Module de commande Série Agilent 1100

6

0

Enter

Manuel utilisateur



F3

FI

Esc

F2

**Agilent Technologies** 

FS

F4

C\_D

© Copyright Agilent Technologies 2000

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

N° de publication G1323-93006

Troisième édition

Imprimé en Allemagne.

#### Garantie

Le contenu de ce document peut être modifié sans préavis.

Agilent Technologies n'accorde aucune garantie de quelque nature que ce soit concernant ce matériel, y compris, mais non limité aux garanties implicites ou le caractère marchand et l'adéquation à un but particulier.

Agilent Technologies ne saurait être tenue pour responsable des erreurs contenues dans ce document ou des dommages directs ou indirects liés à la fourniture, la performance ou l'utilisation de ce matériel.

#### AVERTISSEMENT

Pour tout ce qui touche à la sécurité, voir Informations relatives à la sécurité page 174

Symbole d'avertissement utilisés dans ce manuel



L'appareil présente ce symbole quand l'utilisateur doit se référer au mode d'emploi, pour prévenir tout risque de blessure de l'opérateur et pour protéger l'appareil contre toute détérioration.

Agilent Technologies Hewlett-Packard-Strasse 8 76337 Waldbronn Allemagne Module de commande Série Agilent 1100

Manuel utilisateur

# Contenu de ce manuel

Ce manuel décrit le fonctionnement des modules et systèmes de la Série Agilent 1100 pour CLHP, à l'aide du module de commande, illustré ci-contre. Le module de commande permet de commander et de superviser un module individuel ou un système Série Agilent 1100 complet. Il n'effectue pas d'évaluation de données. Il vous permet d'exécuter diverses tâches CLHP, telles que : préparation et injection automatisées d'échantillons, analyses isocratiques, de gradients et à méthodes multiples.

Autres manuels disponibles :

Chaque module CLHP est fourni avec un *Manuel de référence* qui décrit l'installation, le dépannage, la réparation, les pièces et le principe de fonctionnement.

Le module de commande est fourni avec les éléments suivants :

- Manuel utiliateur,
- Guide succinct du logiciel,
- Manuel de vérification des performances,
- Système d'informations en ligne.



#### Contenu de ce manuel

Partie 1 "Utilisation du module de commande Série Agilent 1100" décrit le module de commande, ses caractéristiques et ses fonctionnalités.

Partie 2 "Utilisation des modules Série Agilent 1100" décrit comment utiliser les modules CLHP individuels pour effectuer des analyses isocratique, en gradient et multiflacon à l'aide d'une ou plusieurs méthodes.

Partie 3 "Utilisation du système CLHP Série Agilent 1100 avec le module de commande" décrit comment effectuer des analyses isocratique, en gradient et multiflacon à l'aide d'une ou plusieurs méthodes.

### Partie 1 Utilisation du module de commande Série Agilent 1100

#### 1 Module de commande de la Série Agilent 1100

*Présentation du module de commande de la Série Agilent 1100* 15

caractéristiques du module de commande 16 Touches du module de commande 18 Logiciel du module de commande 23 Versions du module de commande 31

#### 2 Utilisation du module de commande

*Comment utiliser le module de commande de la Série Agilent 1100 33* 

Installation du module de commande 34 Fonctions générales 35 Diagnostics 37 Insertion et retrait des cartes PC 38 Utilisation des méthodes 39 Programmation dans le temps 45 Automatisation des analyses 46 Affichage graphique des données 48 Journaux 51 Impression des écrans 53 Raccordement des périphériques 55 Microprogramme 58

Mise à jour du microprogramme du module de commande 59 mise à jour des microprogrammes des modules CLHP. 60 Coexécution avec la ChemStation Agilent 65

