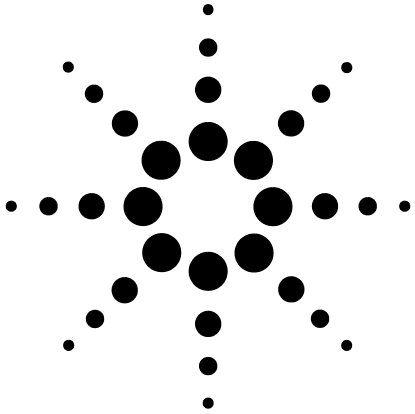
沪制01150234号



Agilent 7890A Chromatographe en phase gazeuse

Dépannage

Agilent Technologies

Avertissements

© Agilent Technologies, Inc. 2009

Conformément aux lois internationales relatives à la propriété intellectuelle, toute reproduction, tout stockage électronique et toute traduction de ce manuel, totaux ou partiels, sous quelque forme et par quelque moyen que ce soit, sont interdits sauf consentement écrit préalable de la société Agilent Technologies, Inc.

Référence du manuel

G3430-93014

Edition

Troisième édition, avril 2009
Deuxième édition, mai 2008
Première édition, Mars 2007

Imprimé aux Etats-Unis

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

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

Garantie

Toutes les informations de ce document sont fournies “en l'état” et peuvent être modifiées sans préavis dans les prochaines éditions. De plus, dans la mesure autorisée par les lois applicables, Agilent décline toute garantie expresse ou implicite en ce qui concerne ce manuel et toute information qu'il contient y compris – mais sans que cela soit limitatif – tout type de garantie implicite de valeur marchande et d'adéquation à une application particulière. Agilent ne saurait être tenu pour responsable des erreurs ou des dommages fortuits ou consécutifs à la fourniture, à l'utilisation ou à l'exploitation de ce document ou de toute information qu'il contient. Tout accord séparé et écrit passé entre Agilent et l'utilisateur et comportant des clauses de garantie en contradiction avec les clauses mentionnées ci-dessus prévaut sur celles-ci.

Signalisation de la sécurité

ATTENTION

La mention **ATTENTION** signale un danger pour le matériel. Si la manœuvre ou la procédure correspondante n’est pas exécutée correctement, il peut y avoir un risque d’endommagement de l’appareil ou de perte de données importantes. En présence de la mention **ATTENTION**, il convient de ne pas continuer tant que les conditions indiquées n’ont pas été parfaitement comprises et respectées.

AVERTISSEMENT

La mention AVERTISSEMENT signale un danger pour le matériel. Si la manœuvre ou la procédure correspondante n’est pas exécutée correctement, il peut y avoir un risque grave, voire mortel pour les personnes. En présence de la mention AVERTISSEMENT, il convient de ne pas continuer tant que les conditions indiquées n’ont pas été parfaitement comprises et respectées.

Table des matières

1 Principes fondamentaux et tâches générales

Principes fondamentaux 10
- Effectuer un dépannage à l'aide de ce manuel 10
- La touche [Status] 10

Eléments configurables à actualiser en permanence 11
- Configuration de la colonne 11
- Configuration de l'échantillonneur automatique de liquide 11
- Configuration des gaz 11

Afficher le journal d'analyse, le journal de maintenance et le journal des événements 12

Informations à assembler avant de prendre contact avec le service après-vente Agilent 13

2 Symptômes de l’ALS et du détecteur

Erreurs au niveau du piston 16

Flacon manipulé incorrectement par l'ALS 17

L'aiguille de la seringue se tord pendant l'injection dans l'injecteur 18

Le DIF ne s'allume pas 19

Le briquet du DIF ne luit pas pendant la séquence d'allumage 20

Corrosion dans le collecteur du DIF et dans le briquet d’allumage 21

Le FPD ne s'allume pas 22

Echec du processus de réglage du décalage du NPD 23

3 Symptômes chromatographiques

Les temps de rétention ne sont pas reproductibles 26

La surface des pics n'est pas reproductible 27

Contamination ou transmission 28
- Isolez la source. 28
- Vérifiez-en les causes possibles (toutes les combinaisons injecteur-détecteur). 28

Les pics sont plus grands que prévu 30

Les pics ne sont pas affichés/Il n'y a pas de pic 31
Table 1. Dépannage du détecteur 31
La ligne de base augmente pendant le programme de température du four 32
Mauvaise résolution des pics 33
Traînées de pics 34
NPD 35
Mesure du point d'ébullition d'un pic ou mauvaise résolution du poids moléculaire 36
Pour tout injecteur fonctionnant en mode avec division en combinaison avec un détecteur 36
Pour tout injecteur fonctionnant en mode sans division en combinaison avec un détecteur 36
Décomposition de l'échantillon dans l'injecteur/Pics absents 37
Front de pic 38
Détecteur bruyant, incluant une gigue, une dérive et des pointes dans la ligne de base 39
Ligne de base bruitée 39
Gigue et dérive de la ligne de base. 40
Transitions brusques de la ligne de base 41
Figure 1. Transition cyclique 41
Figure 2. Transition aléatoire 41
Faibles surface ou hauteur de pics (faible sensibilité) 42
La flamme du DIF s'éteint pendant une analyse et essaie de se rallumer 44
Sortie de la ligne de base du DIF supérieure à 20 pA 45
La flamme du FPD s'éteint pendant une analyse et essaie de se rallumer 46
Sortie du FPD trop élevée ou trop faible 47
Surfaces de pics du FPD faibles 48
Largeur importante du pic à mi-hauteur du FPD 49
Sortie de la ligne de base du FPD élevée, > 20 pA 50
Inhibition du solvant dans le NPD 51
Réponse faible du NPD 52
Sortie de la ligne de base du NPD > 8 millions 53
La procédure de réglage du décalage du NPD ne fonctionne pas correctement 54
Sélectivité du NPD faible 55

Pics négatifs observés avec le TCD 56

La ligne de base du TCD affiche des traînées de pics de bruits sinusoïdaux atténués (ligne de base à oscillations amorties) 57

Les pics du TCD présentent une inflexion négative au niveau de la queue 58

4 Symptômes Not Ready du CPG

Le CPG n'est jamais prêt 60

Le flux n'est jamais prêt 61

Le four ne refroidit jamais ou refroidit très lentement 62

Le four ne chauffe pas 63

La température n'est jamais prête 64

Impossible de régler le flux ou la pression 65

Un gaz n'atteint pas la valeur de consigne de la pression ou du flux 66

Un gaz dépasse la valeur de consigne de la pression ou du flux 67

La pression ou le flux dans l'injecteur fluctuent 68

Impossible de maintenir une pression aussi basse que la valeur de consigne dans un injecteur avec division 69

Le flux de colonne mesuré est différent du flux affiché 70

Le DIF ne s'allume pas 71

Le briquet du DIF ne luit pas pendant la séquence d'injection 72

Echec du processus de réglage du décalage du NPD 73

Le FPD ne s'allume pas 74

5 Symptômes d'arrêt

Arrêts au niveau de la colonne 76

Arrêts de l'alimentation en hydrogène 77

Arrêts thermiques 79

6 Symptômes de mise sous tension et de communication du CPG

Le CPG ne se met pas en marche 82

Le CPG se met en marche, puis s'arrête pendant le démarrage (pendant l'auto-contrôle) 83

Le PC ne parvient pas à établir de communication avec le CPG 84

7 Recherche de fuites

Conseils pour la recherche de fuites 86

Rechercher les fuites externes 87

Rechercher les fuites au niveau du CPG 89

Fuites au niveau des raccords de flux capillaire 90

8 Tâches de dépannage

Mesure du flux dans une colonne 92

- Mesure de flux dans une colonne de DIF, TCD, µECD et FPD 92
- Mesure du flux de colonne d'un NPD 94

Mesure du flux de fuite ou de la purge du septum 96

Mesure du flux dans un détecteur 98

- Mesure du flux dans un DIF, un TCD, un µECD ou un FPD 98
- Mesure des flux dans un NPD 100

Lancer l'auto-contrôle du CPG 102

Réglage du Lit Offset du DIF 103

Vérifier que la flamme du DIF est allumée 104

Vérification du fonctionnement du briquet pendant la séquence d'allumage 105

Mesure du courant de fuite du DIF 106

Mesure de la sortie de la ligne de base du DIF 107

Mesure du courant de fuite du NPD 108

Vérifier que la buse du NPD est allumée 109

Vérifier que la flamme du FPD est allumée 110

Réglage du Lit Offset du FPD 111

1
Principes fondamentaux et tâches générales

Principes fondamentaux 10
Eléments configurables à actualiser en permanence 11
Afficher le journal d'analyse, le journal de maintenance et le journal des événements 12
Informations à assembler avant de prendre contact avec le service après-vente Agilent 13

Principes fondamentaux

Le présent manuel fournit la liste des symptômes et les tâches correspondantes à effectuer dans l'éventualité où vous seriez confronté à des erreurs associées au matériel du CPG ou à sa sortie chromatographique, à des messages “Not Ready” (Non pret) du CPG ou à d'autres problèmes courants.

Chaque section décrit un problème et en énumère les causes possibles afin que vous puissiez y remédier. Ces listes n'ont pas été établies pour permettre le développement de nouvelles méthodes. Effectuez le dépannage en partant de l'hypothèse que la ou les méthodes fonctionnent correctement.

Le présent manuel comporte également les tâches de dépannage courantes ainsi que les informations à assembler avant de prendre contact avec le service après-vente Agilent.

Effectuer un dépannage à l'aide de ce manuel

Les étapes décrites ci-après constituent une approche générale du dépannage :

1. Observez les symptômes du problème.
2. Recherchez les symptômes dans le présent manuel en vous reportant à la table des matières ou à l'aide de l'outil **Search**. Consultez la liste des causes possibles du symptôme.
3. Vérifiez chaque cause possible ou effectuez un test reproduisant la liste des causes possibles jusqu'à ce que le symptôme soit résolu.

La touche [Status]

Veillez à utiliser également les touches **[Status]** et **[Info]** du clavier du CPG tout en vous servant de ces informations de dépannage. Elles permettent l'affichage d'informations supplémentaires utiles sur l'état du CPG et de ses composants.

Eléments configurables à actualiser en permanence

Certains éléments configurables du CPG doivent être actualisés en permanence. Le non-respect de cette procédure conduit à une perte de la sensibilité, des erreurs de chromatographie et d'éventuels problèmes de sécurité.

Configuration de la colonne

Reconfigurez le CPG à chaque fois qu'une colonne est coupée ou remplacée. Vérifiez également que les informations contenues dans le système de données et concernant le type de colonne, sa longueur, son ID et l'épaisseur de film sont correctes. Le CPG utilise ces informations pour calculer les flux. Ne pas mettre à jour le CPG après avoir modifié une colonne engendre des flux incorrects, des rapports de divisions modifiés ou erronés, des modifications de temps de rétention et le décalage des pics.

Configuration de l'échantillonneur automatique de liquide

Mettez également la configuration de l'échantillonneur automatique de liquide (ALS) régulièrement à jour afin d'assurer un fonctionnement correct. Les éléments concernés de l'ALS sont la position de l'injecteur, la dimension de la seringue installée et l'utilisation des bouteilles pour le solvant et les déchets.

Configuration des gaz

AVERTISSEMENT **Configurez systématiquement le CPG convenablement lorsque vous utilisez de l'hydrogène. L'hydrogène fuit facilement et constitue un problème pour la sécurité s'il est relâché dans l'air ou dans le four du CPG en trop grande quantité.**

Reconfigurez systématiquement le CPG à chaque fois que le type de gaz est modifié. Si le CPG est configuré pour utiliser un autre gaz que celui qui y circule, il en résulte des débits incorrects.

Afficher le journal d'analyse, le journal de maintenance et le journal des événements

Le CPG tient trois journaux d'événements internes, chacun d'eux contenant jusqu'à 250 entrées. Ces journaux permettent de résoudre les problèmes, en particulier lorsqu'un message n'est plus affiché à l'écran.

Pour afficher les journaux, appuyez sur [**Logs**] pour passer au journal souhaité. L'écran affiche le nombre d'entrées contenues dans le journal. Faites défiler la liste.

Journal d'analyse Le journal d'analyse consigne, pour chaque analyse, les déviations par rapport à méthode prévue. Ce journal est écrasé au démarrage de chaque analyse. Les informations du journal d'analyse permettent d'appliquer les standards de bonnes pratiques de laboratoire (GLP) et peuvent être chargées vers un système de données Agilent. Lorsque le journal d'analyse contient des entrées, la DEL **Run Log** est allumée.

Journal de maintenance Le journal de maintenance ajoute une entrée à chaque fois qu'une limite d'Early Maintenance Feedback est atteinte, réinitialisée ou modifiée. Le journal consigne l'élément du compteur, la valeur du compteur, la nouvelle valeur du compteur et si le compteur a été réinitialisé ou non (indication du remplacement d'une pièce). Lorsque le journal de maintenance est plein, le CPG écrase les entrées, en commençant par la plus ancienne.

Journal des événements Le journal des événements consigne les arrêts, les avertissements, les anomalies et les modifications d'état du CPG (lancement d'une analyse, arrêt d'une analyse, etc.) qui se produisent durant le fonctionnement du CPG. Lorsque le journal des événements est plein, le CPG écrase les entrées, en commençant par la plus ancienne.

Informations à assembler avant de prendre contact avec le service après-vente Agilent

Assemblez les informations ci-dessous avant de prendre contact avec le service après-vente Agilent :

- Symptômes
- Description du problème
- Matériel installé et paramètres/configuration au moment où l'erreur s'est produite (échantillon, type de gaz d'alimentation, débits des gaz, détecteurs/injecteurs installés, etc.)
- Les messages apparus à l'écran du CPG
- Le résultat des tests de dépannage que vous avez effectués
- Les informations sur l'instrument. Recherchez les informations suivantes :
  - Le numéro de série du CPG se trouve sur l'étiquette située sous le clavier, dans le coin inférieur droit du CPG.
  - La version du microprogramme du CPG (appuyez sur **[Status]**, puis sur **[Clear]**)
  - La configuration de l'alimentation du CPG (située sur une étiquette du panneau arrière à gauche du cordon d'alimentation du CPG)

  - La configuration du four (chauffage rapide ou lent)
- Appuyez sur la touche **[Status]** pour afficher les messages **Error**, **Not Ready** et **Shutdown** précédents.

