenue peut recevoir d'autres instruments associés au CPG. La Figure 93 donne des exemples de configuration de systèmes.

Le Tableau 70 indique les dimensions, le type d'alimentation, le dégagement de chaleur et le poids du CPG ainsi que d'autres instruments Agilent qui lui sont souvent associés. Consultez ce tableau avant l'installation pour vérifier que vous avez la place et l'alimentation nécessaires pour la totalité du système. Prévoyez un dégagement minimum de 10,2 cm (4 ") entre les instruments pour une bonne ventilation. Pour obtenir les exigences en matière d'alimentation électrique, consultez le Tableau 71 et le Tableau 72.

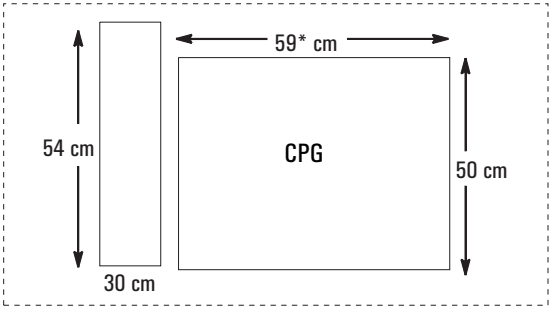
CPG avec passeur automatique d'échantillons liquides Agilent



CPG avec ChemStation Agilent



CPG avec détecteur de masse 5973N



*68 cm pour une version non EPC.

Figure 93. Exemples de configurations de système CPG : vues de dessus

Tableau 70. Dimensions, alimentation, chaleur dégagée et poids

Instrument	Hauteur	Largeur	Profondeur	Alimentation (VA)	Chaleur	Poids
CPG 6890						
Version EPC	54 cm 21 pouces	59 cm 23 pouces	54 cm 21 pouces	2,250	8 100 KJoules 7 681 Btu/hr	50 kg 112 livres
Version non EPC	51 cm 21 pouces	68 cm 26,7 pouces	54 cm 21 pouces	2,250	8 100 KJoules 7 681 Btu/hr,	56,8 kg 125 livres
Four à chauffage rapide identique avec ou sans EPC	—	—	—	2,950	10 620 KJoules 10 071 Btu/hr	—
Passeur automatique d'échantillons liquides CPG						
G2613A injecteur	44 cm au-dessus du CPG 17 pouces au-dessus du CPG					
Plateau G2614A	30,3 cm à gauche du CPG 9 pouces à gauche du CPG					
Ordinateur*						
Ordinateur avec moniteur	54 cm 21 pouces	42 cm 17 pouces	39 cm 15 pouces	N/A	N/A	N/A
Clavier	5 cm 2 pouces	47 cm 18 pouces	18 cm 7 pouces	N/A	N/A	N/A
Détecteur de masse 5973N	35 cm 13,6 pouces	17 cm 6,7 pouces	65 cm 25,6 pouces	254 max	3 158 Btu/hr, 3 000 avec CPG	22,7 kg 50 0 livres
Echantillonneur d'espace de tête 7694	31 cm 16 pouces	56 cm 22 pouces	39 cm 22 pouces	420 max	2 215 KJoules 2 100 Btu/hr	35,8 kg 79,0 livres
Imprimantes						
Imprimante laser	41 cm 16 pouces	30 cm 12 pouces	54 cm 22 pouces	300 max	N/A	39 kg 85 livres
Intégrateurs						
Intégrateurs Série 3397, 3396 III et, 3395	13 cm 4.5 pouces	46 cm 18 pouces	46 cm 18 pouces	50	135 KJoules 120 Btu/hr	4,3 kg 9,5 livres
Convertisseur analogique/numérique 35900C/D/E	11 cm 4 pouces	33 cm 13 pouces	29 cm 11 pouces	40	216 KJoules 205 Btu/hr	4,1 kg 9,0 livres

* Spécifications générales pour un ordinateur de bureau de taille moyenne

Exigences en matière d'alimentation électrique

Mise à la terre

Attention Le CPG exige une bonne mise à la terre.

Pour protéger les utilisateurs, les panneaux et le châssis métalliques de l'instrument sont mis à la terre au moyen du cordon d'alimentation électrique à trois fils, conformément aux normes de la Commission Electrotechnique Internationale (IEC, International Electrotechnical Commission).

Le cordon d'alimentation à trois fils, s'il est branché sur une prise avec terre, met l'instrument à la terre et réduit au minimum les risques de choc électrique. Une prise avec terre est une prise reliée à une terre appropriée. Il convient de vérifier la mise à la terre de la prise.

Assurez-vous que le CPG est branché sur une prise dédiée. Le branchement du CPG sur une prise dédiée réduit les perturbations.

Attention Toute coupure du fil de mise à la terre ou débranchement du cordon d'alimentation peut entraîner une décharge électrique dangereuse.

Tension du secteur

Le CPG utilise l'une des tensions d'alimentation alternatives du Tableau 71, suivant la tension du secteur du pays pour lequel il a été commandé. Les CPG sont conçus pour une tension spécifique : vérifiez que celle de votre laboratoire est appropriée. La tension de votre CPG est indiquée à côté du connecteur du cordon d'alimentation.

Tableau 71. Exigences en matière de tension de secteur

Tension	Consommation électrique maximale (VA)	Exigences en matière de secteur électrique	Type de four
120 V (±5%)	2 250	Prise réservée 20 amp.	Chauffage lent
200 V (±5%)	2 950	Prise réservée 15 amp.	Chauffage rapide
208 V (±5%)	2 950	Prise réservée 15 amp.	Chauffage rapide
220 V (±5%)	2 950	Prise réservée 15 amp.	Chauffage rapide
230 V (±5%)	2 950	Prise réservée 16 amp.	Chauffage rapide
230 V (±5%)	2 250	Prise réservée 10 amp.	Chauffage lent
(Suisse ou Danemark avec service 10 A maximum)			
240 V (±5%)	2 950	Prise réservée 13 ou 16 A	Chauffage rapide

La gamme de fréquence à toutes les tensions est de 48 à 66 Hz.

Le four à chauffage rapide du CPG requiert au moins 200 V. La tension standard de la plupart des pays répond à cette exigence. Les CPG destinés à être utilisés aux Etats-Unis, au Danemark ou en Suisse seront équipés d'un chauffage lent du four, sauf s'ils sont commandés avec l'option 002 qui dote le CPG d'un chauffage rapide du four.

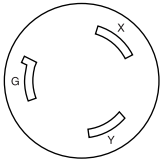
Bien que le CPG doive vous être livré prêt à l'emploi dans votre pays, vérifiez ses exigences en matière d'alimentation électrique en vous reportant au Tableau 3. Si l'option d'alimentation que vous avez commandée ne convient pas à votre installation, contactez Agilent Technologies.

Tableau 72. Exigences en matière d'alimentation électrique pour différents pays

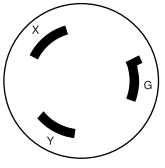
Pays	Tension	Type de four
Australie, 10 A	240 V	Chauffage lent
Australie, Inde, Afrique du Sud	240 V	Chauffage rapide
Chine	220 V	Chauffage lent
Chine, Hong Kong	220 V	Chauffage rapide
Europe, biphasé	230 V	Chauffage rapide
Europe, monophasé	220 V	Chauffage rapide
Danemark, Suisse, 10 A	230 V	Chauffage lent
Danemark, Suisse, 16 A	230 V	Chauffage rapide
Israël	220 V	Chauffage rapide
Japon	200 V	Chauffage rapide
Royaume-Uni, Irlande	240 V	Chauffage rapide
Etats-Unis	120 V	Chauffage lent
Etats-Unis	208 V	Chauffage rapide
Etats-Unis	240 V	Chauffage rapide

Etats-Unis - Four à chauffage rapide, 240V

Le four à chauffage rapide requiert une alimentation de 240 V/15A. N'utilisez pas d'alimentation de 208 V. Une tension d'alimentation insuffisante ralentit la montée en température du four et nuit à la régulation de température. Le cordon d'alimentation fourni avec votre CPG est conçu pour une alimentation 250 V/15A et comporte trois fils, deux pôles et une terre (type L6-15R/L6-15P). Voir la figure ci-dessous.



Prise femelle
L6-15R



Prise mâle
L6-15P

Installation au Canada

Si vous installez un CPG au Canada, assurez-vous que l'alimentation de votre CPG répond également aux exigences suivantes :

- le disjoncteur du circuit affecté à l'instrument doit être conçu pour un service continu ;
- le circuit doit être identifié comme étant un “Circuit réservé”.

Configuration du CPG pour utilisation avec un MSD

Si vous installez un MSD Agilent, vous devez configurer le CPG pour pouvoir contrôler correctement la ligne de transfert chauffée.

1. Appuyez sur [Config][Aux] et sélectionnez [1] si le MSD est installé en position avant ou [2], s'il est en position arrière.
2. Appuyez sur [Mode/Type].
3. Utilisez les touches de direction pour sélectionner le `MSD` en tant que zone Aux. Appuyez sur [Enter].

Si vous ne configurez pas la zone Aux correspondant au MSD, le message Warning 101, *Invalid heater power for front (back) detector, inlet, and aux 1(2)*, apparaîtra sur l'affichage du CPG et les zones chauffées seront considérées comme étant *not installed* (non installées).

Exigences en matière de gaz

Gaz pour colonnes remplies

Le gaz vecteur que vous utilisez dépend du type de détecteur et des performances requises. Le Tableau 73 fournit la liste des recommandations pour une utilisation avec des colonnes remplies. En général, les gaz d’appoint ne sont pas nécessaires avec des colonnes remplies.

Tableau 73. Gaz recommandés pour une utilisation avec des colonnes remplies

Détecteur	Gaz vecteur	Commentaires	Gaz de détecteur, de purge d'anode ou de référence
Capture d'électrons (ECD)	Azote	Sensiblité maximale	Azote
	Argon/ Méthane	Gamme dynamique maximale	Argon/Méthane
Ionisation de flamme	Azote	Sensiblité maximale	Hydrogène et air pour détecteur
	Hélium	Alternative acceptable	
Photométrie de flamme	Hydrogène		Hydrogène et air pour détecteur
	Hélium		
	Azote		
	Argon		
Azote-Phosphore	Hélium	Performances optimales	Hydrogène et air pour détecteur
	Azote	Alternative acceptable	
Thermo Conductivité	Hélium	Usage général	Le gaz de référence doit être le même que le gaz vecteur
	Hydrogène	Sensibilité maximale (Remarque A)	
	Azote	Détection d'hydrogène (Remarque B)	
	Argon	Sensibilité hydrogène maximale (Remarque B)	

Remarque A : sensibilité légèrement supérieure à celle de l'hélium. Incompatible avec certains composés.

Remarque B : pour l'analyse de l'hydrogène ou de l'hélium. Réduit grandement la sensibilité pour d'autres composés.

Gaz pour colonnes capillaires

Utilisés avec des colonnes capillaires, les détecteurs CPG nécessitent un gaz d'appoint séparé pour une sensibilité optimale. Pour chaque combinaison détecteur et gaz vecteur, une utilisation d'un gaz d'appoint différente est recommandée. Le Tableau 74 fournit la liste des recommandations pour les colonnes capillaires.

Tableau 74. Gaz recommandés pour une utilisation avec des colonnes capillaires

Détecteur	Gaz vecteur	Gaz d'appoint idéal	Deuxième choix	Gaz de détecteur, de purge d'anode ou de référence
Capture d'électrons (ECD)	Hydrogène	Argon/Méthane	Azote	La purge anode doit être identique au gaz d'appoint
	Hélium	Argon/Méthane	Azote	
	Azote	Azote	Argon/Méthane	
	Argon/Méthane	Argon/Méthane	Azote	
Ionisation de flamme	Hydrogène	Azote	Hélium	Hydrogène et air pour détecteur
	Hélium	Azote	Hélium	
	Azote	Azote	Hélium	
Photométrie de flamme	Hydrogène	Azote		Hydrogène et air pour détecteur
	Hélium	Azote		
	Azote	Azote		
	Argon	Azote		
Azote-Phosphore	Hélium	Azote	Hélium**	Hydrogène et air pour détecteur
	Azote	Azote	Hélium**	
Conductivité thermique	Hydrogène*	Doit être le même que le gaz vecteur et de référence	Doit être le même que le gaz vecteur et de référence	Le gaz de référence doit être le même que les gaz vecteur et d'appoint
	Hélium			
	Azote			

* Lorsque vous utilisez de l'hydrogène avec un détecteur à conductivité thermique (catharomètre), dirigez les gaz du détecteur vers une hotte de laboratoire ou vers une évacuation dédiée pour éviter l'accumulation d'hydrogène.

**L'hélium n'est pas recommandé comme gaz d'appoint aux débits > 5mL/min.
Les débits supérieurs à 5 mL/min réduisent la durée de vie du détecteur.

Pureté du gaz

Certains fournisseurs de gaz commercialisent des qualités de gaz de pureté “instrument” ou “chromatographique” destinés spécialement à un usage chromatographique. Nous vous conseillons de n’utiliser que ces qualités avec le CPG.

D’une manière générale, n’utilisez que des gaz d'une pureté comprise entre 99,995 % à 99,9995 %. Le gaz fourni ne doit contenir que des niveaux très faibles de l’ordre de ppm (< 0,5 ppm) d’oxygène et d’hydrocarbures totaux. Les décompresseurs sont déconseillés parce que susceptibles de contenir de grandes quantités d’hydrocarbures.

Il est fortement recommandé d’ajouter des pièges à humidité et à hydrocarbures de grande qualité, immédiatement après le manodétendeur de la bouteille de gaz. Pour des informations complémentaires sur l’utilisation des pièges, reportez-vous à la section suivante “Assemblage de la canalisation de gaz”.

Tableau 75. Recommandations sur la pureté des gaz

Gaz vecteurs et gaz d'appoint pour utilisation avec capillaires	
Hélium	99,9995%
Azote	99,9995%
Hydrogène	99,9995%
Argon/Méthane	99,9995%
Gaz nécessaires au détecteur	
Hydrogène	99,9995%
Air (sec)	Air zéro ou qualité supérieure

Tableau 76. Pressions d'injecteur et de détecteur maximales/ minimales

Injecteur ou détecteur	Type de gaz	Pression maximale		Pression minimale	
		kPa	psi	kPa	psi
FID	H2	690	100	240	35
	Air	690	100	380	55
	Gaz d'appoint	690	100	380	55
NPD	H2	690	100	240	35
	Air	690	100	380	55
	Gaz d'appoint	690	100	380	55
TCD	Gaz d'appoint	690	100	380	55
	Référence	690	100	380	55
ECD	Gaz d'appoint	690	100	380	55
FPD	H2	690	100	310	45
	Air	827	120	690	100
	Gaz d'appoint	690	100	380	55
Avec/sans division	150 psi	1172	170	Tous injecteurs :	
	150 psi	827	120	38 kPa (20 psi) au-dessus de la pression utilisée dans la méthode	
En tête de colonne		827	120		
Rempli avec purge		827	120		
PTV		827	120		

Prévoir 20 psi supplémentaires au-dessus de la pression nécessaire pour maintenir le débit dans la colonne.

Circuit d'alimentation en gaz

Avertissement Toutes les bouteilles de gaz comprimé doivent être solidement fixées à une structure ou à un mur permanent. Le stockage et la manipulation des gaz comprimés doivent s'effectuer dans le respect des règles de sécurité en vigueur. Les bouteilles de gaz ne doivent pas se trouver sur le trajet de l'air chaud provenant du four. Pour éviter toute lésion oculaire, portez des lunettes lorsque vous utilisez un gaz sous pression.

Pour installer un circuit d'alimentation en gaz, utilisez le schéma ci-dessous.