#### Partie 2 Utilisation des modules Série Agilent 1100

#### 3 Utilisation de la pompe

Détails d'utilisation des systèmes de pompage de la Série Agilent 1100 69

Mise en route et arrêt de la pompe 70 Configuration des paramètres de la pompe 71 Purge de la pompe 72 Procédure de purge 73 Réglage de la compressibilité 74 Réglage du volume de course du piston 76 Arrêt automatique 77 Diagnostic de la pompe 78 Examen du journal de la pompe / limites EMF de la pompe 79 Réinitialisation de la pompe 80 Réinitialisation des réglages de la pompe 81

#### 4 Utilisation du dégazeur

Détails d'utilisation du dégazeur à vide de la Série Agilent 1100 83 Démarrage du dégazeur 84 Elimination des bulles de gaz 84 Changement de solvant 85

#### 5 Utilisation du passeur automatique d'échantillons

Détails d'utilisation du passeur automatique d'échantillons Série Agilent 1100 87

Configuration du passeur automatique d'échantillons 88 Configuration des paramètres du passeur 89 Alignement du bras d'injection / des pinces 92 Consultation du journal du passeur automatique d'échantillons / des limites EMF 93 Réinitialisation du passeur automatique d'échantillons 94 Diagnostic du passeur 95

#### 6 Utilisation de la vanne d'injection manuelle

Détails d'utilisation de la vanne d'injection manuelle de la Série Agilent 1100 97

A propos de la vanne d'injection 98 Effectuer une injection 99 Remplissage complet de la boucle d'échantillonnage 100 Remplissage partiel de la boucle d'échantillonnage 101 Quelle quantité d'échantillon est effectivement injectée ? 102 De quelle quantité d'échantillon ai-je besoin ? 103 Procédure alternative de remplissage de la boucle 104

### 7 Utilisation des détecteurs

Détail de fonctionnement des détecteurs à longueur d'onde variable(VWD), à longueurs d'onde multiples (MWD), à indice de réfraction (RID), à fluorescence (FLD) et à barrette de diodes (DAD) de la Série Agilent 1100. 105

Allumage et extinction de la lampe 106Saisie des réglages 107 Réinitialisation de la ligne de base 109Configuration du détecteur 110 Diagnostic du détecteur 111 Examen du journal du détecteur 112 Réinitialisation du détecteur 113 Routine d'allumage de la lampe (VWD seulement) 114 Configuration de la voie analogique de sortie. 115

## 8 Utilisation du compartiment à colonnes

Détails d'utilisation du compartiment à colonnes thermostaté de la Série Agilent 1100 117

Allumage et extinction du compartiment à colonnes 118 Configuration des paramètres 118 Configuration du compartiment à colonnes 119Configuration du module ID colonne 120 Sélection du mode séparé ou combiné 121 sélection de la vanne de commutation de colonne (option) 121 Diagnostics du compartiment à colonnes 122 Examen du journal du compartiment à colonnes 122 Examen du journal des ID colonnes 123 Réinitialisation du compartiment à colonnes 123

# Partie 3 Utilisation du système CLHP Série Agilent 1100 avec le module de commande

#### 9 Exécution d'une analyse isocratique

Comment analyser l'échantillon étalon isocratique HP en utilisant une analyse d'injection simple 127

Ce qu'il vous faut 128 Préparation du système CLHP 129 Entrée des paramètres 130 enregistrement des réglages dans une méthode 132 Observation du chromatogramme 133 Démarrage de l'analyse 135

#### 10 Exécution d'une analyse avec gradient

Comment analyser l'échantillon étalon isocratique HP en utilisant une analyse avec gradient 137

Ce qu'il vous faut 138 Préparation du système CLHP 139 Entrée des paramètres 140 enregistrement des réglages dans une méthode 143 Observation du chromatogramme 144 Démarrage de l'analyse 146

## 11 Exécution d'analyses à injections multiflacon (séquence)

Comment préparer des injections multiflacon en utilisant la même méthode et des méthodes differentes 147