Vous trouverez le numéro de téléphone des interlocuteurs du service après-vente et du support sur la page Web d'Agilent, à l'adresse www.agilent.com/chem.

2
Symptômes de l'ALS et du détecteur

Erreurs au niveau du piston 16
Flacon manipulé incorrectement par l'ALS 17
L'aiguille de la seringue se tord pendant l'injection dans l'injecteur 18
Le DIF ne s'allume pas 19
Le FPD ne s'allume pas 22
Echec du processus de réglage du décalage du NPD 23

Erreurs au niveau du piston

Si l'ALS signale une erreur à l'avant ou à l'arrière du piston, vérifiez-en les causes possibles suivantes :

- Le piston de la seringue est coincé ou n'est pas fixé correctement au support de piston.

Flacon manipulé incorrectement par l'ALS

Pour toutes informations complémentaires, reportez-vous à la documentation d'utilisation de votre échantillonneur.

Lorsque vous trouvez un flacon qui n'a pas été manipulé correctement, procédez comme suit :

- Vérifier l'absence de pli dans le bouchon, en particulier près du col du flacon d'échantillon.
- Utilisez les flacons d'échantillon conseillés par Agilent.
- Contrôlez les étiquettes des échantillons (le cas échéant).
  - Vérifiez que leur dimension est correcte.
  - Vérifiez que les étiquettes ne gênent pas la pince.
- Vérifiez que les racks de flacons du support sont propres et encliquetés dans la base du support.

L'aiguille de la seringue se tord pendant l'injection dans l'injecteur

AVERTISSEMENT **Lorsque vous effectuez un dépannage sur l'injecteur, ne touchez pas à l'aiguille de la seringue. L'aiguille est pointue et peut contenir des produits chimiques dangereux.**

Pour toutes informations complémentaires, reportez-vous à la documentation d'utilisation de votre ALS.

7683B Automatico Liquida Sampler Installation, Operation and Maintenance

7693A Automatico Liquida Sampler Installation, Operation and Maintenance

- Vérifiez que l'écrou de septum du CPG n'est pas trop serré.
- Vérifiez que la seringue est montée correctement dans le support chariot de la seringue.
- Vérifiez que le support et le guide de l'aiguille sont propres. Otez tout résidu ou dépôt dû au septum.
- Si vous utilisez un injecteur Cool On-Column, vérifiez que l'insert installé correspond à la seringue.
- Vérifiez que vous utilisez la seringue appropriée. La longueur totale du cylindre de la seringue et de l'aiguille doit être d'environ 126,5 mm.

Le DIF ne s'allume pas

- Vérifiez que le Lit Offset est de ≤ 2,0 pA.
- Vérifiez que le briquet du DIF luit pendant la séquence d'allumage. (Voir Vérification du fonctionnement du briquet pendant la séquence d'allumage.)
- Vérifiez qu'une buse n'est pas bouchée ou partiellement bouchée.
- Vérifiez les flux dans le DIF. Le rapport hydrogène:air a une influence significative sur l'allumage. Un mauvais réglage du flux peut empêcher l'allumage de la flamme. (Voir Mesure du flux dans un détecteur.)
- Si la flamme ne s'allume toujours pas, il y a peut-être une fuite importante dans le système. Les fuites importantes sont causées par des débits mesurés différents des débits réels ; il en résulte de mauvaises conditions d'allumage. Recherchez les fuites de manière approfondie dans tout le système, en particulier au niveau du raccord de colonne sur le DIF.
- Vérifiez le débit dans la colonne.
- Vérifiez l'absence de fuite au niveau du raccord de colonne sur le DIF.
- Assurez-vous que la température du DIF est suffisamment élevée pour permettre l'allumage (> 150 °C).

Le briquet du DIF ne luit pas pendant la séquence d'allumage

AVERTISSEMENT **Ne restez pas à proximité de la cheminée du DIF pendant que vous effectuez cette tâche. Si vous utilisez de l'hydrogène, la flamme du DIF ne sera pas visible.**

1 Démontez le capot supérieur du détecteur.

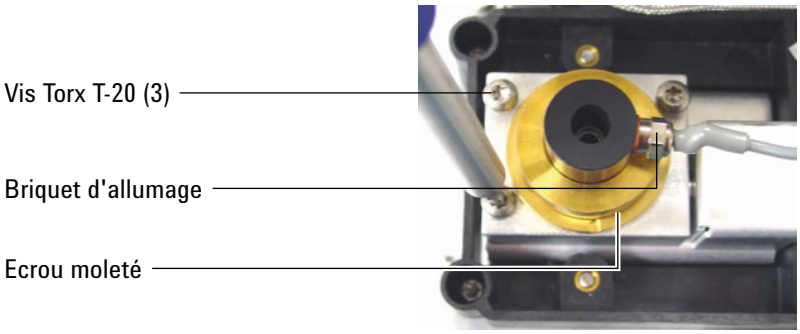
2 Allumez la flamme du DIF.

3 Observez le briquet à travers la cheminée du DIF. Le petit orifice devrait luire durant la séquence d'allumage.

Si le test échoue, vérifiez-en les causes possibles :

- Le briquet est peut-être endommagé : remplacez-le.
- La température du détecteur est réglée sur < 150 °C. Agilent conseille d'utiliser le DIF à une température ≥ 300 °C
- Le branchement à la terre du briquet est peut-être mauvais :
  - Resserrez fermement le briquet sur la tourelle du DIF.
  - Resserrez les trois vis Torx T-20 qui maintiennent le collecteur en place.
  - Resserrez l'écrou moleté en laiton qui maintient la tourelle du DIF en place.

  Effectuer la maintenance du DIF si ces pièces sont corrodées ou oxydées.



Corrosion dans le collecteur du DIF et dans le briquet d'allumage

Agilent recommande de rechercher toute trace de corrosion sur le collecteur et sur le briquet d'allumage lors de la maintenance du DIF.

La combustion du DIF produit de la condensation. Cette condensation, associée aux solvants ou aux échantillons chlorés, produit de la corrosion et une perte de sensibilité.

Pour éviter cette corrosion, maintenez la température du détecteur au-dessus de 300 °C.

Le FPD ne s'allume pas

- Assurez-vous que la température du FPD est suffisamment élevée pour permettre l'allumage (> 150 °C).
- Vérifiez les débits dans le FPD et assurez-vous qu'ils correspondent au type de filtre qui y est installé.
- Mesurez les flux réels dans le détecteur. (Voir Mesure du flux dans un détecteur.)
- La colonne a peut-être été installée sur une position trop élevée sur le détecteur.
- Vérifiez le bon fonctionnement du briquet du FPD. (Voir Vérifier que la flamme du DIF est allumée.)
- Vérifiez le débit dans la colonne et celui du gaz d'appoint.
- Assurez-vous que la condensation qui se forme dans le tube de mise à l'air ne s'écoule pas dans le détecteur. Le tube de mise à l'air flexible en plastique qui sort du détecteur doit être dirigé dans un récipient, sans s'affaisser, afin d'y canaliser correctement la condensation d'eau. L'extrémité ouverte du tube doit rester hors de l'eau contenue dans le récipient.
- Contrôlez la valeur de **Lit offset**. La valeur typique de **Lit offset** est 2,0.
- Recherchez les fuites de manière approfondie dans tout le système. (Voir Recherche de fuites.)

Echec du processus de réglage du décalage du NPD

- Inspectez la buse pour contrôler si elle bouchée.
- Mesurez les flux réels dans le détecteur. (Voir Mesure du flux dans un détecteur.)
- Vérifiez l'état de la buse. Remplacez-la le cas échéant.
- Vérifiez que le réglage des flux est correct.
- Recherchez attentivement une fuite éventuelle dans le système, en particulier au niveau du raccord de colonne sur le détecteur. (Voir Recherche de fuites.)
- Réglez le temps de stabilisation sur 0,0.

3
Symptômes chromatographiques

Les temps de rétention ne sont pas reproductibles 26
La surface des pics n'est pas reproductible 27
Contamination ou transmission 28
Les pics sont plus grands que prévu 30
Les pics ne sont pas affichés/Il n'y a pas de pic 31
La ligne de base augmente pendant le programme de température du four 32
Mauvaise résolution des pics 33
Traînées de pics 34
Mesure du point d'ébullition d'un pic ou mauvaise résolution du poids moléculaire 36
Décomposition de l'échantillon dans l'injecteur/Pics absents 37
Front de pic 38
Détecteur bruyant, incluant une gigue, une dérive et des pointes dans la ligne de base 39
Faibles surface ou hauteur de pics (faible sensibilité) 42
La flamme du DIF s'éteint pendant une analyse et essaie de se rallumer 44
Sortie de la ligne de base du DIF supérieure à 20 pA 45
La flamme du FPD s'éteint pendant une analyse et essaie de se rallumer 46
Sortie du FPD trop élevée ou trop faible 47
Surfaces de pics du FPD faibles 48
Largeur importante du pic à mi-hauteur du FPD 49
Sortie de la ligne de base du FPD élevée, > 20 pA 50
Inhibition du solvant dans le NPD 51
Réponse faible du NPD 52
Sortie de la ligne de base du NPD > 8 millions 53
La procédure de réglage du décalage du NPD ne fonctionne pas correctement 54
Sélectivité du NPD faible 55
Pics négatifs observés avec le TCD 56
La ligne de base du TCD affiche des traînées de pics de bruits sinusoïdaux atténués (ligne de base à oscillations amorties) 57
Les pics du TCD présentent une inflexion négative au niveau de la queue 58

Les temps de rétention ne sont pas reproductibles

- Remplacez le septum.
- Vérifiez l'absence de fuite au niveau des connexions de l'injecteur, du manchon (le cas échéant) et de la colonne. (Voir “Recherche de fuites”.)
- Vérifiez que la pression de l'alimentation en gaz vecteur est suffisante. La pression fournie au CPG doit être au moins 40 kPa (10 psi) supérieure à la pression maximum de l'injecteur requise à la température finale du four.
- Lancez des reproductions de standards connus pour vérifier le problème.
- Vérifiez que vous utilisez un type de manchon approprié à l'échantillon injecté. (Voir Sélection the correct ilet liner.)
- S'il s'agit de la première analyse, tenez-en compte. (Le CPG s'est-il stabilisé ?)
- Si vous utilisez un DIF ou un NPD et que les temps de rétention augmentent (dérive), vérifiez que la buse n'est pas contaminée.

La surface des pics n'est pas reproductible

Vérifiez le fonctionnement de la seringue de l'ALS. (Voir la section Troubleshooting du manuel 7683B Automatic Liquid Sampler Installation, Operation and Maintenance et 7693A Automatic Liquid Sampler Installation, Operation and Maintenance.)

- Remplacez la seringue.
- Vérifiez l'absence de fuite au niveau des connexions de l'injecteur, du manchon (le cas échéant) et de la colonne. (Voir “Recherche de fuites”.)
- Vérifiez le niveau d'échantillon dans les flacons.
- Lancez des reproductions de standards connus pour vérifier le problème.
- S'il s'agit de la première analyse, tenez-en compte. (Le CPG s'est-il stabilisé ?)

Contamination ou transmission

Si la sortie présente une contamination ou des pics inattendus, procédez comme suit :

Isolez la source.

1. Effectuez une analyse à blanc de solvant en utilisant une source de solvant fraîche et pure. Si la contamination disparaît, le problème est lié à l'échantillon ou au solvant.
2. Effectuez une analyse à blanc (retirez la seringue de l'injecteur et lancez une analyse). Si la contamination disparaît, le problème est dû à la seringue.
3. Retirez la colonne du détecteur et obturez le raccord du détecteur. Effectuez une nouvelle analyse à blanc. Si la contamination disparaît, le problème est dû à l'injecteur ou à la colonne. Si la contamination persiste, le problème est dû au détecteur.

Vérifiez-en les causes possibles (toutes les combinaisons injecteur-détecteur).

- Vérifiez le type et le montage du septum.
- Procédez à la maintenance complète de l'injecteur : Remplacez toutes les pièces consommables et procédez au dégazage de l'injecteur.
- Effectuez la maintenance de la colonne : Procédez au dégazage de la colonne, retirez-en la partie contaminée située près de l'injecteur, puis effectuez l’inversion et le dégazage de la colonne si besoin est.
- Vérifiez l'absence de transmission d'échantillon d'analyses précédentes. Effectuez plusieurs analyses à blanc sans injection et regardez si les pics fantômes disparaissent ou deviennent plus petits.
- Vérifiez le flux de purge du septum. S'il est trop faible, le septum peut avoir accumulé de la contamination ou de la condensation est peut-être bloquée dans la ligne de purge.
- Vérifiez les indicateurs et la date des pièges à gaz.
- Vérifiez la pureté des gaz. Vérifiez que les conduites d'alimentation et leurs raccords ne sont pas contaminés.
- Si vous suspectez une contamination dans l'injecteur, la colonne ou le détecteur, lancez la procédure de dégazage.

- Vérifiez que la température et le temps programmés pour le four suffisent à l'injection des échantillons.
- Vérifiez le niveau de solvant dans les bouteilles de rinçage de l'ALS.
- Remplacez la seringue de l'ALS le cas échéant.
- Vérifiez le volume de l'injection d'échantillon.
- Installez un système de refoulement de colonne Agilent.

Les pics sont plus grands que prévu

- Vérifiez l'exactitude des dimensions configurées de chaque colonne en les comparant aux dimensions réelles des colonnes. (Voir “Eléments configurables à actualiser en permanence”.)
- Vérifiez le volume de l'injection du passeur d'échantillons.
- Vérifiez les bouchons des flacons.
- Vérifiez la configuration de la dimension de la seringue. La dimension de certaines seringues est indiquée à demi-capacité. Si le volume maximum de la seringue est marqué à mi-hauteur du cylindre, entrez le **double** du volume indiqué lorsque vous configurez la dimension de la seringue.