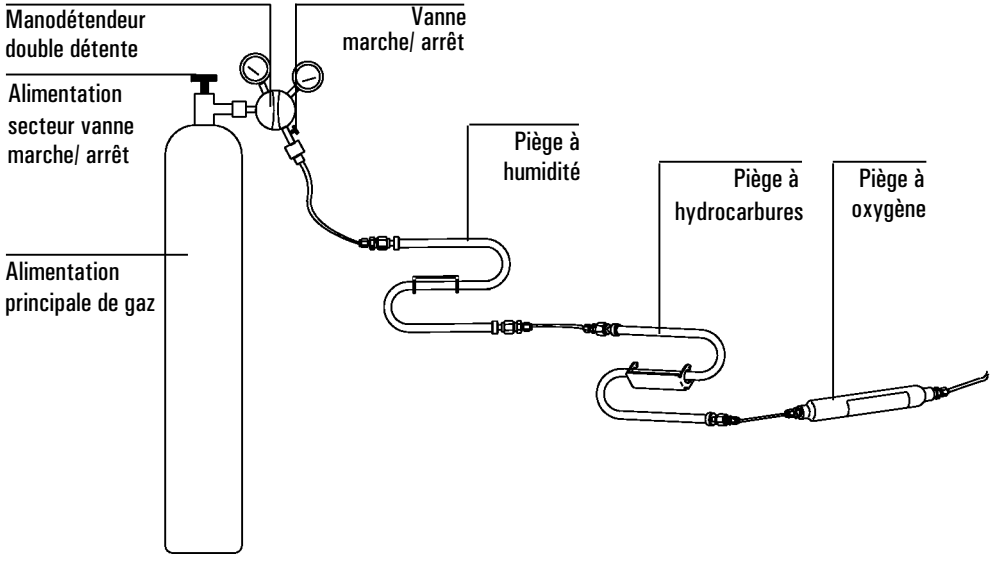


Figure 94. Schéma du circuit d'alimentation en gaz

- L'utilisation de manodétendeurs à double détente est fortement recommandée pour éviter les sautes de pression. L'utilisation de régulateurs à diaphragme en acier inoxydable de qualité supérieure est également particulièrement recommandée.
- Les vannes marche/arrêt montées sur les raccords externes des manodétendeurs à double détente ne sont pas indispensables mais sont très utiles. Assurez-vous que les vannes ont des diaphragmes sans membrane, en acier inoxydable.
- Les FID, FPD et NPD doivent avoir leur propre alimentation en air. Leur fonctionnement peut être affecté par les à-coups de pression survenant dans les conduites d'air s'ils les partagent avec d'autres appareils.
- Une différence de pression de 10 psi (138 kPa) est nécessaire au niveau des équipements de contrôle des débits et des pressions pour qu'ils fonctionnent correctement. Les pressions et les capacités des sources doivent être amplement suffisantes à cet égard.
- Les régulateurs de pression auxiliaires doivent se situer avant les raccords d'entrée qui les relient au CPG. Cela, afin que la pression d'alimentation soit mesurée au niveau de l'instrument plutôt qu'au niveau de la source ; la pression à la source doit être différente selon la longueur ou l'épaisseur des lignes d'alimentation en gaz.

Tuyaux d'alimentation en gaz vecteur et en gaz de détecteur

Attention N'utilisez pas de chlorure de méthylène ni aucun autre solvant halogéné pour nettoyer le tuyau qui sera utilisé avec un détecteur à capture d'électrons. Ils entraîneraient un bruit de fond élevé de la ligne de base du détecteur jusqu'à ce qu'ils aient été totalement évacués du système.

Les gaz ne doivent parvenir à l'instrument que par un tuyau en cuivre préconditionné (réf. 5180-4196). N'utilisez pas de tuyau en cuivre ordinaire, il contient des huiles et des contaminants.

Attention N'utilisez pas de tuyau en plastique pour l'alimentation en gaz du détecteur et de l'injecteur du CPG. Ils sont perméables à l'oxygène et à d'autres contaminants susceptibles d'endommager les colonnes et les détecteurs et peuvent fondre si les gaz usés ou le composant sont chauds.

Le choix du diamètre du tuyau dépend de la distance entre l'arrivée de gaz et le CPG, ainsi que du débit total du gaz particulier. Un tuyau d'1/8 de pouce est approprié quand la ligne d'alimentation ne dépasse pas 4,6 m (15 pieds) de long.

Pour prévenir la chute de pression, utilisez un tuyau d'un diamètre supérieur (1/4 de pouce) pour des distances supérieures à 4,6 m (15 pieds) ou lorsque plusieurs instruments sont connectés à la même source. Adoptez un tuyau de diamètre supérieur si vous prévoyez une forte consommation (par exemple, de l'air pour un FID).

Voyez large lorsque vous coupez des longueurs de tuyaux pour des lignes d'alimentation locales ; si un tuyau souple relativement long relie l'alimentation et l'instrument, vous pouvez déplacer le CPG sans déplacer l'alimentation en gaz. Lors du choix du diamètre du tuyau, prenez en compte cette longueur supplémentaire.

Manodétendeurs à double détente

Pour éliminer les à-coups de pression, utilisez un manodétendeur à double détente (plutôt qu'à une seule) avec chaque bouteille de gaz. Des régulateurs avec diaphragme en acier inoxydable de qualité supérieure sont recommandés.

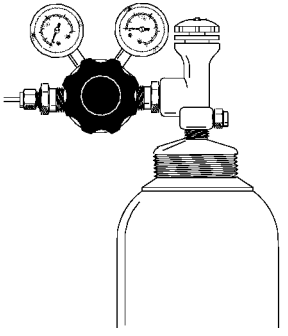


Figure 95. Manodétendeur à double détente

Le type de régulateur utilisé dépend du type de gaz et de son fournisseur. Le catalogue Agilent des consommables et fournitures contient des informations pour vous aider à identifier le manodétendeur adéquat conformément aux recommandations de la "Compressed Gas Association (CGA)". Agilent Technologies propose des kits de régulation de pression contenant tous les matériels nécessaires pour installer correctement les manodétendeurs.

Manodétendeur - raccordement des tuyaux d'alimentation en gaz

La connexion filetée reliant la sortie du manodétendeur à un raccord SWAGELOK auquel vous connectez le tuyau de gaz. Comme les connexions filetées fuient, vous devez assurer leur étanchéité avec un joint en Téflon.

Il est recommandé d'utiliser du ruban en téflon de qualité **Instrument** (réf. 0460-1266) dont les composés volatils ont été éliminés. N'utilisez pas **d'enduit de tuyau** pour rendre les filetages étanches ; ce produit contient des matériaux volatils qui contamineraient le tuyau.

Pièges

Les gaz de qualité chromatographique donneront une bonne pureté. Cependant, pour optimiser la sensibilité, il est recommandé d'installer des pièges de qualité supérieure pour éliminer les traces d'humidité ou d'autres contaminants. Après avoir installé un piège, vérifiez l'étanchéité du circuit d'alimentation en gaz.

Tableau 77. Pièges recommandés

Description	Réf.
Piège à humidité préconditionné : boîtier en métal, piège en forme de S pour nettoyage du gaz vecteur. Contient un tamis moléculaire de 5A, granulométrie 45/60, raccords de 1/8 de pouce.	5060-9084
Piège à hydrocarbures : boîtier métallique, piège en S rempli de charbon actif, granulométrie 40/60, raccords de 1/8 de pouce.	5060-9096
Piège à oxygène (pour gaz vecteur et ECD) : boîtier métallique et raccords en laiton de 1/8 de pouce. Les pièges à oxygène ne peuvent pas être reconditionnés.	3150-0414

L'humidité dans le gaz vecteur risque d'endommager les colonnes. Nous vous conseillons d'utiliser un piège à humidité à tamis moléculaire de 5 A de type préconditionné. Placez-le après le régulateur de la source de gaz, avant les autres pièges.

Le piège à hydrocarbures débarrasse les gaz des matières organiques. Il doit se trouver après un piège à tamis moléculaire et avant un piège à oxygène, s'ils sont présents.

Un piège à oxygène élimine 99 % de l'oxygène contenu dans un gaz plus des traces d'humidité. Il doit se trouver en dernière position d'une série de pièges. Sachant que des quantités résiduelles d'oxygène peuvent endommager les colonnes et dégrader les performances des ECD, vous devez utiliser un piège à oxygène avec les gaz vecteurs et ECD. N'utilisez pas de pièges à oxygène avec les gaz combustibles pour FID, FPD ou NPD.

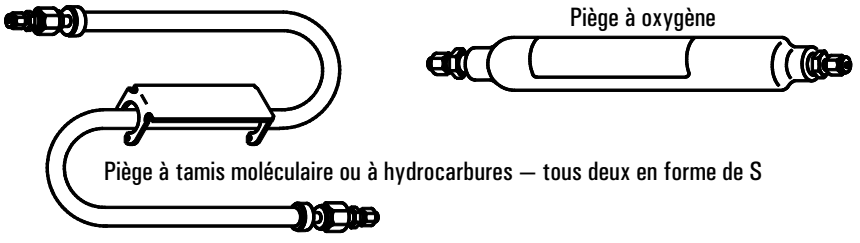


Figure 96. Pièges

Exigences en matière de refroidissement cryogénique

Le refroidissement cryogénique vous permet d'utiliser le CPG au-dessous de la température ambiante. Une vanne solénoïde introduit le réfrigérant liquide, du dioxyde de carbone (CO_2) ou de l'azote (N_2), à la vitesse appropriée pour refroidir le four à la température désirée.

Le CO_2 et le N_2 exigent un matériel différent. Vous devez remplacer l'ensemble de vanne complet, si vous voulez changer de réfrigérant.
(Le kit de vanne CO_2 liquide correspond à la réf. G1565-65510 et le kit N_2 liquide à la réf. G1566-65517).

Choisir un réfrigérant

Plusieurs critères influencent le choix d'un réfrigérant :

- la température la plus basse envisagée ;
- la fréquence d'utilisation du réfrigérant cryogénique ;
- la disponibilité et le prix du réfrigérant ;
- la taille des réservoirs par rapport à celle du laboratoire ;
- le N_2 liquide refroidit de façon fiable à – 80 °C ;
- le CO_2 liquide refroidit de façon fiable à – 40 °C.

Le CO_2 convient mieux dans le cas d'un refroidissement cryogénique peu fréquent parce qu'il ne s'évapore pas. Il est aussi moins coûteux que le N_2. Toutefois, un réservoir de CO_2 contient beaucoup moins de réfrigérant qu'un réservoir de N_2 et il faut davantage de CO_2 pour la même quantité de refroidissement.

S'il est vrai que le N_2 liquide s'évapore du réservoir quelle que soit la fréquence d'utilisation, les réservoirs de N_2 contiennent davantage de réfrigérant que ceux de CO_2 et, par conséquent, sont préférables en cas d'utilisation fréquente.

Utilisation du dioxyde de carbone

Avertissement Le CO_2 liquide sous pression est dangereux. Prenez toutes les précautions utiles pour protéger le personnel contre les hautes pressions et les basses températures. Le CO_2 en fortes concentrations est toxique pour l'homme. Consultez votre fournisseur pour les précautions de sécurité appropriées et pour la conception du système de distribution.

Attention N'utilisez pas le CO_2 liquide comme réfrigérant en-dessous de – 40 °C car du CO_2 solide (neige carbonique) risque de se former dans le four du CPG. Cette accumulation de glace sèche risque d'endommager gravement le CPG.

Le CO_2 liquide est disponible auprès des fournisseurs locaux, généralement dans des réservoirs haute pression contenant environ 25 kilos de liquide. Le CO_2 doit être exempt de tout matériau à particule ainsi que d'huile et autres contaminants. Ces contaminants pourraient boucher l'orifice d'expansion ou nuire au bon fonctionnement du CPG.

Le système CO_2 liquide doit aussi respecter les règles suivantes :

- pour fournir du CO_2 liquide et non gazeux, la bouteille doit être équipée d'un tube plongeur ou d'un tube éjecteur (voir Figure 97) ;
- le CPG doit être alimenté en CO_2 liquide à la pression de 48 à 70 bars (700 à 1000 psi) et à la température de 25 °C ;
- utilisez un tuyau à paroi épaisse en acier inoxydable de 1/8 de pouce de diamètre. La longueur du tuyau doit être comprise entre 1,3 et 13 m (5 à 50 pieds) ;
- enroulez et attachez les extrémités du tuyau pour l'empêcher de "fouetter" en cas de ruptures ;
- n'installez pas de manodétendeur sur le réservoir de CO_2, car la vaporisation et le refroidissement se produiront dans le régulateur et non dans le four ;
- n'utilisez pas de réservoir sous pression avec un gaz différent.

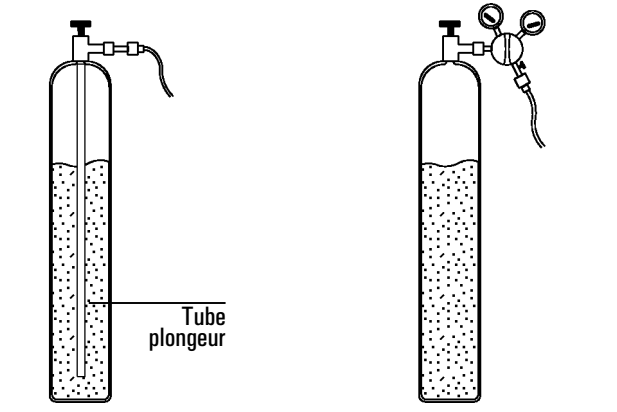


Figure 97. Configurations correcte et incorrecte de la bouteille de CO_2 liquide

Avertissement N’utilisez pas de tuyau en cuivre ou de tuyau en acier inoxydable à paroi mince avec du CO_2 liquide. Tous deux se durciront aux points de contrainte et risqueront d’exploser.

Utilisation de l’azote liquide

Avertissement L'azote liquide est dangereux à cause des températures extrêmement basses et des hautes pressions qui peuvent se produire dans des systèmes mal conçus.

L'azote liquide peut présenter un risque d'asphyxie lors de sa vaporisation dans l'air. Consultez votre fournisseur local pour les mesures de sécurité à prendre et les informations sur votre système.

L’azote liquide est fourni dans des réservoirs Dewar isolés. Le type correct pour le refroidissement est un Dewar *basse pression* équipé d’un tube plongeur (pour délivrer du liquide plutôt que du gaz) et d’une vanne (soupape) de sécurité pour empêcher toute pression excessive. La soupape de sûreté est réglée par le fournisseur sur 1,3 à 1,7 bar (20 à 25psi).

Avertissement Si de l’azote liquide est piégé entre une vanne de réservoir fermée et la vanne cryogénique du CPG, il s'en suivra une énorme pression pouvant aboutir à une explosion. C’est pourquoi vous devez laisser la vanne de la bouteille ouverte afin de protéger tout le système par la vanne de sécurité.

Pour déplacer ou remplacer une bouteille, ouvrez la vanne de la bouteille et déconnectez prudemment le tuyau à l'une des extrémités pour laisser s'échapper l'azote restant.

Le système N_2 liquide doit aussi respecter les règles suivantes :

- le CPG doit être alimenté en azote liquide à la pression de 1,3 à 2,1 bars (20 à 30 psi) ;
- le tuyau d'alimentation pour le N_2 liquide doit être en acier inoxydable à paroi mince *isolée*. Le tuyau en mousse utilisé pour les lignes de réfrigération et de conditionnement d'air convient à l'isolation. Les pressions étant basses, un tuyau en cuivre inoxydable est adéquat ;
- le réservoir de l'azote liquide doit être éloigné de 1,5 mètre maximum du CPG, pour s'assurer que c'est bien du liquide, et non du gaz, qui parvient à l'injecteur.

Alimentation en air des actionneurs de vanne

Certaines vannes sont actionnées à l'aide d'air comprimé (d'autres sont actionnées électriquement ou manuellement). L'air utilisé doit être dépourvu d'huiles, d'humidité et de particules. Il peut provenir d'une bouteille régulée d'air sec bien que de l'air "maison" ou de l'air provenant d'un compresseur puisse convenir.

Pour actionner la plupart des vannes, une pression de 1,3 à 2,6 bars (20 à 40 psi) est nécessaire. Pour les vannes à haute pression, une pression de 4,5 à 4,8 bars (65 à 70 psi) est nécessaire.

Les vannes doivent avoir leur propre circuit d'alimentation en air. N'utilisez pas l'air des vannes pour les détecteurs.

Voir ”Contrôle des vannes”.

29 Installation

Etape 1. Déballage du CPG

Etape 2. Placement du système CPG sur la paillasse

Etape 3. Mise sous tension du système

Etape 4. Connexion du tuyau à la bouteille de gaz

Etape 5. Connexion des pièges au tuyau d'alimentation en gaz

Etape 6. Connexion d'un SWAGELOK™ en T au tuyau

Etape 7. Connexion du tuyau à la chambre d'injection

Etape 8. Raccordement des tuyaux aux détecteurs

6890 avec régulation électronique des gaz (EPC)

Etape 9. Vérification de l'étanchéité

Etape 10. Connexion des alimentations en liquide cryogénique

Raccordement du dioxyde de carbone liquide

Raccordement de l'azote liquide

Etape 11. Connexion de l'actionneur de vanne à gaz

Etape 12. Réglage des pressions de la source

Etape 13. Connexion des câbles

Schémas des câbles

Câble analogique, usage général

Câble marche/arrêt à distance

Câble code décimal binaire

Câble d'événements externes

Etape 14. Configuration du CPG

Procédure : Définition d'une configuration en réseau local (LAN)

Installation rapide

Outils et fournitures nécessaires

Vérifiez que vous avez les outils et fournitures nécessaires avant de commencer.