Analyse d'injections multiflacon par la même méthode 148 Analyse d'injections multiples par différentes méthodes 149 Séquence d'étalonnage à un seul point 151 Séquences d'étalonnage multipoint 153 Réétalonnage avec le même groupe d'étalons 154 Réétalonnage avec des groupes d'étalons multiples 156 Synchronisation des analyses avec des dispositifs externes 160

#### 12 Exécution d'un programme d'injection

Comment créer un programme d'injection 165

Création d'un programme d'injection 166 Saisie des réglages du programme d'injection 167 Enregistrement de la méthode 169 Informations relatives à la sécurité 174 Perturbations radioélectriques 176 Agilent Technologies sur l'Internet 176

# Partie 1

- 1 Module de commande de la Série Agilent 1100 15
- **2** Utilisation du module de commande 33

Utilisation du module de commande Série Agilent 1100

# 1

# Module de commande de la Série Agilent 1100

Présentation du module de commande de la Série Agilent 1100

# caractéristiques du module de commande

Le module de commande permet de diriger et de superviser un module individuel ou un système Série Agilent 1100 complet. Il procure un accès aisé à toutes les fonctions, à tous les paramètres et tous les réglages ; vous pouvez configurer les différents canaux de communication avec les autres périphériques afin de pouvoir traiter facilement les données acquises.

- Installez toute configuration souhaitée des modules de la série Agilent 1100. Le logiciel du module de commande détecte tous les matériels présents sur votre système de CLHP et configure son écran en fonction de la configuration trouvée.
- Saisissez les paramètres de réglage de chaque matériel, réinitialisez, activez ou désactivez chaque matériel, effectuez étalonnages et configurations de manière intuitive et conviviale.
- Définissez les analyses automatiques, y compris les méthodes, les tables d'événements, la programmation de l'injecteur, les séquences de la méthode et les paramètres de l'étalonnage automatique avec le module de commande.
- Protégez votre méthode de toute modification involontaire au clavier en utilisant la protection de méthode.
- Utilisez des cartes PC pour enregistrer et transférer les méthodes et séquences entre systèmes Agilent 1100.
- Suivez tout le processus et les erreurs éventuelles grâce aux journaux mis à jour automatiquement.
- Utilisez le système d'information contextuelle en ligne pour accéder à des informations détaillées sur tous les sujets.
- Utilisez la caractéristique contextuelle des fonctions relatives aux menus pour accélérer l'accès à ces fonctions.
- Pour vous aider à vous mettre en conforme avec les Bonnes Pratiques de Laboratoire (BPL), vous pouvez choisir parmi un grand nombre de modules de tests vous permettant de vérifier les performances de votre système CLHP.
- Les valeurs à ne pas dépasser (limites) du système de maintenance

Module de commande de la Série Agilent 1100 caractéristiques du module de commande

prédictive (early maintenance feedback - EMF) peuvent être utilisées pour planifier la maintenance.

- Affichez les données sous forme graphique avec la fonction Plot qui permet de suivre trois tracés simultanément.
- Imprimez les résultats sur une imprimante compatible PCL3 connectée sur le port RS 232 du module Agilent 1100.

# Touches du module de commande

Figure 1

Module de commande de la Série Agilent 1100



elles permettent de sélectionner des réglages, des valeurs ou des caractères alphabétiques

#### REMARQUE

une description rapide des touches principales, du produit et de sa référence est placée à l'arrière du module de commande. L'affichage comporte différents boutons de menu [F1-F5] (partie inférieure) ou boutons de fonction [F6-F8] (partie droite) auxquels on accède par la touche de navigation (pour les menus) ou d'Action (pour les fonctions) appropriée.

# **REMARQUE**Dans ce contexte, l'expression "bouton" se rapportera toujours à un menu ou<br/>une fonction affiché(e) sur l'écran tandis que l'expression touche se<br/>rapportera toujours à une touche physique du clavier. La touche<br/>correspondant à un bouton donné est indiquée entre crochets [F1-F8]

## Touche i (info) - système d'information en ligne

Le système d'information en ligne apporte un moyen rapide et pratique de consulter les informations relatives à l'action que vous effectuez ou aux possibilités ou écrans qui vous intéressent. Le système d'information en ligne apporte une information contextuelle c'est-à-dire dépendante de l'élément sélectionné ou de l'action en cours.