Les pics ne sont pas affichés/Il n'y a pas de pic

- Si vous utilisez un passeur d'échantillons, procédez comme suit :
  - Assurez-vous que le flacon contient de l'échantillon.
  - Vérifiez que le support chariot du piston de l'ALS est fixé correctement au piston de la seringue.
  - Vérifiez que la seringue est installée correctement et aspire de l'échantillon.
  - Vérifiez que le chargement de la tourelle/du support est effectué correctement et que les injections ne proviennent pas de flacons non concernés par la séquence.
  - Observez le processus pour vous assurer que l'échantillon est introduit dans la seringue.
- Vérifiez que le détecteur utilisé est affecté à un signal.
- Vérifiez que la colonne est installée correctement.
- Assurez-vous que la colonne n'est pas bouchée. (Voir “Mesure du flux dans une colonne”.) Effectuez la maintenance de la colonne.
- Vérifiez qu'il n'y a pas de fuite. (Voir “Recherche de fuites”.)
- Contrôlez la configuration des flux puis mesurez les flux réels dans le détecteur. (Voir “Mesure du flux dans un détecteur”.)

Si le problème est lié au détecteur, reportez-vous au Tableau 1.

Tableau 1 Dépannage du détecteur

Détecteur	Solution
DIF, FPD	• Vérifiez que l'électromètre est en marche. • Vérifiez que la flamme est toujours allumée.
TCD	• Vérifiez que le filament est sous tension. • Vérifiez que le gaz de référence n'est pas réglé sur zéro.

La ligne de base augmente pendant le programme de température du four

- Vérifiez l'absence de ressuage de la colonne.
- Vérifiez l'absence de fuite/d'oxygène dans l'alimentation du gaz vecteur.
- Vérifiez l'indicateur ou la date du piège à oxygène de l'alimentation en gaz.
- Effectuez des analyses à blanc pour évaluer la ligne de base sans échantillon.
- Effectuez des analyses à blancs sans injection (retirez la seringue de l'injecteur et lancez une analyse) pour évaluer la ligne de base sans solvant.
- Vérifiez l'absence de contamination. (Voir Contamination ou transmission.)
- Prenez en compte l'effet de l'épaisseur du film de la colonne sur le ressuage.
- Vérifiez l'absence de fuite au niveau des raccords de colonne. (Voir “Recherche de fuites”.)
- Préparez et utilisez un profil de compensation de colonne.

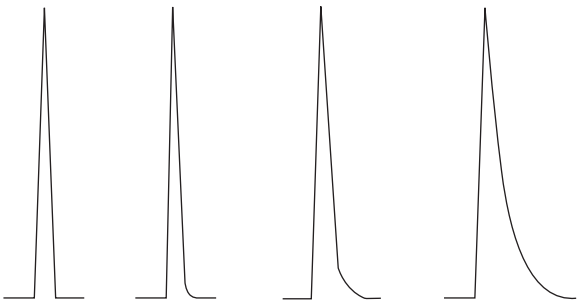
Mauvaise résolution des pics

- Réglez le flux de colonne pour optimiser la vitesse linéaire.
- Installez et utilisez des pièces consommables désactivées dans l'injecteur (par exemple, un manchon).
- Effectuez la maintenance de la colonne : Procédez au dégazage de la colonne, retirez-en la partie contaminée située près de l'injecteur, puis effectuez l'inversion et le dégazage de la colonne si besoin est.
- Vérifiez l'installation de la colonne à ses deux extrémités.
- Sélectionnez une colonne de meilleure résolution.

Traînées de pics

La figure ci-dessous illustre un exemple de traînées de pics. Lorsque vous essayez d'éliminer les traînées de pics, prenez en compte les éléments suivants :

- Quels sont les pics présentant une traînée ?
- Les traînées de pics correspondent-elles à des composants actifs, à tous les composants ou représente-t-elles des tendances (par exemple des éluteurs en avance ou des éluteurs tardifs) ?



- Vérifiez que la colonne ne présente pas de contamination importante.
- Prenez en compte la phase stationnaire de la colonne (colonne active).
- Vérifiez que la colonne a été coupée et installée correctement.
- Prenez en compte le type des raccords, des manchons et des joints d'étanchéité de l'injecteur utilisés. L'un de ces éléments est peut-être contaminé ou actif.
- Vérifiez l'absence de particules solides sur les raccords (si vous en avez monté) et le manchon.
- Dans le cas de l'injection capillaire sans division, prenez en compte la compatibilité entre le solvant et la colonne.
- Vérifiez que la technique d'injection est appropriée.
- Vérifiez la température de l'injecteur.
- Vérifiez l'absence de volumes morts dans le système.Vérifiez que l'installation de la colonne à ses deux extrémités est correcte.
- Inspectez les lignes de transfert à la recherche de points froids.

NPD

Dans le cas du NPD, procédez comme suit :

- Vérifiez que vous utilisez une buse appropriée à l'échantillon analysé. Si vous procédez à l'analyse de phosphore, installez une buse noire. Les buses blanches peuvent entraîner la génération de traînées de pics lors de l'analyse de phosphore.
- Vérifiez que la bonne buse est installée. Utilisez une buse étendue.
- Remplacez les isolants en céramique.

Mesure du point d'ébullition d'un pic ou mauvaise résolution du poids moléculaire

Si vous avez des problèmes pour obtenir le point d'ébullition d'un pic ou avec la résolution du poids moléculaire (mauvaise résolution de l'injecteur), procédez comme suit :

- Vérifiez l'absence de contamination dans l'injecteur. Nettoyez ou remplacez le manchon le cas échéant. Remplacez toutes les pièces consommables de l'injecteur. Reportez-vous au manuel de maintenance.
- Réglez la température de l'injecteur.
- Effectuez des analyses par rapport à une méthode connue afin de déterminer les performances attendues.

Pour tout injecteur fonctionnant en mode avec division en combinaison avec un détecteur

- Vérifiez le type du manchon.
- Augmentez la température de l'injecteur et vérifiez que la coupelle d'isolation est en place et contient de l'isolant.
- Vérifiez la découpe et le montage de la colonne dans l'injecteur. Reportez-vous aux rubriques relatives au SS, au MMI,au PTV et au VI.

Pour tout injecteur fonctionnant en mode sans division en combinaison avec un détecteur

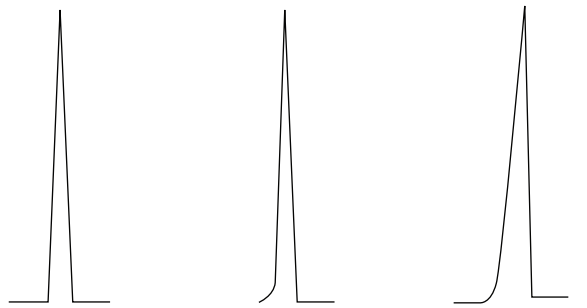
- Vérifiez l'absence de fuite dans l'injecteur. (Voir “Recherche de fuites”.)
- Vérifiez le type du manchon.
- Vérifiez que la température de départ du four est inférieure au point d'ébullition du solvant.
- Vérifiez la découpe et le montage de la colonne dans l'injecteur. Reportez-vous aux rubriques relatives au SS, au MMI,au PTV et au VI.
- Vérifiez que le volume de vapeur de solvant n'excède pas la capacité du manchon.
- Consultez le délai de purge approprié.

Décomposition de l'échantillon dans l'injecteur/Pics absents

- Diminuez la température de l'injecteur.
- Vérifiez l'absence d'air ou d'eau dans le gaz vecteur, vérifiez la pureté des gaz et le fonctionnement des pièges.
- Vérifiez que le manchon installé est approprié à l'échantillon analysé.
- Procédez à la maintenance complète de l'injecteur : Remplacez toutes les pièces consommables et procédez au dégazage de l'injecteur.
- Installez un manchon désactivé (injecteurs SS , PP, MMI et PTV).
- Vérifiez l'absence de fuite au niveau des raccords de septum, de manchon et de colonne. (Voir “Recherche de fuites”).
- Installez un manchon à raccord direct Agilent.
- Utilisez une méthode à pression pulsée pour accélérer le transfert d'échantillon dans la colonne.
- Procédez au dégazage de l'injecteur. Consultez les rubriques suivantes :
  - Procéder au dégazage de l'injecteur avec/sans division
  - Procéder au dégazage de l'injecteur multimode
  - Procéder au dégazage de l'injecteur rempli purgé
  - Procéder au dégazage de l'injecteur COC
  - Procéder au dégazage de l'injecteur PTV
  - Procéder au dégazage de l'injecteur du VI

Front de pic

La figure ci-dessus représente des exemples de trois types de pic : symétrique, front et surcharge.



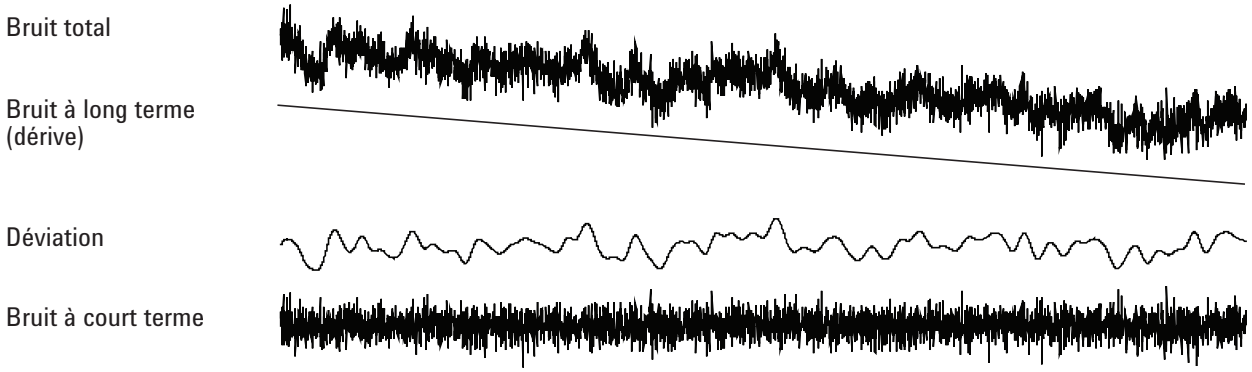
Si un front ou une surcharge de pic apparaissent, essayez la procédure suivante :

- Vérifiez que le volume d'injection est approprié.
- Assurez-vous que la colonne est montée correctement.
- Vérifiez que la technique d'injection utilisée est appropriée.
- Si vous utilisez l'injection capillaire sans division, prenez en compte la solubilité des composants dans le solvant de l'injection.
  - Remplacez le solvant.
  - Utilisez un intervalle de rétention.
- Vérifiez la pureté du solvant de l'échantillon.

Détecteur bruyant, incluant une gigue, une dérive et des pointes dans la ligne de base

La mesure du bruit doit être effectuée dans les conditions “normales” d'utilisation, avec une colonne connectée et le gaz vecteur. Le bruit est généralement composé d'un composant haute fréquence (électronique à l'origine) et de composants basse fréquence appelés gigue et dérive.

La gigue évolue dans une direction aléatoire mais à une fréquence plus basse que le bruit électronique à court-terme. Le bruit à long terme (dérive) est une modification monotone du signal sur une période qui est longue par rapport à la gigue et au bruit électronique (voir ci-dessous). Des termes comme “court” et “long” sont exprimés par rapport à la largeur des pics chromatographiques.



Ligne de base bruitée

Une ligne de base bruitée ou une sortie de détecteur élevée peuvent être le signe de fuites, de contamination ou de problèmes électriques. Certains bruits sont inévitables dans un détecteur, bien que des atténuations élevées puissent les masquer. Le bruit limite la sensibilité utile du détecteur : il doit donc être minimisé.

- Vérifiez l'absence de fuite au niveau des raccords de colonne dans tous les détecteurs. (Voir “Recherche de fuites”.)
- Pour le DIF, voir Mesure du courant de fuite du NPD.
- Dans le cas du TCD, vérifiez la collecte des données pour la fréquence ≤ 5 Hz.

Si du bruit apparaît soudainement sur une ligne de base propre, procédez comme suit :

- Prenez en compte les modifications récentes apportées au système.
- Procédez au dégazage de l'injecteur. Consultez les rubriques suivantes :
  - Procéder au dégazage de l'injecteur avec/sans division

- Procéder au dégazage de l'injecteur MMI
- Procéder au dégazage de l'injecteur rempli purgé
- Procéder au dégazage de l'injecteur COC
- Procéder au dégazage de l'injecteur PTV
- Procéder au dégazage de l'injecteur du VI

- Vérifiez la pureté du gaz vecteur et des gaz dans le détecteur.
- Vérifiez que le remontage a été effectué correctement suite une maintenance récente.
- Vérifiez l'absence de contamination du détecteur.

Si le bruit augmente graduellement pour atteindre un niveau inadmissible, vérifiez-en les causes possibles :

- Vérifiez l'absence de contamination du détecteur.
- Vérifiez l'absence de contamination dans la colonne et l'injecteur.
- Vérifiez l'absence de contamination dans le DIF ou le NPD.
- Vérifiez que le tube du photomultiplicateur du FPD est monté correctement. Si ce n'est pas le cas, de faibles fuites et en conséquence du bruit peuvent en résulter.

D'autres facteurs peuvent contribuer à la génération du bruit :

- Une colonne est installée sur une position trop élevée sur le détecteur.
- La température du four dépasse les températures maximum recommandées pour les colonnes.

Gigue et dérive de la ligne de base.

La gigue et la dérive de la ligne de base peuvent apparaître lorsque le réglage du flux ou de la température a été modifié. Si le système ne s'est pas stabilisé dans les nouvelles conditions avant le lancement de l'analyse, des modifications dans la ligne de base apparaîtront.

Si une gigue de la ligne de base apparaît, vérifiez l'absence de fuite, en particulier au niveau du septum et de la colonne. (Voir “Recherche de fuites”.) La dérive de la ligne de base apparaît quant à elle durant la programmation de la température.. Pour corriger la dérive de la ligne de base, procédez comme suit :

- Vérifiez que la compensation de colonne est utilisée et que le profil est actuel. (Pour compenser le ressuage).
- Vérifiez que la colonne est conditionnée.
- Vérifiez le ressuage de la colonne à la température d'utilisation.
- Vérifiez le mode de signal affecté à la colonne dans le système de données.