Clés

- ❒ Une de 5/16 de pouce,
- ❒ une de 3/8 de pouce,
- ❒ deux de 7/16 de pouce,
- ❒ une de 9/16 de pouce.

Tournevis

- ❒ Tournevis Torx T-10,
- ❒ tournevis Torx T-20.

Tuyau

- ❒ Tuyau en cuivre de 1/8 de pouce de diamètre (1/4 de pouce de diamètre si longueur $>$ 4, 6m (15 pieds),
- ❒ tuyau en acier inoxydable à paroi épaisse de 1/8 de pouce de diamètre (pour CO_2 liquide),
- ❒ tuyau en cuivre isolé de 1/4 de pouce de diamètre (pour N_2liquide),
- ❒ coupe-tube.

Raccords

- ❒ Raccords SWAGELOK 1/8 de pouce,
- ❒ raccords SWAGELOK 1/4 de pouce (pour azote liquide et tuyau de l'actionneur de vanne à gaz),
- ❒ raccords en T SWAGELOK 1/8 de pouce,
- ❒ écrous et bagues.

Pièges (facultatifs)

- ❒ Piège à humidité préconditionné contenant un tamis moléculaire de 5A,
- ❒ piège à hydrocarbures,
- ❒ piège à oxygène.

Autres

- ❒ Petit tournevis à lame plate,
- ❒ détecteur électronique de fuite,
- ❒ matériau isolant (pour tuyau d'azote liquide seulement).

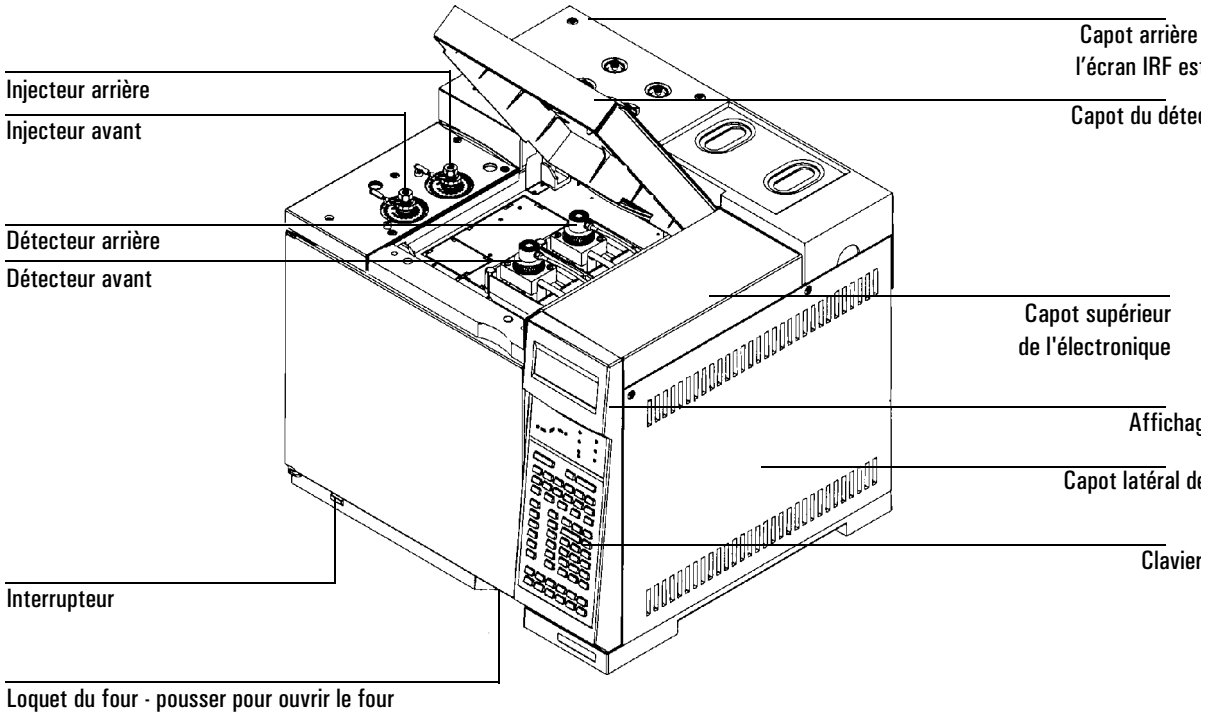


Figure 98. Vue avant du CPG

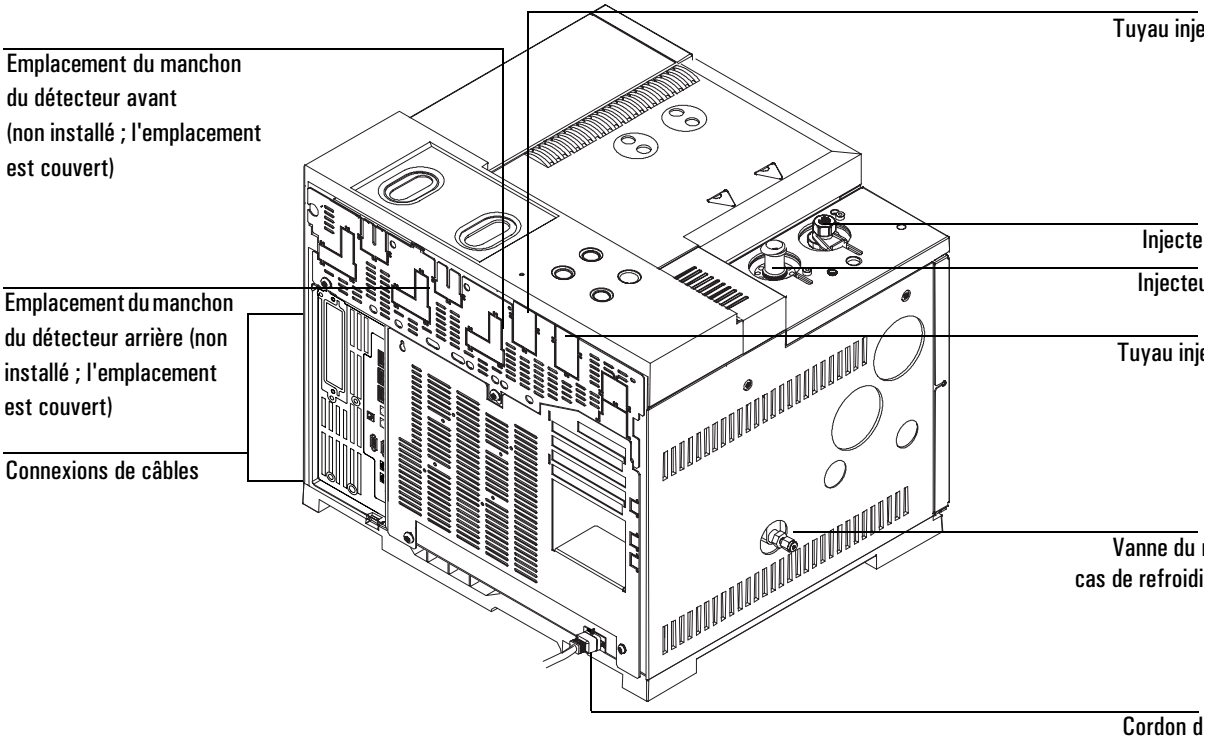


Figure 99. Vue arrière du CPG

Installation

Ce chapitre décrit l’installation du CPG. La plupart des étapes d’installation sont standard pour tous les systèmes CPG. Cependant, certaines sont facultatives: la plomberie pour le refroidissement cryogénique et pour l'actionneur de vanne à gaz, par exemple. Il est également expliqué comment relier les câbles du CPG aux autres instruments d’un système 6890. Des informations sur la configuration du CPG et des autres instruments sont par ailleurs fournies.

L’essentiel de l’installation consiste à réaliser les connexions des tuyaux de gaz vers les bouteilles, des pièges et des raccords de sortie des manodétendeurs. Des raccords SWAGELOK™ sont utilisés pour assurer l'étanchéité des connexions. Si vous ne savez pas réaliser une connexion SWAGELOK™, reportez-vous à ”Connexions SWAGELOK”.

La procédure d'installation suppose qu'il vous faut moins de 4,6 m (1 5pieds) de tuyaux de 1/8 de pouce de diamètre pour raccorder chaque source de gaz. Pour des connexions plus longues, utilisez du tuyau de 1/4 de pouce de diamètre, ainsi que le matériel et les raccords réducteurs appropriés.

Avertissement

L'hydrogène est un gaz inflammable. Si de l'hydrogène ou un autre gaz inflammable est utilisé, il faut périodiquement vérifier les fuites. Vérifiez que l'alimentation en hydrogène est coupée tant que tous les raccords ne sont pas effectués, assurez-vous en outre que les raccords d'injecteur sont, soit connectés à une colonne, soit bouchés lors du fonctionnement sous hydrogène.

Le remplacement de pièces et les modifications de l'instrument non autorisées peuvent présenter un risque.

Le matériau d'isolation autour des injecteurs, des détecteurs et des vannes ainsi que des coupelles est constitué de fibres céramiques réfractaires (FCR). Pour éviter d'inspirer des particules, nous recommandons de prendre les précautions suivantes : ventilez convenablement l'aire de travail, portez des manches longues, des gants, des lunettes de sécurité et un masque respiratoire à usage unique ; placez les matériaux dans des sacs en plastique fermés, lavez-vous les mains avec un savon doux et de l'eau froide après avoir manipulé ce matériau.

Etape 1. Déballage du CPG

1. Inspectez les emballages reçus. Si un emballage est, ou paraît, endommagé, signalez-le au transporteur et au bureau de vente Agilent local.

   Gardez tous les cartons d'emballage pour que le transporteur puisse les inspecter.

2. Pointez les éléments reçus par rapports aux listes. En cas de non-concordance, contactez immédiatement le bureau de vente Agilent local.

   Gardez les emballages (cartons) d'expédition jusqu'à ce que vous ayez contrôlé leur contenu et vérifié le bon fonctionnement des instruments.

Etape 2. Placement du système CPG sur la paillasse

Placez le CPG sur une paillasse capable de supporter son poids et celui des instruments qui l'accompagnent. Le Tableau 70 à la page 702 donne une liste de poids types. Evitez toute obstruction en surplomb susceptible de gêner le refroidissement et de limiter l'accès à la partie supérieure de l'instrument.

Avertissement Prenez garde lorsque vous soulevez le CPG. Comme il est lourd, il faut être deux pour le soulever. Notez que l'arrière de l'appareil est plus lourd que l'avant.

Matériel nécessaire :

❒ Déflecteur d'évacuation du four, réf. 19247-60510 (facultatif)

1. Sortez le CPG de son emballage,
2. Posez le CPG sur la paillasse. Assurez-vous que les arrivées de gaz et d'électricité sont accessibles. Placez les autres éléments de l'équipement à proximité du CPG, selon le cas. Pour obtenir les configurations recommandées, voir Tableau 70 à la page 702.
3. Si vous manquez de place, connectez le déflecteur d'évacuation du four à la partie arrière du CPG, comme illustré ci-dessous. Le déflecteur possède quatre crochets qui permettent de le suspendre aux orifices du CPG.

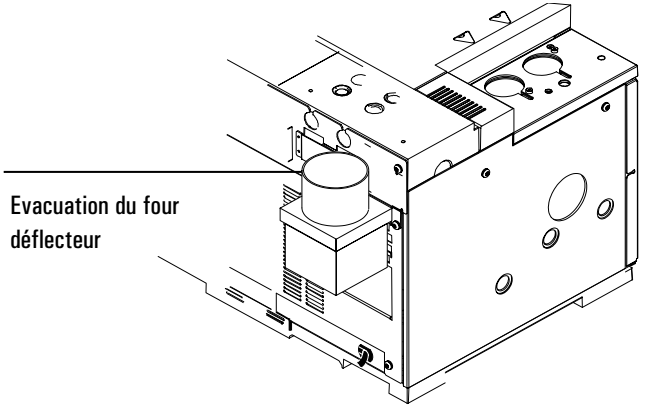


Figure 100. Corrigez la position du déflecteur d'air chaud du four

Etape 3. Mise sous tension du système

Lorsque vous mettez le CPG sous tension, il exécute une série de diagnostics. Exécutez les diagnostics avant de continuer l'installation pour vous assurer que l'électronique de l'instrument fonctionne correctement.

1. Vérifiez que l'interrupteur marche/arrêt est en position d'arrêt (off).

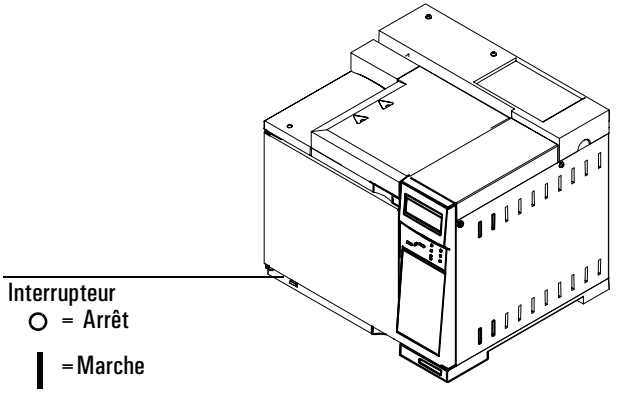


Figure 101. Emplacement de l'interrupteur secteur

2. Branchez le cordon secteur à l'arrière du CPG et à l'alimentation. Mettez le CPG sous tension.

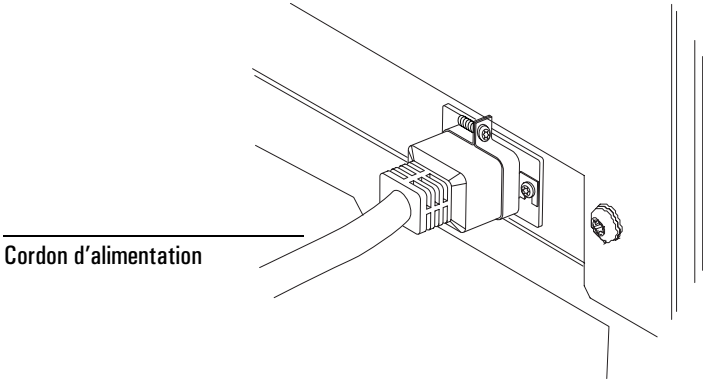


Figure 102. Emplacement de l'interrupteur secteur

3. Les diagnostics s'effectuent automatiquement. Pour voir le message pass/fail (réussite/échec), attendez la fin du test et appuyez sur [Oven][Temp][On]

   Si `Power on successful` s'affiche, mettez le CPG hors tension et poursuivez l'installation.

   Si ce message n'apparaît pas, mettez le CPG hors tension et contactez Agilent.

Etape 4. Connexion du tuyau à la bouteille de gaz

Fournitures nécessaires :

- ❒ tuyau en cuivre préconditionné de 1/8 de pouce de diamètre ;
- ❒ coupe-tuyau (réf. 8710-1709) ;
- ❒ écrous SWAGELOK de 1/8 de pouce, bagues antérieure et postérieure ;
- ❒ deux clés de 7/16 de pouce.

1. Fermez toutes les arrivées de gaz à leur source. Déterminez la longueur de tuyau nécessaire pour aller de la sortie d'alimentation en gaz au tuyau de l'injecteur sur le CPG. Tenez compte des éventuels pièges ou connexions en T nécessaires.
2. Coupez le tuyau à l'aide du coupe-tuyau.

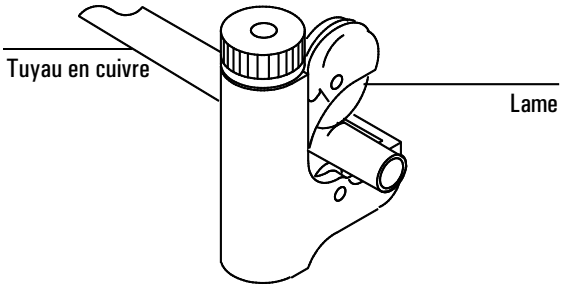


Figure 103. Coupe-tuyau

3. Connectez le tuyau à l'arrivée de gaz à l'aide d'un raccord SWAGELOK. Pour plus d'informations sur les raccords SWAGELOK, voir "Connexions SWAGELOK".