Vous pouvez accéder au système d'information en ligne à l'aide de la touche i (info) du clavier du module de commande.

Les mots soulignés signalent la présence d'un niveau supplémentaire d'information. En appuyant sur la touche Enter, vous pouvez afficher des écrans d'informations spécifiques sur le mot souligné.

Lorsque que le mot est souligné de manière discontinue, cela signifie qu'il existe une définition de ce mot. En appuyant sur la touche Enter, vous pouvez afficher une petite incrustation contenant les informations. Pour supprimer cette incrustation, appuyez sur la touche Enter.

- Pour quitter le système d'informations en ligne, appuyez sur la touche Esc.
- Pour savoir quels sont les autres sujets d'information disponibles, sélectionnez le bouton de recherche Search [F8]. Vous pourrez alors choisir entre le sommaire et l'index.

Module de commande de la Série Agilent 1100 Touches du module de commande



#### Système d'information en ligne - Sommaire



- Pour accéder aux écrans suivants, comportant les informations relatives à l'écran actuellement sélectionné, choisissez le bouton contexte Related [F7].
- Pour retourner à l'écran d'information précédent utilisez le bouton précédent Previous [F6].

#### Touche m (menu)

Vous pouvez utiliser la touche m (menu) du clavier du module de commande pour accéder à certaines fonctions spécifiques rapidement où que vous soyez dans le logiciel. Par exemple depuis le sommaire (Table of Contents) vous pouvez accéder à la fonction d'impression. A partir d'autres écrans, vous pouvez sélectionner facilement le redémarrage (Restart) ou les fonctions par défaut ou un schéma explicatif. Utilisez la touche Esc pour sortir du menu. Consultez le guide de référence rapide pour connaître le contenu des menus contextuels. Dans la Figure 3, l'écran Analyses montre les menus contextuels. Les options offertes dépendent du paramètre actif au moment de l'appel du menu contextuel.



#### Figure 3 Menus contextuels de l'écran Analyses (Analysis)

#### **Touche Esc**

La touche Esc (Echappement ou Escape) vous permet de quitter la fenêtre ou l'écran en cours et de retourner à la fenêtre ou l'écran précédent.

Si vous êtes dans l'un des écrans principaux, vous pouvez utiliser la touche Esc pour aller et venir entre l'écran en cours et le précédent.

Si vous étiez dans un champ de saisie, la touche Esc vous permet de retrouver la valeur précédente de ce champ.

#### **Touche Enter**

La touche Enter (Entrée) sert à accepter la saisie ou l'action en cours Si vous êtes en train de saisir dans un champ, la touche Enter valide la saisie et vous permet d'accéder au champ de saisie suivant. Dans ce cas, l'action est identique à celle de la touche de direction droite.

#### Touches de navigation

Ces 5 touches [F1 - F5] permettent de naviguer d'un menu à l'autre. A l'intérieur de ces menus, on peut définir les paramètres qui s'y rapportent et accéder à des fonctions spécifiques. Les touches de navigation correspondent toujours à un bouton affiché au dessus sur l'écran. Les menus auxquels on accède par ces boutons varient d'un écran à l'autre. Dans certains cas ils font apparaître une liste déroulante. Elle permet d'effectuer le choix nécessaire à la poursuite de l'exécution du programme.

### Touches d'action

Les 3 touches d'action [F6-F8] déclenchent diverses fonctions. Les fonctions exécutées dépendent de l'écran dans lequel vous vous trouvez.

## Touches de sélection

Les touches de sélection (flèches vers le haut et vers le bas) vous permettent de parcourir les listes déroulantes. Elles permettent aussi de faire varier le paramètre affiché dans certains champs de saisie ou d'entrer des caractères alphanumériques.