Transitions brusques de la ligne de base

Il existe deux types de transition brusque dans la sortie de la ligne de base : cyclique et aléatoire.

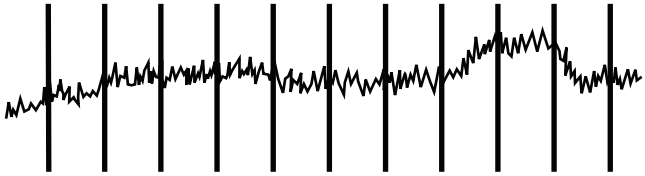


Figure 1 Transition cyclique

La transition cyclique peut être causée par les éléments suivants :

- Un moteur électrique
- Le système de chauffage ou de refroidissement du bâtiment
- D'autres interférences électroniques dans le laboratoire

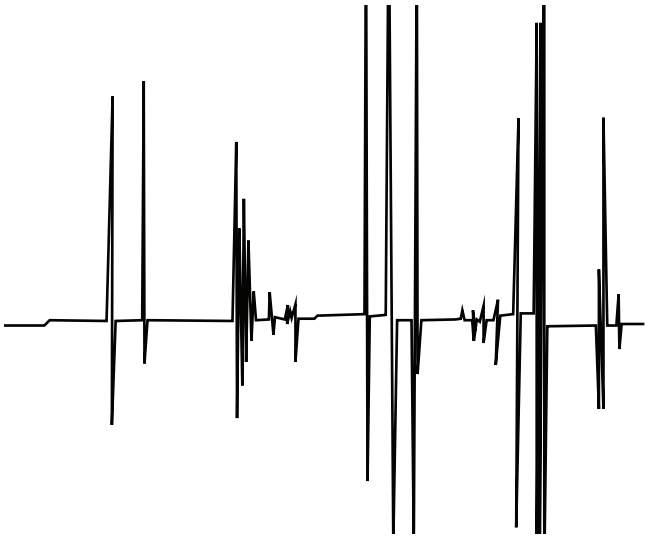


Figure 2 Transition aléatoire

Les pointes sont des perturbations isolées de la ligne de base, apparaissant généralement sous la forme de mouvements soudains et de grande amplitude. S'ils sont accompagnés de bruit, résolvez tout d'abord le problème du bruit, les variations brusques pouvant disparaître avec lui.

- Vérifiez qu'aucun détecteur n’est contaminé.
- Dans le cas d'une colonne remplie, vérifiez que la sortie de celle-ci est convenablement obturée à l'aide de laine de verre.
- Vérifiez le montage de la colonne remplie.
- Vérifiez que la buse utilisée est la bonne.

Faibles surface ou hauteur de pics (faible sensibilité)

- Si vous utilisez un injecteur en mode avec division, vérifiez le rapport de division.
- Vérifiez qu'il n'y a pas de fuite. (Voir "Recherche de fuites".)
- Vérifiez l'absence de contamination dans l'injecteur. (Voir "Contamination ou transmission".)
- Contrôlez toutes les colonnes et vérifiez qu'elles ont été découpées et montées correctement à chaque extrémité.
- Vérifiez que le type de colonne est le bon.
- Effectuez la maintenance de la colonne : Procédez au dégazage de la colonne, retirez-en la partie contaminée située près de l'injecteur, puis effectuez l'inversion et le dégazage de la colonne si besoin est.
- Vérifiez que le type de manchon installé est approprié à l'échantillon.
- Vérifiez que le réglage des flux dans le détecteur est correct.
- Vérifiez la pureté des gaz de l'alimentation.
- Vérifiez les indicateurs et la date de l'ensemble des pièges.
- Vérifiez que les paramètres de la méthode sont corrects.
- Contrôlez la stabilité de l'échantillon.
- Vérifiez la configuration de la dimension de la seringue. La dimension de certaines seringues est indiquée à demi-capacité. Si le volume maximum de la seringue est marqué à mi-hauteur du cylindre, entrez le **double** du volume indiqué lorsque vous configurez la dimension de la seringue.

Si vous utilisez un DIF :

- Vérifiez que la bonne buse est installée.
- Vérifiez que les buses sont propres.

Si vous utilisez un µECD :

- Remplacer le manchon mélangeur rainuré en silice fondue.
- Remplacez la colonne et remettez-la en place.
- Nettoyez le raccord du gaz d'appoint.

Si vous utilisez un NPD :

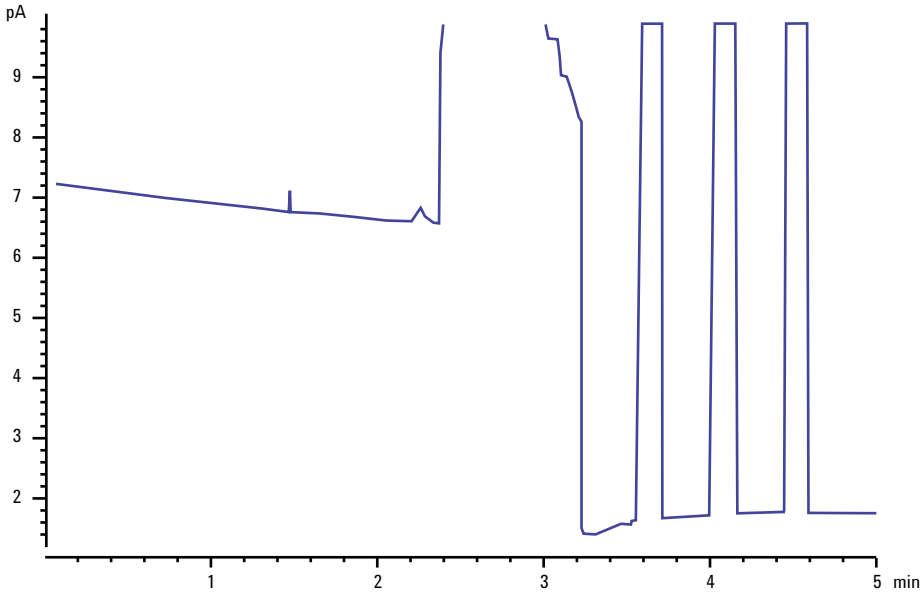
- Vérifiez l'absence de contamination dans le détecteur.
- Remplacez les isolants en céramique.
- Remplacez la buse.

Si vous utilisez un FPD :

- Vérifiez que le montage de la colonne est correct.
- Vérifiez que le filtre installé est le bon et qu'il est propre.
- Contrôlez les débits.
- Contrôlez le type du gaz d'appoint.

La flamme du DIF s'éteint pendant une analyse et essaie de se rallumer

L'exemple qui suit est un chromatogramme affichant une extinction à partir d'un grand pic de solvant.



Après l'extinction, le CPG essaie trois fois de rallumer la flamme.

Si la flamme du DIF s'éteint pendant une analyse, procédez comme suit :

- Vérifiez si un pic aromatique ou de l'eau n'ont pas éteint la flamme.
- Vérifiez que les buses ne sont pas bouchées.
- Vérifiez que le réglage des flux de gaz est correct. Vérifiez que le réglage de **Lit offset** est correct.

Si le CPG essaie de rallumer la flamme du DIF alors qu'elle l'est déjà, procédez comme suit :

- Vérifiez que le réglage de **Lit offset** du DIF est approprié à l'analyse (typiquement $\leq 2{,}0$ pA).
- Vérifiez si un pic aromatique ou de l'eau n'ont pas éteint la flamme.
- Vérifiez que les buses ne sont pas partiellement bouchées. Mesurez les flux réels de l'hydrogène, de l'air et du gaz d'appoint dans le détecteur. (Voir “Mesure du flux dans un détecteur”.)
- Vérifiez l'absence de fuite au niveau du raccord de colonne sur le détecteur. (Voir “Recherche de fuites”.)

Sortie de la ligne de base du DIF supérieure à 20 pA

- Vérifiez la pureté du gaz vecteur et du gaz alimentant le détecteur.
- Vérifiez l'absence de ressuage sur la colonne.
- Vérifiez les indicateurs et la date des pièges des gaz d'alimentation et assurez-vous que ces pièges ne sont pas épuisés.
- Vérifiez que le remontage du détecteur a été effectué correctement suite une maintenance récente.
- Vérifiez l'absence de contamination du détecteur.
- Vérifiez que le courant de fuite du DIF est < 2,0 pA. (Voir “Mesure du courant de fuite du DIF”).

La flamme du FPD s'éteint pendant une analyse et essaie de se rallumer

Si la flamme s'éteint pendant une analyse, procédez comme suit :

- Vérifiez l'absence de fuite dans le CPG, en particulier au niveau du raccord de colonne sur le détecteur. (Voir “Recherche de fuites”.)
- Vérifiez que la température du détecteur est réglée à une température ≥ 200 °C.
- Assurez-vous que la condensation qui se forme dans le tube de mise à l'air ne s'écoule pas dans le détecteur. Le tube de mise à l'air flexible en plastique qui sort du détecteur doit être dirigé dans un récipient, sans s'affaisser, afin d'y canaliser correctement la condensation d'eau. L'extrémité ouverte du tube doit rester hors de l'eau contenue dans le récipient.

Si la flamme du FPD s'éteint puis se rallume, procédez comme suit :

- Vérifiez que le réglage de **Lit offset** est inférieur à la ligne de base normale.
- Vérifiez qu’il n’y a pas de fuite. (Voir “Recherche de fuites”.)
- Contrôlez la configuration des flux puis mesurez les flux réels dans le détecteur. (Voir “Mesure du flux dans un détecteur”.)

Sortie du FPD trop élevée ou trop faible

- Vérifiez que le filtre utilisé est le bon. N'utilisez pas un filtre pour le phosphore avec des flux optimisés pour le soufre ou un filtre pour le soufre avec des flux optimisés pour le phosphore.
- Vérifiez la position de la colonne installée dans le détecteur.
- Vérifiez la pureté des gaz.

Surfaces de pics du FPD faibles

- Contrôlez la configuration des flux puis mesurez les flux réels dans le détecteur. (Voir “Mesure du flux dans un détecteur”.)
- Procédez à la maintenance complète de l'injecteur : Remplacez toutes les pièces consommables et procédez au dégazage de l'injecteur.
- Procédez à la maintenance de la colonne : Procédez au dégazage de la colonne, retirez-en la partie contaminée située près de l'injecteur, puis effectuez l’inversion et le dégazage de la colonne si besoin est.
- Vérifiez que la colonne est montée correctement.
- Prenez en compte le type de filtre (soufre ou phosphore).
- Vérifiez que le système ne présente pas de fuite. (Voir “Recherche de fuites”.)
- Vérifiez que les réglages de la méthode sont appropriés.
- Contrôlez les débits.
- Contrôlez le type du gaz d'appoint.

Largeur importante du pic à mi-hauteur du FPD

Si le FPD génère des pics dont la largeur à mi-hauteur est anormalement large, procédez comme suit :

- Contrôlez le volume d'injection réel ; réduisez-le le cas échéant.
- Vérifiez que le manchon ne réagit pas avec l'échantillon.

Sortie de la ligne de base du FPD élevée, > 20 pA

- Vérifiez la pureté des gaz de l'alimentation.
- Vérifiez les indicateurs et la date de l'ensemble des pièges.
- Vérifiez l'absence de contamination dans le détecteur.
- Vérifiez qu'il n'y a pas de fuite faible au niveau du tube du photomultiplicateur (PMT), resserrez le PMT s'il est desserré.
- Procédez à la maintenance complète de l'injecteur : Remplacez toutes les pièces consommables et procédez au dégazage de l'injecteur.
- Procédez à la maintenance de la colonne : Procédez au dégazage si besoin est.

Inhibition du solvant dans le NPD

Si la ligne de base ne redevient pas normale après un pic de solvant, procédez comme suit :

- Coupez et rouvrez l'alimentation en hydrogène aux environs du pic de solvant.
- Utilisez de l'azote comme gaz d'appoint.
- Réglez le flux total de la colonne et du gaz d'appoint sur une valeur inférieure à 10 ml/min.
- Augmentez le flux de l'air et réglez-le sur 10 ml/min.
- Augmentez la température du détecteur et réglez-la sur 325 °C.
- Utilisez une solution d'élimination de solvant Dean Agilent.

Réponse faible du NPD

- Procédez à la maintenance complète de l'injecteur : Remplacez toutes les pièces consommables et procédez au dégazage de l'injecteur.
- Procédez à la maintenance de la colonne : Procédez au dégazage si besoin est.
- Une concentration importante de solvant a éteint le plasma d'hydrogène/air. Augmentez la tension de la buse.
- Mesurez le flux de gaz réel dans le détecteur. (Voir “Mesure du flux dans un détecteur”.)
- Vérifiez que les buses ne sont pas partiellement bouchées.
- Vérifiez que la buse est activée. Regardez à travers l'orifice de mise à l'air sur le couvercle du détecteur et vérifiez que la buse luit d'une couleur orange. Remplacez les isolants/le collecteur.

Sortie de la ligne de base du NPD > 8 millions

- Le collecteur est en court-circuit sur le boîtier du détecteur. Démontez le collecteur et les isolants, puis remontez-les.

La procédure de réglage du décalage du NPD ne fonctionne pas correctement

- Inspectez la buse pour contrôler si elle bouchée.
- Mesurez les flux réels dans le détecteur. (Voir Mesure du flux dans un détecteur.)
- Vérifiez l'état de la buse. Remplacez-la le cas échéant.
- Vérifiez que le réglage des flux est correct.
- Recherchez attentivement une fuite éventuelle dans le système, en particulier au niveau du raccord de colonne sur le détecteur. (Voir Recherche de fuites.)
- Réglez le temps de stabilisation sur 0,0.