Etape 5. Connexion des pièges au tuyau d'alimentation en gaz

Matériel nécessaire :

- ❒ tuyau en cuivre préconditionné de 1/8 de pouce de diamètre ;
- ❒ coupe-tube ;
- ❒ raccords, écrous et bagues de 1/8 de pouce SWAGELOK ;
- ❒ deux clés de 7/16 de pouce et une de 1/2 de pouce ;
- ❒ pièges.

1. Déterminez le point d'installation du piège dans votre ligne de tuyau d'alimentation. Pour l'ordre des pièges, voir Figure 104.

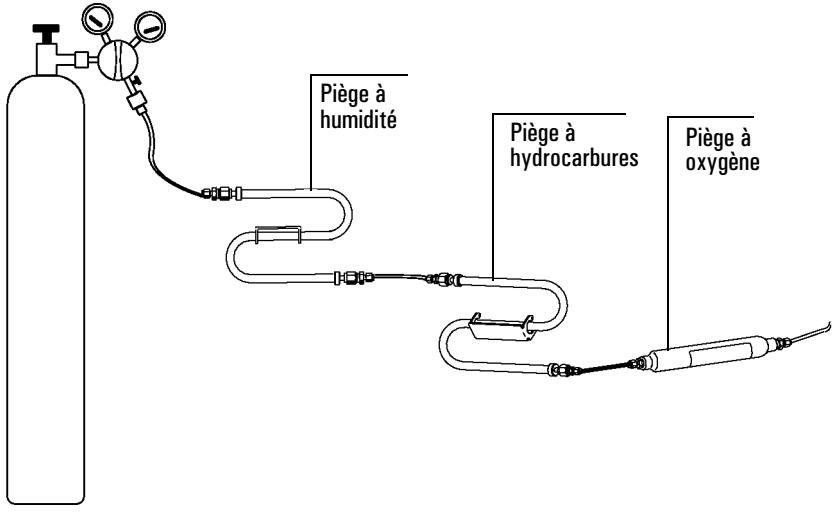


Figure 104. Schéma du circuit

2. Coupez le tuyau à la longueur désirée à l'aide d'un coupe-tuyau.
3. Connectez les pièges et le tuyau.

Etape 6. Connexion d'un SWAGELOK™ en T au tuyau

Si vous devez alimenter en gaz plus d'un module injecteur ou détecteur à partir de la même source, installez un raccord en T SWAGELOK™ à proximité des chambres d'injecteur ou de détecteur.

Matériel nécessaire :

- ❒ tuyau en cuivre préconditionné de 1/8 de pouce de diamètre ;
- ❒ coupe-tube ;
- ❒ écrous, bagues antérieure et postérieure SWAGELOK de 1/8 de pouce ;
- ❒ raccords en T SWAGELOK 1/8 de pouce ;
- ❒ deux clés de 7/16 de pouce ;
- ❒ bouchon SWAGELOK de 1/8 de pouce.

1. A l'aide du coupe-tube, coupez le tuyau d'arrivée du gaz, à l'endroit prévu pour le raccord en T. Connectez le tuyau et le T à l'aide d'un raccord SWAGELOK. Voir Figure 105.

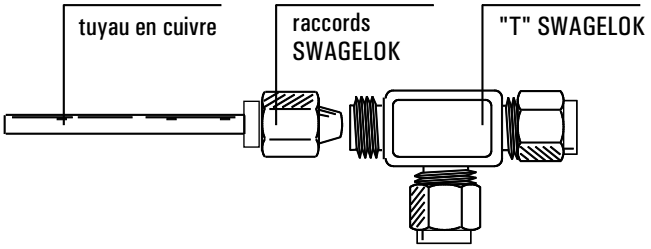


Figure 105. Connexion d'un SWAGELOK en T

2. Mesurez la distance entre le raccord en T et les injecteurs du CPG puis à l'aide des raccords SWAGELOK, connectez le tuyau en cuivre aux extrémités libres du raccord en T.
3. Vous pouvez installer un capuchon SWAGELOK sur l'extrémité libre d'un T si vous n'envisagez pas de lui connecter immédiatement le tuyau.

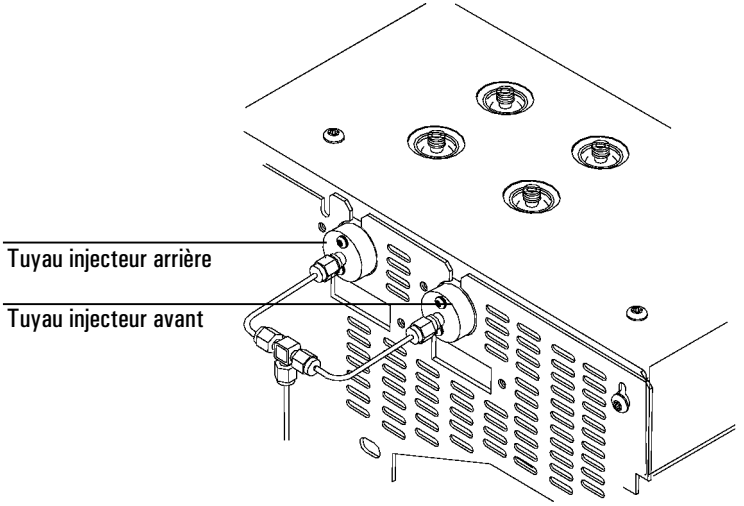
Etape 7. Connexion du tuyau à la chambre d'injection

Si votre CPG est équipé d'injecteurs EPC, connectez le tuyau d'alimentation en gaz aux injecteurs sur les tuyaux qui se trouvent à l'arrière de l'instrument. La tubulure pour les injecteurs non EPC se connecte à l'intérieur du compartiment des gaz à gauche du CPG.

Matériel nécessaire :

- ❒ tuyau en cuivre préconditionné de 1/8 de pouce de diamètre ;
- ❒ écrous, bagues antérieure et postérieure SWAGELOK de 1/8 de pouce ;
- ❒ deux clés de 7/16 de pouce.

1. Fermez le gaz vecteur à sa source.
2. Connectez le tuyau d'alimentation en gaz au gaz vecteur de la chambre d'injection à l'aide d'un écrou SWAGELOK. Voir Figure 106.



Les injecteurs avant et arrière du CPG de cette figure sont connectés au même gaz vecteur.

Figure 106. Raccordement des chambres d'injection

Etape 8. Raccordement des tuyaux aux détecteurs

Les gaz que vous raccordez à un détecteur dépendent du type de celui-ci. Les raccords d'entrée indiquent clairement quels types de gaz conviennent aux détecteurs et à l'endroit où vous devez connecter le tuyau. Pour les autres gaz des détecteurs, voir les tableaux page 707.

Cette procédure explique comment installer les gaz sur le FID (détecteur à ionisation de flamme). Les gaz sont connectés de la même manière sur tous les détecteurs.

6890 avec régulation électronique des gaz (EPC)

Les raccords d'entrée d'injecteur au détecteur sont accessibles à l'arrière de l'instrument.

1. Coupez l'alimentation en gaz à la source.
2. Chaque raccord du détecteur est repéré. Connectez le tuyau au raccord approprié à l'aide d'un écrou SWAGELOK.

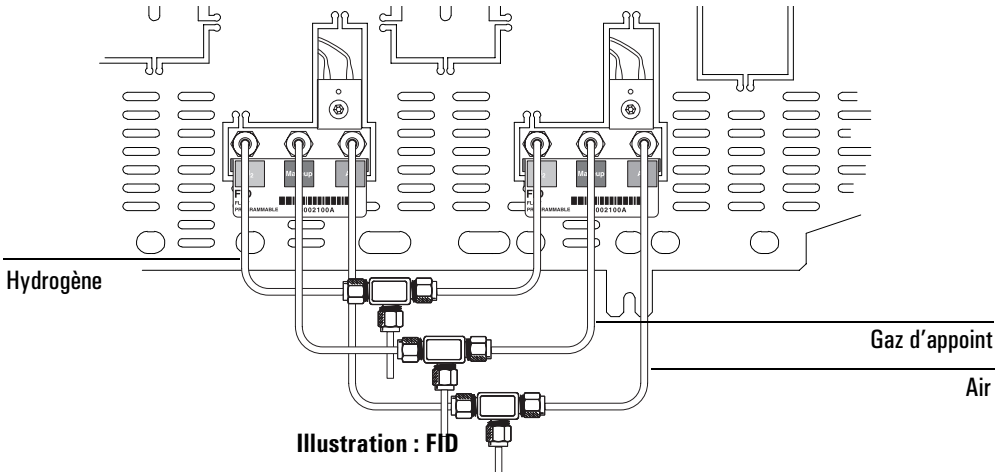


Figure 107. Raccordement des tuyaux à un détecteur avec EPC

Matériel nécessaire :

- ❒ tuyau en cuivre préconditionné de 1/8 de pouce de diamètre ;
- ❒ trois jeux de raccords et de bagues postérieure et antérieure SWAGELOK de 1/8 de pouce ;
- ❒ deux clés de 7/16 de pouce.

Etape 9. Vérification de l'étanchéité

Les détecteurs de fuites liquides (tels que Snoop) sont déconseillés, particulièrement là où la propreté est très importante. Si vous utilisez un liquide de détection de fuites, rincez-le immédiatement pour enlever la pellicule savonneuse.

Avertissement Pour éviter que le liquide de détection ne provoque une décharge électrique, mettez le CPG hors tension et débranchez le cordon d'alimentation. Faites très attention à ne pas déverser de solution sur les fils électriques.

Matériel nécessaire :

- ❒ détecteur électronique de fuite (de préférence) ;
- ❒ fluide de détection de fuite.

1. Réglez la pression de gaz vecteur à sa source (généralement le réservoir) sur environ 50 psi.
2. Réglez les pressions de gaz du détecteur de la manière suivante :
   - Auxiliaire = 50 psi
   - Hydrogène = 50 psi
   - Air = 50 psi
   - Gaz de référence TCD = 50 psi
3. A l'aide du détecteur de fuite, vérifiez l'étanchéité de chaque raccord.
4. Eliminez les fuites en serrant les connexions. Recommencez le test et continuez à serrer jusqu'à ce que toutes les connexions soient étanches.
5. Coupez l'arrivée initiale des gaz de l'injecteur et du détecteur.

Etape 10. Connexion des alimentations en liquide cryogénique

Le refroidissement cryogénique vous permet d'utiliser le CPG au-dessous de la température ambiante. Une vanne solénoïde introduit le réfrigérant liquide, qui peut être du CO_2 ou du N_2, à la vitesse appropriée pour refroidir le four à la température voulue.

Le choix du réfrigérant dépend de la fréquence d'utilisation du refroidissement cryogénique. Vous ne pouvez pas faire alterner le CO_2 et le N_2 car chacun d'eux requiert son propre ensemble de vannes. Pour plus d'informations sur les réfrigérants cryogéniques, voir "Exigences en matière de refroidissement cryogénique".

Des raccords de tuyaux évasés sont couramment utilisés pour connecter le tuyau d'alimentation en liquide au réservoir de réfrigérant cryogénique. Avant de réaliser les connexions, consultez votre fournisseur en réfrigérant pour vous assurer que vous possédez les bons raccords.

Raccordement du dioxyde de carbone liquide

Avertissement N'utilisez pas de tuyau en cuivre ou en acier inoxydable à paroi mince ! Tous deux présentent un risque d'explosion.

Attention Pour les alimentations en CO_2, n'utilisez pas de réservoirs renforcés. La vanne cryogénique n'est pas conçue pour résister aux hautes pressions engendrées par ce type de réservoir.

Matériel nécessaire :

- ❒ tuyau en acier inoxydable à parois épaisses de 1/8 de pouce ;
- ❒ coupe-tube ;
- ❒ écrous et bagues SWAGELOK de 1/8 de pouce ;
- ❒ deux clés de 7/16 de pouce.

1. Localisez le raccord d'entrée du CO_2 liquide sur le côté **gauche** du CPG. Prévoyez un tuyau suffisamment long pour aller de la bouteille à cette sortie. Voir Figure 108.

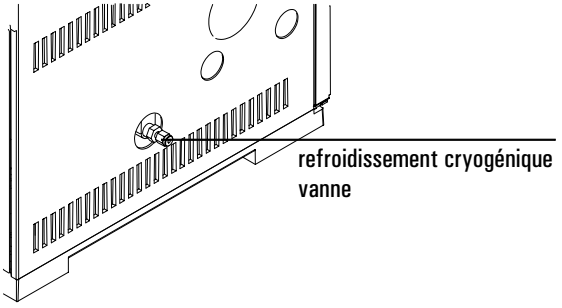


Figure 108. Emplacement de la vanne de refroidissement cryogénique

2. Connectez le tuyau d'alimentation à la sortie du réservoir de CO_2 liquide à l'aide du raccord recommandé par le fournisseur.
3. A l'aide d'un raccord SWAGELOK, connectez le tuyau d'alimentation à l'injecteur de la vanne cryogénique du CPG.

Raccordement de l'azote liquide

Matériel nécessaire :

- ❒ tuyau en cuivre isolé de 1/4 de pouce ;
- ❒ coupe-tube ;
- ❒ raccords, écrous et bagues de 1/4 de pouce SWAGELOK ;
- ❒ deux clés de 9/16 de pouce.

1. Placez le réservoir d'azote le plus près possible du CPG afin que la vanne reçoive du liquide et non du gaz.
2. Localisez le raccord d'entrée de l'azote liquide sur le côté gauche du CPG. Prévoyez un tuyau suffisamment long pour relier la bouteille à cette sortie. Voir Figure 109.

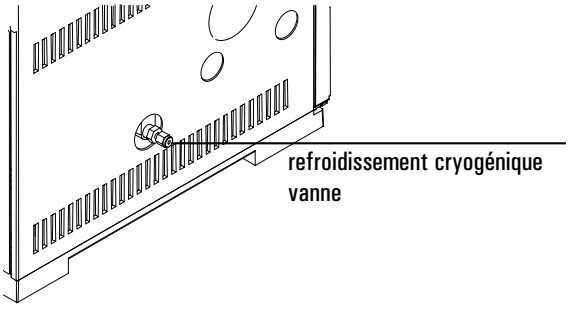


Figure 109. Emplacement de la vanne de refroidissement cryogénique

3. Connectez le tuyau d'alimentation à la sortie du réservoir de N_2 liquide à l'aide du raccord recommandé par le fournisseur.
4. A l'aide d'un raccord SWAGELOK, connectez le tuyau d'alimentation à l'injecteur de la vanne cryogénique du CPG.

Etape 11. Connexion de l'actionneur de vanne à gaz

Les vannes sont actionnées par de l'air. Elles doivent disposer de leur propre source d'air et ne peuvent partager les alimentations en air des détecteurs.

L'actionneur de vanne est alimenté en air par l'intermédiaire d'un tuyau en plastique de 1/4 de pouce. Si votre CPG possède des vannes, le tuyau en plastique sera déjà connecté aux actionneurs et se déploiera à l'arrière du CPG.

Attention Faites passer le tuyau en plastique à l'écart de la sortie d'air chaud du four. L'air chaud ferait fondre ce tuyau.

Matériel nécessaire :

- ❒ raccords et bagues antérieure et postérieure SWAGELOK de 1/4 de pouce ;
- ❒ deux clés de 9/16 de pouce.

Coupez l'arrivée d'air à la source. Raccourcissez le tuyau à l'aide d'un couteau très coupant. Raccordez le tuyau à la source d'air à l'aide d'un écrou SWAGELOK de 1/4 de pouce. Voir Figure 110.

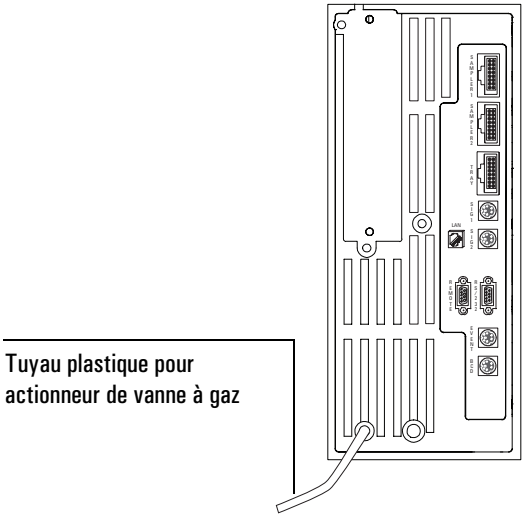


Figure 110. Emplacement du tuyau d'alimentation en air des actionneurs de vanne

Etape 12. Réglage des pressions de la source

La pression réglée sur un régulateur de réservoir dépend des facteurs suivants :

- la pression nécessaire pour obtenir le plus haut débit envisagé.
  La relation pression/débit dépend de la colonne ou de l'appareil concerné. La meilleure méthode consiste à commencer à un niveau de pression modéré et à ajuster vers le haut selon les besoins ;
- une différence de pression d'environ 10 psi (138 kPa) sur les dispositifs de détection et contrôle de pression et de débit, pour qu'ils fonctionnent correctement.
  Cette différence de pression nécessaire est pratiquement la même pour tous les détecteurs et contrôleurs, y compris les contrôleurs de débit et les régulateurs de pression ;
- la limite de pression de l'élément *le plus faible* du système d'alimentation.
  Les raccords swagelok et les tuyaux en cuivre conviennent parfaitement pour les plus hautes pressions de gaz rencontrées dans la chromatographie en phase gazeuse.