## Touches de direction

Les touches de direction (flèches droite et gauche) permettent de se déplacer dans les différents champs de saisie.

## Touches numériques/alphanumériques

Ces touches permettent d'entrer des valeurs numériques dans les champs de saisie. Dans certains champs, il est aussi possible d'entrer des caractères alphabétiques, on utilise pour cela les touches numériques/alphanumériques. En les actionnant plusieurs fois de suite, on modifie la valeur en cours comme illustré par la Figure 4.

Figure	4
- igui v	

#### Clavier du module de commande



# Logiciel du module de commande

#### Interface utilisateur du module de commande

Dans sa configuration de base, le module de commande comprend au moins trois écrans principaux ; il s'agit des écrans d'analyse (Analysis), des états (Status) et système (System). vous pouvez vous déplacer d'un écran à l'autre grâce au bouton des des vues (views) [F5]. Si votre système comporte un passeur automatique d'échantillons, un quatrième écran appelé Echantillons (Samples) est accessible. Un autre écran important est l'écran des Graphes (Plot) auquel on accède par l'un ou l'autre des boutons d'action [F6-F8] selon l'écran de départ.

#### Figure 5 Ecrans principaux du module de commande



Ces écrans permettent d'accéder aux autres menus. Lorsque l'on sélectionne certains menus à l'aide d'une touche de navigation, le système affiche un menu déroulant avant de continuer. Afin de pouvoir aller plus loin, vous devez alors effectuer un choix au moyen des touches de sélection (flèches vers le haut et vers le bas) ou en sélectionnant directement le numéro correspondant avec les touches numériques/alphanumériques. Cette dernière solution est généralement plus rapide. Dans la plupart des cas, ces menus déroulants permettent de choisir entre différents modules du système ou s'il s'agit du bouton des vues[F5], entre différents écrans.

#### Ecran d'analyse

L'écran Analyses (Analysis) permet d'accéder à tous les réglages analytiques CLHP. Les réglages les plus courants sont affichés avec leurs valeurs définies et réelles correspondantes. L'espace d'affichage étant limité vous verrez seulement une sélection des paramètres importants. La mise en page de l'écran dépend des modules présents sur le système et de la sélection de modules effectués par l'opérateur dans le dialogue de définition des vues accessibles par la touche m (le nombre maximal de modules visibles est de 4 pour cet écran). Les réglages les moins utilisés de la méthode en cours Module de commande de la Série Agilent 1100 Logiciel du module de commande

apparaissent sur les écrans suivants auxquels on accède par le bouton des Réglages [F1]. Les valeurs affichées sont les valeurs réelles constamment remises à jour.



Informations affichées sur l'écran Analyses



Cet écran ouvre l'accès à :

- Réglages tous les réglages du système analytique CLHP et de ses modules,
- Timetable réglages programmables dans le temps,
- Method fonctions de gestion des méthodes (chargement, sauvegarde, suppression),
- Sequence analyses de méthodes multiples, et
- Vues autres écrans : Echantillons (Samples) (accès facile aux flacons), Etat (Status) (paramètres les plus importants pendant l'analyse) et

#### Module de commande de la Série Agilent 1100 Logiciel du module de commande

Système (commande, configuration, tests et enregistrements)

Le bouton Démarrer/arrêter [F8] démarre ou arrête une analyse simple ou à injections multiples.

Le bouton Marche/arrêt [F7] permet de mettre en marche ou d'arrêter la pompe, la lampe du détecteur, le chauffage et le compartiment à colonne thermostaté.

Le bouton Graphes (Plot) [F6] permet d'accéder directement à l'écran des graphes où tous les paramètres importants peuvent être affichés sous forme graphique. Il est possible d'afficher plusieurs paramètres simultanément.