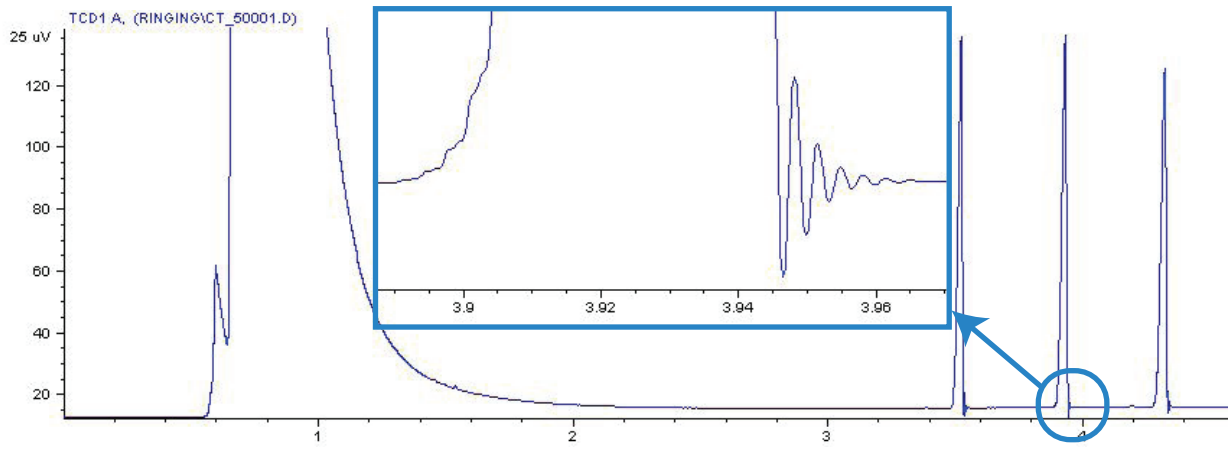
Sélectivité du NPD faible

- Vérifiez que le flux de l'hydrogène est correct ($\leq$ 3 ml/min).
- Contrôlez la buse ; elle est peut-être défectueuse ou épuisée.
- Vérifiez que la tension de la buse est correcte.
- Remplacez le collecteur et les isolants.

Pics négatifs observés avec le TCD

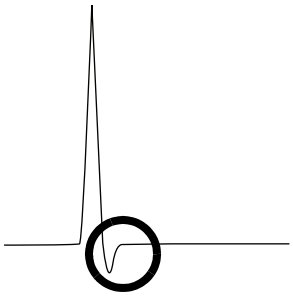
- Vérifiez que le type de gaz utilisé est le bon.
- Recherchez une fuite éventuelle dans le système, en particulier au niveau du raccord de colonne sur le détecteur. (Voir “Recherche de fuites”.)
- Prenez en compte la sensibilité des analytes.
- Contrôlez la configuration des flux puis mesurez les flux réels dans le détecteur. (Voir “Mesure du flux dans un détecteur”.)

La ligne de base du TCD affiche des traînées de pics de bruits sinusoïdaux atténués (ligne de base à oscillations amorties)



Le débit des données sélectionné dans le système de données est incorrect. Dans le cas du TCD, le débit des données doit être ≤ 5 Hz.

Les pics du TCD présentent une inflexion négative au niveau de la queue



- Vérifiez l'absence de fuite au niveau du raccord de colonne sur le détecteur. (Voir “Recherche de fuites”.)
- Améliorez le détecteur en installant un filament passivé.

4
Symptômes Not Ready du CPG

Le CPG n'est jamais prêt 60
Le flux n'est jamais prêt 61
Le four ne refroidit jamais ou refroidit très lentement 62
Le four ne chauffe pas 63
La température n'est jamais prête 64
Impossible de régler le flux ou la pression 65
Un gaz n'atteint pas la valeur de consigne de la pression ou du flux 66
Un gaz dépasse la valeur de consigne de la pression ou du flux 67
La pression ou le flux dans l'injecteur fluctuent 68
Impossible de maintenir une pression aussi basse que la valeur de consigne dans un injecteur avec division 69
Le flux de colonne mesuré est différent du flux affiché 70
Le DIF ne s'allume pas 71
Le briquet du DIF ne luit pas pendant la séquence d'injection 72
Echec du processus de réglage du décalage du NPD 73
Le FPD ne s'allume pas 74

La présente section traite des anomalies et des symptômes se produisant lorsque le CPG est en marche mais ne parvient pas à effectuer des analyses. Cela se traduit par l'affichage d'un avertissement “Not Ready”, de messages d'erreur ou d'autres symptômes.

Le CPG n'est jamais prêt

Normalement, le CPG est prêt lorsque les flux et les températures ont atteint les valeurs de consigne. Si le CPG n'est toujours pas prêt après un long délai, procédez comme suit :

- Appuyez sur **[Status]** ou sur la touche d'un composant (par exemple, **[Front inlet]**) pour afficher les consignes ou conditions qui ne sont pas atteintes.
- Vérifiez qu'aucun échantillon ne cause de problème.
- Vérifiez si le système de données présente un problème.
- Si vous effectuez des injections manuelles en mode sans division ou en mode d'économie de gaz, vous devez sans doute appuyer sur [**Prep Run**] pour préparer l'injecteur pour l'injection. Effectuez cette procédure, par exemple, pour :
  - Actionner la vanne de purge de l'injecteur avant une injection en mode sans division
  - Effectuer les préparatifs d'une injection pulsée
  - Désactiver l'économiseur de gaz.

  Vous obtiendrez des informations supplémentaires sur [**Prep Run**] dans le guide Agilent 7890A GC Advanced User Guide.

Le flux n'est jamais prêt

Si le flux des gaz n'est jamais prêt, contrôlez les éléments suivants :

- Vérifiez que l'alimentation en gaz délivre une pression d'alimentation suffisante.
- Vérifiez le type du gaz configuré. Celui-ci doit correspondre au gaz réellement introduit dans le CPG.
- Vérifiez l'absence de fuite dans les conduites d'alimentation en gaz et dans le CPG. (Voir “Recherche de fuites”.)

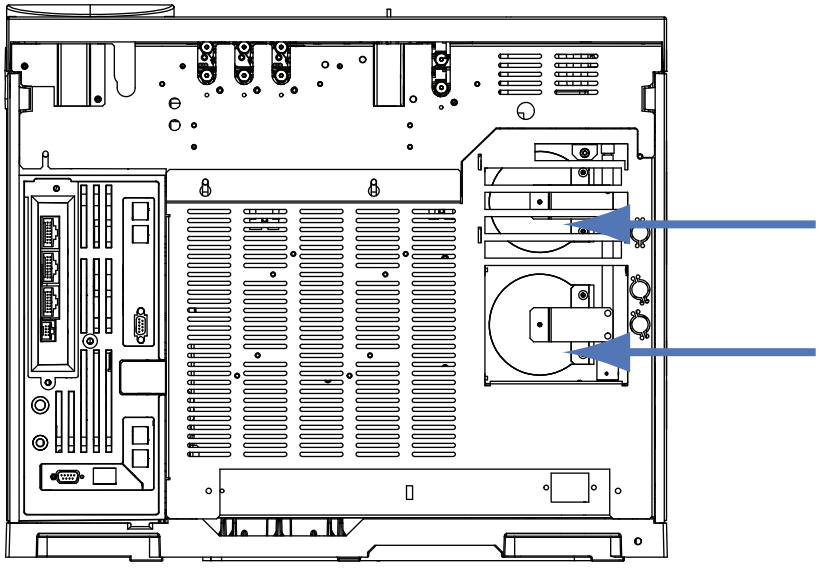
Le four ne refroidit jamais ou refroidit très lentement

Si le four ne refroidit pas ou refroidit très lentement, procédez comme suit :

AVERTISSEMENT **Les gaz évacués en provenance de la partie arrière du CPG sont très chauds. N'approchez pas les mains ou le visage du système d'évacuation.**

- Vérifiez le fonctionnement du clapet du four.
  1. Diminuez la température du four d'au moins 20 degrés.
  2. Vérifiez que les volets du four situés à l'arrière du CPG sont **ouverts**. Ecoutez l'appareil pour vérifier que le ventilateur est en marche. La figure ci-dessous indique l'emplacement des deux volets du four.

  Si les volets ne fonctionnent pas sans à-coups, prenez contact avec le service après-vente Agilent.



Si vous utilisez un refroidissement cryogénique :

- Vérifiez qu'il y a suffisamment de refroidisseur cryogénique.
- Vérifiez que les limites d'utilisation ne sont pas atteintes.

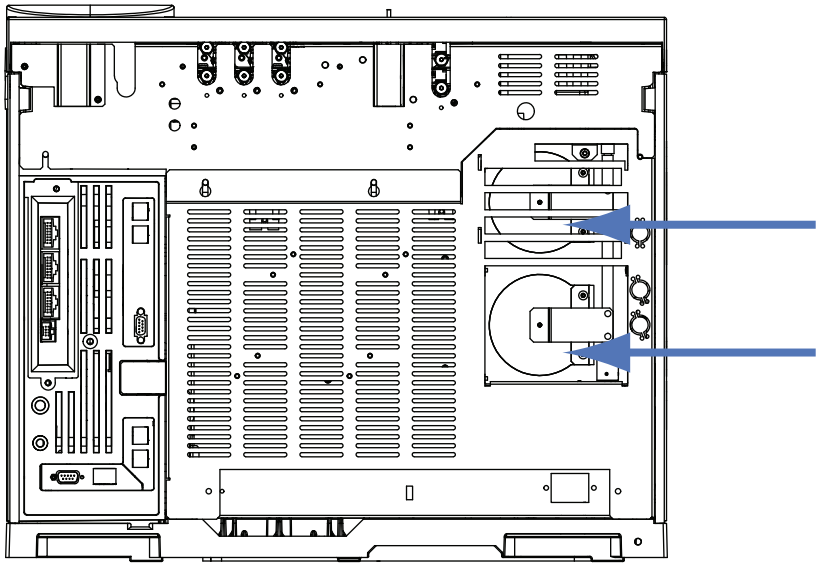
Le four ne chauffe pas

- Appuyez sur **[Status]** pour contrôler les erreurs à communiquer à Agilent.

AVERTISSEMENT **Les gaz évacués en provenance de la partie arrière du CPG sont très chauds. N'approchez pas les mains ou le visage du système d'évacuation.**

- Coupez puis remettez l'alimentation du CPG.
- Vérifiez le fonctionnement du clapet du four.
  1. Augmentez la température du four d'au moins 20 degrés.
  2. Vérifiez que les volets du four situés à l'arrière du CPG sont **fermés**. La figure ci-dessous indique l'emplacement des deux volets du four.

  Si un volet est coincé en position ouverte ou si les volets sont fermés et que le four ne chauffe toujours pas, prenez contact avec Agilent.



La température n'est jamais prête

La température est considérée comme prête lorsqu'elle atteint la valeur de consigne ±1 °C pendant 30 s. Si la température n'est jamais prête, procédez comme suit :

- Vérifiez qu'il ne manque pas une coupelle d'isolation sur un injecteur ou un détecteur.
- Recherchez les éventuelles différences de température importantes entre le four et l'injecteur ou le détecteur.
- Vérifiez qu'il ne manque pas un isolant autour de l'injecteur ou du détecteur.
- Si vous utilisez le procédé cool on-column avec CryoBlast ou un injecteur PTV ou MMI :
  - Vérifiez le niveau de refroidisseur cryogénique.
  - Vérifiez que les limites d'utilisation ne sont pas atteintes.

Impossible de régler le flux ou la pression

Si vous ne parvenez pas à régler le flux ou la pression lorsque vous utilisez des injecteurs avec/sans division, MMI, PTV, VI ou cool on-column, procédez comme suit :

- Vérifiez le mode de la colonne.
- Vérifiez que la configuration de la colonne capillaire correspond à l'injecteur utilisé.
- Vérifiez la configuration des dimensions de la colonne.
- Vérifiez que le flux est établi.

Si vous ne parvenez pas à régler le flux ou la pression lorsque vous utilisez un injecteur rempli purgé, procédez comme suit :

- Vérifiez le mode de la colonne.
- Vérifiez que le flux est établi.
- Vérifiez le mode de l'injecteur. En cas d'utilisation d'une régulation du flux d'injecteur, vous me pouvez définir que des modes de régulation de flux pour les colonnes. En cas d'utilisation d'une régulation de pression d'injecteur, vous pouvez définir des modes de régulation à la fois de flux et de pression pour les colonnes.

Un gaz n'atteint pas la valeur de consigne de la pression ou du flux

Si un injecteur n'atteint pas sa valeur de consigne pour la pression, il s'éteint après un délai fonction du type de l'injecteur. Procédez comme suit :

- Vérifiez que la pression de l'alimentation en gaz est suffisante. La pression de l'alimentation doit être d'au moins 10 psi supérieure à celle de la valeur de consigne souhaitée.
- Vérifiez qu'il n'y a pas de fuite. (Voir “Recherche de fuites”.) Si vous utilisez l'économiseur de gaz, assurez-vous que le débit correspondant est suffisamment élevé pour maintenir la pression maximale en tête de colonne pendant l'analyse.
- Vérifiez qu'aucune colonne n'a été mal montée.

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

- Vérifiez le rapport de division. Augmentez le flux de division.

Un gaz dépasse la valeur de consigne de la pression ou du flux

Si un gaz dépasse sa valeur de consigne pour la pression ou le flux, procédez comme suit :

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

- Diminuez le rapport de division.
- Remplacez le filtre de fuite.
- Vérifiez que le manchon sélectionné est le bon (pour les injecteurs avec/sans division, MMI et PTV).
- Vérifiez que le joint d'étanchéité en or n'est pas contaminé (injecteur avec/sans division).

Si vous utilisez un DIF ou un NPD :

- Vérifiez que les buses ne sont pas bouchées.

Vannes :

- Vérifiez que les rotors sont bien alignés.

La pression ou le flux dans l'injecteur fluctuent

Une fluctuation de la pression de l'injecteur engendre des variations du débit et du temps de rétention pendant les analyses. Procédez comme suit :

- Vérifiez que le purificateur de gaz ou le générateur de gaz ne fonctionnent pas à plein rendement ou proche du plein rendement.
- Vérifiez que l'alimentation en gaz délivre une pression d'alimentation suffisante.
- Vérifiez que le régulateur de pression d'alimentation fonctionne correctement.
- Vérifiez qu'il n'y a pas de fuite. (Voir "Recherche de fuites".)
- Vérifiez l'absence d'étranglement important dans le manchon d'injecteur ou le piège de fuite.
- Vérifiez que le bon manchon est installé.
- Vérifiez l'absence d'étranglement dans l'espace de tête, la purge, le piège et tout autre appareil d'échantillonnage externe.