  Les modules du CPG peuvent supporter une pression supérieure à 250 psi ; cependant, leur fonctionnement peut en être affecté. Nous conseillons une pression de fonctionnement continue maximale de 170 psi pour éviter une usure et des fuites excessives.

  Les pièges sont souvent le maillon le plus faible du système. Le piège ou sa documentation doivent mentionner la pression de fonctionnement maximale. La pression de source ne doit pas dépasser la pression de fonctionnement maximale *la plus basse* du système d'alimentation.

Les valeurs de départ suggérées pour la pression de source sont :

Gaz	Utilisation	Pression de source
Gaz vecteur	Colonnes remplies	410 kPa (60 psi)
	Colonnes capillaires	550 kPa (80 psi)
Air	Détecteurs	550 kPa (80 psi)
Hydrogène	Détecteurs	410 kPa (60 psi)

Pour connaître les minimas et maximas de pression d'injecteur et de détecteur, voir le Tableau 76 .

Etape 13. Connexion des câbles

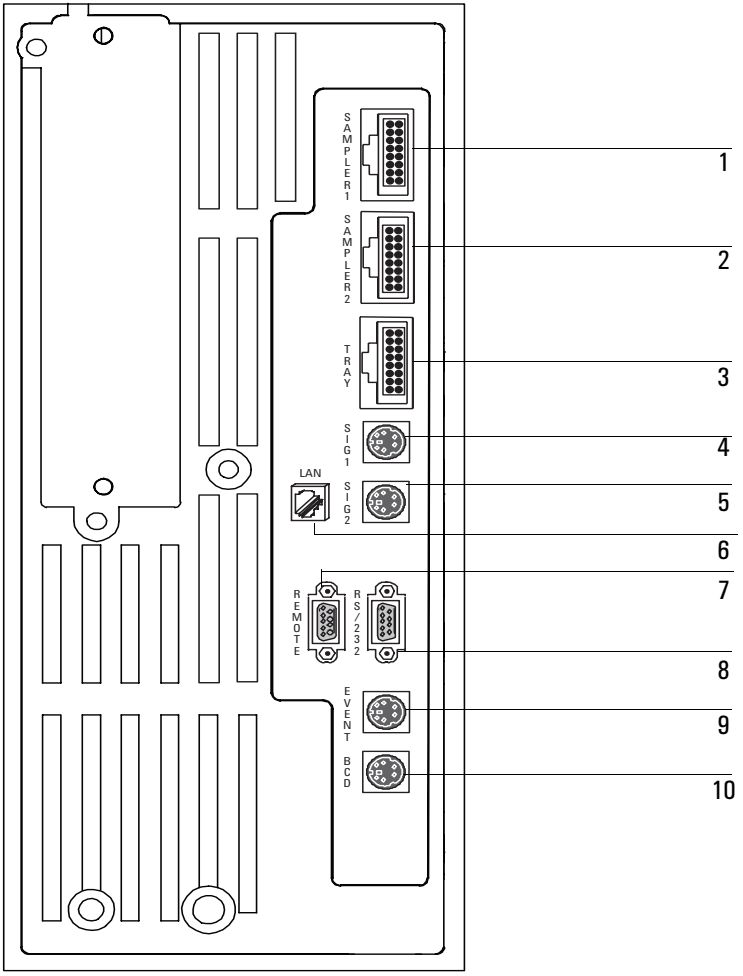
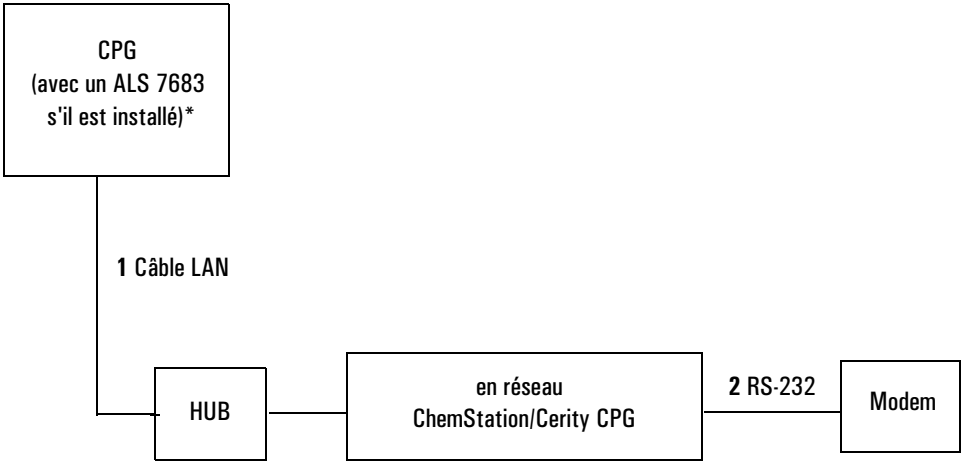


Figure 111. Vue d'ensemble des connecteurs situés à l'arrière du CPG

Plusieurs outils de communication sont intégrés dans le CPG :

- **1, 2 Echantillonneur :** alimentation et communication pour un injecteur G2613A. Utilisez Sampler1 pour l'injecteur avant ;
- **3 Plateau :** alimentation et communications pour un plateau G2614A ;
- **4, 5 Sorties de signaux analogiques :** deux canaux de sortie de données analogiques destinés à des processeurs de signaux externes. Chaque sortie analogique possède trois gammes de tension ;
- **6 LAN :** communications LAN ;
- **7 Commande à distance :** port de commande à distance pouvant servir à synchroniser jusqu'à dix instruments ;
- **8 Modem/RS-232C :** destiné aux modems, ordinateurs et autres unités de contrôle ;
- **9 Contrôle d'événement externe :** deux fermetures passives de contact et deux sorties de contrôle 24-volts permettent le pilotage des unités externes. Connecté aux commandes de vannes de 5 à 8 sur le CPG ;
- **10 BCD** : DCB Décimal Codé Binaire (Binary-Coded Decimal). Ce connecteur donne accès aux relais de commande et à une entrée BCD pour une vanne de sélection de flux. Ne fournit aucune information de sortie pour des systèmes d'acquisition.

Le CPG accepte de nombreuses configurations. Les figures ci-après illustrent deux configurations classiques. Pour le câblage d'autres combinaisons, voir les tableaux Tableau 78 et Tableau 79. Voir Figure 112.



* Le contrôleur 7683 est interne au CPG 6890. L'injecteur G2613A et le plateau 2614 sont connectés directement sur le CPG.

Figure 112 CPG—ChemStation/Cerity CPG en réseau— Echantillonneur automatique de liquide pour CPG

Numéro	Référence et description
1	92268 B, câble LAN, Ethertwist 4 paires
2	G1530-61120, câble RS-232/modem RS-232/ ou 24540-80012, câble RS-232/modem RS-232

Tableau 78. Exigences du câblage

Instrument auquel le CPG est connecté	Câble(s) nécessaire(s)	Réf.

Passeur automatique d'échantillons liquides 7683	Le câble d'injecteurs est intégré au Câble du plateau	G2614-60610
ChemStation CPG	LAN (voir ci-dessous)	
Echantillonneur d'espace de tête 7694	Commande à distance, mâle 9 broches/ connecteur 6 broches	G1290-60570
Préconcentrateur d'impuretés 7695	Commande à distance, mâle 25 broches/mâle 9 broches	G1500-60820
Intégrateur 3395A	Commande à distance, 9 broches/ 15 broches	03396-61020
	Analogique, 2 m, 6 broches	G1530-60600
Intégrateur 3395B	Commande à distance, 9 broches/ 15 broches	03396-61010
	Analogique, 2 m, 6 broches	G1530-60600
Intégrateur 3396B	Commande à distance, 9 broches/ 15 broches	03396-61020
	Analogique, 2 m, 6 broches	G1530-60600
Intégrateurs 3396C/3397	Commande à distance, 9 broches/ 15 broches	03396-61010
	Analogique, 2 m, 6 broches	G1530-60600
Intégrateur non Agilent	Analogique, 2 m, 6 broches	G1530-60560
Convertisseur A/N 35900 C/D/E	Commande à distance, mâle 9 broches/ mâle 9 broches	G1530-60930
	Analogique, 2 m, 6 broches	G1530-60600
Détecteur de masse	Commande à distance, 2 m, mâle 9 broches/mâle 9 broches	G1530-60930
Modem	Modem, 9-br. femelle/9-br. mâle, ou modem, 9-br. femelle/25-br. mâle	G1530-61120, ou 24540-80012
Système de données non Agilent	Commande à distance, usage courant Mâle 9 broches/cosses Evénement externe, 8 broches/cosses	35900-60670 (2 m), 35900-60920 (5 m), 35900-60930 (0,5 m) G1530-60590
Instrument non Agilent, non spécifié	Evénement externe, 8 broches/cosses	G1530-60590
Vannes de sélection de flux Vannes d'échantillonnage de gaz	Consulter la documentation de la vanne	
LAN	Câble Ethertwist 4 paires	92268B

Tableau 79. Câblage des autres instruments dans un système 6890

Instrument 1	Instrument 2	Type de câble	Réf.
Détecteur de masse	ChemStation CPG	LAN	92268B
ChemStation CPG	Modem	RS-232	24540-80012, ou G1530-61120
Echantillonneur d'espace de tête 7694	ChemStation CPG	RS-232, femelle 9 broches/ mâle 9 broches	24542U
Echantillonneur d'espace de tête 7694	Intégrateur	RS-232, mâle 15 broches/ femelle 9 broches	03396-60530
Echantillonneur d'espace de tête 7694	Instrument non Agilent, non spécifié	Câble code décimal binaire	03396-60570
Détecteur de masse	Echantillonneur prêt concentrateur/ espace de tête	Câble en ("Y") pour la commande à distance, 1 connecteur mâle et 2 femelles	G1530-61200
		Câble en ("Y") pour la commande à distance APG, 1 connecteur mâle et 2 femelles	35900-60800

Schémas des câbles

Si vous connectez le CPG à un instrument non Agilent ou à un convertisseur A/N 35900, vous devez connaître la fonction de chaque fil du câble. Voir Tableau 80

Câble analogique, usage général

Le CPG utilise le câble analogique à usage général pour communiquer avec un intégrateur non-Agilent. Ce câble est également utilisé avec les détecteurs non-Agilent. Voir Figure 113.

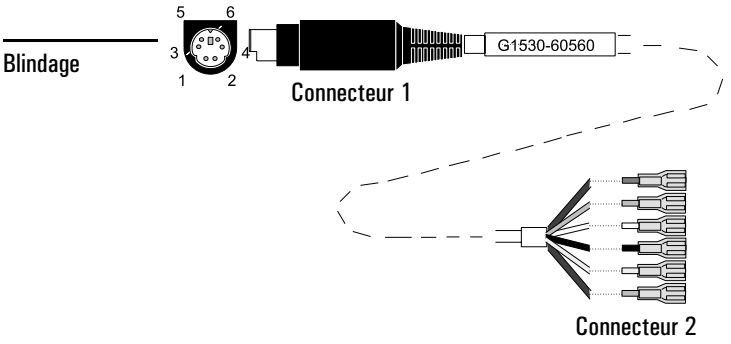


Figure 113. Câble analogique, usage général (réf. G1530-60560)

Tableau 80. Câble analogique, usage général connexions de sortie

Connecteur 1	Connecteur 2 — connexions rapides	Signal
1	Marron ou violet	0 à 1 mV (–)
2	Blanc	0 à 1 V, 0 à 10 V (–)
3	Rouge	0 à 1 mV (+)
4	Noir	1 V (+)
6	Bleu	10 V (+)
Blindage	Orange	Terre

Câble marche/arrêt à distance

Deux ports permettent de démarrer et d'arrêter à distance des instruments en boucle. Un intégrateur, un échantillonneur automatique et un chromatographe en phase gazeuse pourraient par exemple, être connectés par des câbles de commande à distance. Vous pouvez synchroniser un maximum de dix instruments à l'aide de câbles de commande à distance. Voir Figure 114 et Tableau 81.

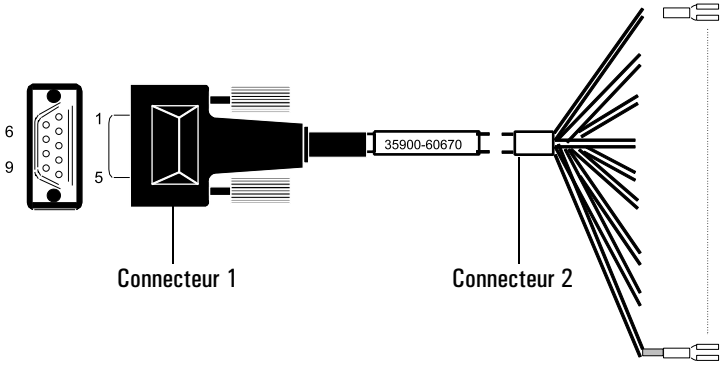


Figure 114. Câbles marche/arrêt à distance

Tableau 81. Connexions marche/arrêt à distance

Connecteur 1 mâle 9 broches	Connecteur 2 35900-60670 cosses	Nom du signal
1	Noir	Masse numérique
2	Blanc	Préparer (son bas)
3	Rouge	Démarrer (son bas)
4	Vert	Relais de démarrage (fermé pendant le démarrage)
5	Marron	Relais de démarrage (fermé pendant le démarrage)
6	Bleu	Circuit ouvert
7	Orange	Prêt (état haut = vrai)
8	Jaune	Préparer (son bas)
9	Violet	Circuit ouvert

Câble code décimal binaire

Le câble DCB contient huit entrées passives qui détectent les niveaux de code décimal binaire. Voir Figure 115 et Tableau 82.

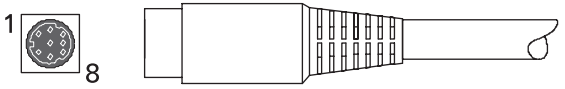


Figure 115. Câble d'entrée DCB

Tableau 82. Connexions d'entrée DCB

Br.	Fonction	Valeur maximale
1	Relais	48 V CA.CC, 250 mA
2	Relais	48 V CA/CC, 250 mA
3	Chiffre le moins significatif (LS) 0	
4	Chiffre (LS) 1	
5	Chiffre (LS) 2	
6	Chiffre (LS) 3	
7	Chiffre le plus significatif (MS) 0	
8	Masse (GND)	
Ecran	Masse (GND) châssis	

Câble d’événements externes

Deux relais à contacts à fermetures passives et deux sorties de contrôle 24 volts permettent de piloter des unités externes. Les unités connectées à ces relais doivent posséder leur propre alimentation électrique. Voir Figure 116 et Tableau 83.

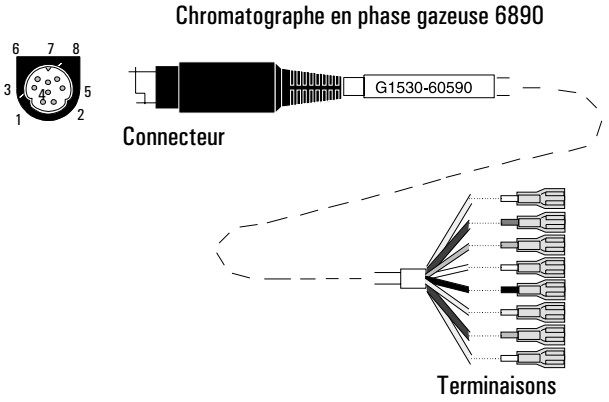


Figure 116. Câble d'événements externes (réf. G1530-60590)

Tableau 83. Connexions d'événements externes

Connecteur	Nom du signal	Valeur maximale	Terminaisons	Correspond à la vanne n°
Sortie commande 24 volts				
1	Sortie 24 volts 1	Sortie 75 mA	Jaune	5
2	Sortie 24 volts 2	Sortie 75 mA	Noir	6
3	Terre		Rouge	
4	Terre		Blanc	
Fermeture des contacts de relais (normalement ouverts)				
5	Fermeture 1	48V ca/cc, 250 mA	Orange	7
6	Fermeture 1		Vert	7
7	Fermeture 2	48 V AC/DC, 250 mA	Marron ou violet	8
8	Fermeture 2		Bleu	8

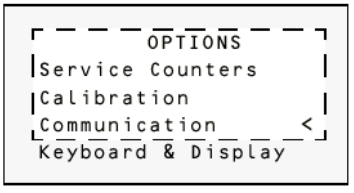
Etape 14. Configuration du CPG

Pour le fonctionnement en réseau local (LAN), vous devez d'abord configurer le CPG. Vous pouvez configurer le CPG pour recevoir automatiquement ses informations d'adressage TCP/IP à partir d'un nom de serveur DHCP ou entrer l'adresse directement au clavier.