La touche m (menu), lorsqu'elle est utilisée dans l'écran Analyses, affiche des menus contextuels qui dépendent du paramètre en cours de saisie (voir la Figure 3, page21).

Le module d'état, en haut à droite de l'écran, et au dessus des bandeaux des modules individuels indique si le système ou le module est prêt ou non. Ready indique que le système est prêt, Ready indique que le système ou le module n'est pas prêt, EREER (ne s'applique qu'aux modules individuels) indique qu'une erreur fatale s'est produite dans le module.

Le schéma suivant montre les fonctionnalités disponibles dans l'écran Analyses pour un système de CLHP comprenant une pompe, un passeur automatique, un compartiment à colonne thermostaté et un détecteur (par exemple : détecteur à longueur d'onde variable, à barrette de diodes (DAD), ou encore à longueurs d'onde multiples).





# Ecran Système (System)

L'écran système donne accès aux réglages moins courants, il permet de vérifier les erreurs, de contrôler, de tester et de consulter le journal d'utilisation du système de CLHP et de ses modules.

Cet écran affiche le journal et l'état du système de CLHP et de ses modules. L'icône EMF (Maintenance prédictive) clignote lorsqu'une limite EMF est dépassée.

Figure 8

Ecran d'informations système

Voyants ma autres modu	rche/arrêt des ules			
Etat actuel				
System	Pulinp 🗹 Temp 🔽 Lamp 🔽	Time 0.0	0 Seq.Wait F	Ready
nReady READY			EMF	
Module Me	essage	Date	Time	Stop
HPLC System Se HPLC System Se Col Comp Cc DA Detector Pa Col Comp Pa	quence wait 0.30 min quence started blumn switching valve column 1 arameter changed arameter changed	NFD 12/2 NFD 12/2 NFD 12/2 NFD 12/2 NFD 12/2	15:05:03 15:05:03 15:04:55 15:04:58 15:04:58 15:04:55 <sub>0</sub>	V↔X On/Off
Control	Configure Tests	Records	Ana	lysis

Journal système affiche tous les messages provenant de tous les modules avec la date et l'heure

Cet écran ouvre l'accès à :

- la commande du système de CLHP et de ses modules, par exemple : marche/arrêt pompe, marche/arrêt lampe, marche/arrêt chauffage et réinitialisation de l'injecteur (injector reset),
- à la configuration du système CLHP et de ses modules,
- aux tests des modules, et
- aux enregistrements du système CLHP et de ses modules.

Le diagramme suivant montre les fonctionnalités disponibles à partir de l'écran System pour un système CLHP ainsi constitué : pompe, passeur d'échantillons, détecteur à barrette de diodes, détecteur à longueur d'onde variable et compartiment à colonne thermostaté.

## Ecran d'états (Status)

Cet écran affiche de manière claire les paramètres les plus importants du système. Il comprend les paramètres de débit, pression, température de colonne, unités d'absorbance, longueur d'onde de détection, temps écoulé, etc. ; l'affichage dépend de la configuration du système CLHP. Les valeurs affichées sont réactualisées environ toutes les secondes.

Vous pouvez également suivre l'état du système CLHP et de ses modules sur la barre d'état située au sommet de chaque écran. Les données affichées dans la barre d'état sont limitées et varient selon les écrans. L'état de chaque module peut également être affiché. Dans l'écran de réglage approprié, pressez la touche m (menu). Dans le menu contextuel qui s'ouvre sélectionnez Etat (Status).



## Ecran échantillons (Samples)

A partir de cet écran vous aurez un accès facile au plateau d'échantillons. A l'aide de la fonction plage de flacons (Vial Range), vous pouvez spécifier quels flacons analyser et avec quelle méthode. La représentation graphique du plateau permet de voir clairement les flacons choisis. L'option séquence vous permet de commander l'exécution de séquences spécifiques d'analyses que vous avez programmées auparavant. Au cours de l'analyse, vous pouvez voir les échantillons analysés sur la représentation du plateau.