Impossible de maintenir une pression aussi basse que la valeur de consigne dans un injecteur avec division

Si le CPG ne parvient pas à maintenir une pression aussi basse que la valeur de consigne, vérifiez les éléments suivants :

- Utilisez un manchon conçu pour l'analyse avec division.
- Vérifiez que les manchons ne sont pas bouchés.
- Vérifiez que la ligne de fuite n'est pas contaminée. Prenez contact avec le service après-vente Agilent pour en effectuer le remplacement le cas échéant.
- Pour l'injecteur avec/sans division, remplacez le joint doré.

Le flux de colonne mesuré est différent du flux affiché

Si le flux de colonne réel ne correspond pas au flux calculé affiché sur le CPG, procédez comme suit :

- Vérifier que les flux mesurés sont convertis pour 25 °C et 1 atmosphère.
- Vérifiez la précision de la configuration des dimensions de la colonne, notamment de la longueur réelle (coupée) de la colonne.
- La ligne ou le piège de fuite sont peut-être bouchés, créant une pression réelle dans l'injecteur supérieure à la pression de consigne.

Le DIF ne s'allume pas

- Vérifiez que le Lit Offset est de ≤ 2,0 pA.
- Vérifiez que le briquet du DIF luit pendant la séquence d'allumage. (Voir Vérification du fonctionnement du briquet pendant la séquence d'allumage.)
- Vérifiez qu'une buse n'est pas bouchée ou partiellement bouchée.
- Vérifiez les flux dans le DIF. Le rapport hydrogène:air a une influence significative sur l'allumage. Un mauvais réglage du flux peut empêcher l'allumage de la flamme. (Voir Mesure du flux dans un détecteur.)
- Si la flamme ne s'allume toujours pas, il y a peut-être une fuite importante dans le système. Les fuites importantes sont causées par des débits mesurés différents des débits réels ; il en résulte de mauvaises conditions d'allumage. Recherchez les fuites de manière approfondie dans tout le système, en particulier au niveau du raccord de colonne sur le DIF.
- Vérifiez le débit dans la colonne.
- Vérifiez l'absence de fuite au niveau du raccord de colonne sur le DIF.
- Assurez-vous que la température du DIF est suffisamment élevée pour permettre l'allumage (> 150 °C).
-

Le briquet du DIF ne luit pas pendant la séquence d'injection

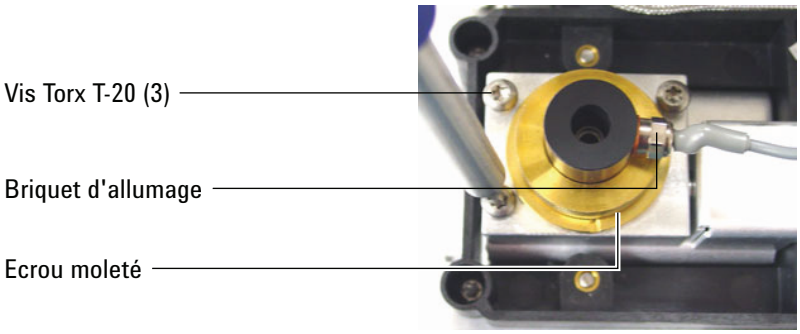
AVERTISSEMENT **Ne restez pas à proximité de la cheminée du DIF pendant que vous effectuez cette tâche. Si vous utilisez de l'hydrogène, la flamme du DIF ne sera pas visible.**

1. Démontez le capot supérieur du détecteur.
2. Allumez la flamme du DIF.
3. Observez le briquet à travers la cheminée du DIF. Le petit orifice devrait luire durant la séquence d'allumage.

Si le test échoue, vérifiez-en les causes possibles :

- Le briquet est peut-être endommagé : remplacez-le.
- La température du détecteur est réglée sur < 150 °C. Agilent conseille d'utiliser le DIF à une température ≥ 300 °C
- Le branchement à la terre du briquet est peut-être mauvais :
  - Resserrez fermement le briquet sur la tourelle du DIF.
  - Resserrez les trois vis Torx T-20 qui maintiennent le collecteur en place.
  - Resserrez l'écrou moleté en laiton qui maintient la tourelle du DIF en place.

  Effectuer la maintenance du DIF si ces pièces sont corrodées ou oxydées.



Echec du processus de réglage du décalage du NPD

- Inspectez la buse pour contrôler si elle bouchée.
- Mesurez les flux réels dans le détecteur. (Voir Mesure du flux dans un détecteur.)
- Vérifiez l'état de la buse. Remplacez-la le cas échéant.
- Vérifiez que le réglage des flux est correct.
- Recherchez attentivement une fuite éventuelle dans le système, en particulier au niveau du raccord de colonne sur le détecteur. (Voir Recherche de fuites.)
- Réglez le temps de stabilisation sur 0,0.

Le FPD ne s'allume pas

- Assurez-vous que la température du FPD est suffisamment élevée pour permettre l'allumage (> 150 °C).
- Vérifiez les débits dans le FPD et assurez-vous qu'ils correspondent au type de filtre qui y est installé.
- Mesurez les flux réels dans le détecteur. (Voir Mesure du flux dans un détecteur.)
- La colonne a peut-être été installée sur une position trop élevée sur le détecteur.
- Vérifiez le bon fonctionnement du briquet du FPD. (Voir Vérifier que la flamme du DIF est allumée.)
- Vérifiez le débit dans la colonne et celui du gaz d'appoint.
- Assurez-vous que la condensation qui se forme dans le tube de mise à l'air ne s'écoule pas dans le détecteur. Le tube de mise à l'air flexible en plastique qui sort du détecteur doit être dirigé dans un récipient, sans s'affaisser, afin d'y canaliser correctement la condensation d'eau. L'extrémité ouverte du tube doit rester hors de l'eau contenue dans le récipient.
- Contrôlez la valeur de **Lit offset**. La valeur typique de **Lit offset** est 2,0.
- Recherchez les fuites de manière approfondie dans tout le système. (Voir Recherche de fuites.)

5
Symptômes d'arrêt

Arrêts au niveau de la colonne 76
Arrêts de l'alimentation en hydrogène 77
Arrêts thermiques 79

Arrêts au niveau de la colonne

Le CPG surveille les flux de gaz des injecteurs, ainsi que les flux de gaz auxiliaires. Si l'alimentation en gaz vecteur (qui peut inclure un module de flux auxiliaire ou un module de contrôle pneumatique) est incapable d'atteindre son point de consigne de flux ou de pression, CPG suppose qu'il existe une fuite. Il vous préviendra par un signal sonore après 25 secondes, et il continuera à émettre ce signal sonore à intervalles réguliers. Après 5 minutes environ, le CPG déclenche l'arrêt des composants pour générer un état de sécurité. Le CPG effectue les opérations suivantes :

- Affiche **Front inlet pressure shutdown** (Chute de pression de l'injecteur avant).
- S'éteint pour éviter d'endommager la colonne.
- Ouvre les volets du four, situés à l'arrière de ce dernier, en position médiane.
- Fait clignoter la consigne de température du four en position **Off**.
- Coupe tous les flux pour la colonne. Les paramètres correspondants clignotent en position **Off**. Par exemple, les flux de purge de septum et de colonnes pour un injecteur avec/sans division seraient interrompus.
- Arrête tous les autres chauffages. Les paramètres de température correspondants clignotent en position **Off**.
- Toute tentative de remise en marche d'une zone arrêtée échoue et génère un message d'erreur.

Pour revenir à la normale, procédez comme suit.

1 Eliminez la cause de l'arrêt.
   - Vérifiez qu'une colonne n'est pas cassée près de l'injecteur.
   - Vérifiez qu'il n'y a pas de fuite.
   - Remplacez le septum de l'injecteur.
   - Remplacez le joint torique de l'injecteur.
   - Vérifiez la pression d'alimentation.

2 Appuyez sur la touche correspondant à l'instrument qui a causé l'arrêt. Faites défiler les paramètres pneumatiques jusqu'à celui qui affiche un **Off** clignotant, puis appuyez sur [**On**] ou sur [**Off**].

   Par exemple, si l'injecteur avant n'était plus alimenté en gaz vecteur, appuyez sur [**Front Inlet**], faites défiler la liste jusqu'au paramètre de la pression ou du flux, puis appuyez sur [**On**].

Arrêts de l'alimentation en hydrogène

De l'hydrogène gazeux peut être utilisé comme gaz vecteur ou combustible dans certains détecteurs. Combiné à l'air, l'hydrogène peut former un mélange explosif.

Le CPG surveille les flux de gaz des injecteurs, ainsi que les flux de gaz auxiliaires. Si un flux est incapable d'atteindre le débit ou la pression de consigne et que ce flux est configuré pour utiliser de l'hydrogène, le CPG présume qu'une fuite est survenue. Il vous préviendra par un signal sonore après 25 secondes, et il continuera à émettre ce signal sonore à intervalles réguliers. Après 5 minutes environ, le CPG déclenche l'arrêt des composants pour générer un état de sécurité. Le CPG effectue les opérations suivantes :

- Il affiche **Hydrogen Safety Shutdown**.
- Il ferme la vanne d'alimentation en gaz vecteur de l'injecteur et interrompt les contrôles de pression et de flux. Les paramètres correspondants clignotent en position **Off**.
- Il ouvre les vannes de fuite dans les injecteurs avec/sans division et PTV .
- Il éteint le chauffage et le ventilateur du four et en ouvre les volets.
- Il éteint tous les chauffages (notamment celui des appareils branchés aux contrôles de chauffage auxiliaire, tels que les chauffages des compartiments à vanne et ceux des lignes de transfert). Les paramètres correspondants clignotent en position **Off**.
- Déclenche une alarme sonore.

AVERTISSEMENT **Le CPG ne peut pas détecter les fuites qui pourraient se produire au niveau du détecteur. Il est donc crucial de connecter une colonne sur les raccords de colonne au niveau du DIF, du NPD ou de tout autre détecteur utilisant de l'hydrogène, ou de les obturer. Il également important de configurer les flux d'hydrogène de manière à ce que le CPG adapte son fonctionnement en fonction de ce gaz.**

Pour reprendre après un état d'arrêt d'alimentation en hydrogène :

1 Eliminez la cause de l'arrêt :
   - Remplacez le septum de l'injecteur.
   - Remplacez le joint torique de l'injecteur.
   - Vérifiez qu'aucune colonne n'est cassée.
   - Vérifiez la pression d'alimentation.
   - Vérifiez que le système ne présente pas de fuite. Voir Recherche de fuites.
2 Eteignez puis remettez le CPG sous tension.
3 Après remise sous tension du CPG, appuyez sur la touche correspondant à l'instrument qui a causé l'arrêt. Faites défiler les paramètres pneumatiques jusqu'à celui qui affiche un **Off** clignotant, puis appuyez sur [**On**] ou sur [**Off**]. Par exemple, si l'injecteur avant n'était plus alimenté en gaz vecteur, appuyez sur [**Front Inlet**], faites défiler la liste jusqu'au paramètre de la pression ou du flux, puis appuyez sur [**On**].

Arrêts thermiques

Une défaillance thermique signifie que le four ou une autre zone chauffée ne se trouve pas dans le domaine de températures autorisé (inférieur à la température minimale ou supérieur à la température maximale).

Pour revenir à la normale, procédez comme suit :

1 Eliminez la cause de l'arrêt :

- Vérifiez qu'il ne manque pas un isolant.

2 La plupart des arrêts thermiques peuvent être résolus en éteignant la zone thermique.

5 Symptômes d'arrêt

6
Symptômes de mise sous tension et de communication du CPG

Le CPG ne se met pas en marche 82

Le CPG se met en marche, puis s'arrête pendant le démarrage (pendant l'auto-contrôle) 83

Le PC ne parvient pas à établir de communication avec le CPG 84

Le CPG ne se met pas en marche

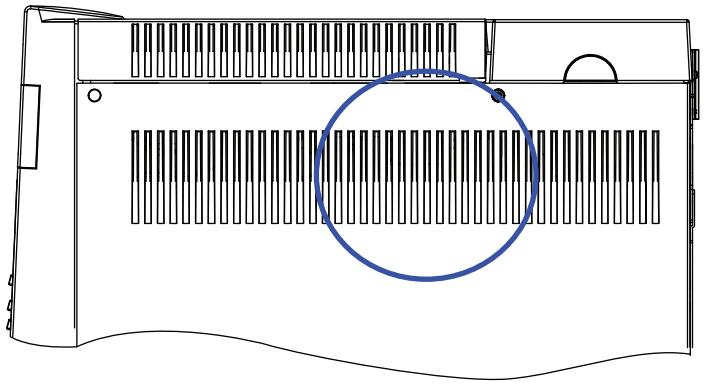
Si le CPG ne se met pas en marche, procédez comme suit :

- Vérifiez le cordon d'alimentation.
- Vérifiez l'alimentation du bâtiment.
- Si le CPG est à l'origine du problème, mettez-le hors tension. Attendez 30 secondes, puis mettez le CPG sous tension.

Le CPG se met en marche, puis s'arrête pendant le démarrage (pendant l'auto-contrôle)

Si le CPG se met en marche mais que l'affichage normal n'apparaît pas, procédez comme suit :

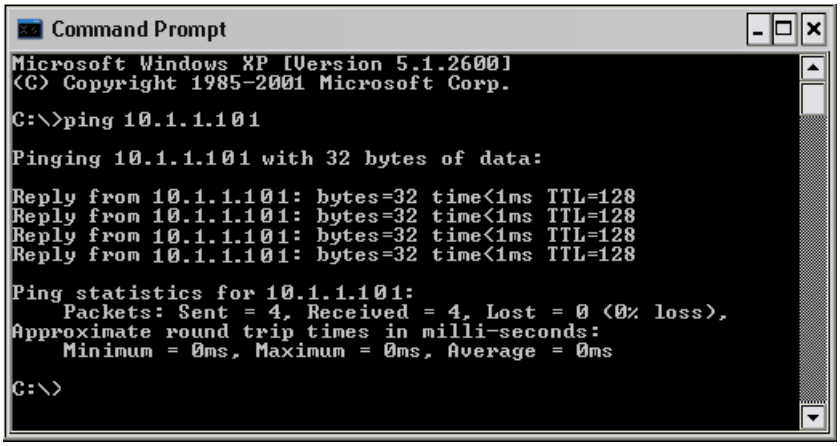
1. Mettez le CPG **hors tension**. Attendez une minute, puis mettez le CPG **sous tension**.
2. Si le CPG ne revient pas à la normale, notez les messages qui apparaissent à l'écran, et contactez le service après-vente Agilent.