Consultez la documentation de votre système de donner ou contactez votre responsable réseau pour déterminer l'adresse TCP/IP adéquate.

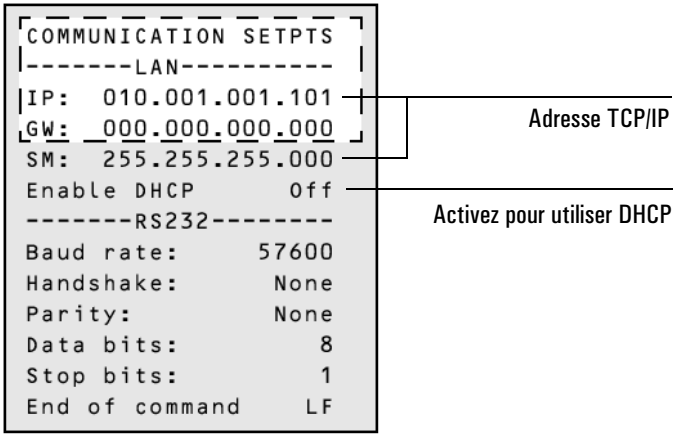
Procédure : Définition d'une configuration en réseau local (LAN)

1. Sur le clavier, appuyez sur [Options].



2. Dans le tableau de commandes ouvert, faites défiler jusqu'à Communication. Appuyez sur [Enter].
3. **Pour utiliser DHCP pour déterminer l'adresse LAN** du CPG, faites défiler jusqu'à accéder au DHCP et activez-le. L'adressage TCP/IP disparaît.

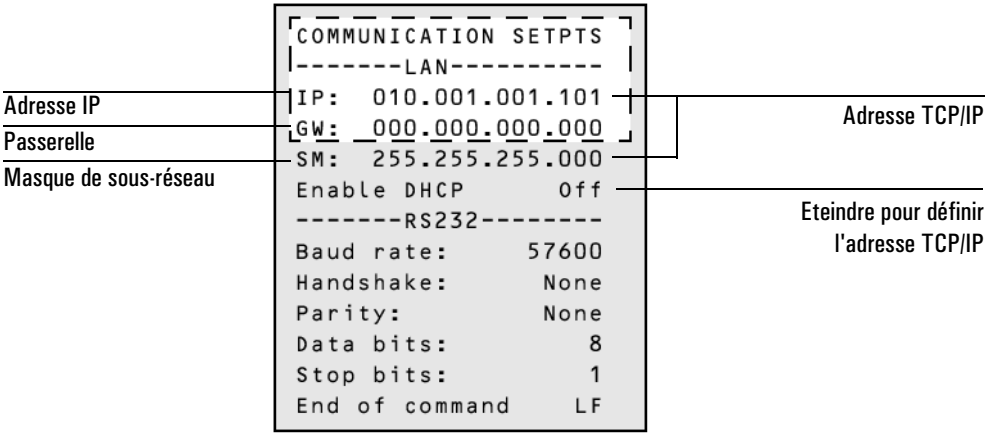
A l'invite, coupez l'alimentation du CPG et remettez-la afin d'utiliser la nouvelle adresse.



4. **Pour fixer l'adresse LAN à partir du clavier du CPG**, faites défiler jusqu'à accéder au DHCP et désactivez-le.

   - Tapez l'adresse TCP/IP aux emplacements adéquats.
   - Appuyez sur [Enter] pour valider chaque entrée ou appuyez sur [Clear] pour annuler les modifications.
   - A la fin de chaque entrée, un message vous invite à éteindre puis rallumer le CPG. Appuyez sur une touche quelconque pour faire disparaître ce message.

   Une fois que la saisie est complète, éteignez puis rallumez de CPG pour qu'elle soit prise en compte.



30 Connexions SWAGELOK

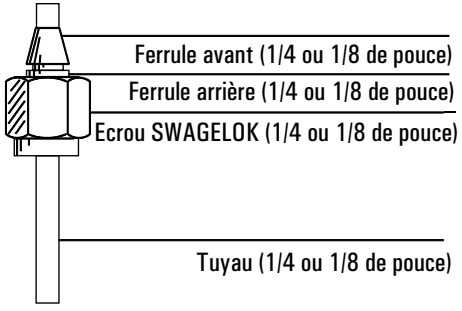
Connexions SWAGELOK

Les tuyaux d'alimentation en gaz sont raccordés au moyen de raccords SWAGELOK. Si vous n'êtes pas habitué à effectuer des connexions SWAGELOK, reportez-vous à la procédure suivante : cette procédure explique comment raccorder un tuyau à un raccord tel une chambre d'injection ou détecteur ou un raccord de bouteille de gaz.

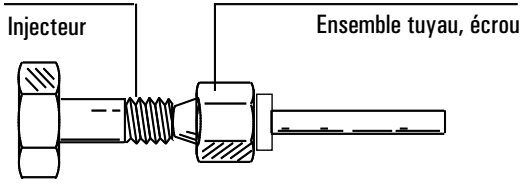
Matériel nécessaire :

- ❒ tuyaux de cuivre préconditionnés de 1/8 de pouce (ou 1/4 de pouce) ;
- ❒ écrous et bagues avant et arrière SWAGELOK de 1/8 de pouce (ou 1/4 de pouce) ;
- ❒ deux clés de 7/16 de pouce.

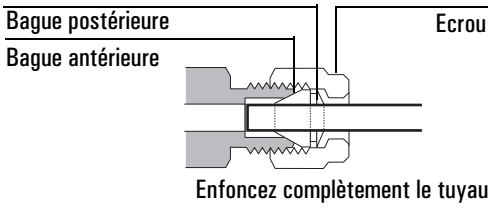
1. Adaptez au tuyau un écrou SWAGELOK, une ferrule arrière et une ferrule avant de 1/8 de pouce.



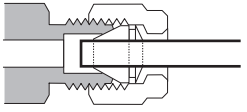
2. Vérifiez que la bague avant est en contact avec l'injecteur puis faites glisser l'écrou SWAGELOK par-dessus la bague et serrez.



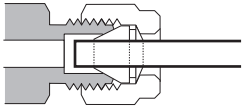
3. Enfoncez complètement le tuyau dans le raccord femelle, puis sortez-le d'environ 1–2 mm.



Enfoncez complètement le tuyau

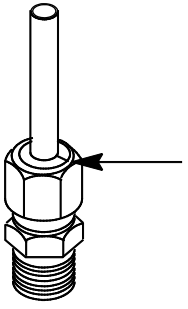


Retirez-le de 1–2 mm

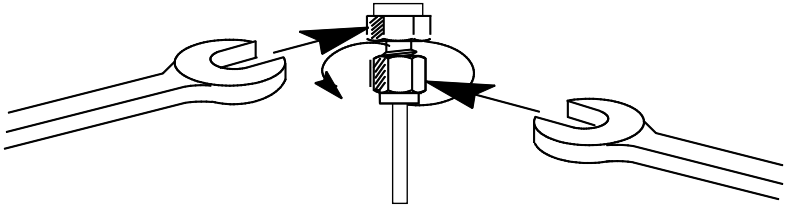


Serrez l'écrou

4. Marquez le raccord SWAGELOK d'un trait au crayon.



5. Si vous utilisez des raccords SWAGELOK de 1/8 de pouce, maintenez le raccord en place avec l'autre clé de 7/16 de pouce et serrez le raccord de 3/4 de tour. Si vous utilisez des raccords de 1/4 de pouce, serrez-les d'un tour 1/4.



En serrant ainsi les écrous SWAGELOK, on obtient des connexions étanches et sans contrainte mécanique.

A

actionneur de vanne à gaz
  connexion 741
adaptateur
  Adaptateur, injecteur PTV, remplacement 442
  débitmètre à bulle 99
  détecteur
    installation 153
  injecteur avec/sans division 304
  injecteur pour colonne remplie avec purge 342, 344
  injecteur vaporisateur à température programmable 450
    remplacement 451
affichage 36
  clignotement 37
  voyant 39
aiguilles, silice fondue
  injecteur à froid en tête de colonne 382, 383
air d'alimentation des actionneurs
  exigences 721
air des actionneurs
  exigences 721
alimentation en gaz
  connexion 731
  connexion du tuyau 731
  recommandations sur la pureté 709
allumage
  FID, automatique 539
  FPD 657
Ambient temp
  point de consigne du four 121
analogique
  câble G1530-60560 748
  câble G1530-60570 746
  zéro 179
arrêt
  séquence 248
arrêt de la cryo
  injecteur vaporisateur à température programmable 402
arrêt du détecteur
  FID 537
astérisque 36
atténuation 182
Auto Prep Run 299
automatisation des instruments 192
Aux #, touches 43
avertissements 31
azote
  connexion au CPG 739
  exigences en matière de refroidissement cryogénique 720
azote liquide
  connexion au CPG 739
  exigences en matière de refroidissement cryogénique 720

B

bague téflon de l'injecteur PTV, remplacement 447
bague téflon, injecteur PTV
  remplacement 447
bagues
  colonnes capillaires 145
  colonnes en verre remplies 161
  colonnes métalliques remplies 155
    installation 152
  Teflon, replacing 447
batteries 29
Beep (bip) 37, 55
buses
  FID 538
    installation 555
    nettoyage 554
    remplacement ou nettoyage 550
    retrait 551
  FPD
    nettoyage et remplacement 676
  NPD 597

nettoyage 624
nettoyage ou remplacement 621
remplacement 625
retrait et inspection 622

C

câble du briquet d'allumage, FID
remplacement 563
câbles
03396-60530, RS-232 747
03396-60570, DCB 747
03396-61020, commande à distance 746
24540-80012
modem 746
RS-232 747
24542U, RS-232 747
35900-60670, commande à distance, schéma 749
92268B, LAN 745, 746
câblage non CPG 747
exigences
communications du CPG 745
G1530-60560, analogique, schéma 748
G1530-60570, analogique 746
G1530-60590, événement externe 746, 751
G1530-60630, DCB 750
G1530-60930, commande à distance 746
G1530-61120
modem 746
RS-232 747
G1530-61200, câble en Y 747
G2614A-60610, câble de plateau 2619A 746
canalisation de gaz
connexion de pièges 732
connexions filetées 715
généralités 712
manodétendeurs à double détente 714
recommandations 712
schéma 732
canaux
auxiliaires 89
changement de fritté 92
canaux auxiliaires 89
cartouche filtrante pour piège pour orifice de division, remplacement
injecteur avec/sans division 331, 453, 494
chambre d'injection
raccordement du tuyau 734
changement du joint torique
injecteur avec/sans division 325, 326
injecteur pour colonne remplie avec purge 353
changement du septum
injecteur avec/sans division 322, 323
injecteur à froid en tête de colonne 370, 384, 385
injecteur pour colonne remplie avec purge 350
injecteur vaporisateur à température programmable 449
chargement
méthode 208
méthode par défaut 209
paramètres par défaut 62
séquence 244
ChemStation
communication avec le CPG 746
communication avec un détecteur de masse 747
communication avec un modem 747
communication avec un passeur automatique d'échantillons liquides 747
spécifications 702
traitement du signal 185
chronogrammes
mode élimination de solvant de l'injecteur PTV 428
chronomètre 52
clavier 40
lock (verrouillage) 55

Clear, touche 59
Clock Table
touche 61
voyant 39
Clock time
ajout d'événements 202
modification des événements 202
programmation 199, 200
suppression d'événements 203
code décimal binaire 744
Col Comp n, touches 43
Col n, touches 43
Colonne
injecteur vaporisateur à température programmable
installation 443
Interface pour composés volatils
installation 486
tableau de commandes 292
colonne
capillaire
bagues 145
préparation 125
support 124
compensation 187
exécution d'une analyse 188
traçage d'un profil 190
conditionnement 162
configuration 71
en verre remplies
installation 159
fermeture 66
métallique remplie
bagues 155
fabrication d'une entretoise 150
installation 154
installation de bagues 152
préparation 149
raccords 146
modes 75
profil de compensation 188
remplie
conditionnement 165
sélection du mode 76
taille et débit 78
colonnes capillaires
conditionnement 164
colonnes en verre
installation 159
colonnes métalliques remplies
installation 154
communications
analogique 744
DCB 744
marche/arrêt à distance 744
option 54
communications à distance CAG
voir marche/arrêt à distance 744
compensation
colonne 187
profil
création 188
compensation à une seule colonne 187
concentrateur à purge et piégeage
interface pour composés volatils
connexion 504
conditionnement
colonne
étapes préliminaires 163
colonnes 162
colonnes capillaires 164
colonnes remplies 165
pièges 166
configuration
colonne 71
définition 69
four 109
gaz d'appoint 531
gaz vecteur 74
injecteur
7683 219

injecteur non EPC 510
injecteur vaporisateur à température programmable 400
instrument 57
interface pour composés volatils mode direct 482
tableau d'état des points de consigne 50
vanne 227
configuration de l'injecteur
injection de volumes importants 435
configurations
généralités 701
connexion à un échantillonneur
interface pour composés volatils 500
connexion SWAGELOK 733
connexions filetées 715
consommables
liste 723
contrôle d'étanchéité
injecteur avec/sans division
canalisation de gaz 332
EPC 333
non EPC 335
contrôle d'étanchéité
µ-ECD 644
injecteur à froid en tête de colonne 391
canalisation de gaz 390
injecteur pour colonne remplie avec purge
canalisation de gaz 355
EPC 355
non EPC 357
injecteur vaporisateur à température programmable 455
canalisation de gaz 454
sources de fuite 458
interface pour composés volatils 496
canalisation de gaz 495
préparation 498
module de régulation des gaz
canalisation de gaz 524
convertisseur analogique/numérique, 35900 702, 746
cordon d'alimentation
exigences 704
CPG
communications avec d'autres instruments, généralités 744
commutateur marche/arrêt 729
dimensions 702
évacuation des gaz nocifs 699
exigences en matière d'alimentation électrique 704
exigences en matière de paillasse 700
exigences en matière de refroidissement 698
mise à la terre 703
orifice de ventilation 699
plage d'humidité 698
plage de température 698
poids 702
spécifications du chauffage 702
spécifications électriques 702
tension du secteur 703
création
méthode 206
séquence 240
sous-séquence d'échantillonneur 240
sous-séquence de vanne 241, 242
Cryo
point de consigne du four 121
Cryo fault
point de consigne du four 121
Cryo timeout
point de consigne du four 121
CryoBlast
injecteur à froid en tête de colonne 375
curseur 36