Figure 9 Menus accessibles à partir de l'écran système - structure des menus



Module de commande de la Série Agilent 1100 Logiciel du module de commande



#### REMARQUE

Cet écran n'est pas disponible si aucun passeur d'échantillons n'équipe votre système.

#### Ecran des Graphes (Plot)

L'écran Plot fournit un tracé en ligne. Vous pouvez visualiser divers signaux, selon les modules présents dans le système ; par exemple, un chromatogramme, un signal de pression ou un signal de température.

A partir de l'écran des Graphes, vous pouvez directement utiliser un curseur pour pointer les informations et vous pouvez consulter le temps d'analyse, l'état, la stabilité de la pression, la composition etc.

Avec les touches de direction et de sélection du module de commande, vous pouvez modifier les échelles de la fenêtre des Graphes. Les boutons d'Echelle (rescale) [F7] vous pouvez optimiser les échelles en fonction du signal et des paramètres de gamme.





#### Ecran des graphes (Plot)

# Versions du module de commande

Simultanément à l'introduction du détecteur à longueurs d'onde multiples Agilent 1100 et du détecteur à indice de réfraction Agilent 1100, une nouvelle version du module de commande, référence produit : G1323B, est apparue.

Pour savoir quelle version vous utilisez, vérifiez l'étiquette de référence située à l'arrière de votre module de commande. La version G1323A permet de contrôler les modules Agilent 1100 suivants : détecteur à barrette de diodes (DAD), détecteut à fluorescence, détecteur à longueur d'onde variable, pompes quaternaire, binaire et isocratique, compartiment à colonne thermostaté, passeur automatique d'échantillons et passeur automatique d'échantillons thermostaté.

La version G1323B permet en plus de contrôler les modules : détecteur à indice de réfraction Agilent 1100 et détecteur à longueurs d'onde multiples Agilent 1100 .

Il n'y a pas de différence dans l'interface utilisateur ni dans les autres fonctionnalités.

Module de commande de la Série Agilent 1100 Versions du module de commande

# 2

# Utilisation du module de commande

Comment utiliser le module de commande de la Série Agilent 1100

# Installation du module de commande

#### AVERTISSEMENT Les connecteurs CAN et les connecteurs d'adapteur LAN sont identiques. N'insérez pas les connecteurs LAN dans le CAN, ou viceversa, car le CAN utilise 24 V et pourrait griller la carte LAN.

Raccordez le connecteur CAN (controller area network) du câble du module de commande à l'un des deux connecteurs CAN du chromatographe de la série Agilent 1100.

#### Figure 13 Connexion du connecteur CAN au panneau arrière



# **Fonctions générales**

# Mise sous tension/hors tension du système CLHP et de ses modules

Utiliser le bouton marche/arrêt (On/Off) [F7] de l'écran Analyses pour mettre en marche ou arrêter, soit le système dans son entier, soit chaque module individuellement.

#### Réglage de la date et de l'heure

Vous pouvez définir la date et l'heure à l'aide du menu contextuel (touche m) de l'écran système. Choisissez l'option Date & Time et appuyez sur la touche Enter. Appuyez sur le bouton Définir (Setup) [F6] pour changer le réglage. Appuyez sur le bouton Terminé (Done) [F6] pour confirmer la nouvelle saisie. Vous pouvez également passer par configurer (Configure) puis sélectionner HPLC System. Pressez le bouton Date & Time [F4]. Quand la date et l'heure sont modifiées dans le module de commande, le réglage est automatiquement transféré dans tous les modules raccordés. Dans chaque module, une batterie préserve la date et l'heure. Le module de commande ne possède pas sa propre horloge.

# REMARQUE

A chaque démarrage, les modules synchronisent leur horloge interne. Les horloges peuvent également être synchronisées par un système de données externe comme par exemple la ChemStation Agilent.