Le PC ne parvient pas à établir de communication avec le CPG

- Procédez à un test **Ping**

  La commande MS-DOS **ping** permet de contrôler les communications dans une connexion TCP/IP. Pour l'utiliser, ouvrez la fenêtre d'invite de commandes. Saisissez **ping**, suivi d'une adresse IP. Par exemple, si l'adresse IP est 10.1.1.101, saisissez **ping 10.1.1.101**. Si les communications du réseau local fonctionnent correctement, la réponse affichera un message de succès. Par exemple :



Si le test Ping a réussi, vérifiez la configuration du logiciel.

Si le test ping a échoué, procédez comme suit :

- Vérifiez le câblage du réseau local.
- Vérifiez l'adresse IP, le masque de sous-réseau et les adresses de passerelle.
- Vérifiez que le câble croisé pour la communication directe entre le CPG et l'ordinateur est installé.

Pour mettre à jour le microprogramme du CPG, vous devez utiliser les Utilitaires d'instrument Agilent ou le logiciel Agilent Lab Advisor.

7
Recherche de fuites

Conseils pour la recherche de fuites 86
Rechercher les fuites externes 87
Rechercher les fuites au niveau du CPG 89
Fuites au niveau des raccords de flux capillaire 90

Conseils pour la recherche de fuites

Lorsque vous recherchez des fuites, considérez que le système comporte deux parties : les points de fuite externes et les points de fuite au niveau du CPG.

- Les **points de fuite externes** comportent la bouteille de gaz (ou la cartouche de purification de gaz), le régulateur et ses raccords, les vannes d'arrêt de l'alimentation et les connexions aux raccords d'alimentation du CPG.
- Les **points de fuite du CPG** comportent les injecteurs, les détecteurs, les connexions des colonnes, les connexions des vannes et les connexions entre les modules de régulation et les injecteurs/détecteurs.

AVERTISSEMENT **L'hydrogène (H_2) est inflammable et risque d'exploser en présence d'air dans un espace fermé (par exemple, un débitmètre). Purgez les débitmètres avec un gaz inerte, le cas échéant. Mesurez toujours les gaz séparément. Eteignez toujours les détecteurs afin d'éviter les flammes ou l'auto-allumage de la buse.**

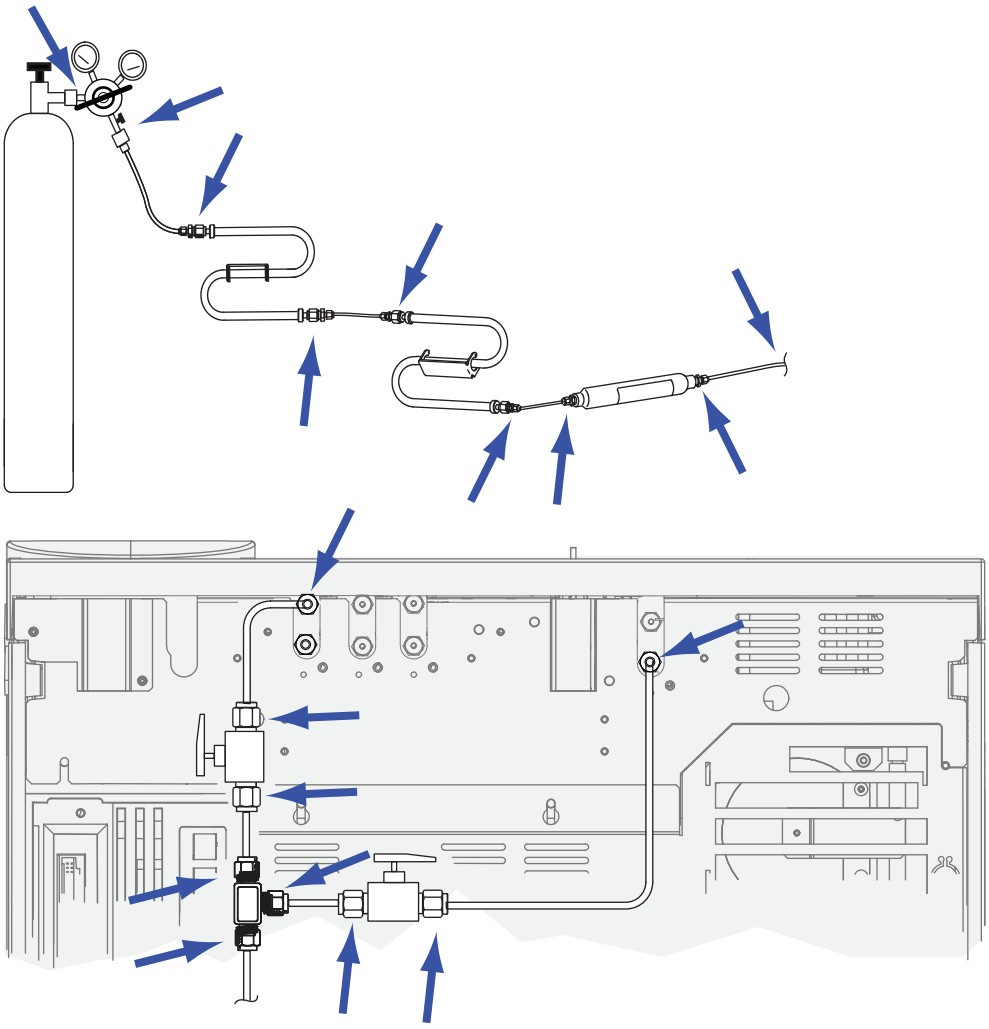
AVERTISSEMENT **Des gaz d'échantillon dangereux peuvent être présents.**

---

1. Munissez-vous des éléments suivants :
   - Un détecteur de fuites électronique conçu pour détecter le type de gaz
   - Des clés de 7/16-po, 9/16-po et 1/4-po pour serrer les raccords Swagelok et de colonne.
2. Contrôlez tous les points de fuite potentiels associés à des opérations de maintenance réalisées récemment.
3. Vérifiez les raccords et les connexions du CPG soumises à des cycles thermiques : ceux-ci ont tendance à provoquer le desserrage de certains types de raccord. Utilisez le détecteur de fuites électronique pour rechercher si un raccord présente une fuite.
   - Commencez par les dernières connexions mises en place.
   - N'oubliez pas de vérifier les connexions des conduites d'alimentation en gaz après avoir remplacé des pièges ou des bouteilles de gaz.

Rechercher les fuites externes

Recherchez les fuites au niveau des connexions suivantes :



- Les raccords des passages étanches de l'alimentation en gaz
- Les raccords de la bouteille de gaz
- Les raccords du régulateur
- Les pièges
- Les vannes d'arrêt
- Les raccords en-T

Effectuez un test à basse pression.

1 Mettez le CPG hors tension.

2 Réglez la pression du régulateur sur 415 kPa (60 psi).

3 Tournez complètement le volant du régulateur dans le sens contraire des aiguilles d'une montre pour fermer la vanne.

4 Attendez 5 min. Si la baisse de pression est mesurable, il y a une fuite dans les connexions externes. L'absence de baisse de pression signifie qu'il n'y a pas de fuite au niveau des connexions externes.

Rechercher les fuites au niveau du CPG

Recherchez les fuites au niveau des connexions suivantes :

- Septum de l'injecteur, tête de septum, manchon, le piège de fuite, la ligne de piège de fuite et les raccords de mise à l'air de purge
- Les connexions des colonnes aux injecteurs, aux détecteurs, aux vannes, aux diviseurs et aux dispositifs Union
- Les raccords en provenance des modules de régulation vers les injecteurs, les détecteurs et les vannes
- Les raccords de colonne
- Les raccords des flux capillaires Agilent

Fuites au niveau des raccords de flux capillaire

Une fuite au niveau des raccords de flux capillaire indique généralement que le serrage du raccord a été exagéré. Ne le serrez pas plus, sauf s'il est visiblement desserré. Démontez plutôt la connexion, coupez l'extrémité de la colonne et installez-la à nouveau. (Voir Fixer une colonne capillaire à l'aide de raccords en métal SilTite.)

Inspectez également la plaque et la connexion à la recherche d'une pointe de colonne brisée.

AVERTISSEMENT **Attention ! Le four, l'injecteur et/ou le détecteur peuvent être à une température suffisamment élevée pour provoquer de graves brûlures. Si le four, l'injecteur ou le détecteur sont chauds, portez des gants thermorésistants pour protéger vos mains.**

8
Tâches de dépannage

Mesure du flux dans une colonne 92
Mesure du flux de fuite ou de la purge du septum 96
Mesure du flux dans un détecteur 98
Lancer l'auto-contrôle du CPG 102
Réglage du Lit Offset du DIF 103
Vérifier que la flamme du DIF est allumée 104
Vérification du fonctionnement du briquet pendant la séquence d'allumage 105
Mesure du courant de fuite du DIF 106
Mesure de la sortie de la ligne de base du DIF 107
Mesure du courant de fuite du NPD 108
Vérifier que la buse du NPD est allumée 109
Vérifier que la flamme du FPD est allumée 110
Réglage du Lit Offset du FPD 111

Mesure du flux dans une colonne

Mesure de flux dans une colonne de DIF, TCD, µECD et FPD

La procédure qui suit permet de mesurer le flux de colonne dans un DIF, un TCD, un µECD ou un FPD.

AVERTISSEMENT **L'hydrogène (H_2) est inflammable et risque d'exploser en présence d'air dans un espace fermé (par exemple, un débitmètre). Purgez les débitmètres avec un gaz inerte, le cas échéant. Mesurez toujours les gaz séparément. Eteignez toujours les détecteurs afin d'éviter les flammes ou l'auto-allumage de la buse.**

AVERTISSEMENT **Attention ! Le détecteur peut être à une température suffisamment élevée pour provoquer de graves brûlures. Si le détecteur est chaud, portez des gants thermorésistants pour protéger vos mains.**

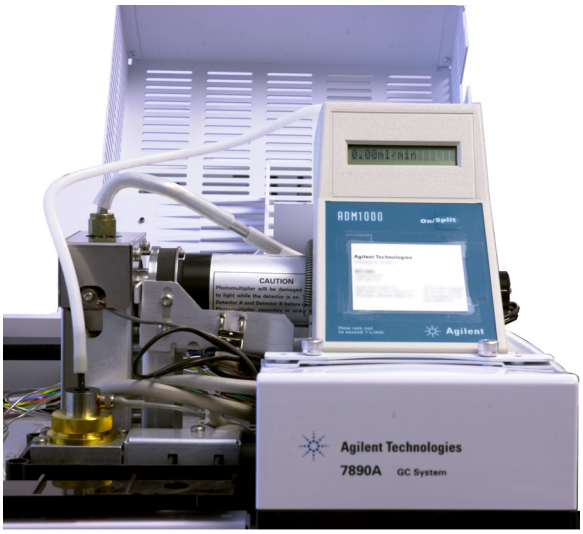
1 Munissez-vous des éléments suivants :
   - Tube de raccord de débitmètre approprié (fourni avec le CPG)
   - Débitmètre électronique étalonné pour les gaz et les flux concernés
2 Mettez le détecteur hors tension.
3 Coupez le flux dans le détecteur.
4 Connectez le raccord approprié au système d'évacuation du détecteur.

NOTE Les diamètres des tubes des débitmètres varient selon les modèles ; modifiez l'adaptateur selon le conduit du débitmètre.

Un tube de raccord en caoutchouc de 1/8 po connecté directement au système d'évacuation du µECD ou du TCD.

Un raccord distinct (19301-60660) est fourni pour le DIF. Insérez le raccord dans le système d'évacuation du détecteur, aussi loin que possible. Vous sentirez une résistance lorsque le joint torique du raccord est poussé dans le système d'évacuation du détecteur. Faites tourner le raccord en le poussant pendant que vous l'insérez afin de garantir une bonne étanchéité.

Pour le FPD, retirez le conduit en plastique de la sortie du FPD et raccordez le débitmètre directement au tube de mise à l'air du FPD. Si nécessaire, utilisez un tube de raccord de ¼ de pouce entre le système d'évacuation du détecteur et le conduit du débitmètre.