D

DCB
- câble 03396-60570 747
- G1530-60630 750
- port de communication 744

débit
- constante 75
- étalonnage du capteur 93
- FID 541
- initial 77
- injecteur vaporisateur à température programmable
  - mode élimination de solvant 425
- interprétation 101
- maximum 532
- mesure avec un débitmètre à bulle 98
- NPD 598
- problèmes 102
- programmation 80
- programmé dans le temps 75
- TCD 577

débit constant 75
débit initial 77
débit programmé dans le temps 75
débitmètre à bulle 98
début de l'analyse
- mode élimination de solvant de l'injecteur PTV 429

décalage avec flamme allumée
- FID 539
- FPD 655

décalages de la ligne de base
- signal numérique 183

défilement 36
déflecteur d'évacuation du four
- positionnement 728
- utilisation 699

démarrage d'une séquence 247

détecteur
- débits 532
- ECD
  - raccordement 87
- ECD et µ-ECD
  - installation de colonnes capillaires 139
- FID
  - installation de colonnes capillaires 134
- FID et NPD
  - raccordement 85
- FPD
  - installation de colonnes capillaires 142
- installation des adaptateurs 153
- NPD
  - installation de colonnes capillaires 134
- présentation 526
- raccordement du gaz à la chambre d'injection 735
- recommandations
  - en matière de gaz 706, 707
- tableau de commandes 527
- TCD
  - installation de colonnes capillaires 138
  - raccordement 86
- touche Det Control 533

détecteur à capture d'électrons
- µ-ECD 627, 635
  - correction des problèmes 641
  - électromètre 633
  - gaz 633
  - linéarité 632
  - maintenance 640
  - nettoyage thermique 646
  - paramètres 634

tableau de commandes 636
température 633
test étanchéité 644
test par essuyage 647
ECD
chromatogramme type de vérification 639
conditions de vérification 637
sécurité 631
installation de colonnes capillaires 139
raccordement au circuit d'alimentation en gaz 735
recommandations en matière de gaz 707, 708
détecteur à conductivité thermique 571
chromatogramme type de vérification 583
conditions de vérification 581
correction des problèmes 584
débit et pression 578
débits 577
EPC 580
tableau de commandes 579
gaz d'appoint 575
gaz de référence 575
gaz vecteur 575
installation de colonnes capillaires 138
maintenance 584
nettoyage thermique 585
polarité négative 576
raccordement au circuit d'alimentation en gaz 735
recherche d'hydrogène 576
recommandations en matière de gaz 707, 708
températures 577
détecteur à ionisation de flamme 536, 560
allumage automatique 539
assemblage 561
buses 538
installation 555
nettoyage 554
remplacement ou nettoyage 550
retrait 551
chromatogramme type de vérification 548
collecteur
nettoyage 557
retrait 558
conditions de vérification 546
débits 541
décalage avec flamme allumée 539
électromètre 540
EPC 544
tableau de commandes 543
fast peaks (pics rapides) 540
fermeture 537
maintenance 549
pression et débit 542
problèmes matériels 550
raccordement au circuit d'alimentation en gaz 735
recommandations en matière de gaz 707
remplacement du câble de briquet d'allumage 563
températures 541
vitesses de données 540
détecteur à photométrie de flamme 648
allumage 657
chromatogramme type de vérification 665
compatibilité 652
conditions de vérification 662
deux longueurs d'onde 653
électromètre 657
filtres 651
insert d'adaptation 678
linéarité 650
lit offset 655
quenching (extinction) 651
raccordement au circuit d'alimentation en gaz 735

recommandations
en matière de gaz 707, 708
remplacement du PMT 681
saturation 651
température 654
détecteur azote phosphore (NPD) 586
détecteur azote/phosphore 588, 598, 707, 708, 735
adjust offset
interruption 592
arrêt 592
assemblage 625
buses 597
nettoyage 624
nettoyage ou remplacement 621
retrait et inspection 622
changement des isolants
et des joints 614
chromatogramme type
de vérification 604
conditions de vérification 602
débits 598
électromètre 596
élément actif 590, 598
remplacement 609
tension 594
EPC 601
tableau de commandes 600
fermeture de l'hydrogène 593
installation de colonnes capillaires 134
maintenance 605
nettoyage 614
pic de solvant
fermeture de l'hydrogène 593
pressions et débits 599
problèmes matériels 606
réglage du décalage 590
remplacement de la buse 625
températures 598
temps de stabilisation 593
vitesse des données 596
détecteur de masse
communication
avec la ChemStation 747
communication avec le CPG 746
spécifications 702
diagnostics
option 55
diagnostics d'auto-test 729
dioxyde de carbone
connexion au CPG 738
refroidissement cryogénique 718
dioxyde de carbone liquide
connexion au CPG 738
exigences en matière de
refroidissement cryogénique 718

E

échantillonneur automatique
de liquide
7683
configuration de l'injecteur 219
lecteur de codes-barres 220
points de consigne de l'injecteur 217
points de consigne du plateau
d'échantillons 220
tableau de commandes 216
spécifications 702
échantillonneur automatique de liquides 213
échantillonneur d'espace de tête, 7694
communication
avec la ChemStation 747
communication avec un instrument
non Agilent non spécifié 747
communication avec un intégrateur 747
interface pour composés volatils
connexion 501
spécifications 702
économiseur de gaz 296
voyant 39

écrou de septum
injecteur à froid
en tête de colonne 367, 386, 388
changement 370
électromètre
μ-ECD 633
FID 540
FPD 657
NPD 596
élément actif
NPD 590, 598
remplacement 609
tension 594
élimination des fuites
injecteur avec/sans division 337
injecteur à froid en tête de colonne 392
injecteur pour colonne remplie avec purge 359
injecteur vaporisateur à température programmable 458
interface pour composés volatils 499
entrée de la date 51
entretoise pour colonnes remplies 150
EPC
définition 65, 68
étalonnage 93
EPC, injecteur
recommandations
en matière de gaz 706, 707, 709
erreur 38
espace nécessaire
CPG 700
configurations du système CPG 700
étalonnage
EPC 93
option 54
événement externe
câble G1530-60590 746, 751
connecteur 226
exécution d'une séquence 247
exigences d'environnement, CPG
humidité 698
température 698
exigences en matière d'aération
détecteurs 699
four 699
injecteur avec/sans division 699
orifice de sortie d'air chaud 699
exigences en matière d'alimentation électrique
consommation maximale 704
cordon 704
Tensions 704
tensions 704
type de four 704
exigences en matière de refroidissement
CPG 698

F

Fast peaks (pics rapides) 183
FID 540
FPD 658
NPD 596
fermeture
colonne 66
cryo 121, 402
four 108
hydrogène 66
fermeture du four 108
filtre
cartouche filtrante du piège pour orifice de division, remplacement injecteur
avec/sans division 331, 453, 494
FPD 651
Final temp
programmation de température du four 112
voyant 39

Final time
programmation de température du four 112
fonctionnement cryogénique
four 120
four
configuration 109
cryogénique 120
exigences en matière d'alimentation électrique 702
isotherme 110
sécurité 108
spécifications 107
température maximale 109
temps de stabilisation 109
vitesses rapides de rampe 113
four à chauffage rapide 702
four en isotherme 110
four normal
exigences en matière d'alimentation électrique 702
fournitures
comment vous procurer 698
liste 723
fuites
vérification de 737
fusibles 29

G

gamme
sortie analogique 180
gaz

μ-ECD 633
configuration du gaz vecteur 74
contrôle on/off 67
d'appoint 530
débit de gaz vecteur et taille de colonne 78
gaz d'appoint
configuration 531
débit 530
détecteurs EPC 530
modes de débit 531
gaz de référence
débit TCD 575
gaz vecteur
colonnes capillaires 708
colonnes remplies 707
débit de gaz vecteur et taille de colonne 289
raccordement de la chambre d'injection 734
généralités
composants du système CPG 702
exigences du câblage 745, 747
fournitures nécessaires à l'installation 723
outils nécessaires à l'installation 723
vue arrière de l'instrument 725
vue avant de l'instrument 724
généralités sur les injecteurs 286

H

humidité
plages d'utilisation 698
hydrogène 287, 526
analyse pour 576
fermeture 66
NPD, fermeture de l'hydrogène pendant un pic de solvant 593

I

imprimantes
spécifications 702
info, touche 47
informations générales 23

Init temp
programmation de température du four 112
Init time
programmation de température du four 112
Initial Temp
voyant 39
Injecteur
avec/sans division
septum 303
injecteur
à froid en tête de colonne
installation
de colonnes capillaires 130
avec/sans division
installation
de colonnes capillaires 127
tableau de commandes 84
configuration 219
interface pour composés volatils
installation
de colonnes capillaires 134
non EPC 96
configuration 510
paramètres 82
PTV
installation
de colonnes capillaires 134
rempli avec purge
installation
de colonnes capillaires 131
injecteur à froid en tête de colonne 362, 364
aiguille en silice fondue 382, 383
aiguilles 367
changement du septum 370, 384, 385
considérations cryogéniques 376
CryoBlast 375
écrou de serrage du septum 370, 386, 388
élimination des fuites 392
gammes de points de consigne 376
injection avec écrou de serrage du septum 367
injection manuelle
écrou de serrage du septum 373
inserts 367
installation d'un manchon 371
installation de colonnes capillaires 130
maintenance 379
matériel 365
mode suivi de la température du four 375
nettoyage 387
problèmes matériels 381
programmation de température 376, 377
septum à bec de canard 369
test étanchéité 391
canalisation de gaz 390
tour de refroidissement 369, 386, 388
injection manuelle 373
utilisation 378
vérification de la taille de l'aiguille 372
injecteur avec/sans division 303
adaptateurs 304
cartouche filtrante du piège pour orifice de division, remplacement 331, 453, 494
changement du joint torique 325, 326
changement du septum 322, 323
élimination des fuites 337
installation de colonnes capillaires 127
maintenance 321
mode avec division 306
non EPC 513
tableau de commandes 307
mode avec division pulsé 317
tableau de commandes 316
mode sans division 310
colonne définie 313
colonne non définie 314
non EPC 515
paramètres 312

tableau de commandes 311
mode sans division pulsé 320
tableau de commandes 319
modes pulsés 315
nettoyage 338
non EPC 512
pression 303
remplacement d'embase 328, 329
serrage du septum 303
test étanchéité 332
EPC 333
non EPC 335
injecteur EPC
connexion du tuyau 734
recommandations
en matière de gaz 706, 707, 709
injecteur non EPC 508
recommandations
en matière de gaz 706, 707, 709
injecteur pour colonne remplie
avec purge 339, 340
adaptateurs 342
changement du joint torique 353
changement du septum 350
colonne définie 348
colonne non définie 348
colonne remplie 348
tableau de commandes 347
colonnes capillaires 348
élimination des fuites 359
inserts 342
installation d'un insert 345
installation de colonnes capillaires 131
installation des adaptateurs 344
maintenance 349
nettoyage 360
non EPC 512
tableau de commandes
colonne définie 347
test étanchéité
canalisation de gaz 355
EPC 355
non EPC 357
injecteur vaporisateur à température programmable 396, 442
adaptateurs 450
arrêt de la cryo 402
changement du septum 449
chauffage 399
composants du système 397
configuration 400
contrôle d'étanchéité 454, 455
Élimination des fuites 458
exigences du système 396
injection de volumes importants
configuration de l'injecteur 435
exemple 435
exigences de la ChemStation 434
paramètres de l'injecteur 435
installation de colonnes capillaires 134
installation des colonnes 443
maintenance 442
mode avec division 403
colonne définie 406
colonne non définie 407
tableau de commandes 405
mode avec division pulsé
colonne définie 410
colonne non définie 411
tableau de commandes 409
mode élimination de solvant 423
chronogrammes 428
colonne définie 432
colonne non définie 433
début de l'analyse 429
injection de volumes importants 434
séquence des opérations 426
tableau de commandes 430
température, pression et débit 425

mode sans division 412
colonne définie 418
colonne non définie 419
tableau de commandes 416
valeurs de départ 416
mode sans division pulsé
colonne définie 421
colonne non définie 422
tableau de commandes 420
modes avec division
températures 404
modes pulsés 408
pièces de rechange 459
refroidissement 400
remplacement des adaptateurs 442
remplacement des inserts 451
sources de fuite 458
température 415
tête avec septum 448
retrait 448
tête sans septum
nettoyage 445
retrait 444
têtes d'échantillonnage 398
injecteurs
présentation 288
injection de volumes importants
exemple 436
exigences de la ChemStation 434
injection manuelle
injecteur à froid en tête de colonne
écrou de serrage du septum 373
tour de refroidissement 373
insert
injecteur à froid en tête de colonne 367
injecteur pour colonne remplie avec purge 342, 345
installation 722
installation de colonnes capillaires
ECD et µ-ECD 139
FPD 142
injecteur à froid en tête de colonne 130
injecteur avec/sans division 127
injecteur pour colonne remplie avec purge 131
injecteur vaporisateur à température programmable 134
interface pour composés volatils 134
NPD et FID 134
TCD 138
installation des buses
FID 555
installation des colonnes
injecteur vaporisateur à température programmable 443
interface pour composés volatils 486
installation des colonnes en verre remplies 159
installation des colonnes métalliques remplies 154
instrument, non Agilent non spécifié
communication avec l'échantillonneur d'espace de tête 747
communication avec le CPG 746
intégrateur
communication avec l'échantillonneur d'espace de tête 747
communication avec le CPG 746
spécifications 702
intégrateur, non Agilent 746
interface pour composés volatils 463
avec l'échantillonneur d'espace de tête 501
avec un concentrateur à purge et piégeage 504
connexion à un échantillonneur 500
élimination des fuites 499
installation des colonnes 486
maintenance 485

mode avec division 465
colonne définie 469
colonne non définie 470
paramètres 468
tableau de commandes 466
mode direct 477, 484
configuration 482
déconnexion du tuyau de l'orifice de division 479
paramètres 484
tableau de commandes 482
mode sans division 471, 476
paramètres 475
tableau de commandes 472
nettoyage ou remplacement 491
présentation 464
test étanchéité 496
canalisation de gaz 495
préparation 498
tuyau de l'orifice de division
déconnexion 479

J

Joint Merlin microseal 449
joint torique
colonnes en verre remplies 161

K

Key click 55

L

L'injecteur vaporisateur à température programmable (PTV) 393
L'injecteur avec ou sans division 301
LAN
câble 746
LaserJet
spécifications 702
lecteur
codes-barres 220
lecteur de codes-barres
avec 7683 220
linéarité
µ-ECD 632
FPD 650
liste de méthodes 212

M

Maintenance
injecteur avec/sans division 321
maintenance
µ-ECD 640
FID 549
injecteur à froid en tête de colonne 379
injecteur pour colonne remplie avec purge 349
injecteur vaporisateur à température programmable 435
interface pour composés volatils 485
NPD 605
planning 30
TCD 584
manodétendeurs à double détente 714
marche/arrêt à distance
câble 03396-61010 746
câble 03396-61020 746
câble 35900-60670 749
câble 35900-60670, connexions identifiées 749
câble d'usage courant 35900-60670 (2 m) 746
câble d'usage courant 35900-60920 (5 m) 746
câble d'usage courant 35900-60930 (0,5 m) 746
câble G1530-60930 746
port de communication 744
matériel
injecteur à froid en tête de colonne 365

message d'avertissement 38
messages 38, 251
méthode
chargement 208
chargement de la méthode par défaut 209
création 206
définition 205
liste 212
modification 211
non-concordance 210
stockage 207
suppression 211
méthode par défaut 209
micro-détecteur à capture d'électrons 626
mise à la terre
CPG 703
Mode avec division
injecteur avec/sans division 306
colonne définie 308
colonne non définie 309
mode avec division
injecteur vaporisateur à température programmable 403
colonne définie 406
colonne non définie 407
interface pour composés volatils 465
colonne définie 469
colonne non définie 470
paramètres 468
mode avec division pulsé
injecteur vaporisateur à température programmable
colonne définie 410
colonne non définie 411
mode direct
interface pour composés volatils 477, 484
paramètres 484
tableau de commandes 482
mode élimination de solvant
injecteur vaporisateur à température programmable
colonne définie 432
colonne non définie 433
injection de volumes importants 434
tableau de commandes 430
injection de volumes importants
exigences de la ChemStation 434
mode sans division
injecteur avec/sans division 310
colonne définie 313
colonne non définie 314
injecteur vaporisateur à température programmable 412
colonne définie 418
colonne non définie 419
valeurs de départ 416
interface pour composés volatils 471, 476
paramètres 475
mode sans division pulsé
injecteur vaporisateur à température programmable
colonne définie 421
colonne non définie 422
tableau de commandes 420
mode Track oven
injecteur à froid en tête de colonne 375
modem
câble 24540-80012 746
câble G1530-61120 746
communication
avec la ChemStation 747
port de communication 744
modes pulsés
injecteur vaporisateur à température programmable 408
modification
méthode 211

module de régulation des gaz 517, 518
contrôle d'étanchéité
canalisation de gaz 524
présentation 518
utilisation, avec un injecteur 520
utilisation, avec une vanne ou avec un autre dispositif 521

N

nettoyage
buses, NPD 624
injecteur avec/sans division 338
injecteur à froid en tête de colonne 387
injecteur pour colonne remplie avec purge 360
injecteur vaporisateur à température programmable
tête sans septum 445
interface pour composés volatils 491
nettoyage thermique
μ-ECD 646
TCD 585
non EPC, injecteur
recommandations
en matière de gaz 706, 707, 709
Not ready (non prêt)
voyant 39

O

ordinateur personnel
spécifications 702
ordinateur, non Agilent
câble 35900-60670 (2 m) 746
câble 35900-60920 (5 m) 746
câble 35900-60930 (0,5 m) 746
communication avec le CPG 746
spécifications 702
outils
comment vous procurer 698
liste 723
Oven, touche 43