5 Connectez le débitmètre à son raccord pour mesurer les débits.

Mesure du flux de colonne d'un NPD

1 Munissez-vous des éléments suivants :

- Outil de raccord de débitmètre pour NPD (G1534-60640)

- Insert pour mesure de flux (19301-60660)
- Débitmètre électronique étalonné pour les gaz et les flux concernés

2 Réglez la tension de la buse sur 0,0 V.

3 Diminuez la température du NPD jusqu'à 100 °C.

AVERTISSEMENT **Attention ! Le détecteur peut être à une température suffisamment élevée pour provoquer de graves brûlures. Si le détecteur est chaud, portez des gants thermorésistants pour protéger vos mains.**

4 Démontez la buse et rangez-la avec précaution jusqu'à ce qu'elle soit remontée.

5 Insérez l'outil de raccord de débitmètre pour NPD dans le collecteur du NPD.

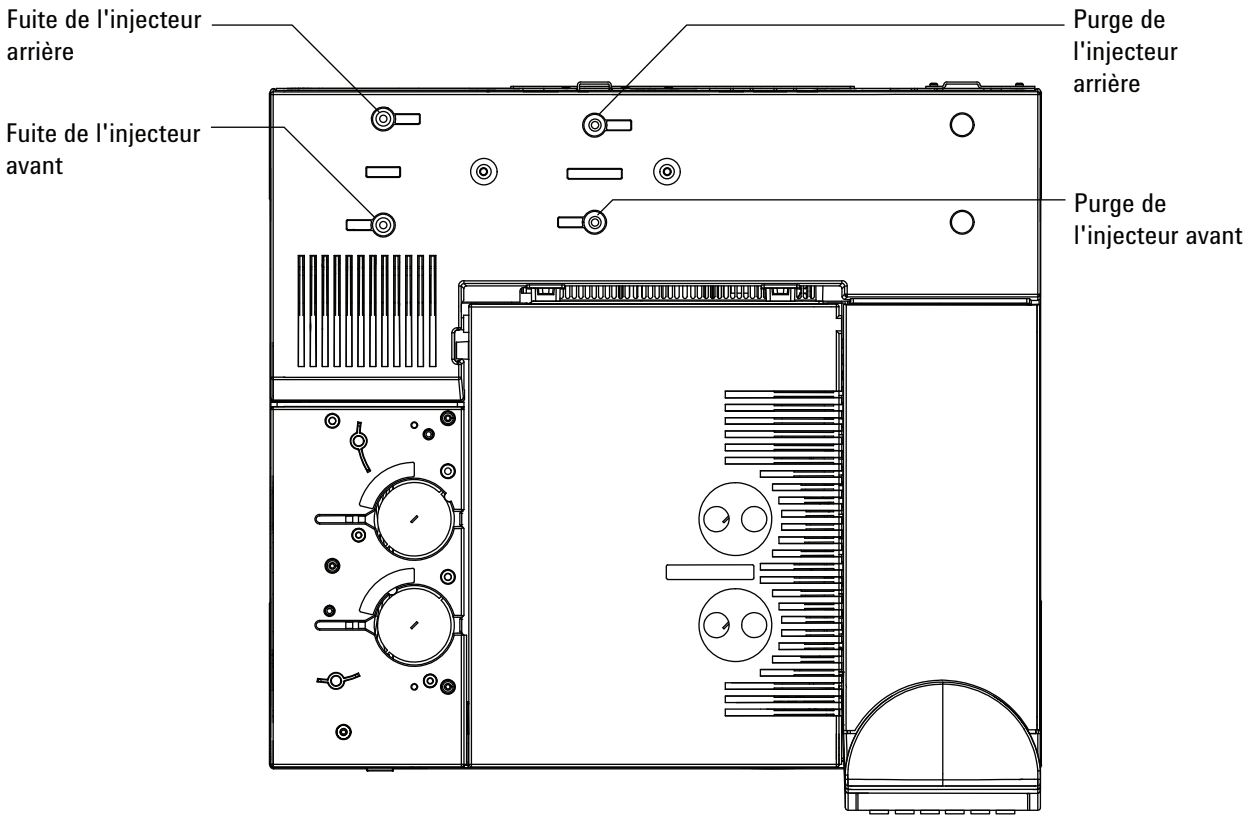
6 Attachez l'insert pour mesure de flux à l'outil de raccord de débitmètre pour NPD.

7 Placez la conduite du débitmètre sur l'insert pour mesure de flux et commencez la mesure des flux.

Mesure du flux de fuite ou de la purge du septum

AVERTISSEMENT **L'hydrogène (H_2) est inflammable et risque d'exploser en présence d'air dans un espace fermé (par exemple, un débitmètre). Purgez les débitmètres avec un gaz inerte, le cas échéant. Mesurez toujours les gaz séparément. Eteignez toujours les détecteurs afin d'éviter les flammes ou l'auto-allumage de la buse.**

Les flux de fuite et de purge du septum sont évacués par le module pneumatique situé à l'arrière de la partie supérieure du CPG. Voir la figure ci-dessous.



Pour mesurer les flux de fuite et de purge du septum, connectez le débitmètre au tube approprié. Démontez le couvercle de la partie pneumatique du CPG pour accéder aux systèmes d'évacuation arrière de l'injecteur.

- La ligne de fuite possède un raccord fileté Swagelok de 1/8-po. Fabriquez et utilisez un tube de raccord de 1/8-de pouce (voir ci-dessous) afin de convertir le raccord fileté de 1/8-de pouce en un tube de 1/8-de pouce. Ce système empêche la formation de fuites entre la conduite en caoutchouc du débitmètre et le filetage qui engendrerait une mesure incorrecte.

- La purge du septum est un tube de 1/8-po. Utilisez l'adaptateur en caoutchouc rouge (voir figure) pour mesurer les flux.

Mesure du flux dans un détecteur

Mesure du flux dans un DIF, un TCD, un µECD ou un FPD

AVERTISSEMENT **L'hydrogène (H_2) est inflammable et risque d'exploser en présence d'air dans un espace fermé (par exemple, un débitmètre). Purgez les débitmètres avec un gaz inerte, le cas échéant. Mesurez toujours les gaz séparément. Eteignez toujours les détecteurs afin d'éviter les flammes ou l'auto-allumage de la buse.**

1 Munissez-vous des éléments suivants :
   - Tube de raccord de débitmètre approprié (fourni avec le CPG)
   - Débitmètre électronique étalonné pour les gaz et les flux concernés

ATTENTION Pour ne pas endommager la colonne, faites refroidir le four avant d'interrompre le flux dans la colonne.

2 Réglez la température du four sur la température ambiante (35 °C).

3 Interrompez le flux et la pression dans la colonne.

4 Eteignez (le cas échéant) les éléments suivants : la flamme du DIF, la flamme du FPD et le filament du TCD.

5 Faites refroidir le détecteur.

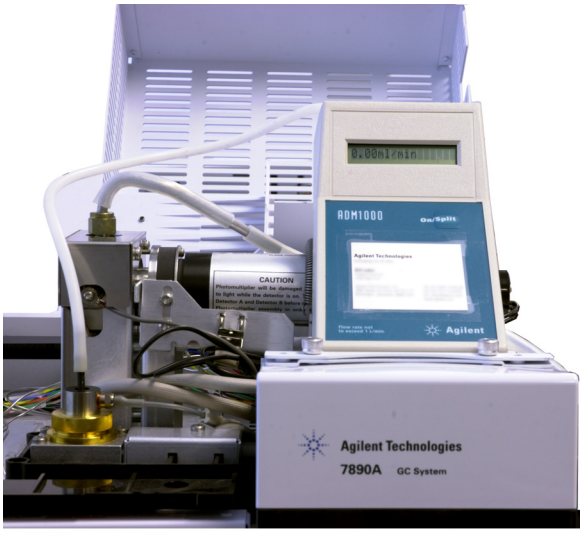
6 Connectez le raccord approprié au système d'évacuation du détecteur.

NOTE Les diamètres des tubes des débitmètres varient selon les modèles ; modifiez l'adaptateur selon le conduit du débitmètre.

Un tube de raccord en caoutchouc se connecte directement au système d'évacuation du µECD ou du TCD.

Un raccord distinct (19301-60660) est fourni pour le DIF. Insérez le raccord dans le système d'évacuation du détecteur, aussi loin que possible. Vous sentirez une résistance lorsque le joint torique du raccord est poussé dans le système d'évacuation du détecteur. Faites tourner le raccord en le poussant pendant que vous l'insérez afin de garantir une bonne étanchéité.

Pour le FPD, retirez le conduit en plastique de la sortie du FPD et raccordez le débitmètre directement au tube de mise à l'air du FPD. Si nécessaire, utilisez un tube de raccord de 1/4 de pouce entre le système d'évacuation du détecteur et le conduit du débitmètre.



7 Raccordez le débitmètre à son adaptateur.

8 Mesurez le débit réel de chaque gaz un par un.

Mesure des flux dans un NPD

1 Munissez-vous des éléments suivants :

- Outil de raccord de débitmètre pour NPD (G1534-60640)

- Insert pour mesure de flux (19301-60660)
- Débitmètre électronique étalonné pour les gaz et les flux concernés

2 Réglez la tension de la buse sur 0,0 V.

3 Diminuez la température du NPD jusqu'à 100 °C.

AVERTISSEMENT **Attention ! Le détecteur peut être à une température suffisamment élevée pour provoquer de graves brûlures. Si le détecteur est chaud, portez des gants thermorésistants pour protéger vos mains.**

4 Démontez la buse et rangez-la avec précaution jusqu'à ce qu'elle soit remontée.

5 Insérez l'outil de raccord de débitmètre pour NPD dans le collecteur du NPD.

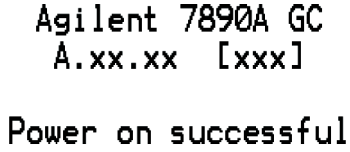
6 Attachez l'insert pour mesure de flux à l'outil de raccord de débitmètre pour NPD.

7 Placez la conduite du débitmètre sur l'insert pour mesure de flux et commencez la mesure des flux.

Lancer l'auto-contrôle du CPG

1 Eteignez le CPG.

2 Attendez 1 minute, puis mettez le CPG en marche. Si l'écran d'état principal du CPG apparaît, le CPG a réussi l'auto- contrôle.



Réglage du Lit Offset du DIF

Réglage du **Lit Offset** du DIF :

1. Appuyez sur **[Config]**.
2. Faites défiler jusque **Front detector** ou **Back detector** (selon l'emplacement de l'installation du détecteur) et appuyez sur **[Enter]**.
3. Faites défiler jusque **Lit offset**. La ligne **Lit offset** étant en surbrillance, saisissez le nouveau paramètre du détecteur et appuyez sur **[Enter]**.
4. La valeur Lit offset doit être de ≤ 2,0 pA ou inférieure à la valeur de sortie normale du FID lorsqu'il est allumé.

Vérifier que la flamme du DIF est allumée

Pour vérifier que la flamme du DIF est allumée, tenez un miroir ou une surface réfléchissante au-dessus du système d'évacuation du collecteur. Une condensation régulière indique que la flamme est allumée.

La valeur de sortie du DIF doit être comprise entre 5,0 et 20,0 pA lorsqu'il est allumé et < 2,0 pA s'il ne l'est pas.

Vérification du fonctionnement du briquet pendant la séquence d'allumage

AVERTISSEMENT **Ne restez pas à proximité de la cheminée du DIF pendant que vous effectuez cette tâche. Si vous utilisez de l'hydrogène, la flamme du DIF ne sera pas visible.**

1. Démontez le capot supérieur du détecteur.
2. Allumez la flamme du DIF.
3. Observez le briquet à travers la cheminée du DIF. Le petit orifice devrait luire durant la séquence d'allumage.

Mesure du courant de fuite du DIF

1. Chargez la méthode analytique.
   - Vérifiez que les flux sont appropriés pour l'allumage.
   - Chauffez le détecteur à la température d'utilisation ou à 300 °C.
2. Eteignez la flamme du DIF.
3. Vérifiez que l'électromètre du DIF est en marche.
4. Appuyez sur **[Front Det]** ou sur **[Back Det]**, puis faites défiler jusqu'à **Output**.
5. Vérifiez que la sortie est constante et < 1,0 pA.

   Si la sortie n'est pas constante ou de > 1,0 pA, éteignez le CPG et contrôlez que la partie supérieure du DIF est montée correctement et qu'il n'y a pas de contamination. Si la contamination est confinée dans le détecteur, procédez au dégazage du DIF.
6. Allumez la flamme.

Mesure de la sortie de la ligne de base du DIF

1. La colonne étant installée, chargez la méthode de vérification.
2. Réglez la température du four sur 35 °C.
3. Appuyez sur **[Front Det]** ou sur **[Back Det]**, puis faites défiler jusqu'à **Output**.
4. Lorsque la flamme est allumée et que le CPG est prêt, vérifiez que la sortie est constante et égale à < 20 pA (cela peut prendre un certain temps).
5. Si la sortie n'est pas constante ou de > 20 pA, le système ou le gaz sont peut-être contaminés. Si la contamination est confinée dans le détecteur, procédez au dégazage du DIF.

Mesure du courant de fuite du NPD

1. Chargez la méthode analytique.
2. Réglez **NPD Adjust Offset** sur **Off** et **Bead Voltage** sur **0.00 V**.
   - Laissez le NPD à la température d'utilisation.
   - Laissez telle quelle la circulation des flux.
3. Appuyez sur **[Front Det]** ou sur **[Back Det]**, puis faites défiler jusqu'à **Output**.
4. Vérifiez que la sortie (courant de fuite) est constante et < 1,0 pA.
5. La sortie devrait passer lentement à 0,0 pA, puis se stabiliser dans les *dixièmes* de picoampères. Un courant de > 2,0 pA indique qu'il y a un problème.

Vérifier que la buse du NPD est allumée

AVERTISSEMENT **Présence de gaz chauds ! Les gaz évacués par le détecteur sont chauds et peuvent provoquer des brûlures.**

Pour vérifier que la buse est allumée, regardez à travers l'orifice de mise à l'air sur le couvercle du détecteur et contrôlez que la buse luit d'une couleur orange.

La sortie du NPD est sélectionnée par l'opérateur dans le cadre du processus de réglage du décalage et est généralement comprise entre 5,0 et 50,0 pA.

Vérifier que la flamme du FPD est allumée

Pour vérifier que la flamme du FPD est allumée, procédez comme suit :

1. Retirez le tube d'écoulement en caoutchouc de la mise à l'air du détecteur.
2. Tenez un miroir ou une surface lisse près du tube d'évacuation en aluminium. Une condensation régulière indique que la flamme est allumée.

Réglage du Lit Offset du FPD

Réglage du **Lit Offset** du FPD :

1. Appuyez sur **[Config]**.
2. Faites défiler jusque **Front detector** ou **Back detector** (selon l'emplacement de l'installation du détecteur) et appuyez sur **[Enter]**.
3. Faites défiler jusque **Lit offset**. La ligne **Lit offset** étant en surbrillance, saisissez le nouveau paramètre du FPD (une valeur typique est 2,0 pA) et appuyez sur **[Enter]**.

AVERTISSEMENT **Attention ! Le four, l'injecteur et/ou le détecteur peuvent être à une température suffisamment élevée pour provoquer de graves brûlures. Si le four, l'injecteur ou le détecteur sont chauds, portez des gants thermorésistants pour protéger vos mains.**

8 Tâches de dépannage