P

paramètres
injecteur 82
par défaut 62
paramètres de l'injecteur
injection de volumes importants 435
paramètres par défaut 62
passeur automatique d'échantillons liquides CPG 702
pic de solvant
NPD, fermeture de l'hydrogène 593
piège à charbon actif
description 716
installation 732
piège à humidité
description 716
installation 732
piège à hydrocarbures
description 716
installation 732
piège à oxygène
description 717
installation 732
piège à tamis moléculaire
description 716
installation 732
pièges
charbon actif 716
conditionnement 166
généralités 715
humidité 716
orifice de division 699
oxygène 717
piège à hydrocarbures 716
raccordement au tuyau de gaz 732
tamis moléculaire 716

poids
composants du système CPG 700
CPG 700
tableau 702
point de consigne
7683
injecteur 217
plateau d'échantillons 220
injecteur à froid en tête de colonne 376
programmation
de température du four 112
tableau d'état 50
polarité
TCD 576
Post Run
définition 52
voyant 39
Post Sequence 238
Pre Run
voyant 39
précolonnes 375
Prep Run 296, 298
Auto 299
touche 41, 299
préparation des colonnes capillaires 125
préparation des colonnes métalliques remplies 149
préparation du site 696
Pres correct 73
pression
canaux auxiliaires 89
choix des unités 55
constante 75
conversions des unités 290
étalonnage du capteur 93
initial 77
mode élimination de solvant 425
normale 68
problèmes 102
programmation 80
programmée dans le temps 75
pression constante 75
pression initiale 77
pression programmée dans le temps 75
Pressure units
pression 55
procédure
μ-ECD
nettoyage thermique 646
test d'étanchéité du circuit de gaz 644
utilisation 635
à froid en tête de colonne
changement de l'écrou du septum 370
changement de la tour de refroidissement 370
changement du septum 370, 385
élimination des fuites 392
injection manuelle avec tour de refroidissement 373
injection manuelle injection avec écrou de serrage du septum 373
installation d'un manchon 371
installation d'une aiguille en silice fondue 383
nettoyage de l'injecteur 387
programmation de la température 377
remplacement d'une aiguille en silice fondue 382
test d'étanchéité de l'injecteur 391
utilisation 378
vérification de l'étanchéité de la canalisation de gaz 390
vérification de la compatibilité entre l'aiguille et la colonne 372
ajout d'événements
Clock Table 202
table d'analyse 196

arrêt d'une séquence 248
Auto Prep Run 299
avec ou sans division non EPC
  réglage des débits pour le mode avec division 513
  réglage des débits pour le mode sans division 515
avec/sans division
  cartouche filtrante du piège pour orifice de division, remplacement 331, 453, 494
  Changement de l'insert 304
  Changement du joint torique 326
  Changement du septum 323
  Élimination des fuites 337
  Mode avec division pulsé 317
  Mode avec division, colonne définie 308
  Mode avec division, colonne non définie 309
  Mode sans division pulsé 320
  Mode sans division, colonne définie 313
  Mode sans division, colonne non définie 314
  Nettoyage de l'injecteur 338
  Remplacement d'embase 329
  Test d'étanchéité d'un injecteur EPC 333
  Test d'étanchéité pour un injecteur non EPC 335
  Vérification de l'étanchéité de la canalisation de gaz 332
changement
  fritté de canal auxiliaire 92
changement du mode de débit de gaz d'appoint 531
chargement
  méthode par défaut 209
  méthode stockée 208
  paramètres par défaut 62
  séquence stockée 244
colonne remplie avec purge non EPC
  réglage du débit de gaz vecteur 512
conditionnement des colonnes
  colonnes capillaires 164
  colonnes remplies 165
  étapes préliminaires 163
configuration
  Colonne capillaire 72
  gaz vecteur 74
  injecteur
    7683 219
  lecteur de codes-barres
    7683 220
  tableau d'état des points de consigne 50
  vannes 228
contrôle des vannes
  à partir du clavier 229
création
  profil de compensation de colonne 188
  séquence 240
  sous-séquence d'échantillonneur 240
  sous-séquence de vanne 241, 242
définition du gaz d'appoint 531
démarrage/exécution
  d'une séquence 247
économiseur de gaz 297
FID
  changement du point de consigne de réallumage automatique 539
  installation de la buse 555
  nettoyage de la buse 554
  nettoyage du collecteur 560
  réassemblage du détecteur 561

remplacement du câble de briquet d'allumage 563
retrait du collecteur 558
retrait et inspection de la buse 551
utilisation avec EPC 544
utilisation de fast peaks 540
injecteur vaporisateur à température programmable
vérification de l'étanchéité de la canalisation de gaz 454
injecteurs non EPC
configuration 510
installation de colonnes capillaires
ECD et µ-ECD 139
FID 134
FPD 142
injecteur à froid en tête de colonne 130
injecteur avec/sans division 127
injecteur pour colonne remplie avec purge 131
injecteur vaporisateur à température programmable 134
interface pour composés volatils 134
NPD 134
préparation de la colonne 125
TCD 138
installation de colonnes remplies
adaptateurs 153
bagues pour colonnes métalliques 152
colonnes en verre 159
colonnes métalliques 154
fabrication d'une entretoise 150
Interface pour composés volatils
configuration pour une injection directe 482
connexion de l'échantillonneur d'espace de tête 501
connexion du concentrateur à purge et piégeage 504
contrôle de l'étanchéité du système 496
déconnexion du tuyau de l'orifice de division 479
Élimination des fuites 499
installation des colonnes 486
mode avec division, colonne définie 469
mode avec division, colonne non définie 470
mode direct 484
mode sans division 476
Préparation pour un test d'étanchéité 498
remplacement ou nettoyage de l'interface 491
vérification de l'étanchéité de la canalisation de gaz 495
mise à zéro
capteurs de débit et de pression 95
signal analogique 179
modification
événements du tableau d'analyse 197
événements programmés 202
méthode stockée 211
points de consigne de l'injecteur 7683 217
points de consigne du plateau d'échantillons 7683 220

NPD
changement des isolants et des joints 614
changement du temps de stabilisation 593
définition de la vitesse des données 596
nettoyage de la buse 624
nettoyage du détecteur et du collecteur 614
réassemblage du détecteur 625
remplacement de l'ensemble élément actif 609
remplacement de la buse 625
retrait et inspection de la buse 622
utilisation avec EPC 601
pause et relance d'une séquence 248
PCM
utilisation des colonnes capillaires définies 523
utilisation des colonnes capillaires non définies et de colonnes remplies 522
vérification de l'étanchéité de la canalisation de gaz 524
préparation des tableaux de commandes du détecteur 527
programmation
débit de colonne 81
événements du tableau d'analyse 195
événements programmés 199, 200
four en isotherme 110
pression de colonne 81
température du four à plusieurs rampes 115
température du four à une seule rampe 114
PTV
changement du septum 449
élimination des fuites 458
installation des colonnes 443
mode avec division pulsé, colonne définie 410
mode avec division pulsé, colonne non définie 411
mode avec division, colonne définie 406
mode avec division, colonne non définie 407
mode élimination de solvant, colonne définie 432
mode élimination de solvant, colonne non définie 433
mode sans division pulsé, colonne définie 421
mode sans division pulsé, colonne non définie 422
mode sans division, colonne définie 418
mode sans division, colonne non définie 419
nettoyage de la tête sans septum 445
remplacement de bague téflon 447
remplacement des adaptateurs d'injecteur 442
remplacement des inserts 451
retrait de la tête avec septum 448
retrait de la tête sans septum 444
réglage 52
débit initial 79
événements Post Run 52
heure et date 51
paramètres de l'injecteur 83
pression initiale 79
vitesse linéaire moyenne 79

rempli avec purge
changement du joint torique 353
changement du septum 350
élimination des fuites 359
installation d'un insert en verre 345
installation des adaptateurs 344
nettoyage de l'injecteur 360
test d'étanchéité
d'un injecteur EPC 355
test d'étanchéité pour un injecteur non EPC 357
utilisation de colonnes capillaires non définies 348
utilisation de colonnes remplies 348
utilisation des colonnes capillaires définies 348
vérification de l'étanchéité de la canalisation de gaz 355
sélection
Fast peaks (pics rapides) 183
mode de colonne 76
stockage
méthode 207
séquence 243
suppression
événements du tableau d'analyse 197
événements programmés 203
méthode stockée 211
séquence stockée 245
TCD
nettoyage thermique 585
utilisation avec EPC 580
traçage
profil de compensation de colonne 190
utilisation
chronomètre 52
compensation de colonne 188
débitmètre à bulle 100
procédures d'installation
alimentation en air des actionneurs de vanne 741
configuration du CPG 753
connexion de l'actionneur de vanne à gaz 741
connexion de l'azote liquide 739
connexion de pièges 732
connexion des câbles 743
connexion du tuyau à la chambre d'injection 734
connexion du tuyau de gaz à la bouteille 731
connexion du tuyau du dioxyde de carbone liquide 738
déballage du CPG 727
diagnostics d'auto-test 729
placement du système sur la paillasse 728
positionnement du déflecteur d'évacuation du four 728
raccordement de la chambre d'injection 734
raccordement des tuyaux aux chambres du détecteur 735
refroidissement cryogénique
azote 739
dioxyde de carbone 738
programmation
de débit 80
température de l'injecteur à froid en tête de colonne 376
température du four 111
temps d'analyse 193, 195
temps d'horloge sur 24 h. 200
temps d'horloge sur 24 h. 199
zone auxiliaire 224
programmation de la température
injecteur à froid
en tête de colonne 376, 377

programmation en température
de la zone AUX 224
programme
de pression 80
purge septum 299
non EPC 96

Q

quenching (extinction)
FPD 651
Quick cryo cool
point de consigne du four 121

R

raccords
raccordement aux tuyaux 757
vérification de l'étanchéité 737
raccords SWAGELOK
raccordement aux tuyaux 757
té, raccordement 733
vérification de l'étanchéité 737
Radix type 55
recommandations en matière de gaz
colonnes capillaires 707
colonnes remplies 706
détecteurs 706, 707
pureté 709
refroidissement
four 120
refroidissement cryogénique
azote 720
azote liquide 739
dioxyde de carbone 718
exigences 717
raccordement du dioxyde de carbone liquide 738
réglage
heure et date 51
Post Run 52
régulateurs de pression
connexions filetées 715
raccordement au tuyau de gaz 715
recommandations 714
régulation électronique des gaz
définition 65
replacement de l'élément actif 609
RS-232 747
ruban en téflon 715

S

sécurité
ECD 631
sélection d'un mode de colonne 76
séquence
arrêt 248
chargement 244
création 240
définition 236
tableau de commandes 236
démarrage et exécution 247
intégrateur 250
interruption 249
pause et relance 248
post 238
prioritaire 239
sous-séquence
définition 239
sous-séquence d'échantillonneur
création 240
sous-séquence de vanne
création 241, 242
stockage 243
suppression 245
tableau de commandes 236, 246
séquence prioritaire 239
serrage du septum 303

signal
analogique 179
ChemStation 185
conversion 176
mise à l'échelle de la sortie 181
mise à zéro 179
store digital 183
tableau de commandes 175
type 175
Value 176
Signal n, touches 43
sortie
analogique 179
mise à zéro 179
sortie analogique 744
attenuation 182
Range 180
sous-séquence
définition 239
échantillonneur
création 240
spécifications
ChemStation 702
convertisseur analogique/numérique, 35900 702
CPG 702
échantillonneur d'espace de tête, 7694 702
four à chauffage rapide 702
four normal 702
intégrateur, 3395 et 3396 702
MSD, 5972A 702
PC 702
Vectra 702
stockage
méthode 207
séquence 243
stratégie 28
support
colonnes capillaires 124
suppression
méthode 211
séquence 245
système
spécifications des composants 702
système CPG
câblage 743, 745, 747
communication entre les instruments 743, 747
configurations 701
schémas 745
spécifications des composants 702
système de données, non Agilent
communication avec le CPG 746

T

tableau d'état 49
tableau de commandes
μ-ECD 636
clavier et affichage 55
colonne 292
colonne non définie 294
injecteur pour colonne remplie avec purge 347
colonne remplie 294
définition 24
définition de séquence 236
détecteur 527
échantillonneur automatique de liquide 7683 216
FID
EPC 543
injecteur avec/sans division 84
mode avec division 307
mode avec division pulsé 316
mode sans division 311
mode sans division pulsé 319
injecteur non EPC 511, 512
injecteur pour colonne remplie avec purge 347

injecteur vaporisateur à température programmable
mode avec division 405
mode avec division pulsé 409
mode élimination de solvant 430
mode sans division 416
mode sans division pulsé 420
interface pour composés volatils
mode avec division 466
mode direct 482
mode sans division 472
NPD
EPC 600
séquence 246
séquence stockée 236
signal 175
TCD
EPC 579
utilisation 25
taille d'aiguille
injecteur à froid en tête de colonne 372
Temp
programmation de température du four 112
touche 44
température
µ-ECD 633
FPD 654
injecteur vaporisateur à température programmable 415
mode élimination de solvant 425
modes avec division 404
isotherme 110
maximale du four 109
normale 68
NPD 598
plages d'utilisation 698
programmée 111
TCD 577
temps
réglage 51
temps d'analyse
ajout d'événements 196
maximum 112
modification des événements 197
programmation en 195
suppression d'événements 197
temps de stabilisation
four 109
NPD 593
tension
exigences pour différents pays 705
tension du secteur
exigences 703
exigences pour différents pays 705
test par essuyage
µ-ECD 647
Test plot 191
tête de septum
injecteur vaporisateur à température programmable 448
retrait 448
tête sans septum
injecteur vaporisateur à température programmable
nettoyage 445
retrait 444
têtes d'échantillonnage
injecteur vaporisateur à température programmable 398
touche
Time 51
touche Back Det 43
touche Back Injector 61
touche Back Inlet 43
touche Config 57
touche Delete 59
touche Det Control 45, 533
touche Flow 44
touche Front Det 43
touche Front Injector 61
touche Front Inlet 43

touche Load 61
touche Method 61
touche Mode/Type 58
touche Options 54
touche Pres 44
touche Ramp # 46
touche Run Log 53
touche Run Table 61
touche Sample Tray 61
touche Seq 61
touche Seq Control 61
touche Status 49
touche Stop 41
touche Store 61
touche Valve # 61
tour de refroidissement
injecteur à froid en tête de colonne 369, 386, 388
tube photomultiplicateur, FPD, remplacement 681
tuyau 733
alimentation en gaz 713
tuyau d'alimentation en gaz
connexion à la bouteille de gaz 731
déterminer la longueur 731
diamètre 713
raccordement aux chambres du détecteur 735
raccordement d'un té 733
recommandations 713
vérification de l'étanchéité 737
tuyau d'alimentation en gaz
connexion à la chambre d'injection 734
tuyau de l'orifice de division
interface pour composés volatils
déconnexion 479
tuyau en acier inoxydable
connexion refroidissement cryogénique 738
tuyau en cuivre
connexion à l'alimentation en gaz 731
connexion refroidissement cryogénique 739
raccordement de la chambre d'injection 734
raccordement des tuyaux aux chambres du détecteur 735
recommandations 713

U

utilisation de l'hydrogène 287, 526

V

Vacuum correct 73
valeur
point de consigne 37
réelle 37
valeur de point de consigne 37
valeur réelle 37
vanne
boîtier 223
chauffage 223
communications avec le CPG 746
configuration 227
contrôle
clavier 229
contrôle à partir du clavier ou d'une table d'événements chronoprogrammés 229
échantillonnage de gaz 231
multipositions 232
pilotage des vannes internes 225
pilotages 225
pilotages des vannes externes 226
programmation de température 224
sélection de colonne 230
sélection de débit 232
sous-séquence
création 241, 242

vanne à gaz, actionneur de
connexion 741
vanne d'échantillonnage de gaz 231
communication avec le CPG 746
vanne de sélection de débit 232
communication avec le CPG 746
Vectra 702
communication avec l'échantillonneur d'espace de tête 747
communication avec le CPG 746
communication avec un détecteur de masse 747
communication avec un modem 747
spécifications 702
verrou
clavier 55
vitesse
données 182
four rapide 113
linéaire moyenne 77
programmation de température du four 112
voyant 39
vitesse de données
ChemStation 185
définition 182
FID 540
NPD 596
vitesse linéaire 77
voyant Remote 39
voyant Run 39
voyant Run Log 39

Z

zéro
analogique 179
capteurs de débit et de pression 93
numérique 183
sortie du signal 179
zéro numérique 183