#### Réglage du contraste de l'affichage

Depuis l'écran système, choisissez Configurer puis Système CLHP. Appuyez sur Affichage (Display) puis utilisez les touches de sélection pour saisir les valeurs entre 0 et 31 pour régler le contraste en fonction de votre besoin et de l'éclairage ambiant. Appuyez ensuite sur Terminé (Done).

#### Réglage de la vue

Utilisez la touche m de l'écran Analyses et sélectionnez Configuration (Setup) pour définir les modules à afficher dans l'écran Analyses. En choisissant cette option, vous avez la possibilité de choisir les modules qui seront présents sur l'écran Analyses. En utilisant les boutons Supprimer/ Utilisation du module de commande Fonctions générales

Ajouter (Remove/Add) [F7, F8] vous pouvez déplacer les modules de la colonne des Modules Sélectionnés (Selected Modules) à la colonne des Modules disponibles (Available Modules) et vice versa, selon la colonne du module en vidéo inverse.

### Configuration du système CLHP

Dans une large mesure, le système CLHP s'autoconfigure. Il reconnaît automatiquement les modules installés. La configuration de la vue de l'écran Analyses s'adapte automatiquement aux modules présents. Vous pouvez utiliser le bouton Configurer (Configure) [F2] de l'écran système pour configurer les différentes fonctionnalités telles que l'autodémarrage (Autoon) du système ou le chargement (Loading) d'une méthode ou encore le comportement sur erreur (After Error Condition).

Si une erreur survient, vous pouvez configurer le système CLHP pour mettre en oeuvre une méthode particulière ou arrêter le système CLHP en fonction du réglage du comportement sur erreur.
# Diagnostics

Les diagnostics internes permettent de suivre continuellement l'état des modules et d'enregistrer tout événement anormal dans un journal électronique. Un flacon manquant ou une fuite de solvant sont par exemple signalés comme défauts puis enregistrés et datés dans le journal. Le journal se met à jour lui-même, la dernière entrée remplaçant la plus ancienne. Le journal peut être imprimé sur toute imprimante connectée.

## Diagnostic du module de commande

Si votre module de commande ne fonctionne pas correctement, débranchez le connecteur CAN du module, de l'arrière du module Série Agilent 1100 auquel il est relié et rebranchez-le.

Si le problème persiste,

- Coupez l'alimentation de tous les périphériques et ordinateurs, attendez une minute puis redémarrez ou
- essayez de n'utiliser que l'un des modules Série Agilent 1100.

Si le problème persiste, appelez Agilent Technologies.



- 1 Insérez le côté connexion de la carte PC dans l'emplacement du module de commande, le plus profondément possible.
- 2 Passez sur l'écran Analyses, Système ou Echantillons, pressez la touche m et sélectionnez Redémarrer (Restart) pour redémarrer le module de commande.
- **3** Pour retirer la carte PC, appuyez sur le bouton d'éjection sur le côté gauche du module.

**REMARQUE**Utilisez exclusivement des cartes "Flashdisk" ATA de Agilent Technologies ou<br/>SunDisk Corporation, comme par exemple les produits référencés F1215C,<br/>F1013C ou F1014C de Agilent Technologies.

#### Figure 14 Insertion et retrait de la carte PC



# Utilisation des méthodes

Une méthode est constituée d'une suite complète de paramètres d'injection, de séparation et de détection y compris la table d'événements programmés et le programme d'injection. La plage de flacons à injecter ne fait pas partie de la méthode.

Il existe deux types de méthodes :

- La méthode de module. Les paramètres de la méthode sont stockés dans chacun des modules CLHP, et non dans le module de commande. Ainsi stockée, une méthode peut être chargée, modifiée, sauvegardée et exécutée à partir du module de commande.
- La méthode de carte PC. Les paramètres de la méthode sont stockés sur une carte PC. Une telle méthode peut être chargée sur les modules CLHP ou transférée dans un autre système CLHP. Elle ne peut être exécutée directement à partir de la carte PC. La méthode doit d'abord être chargée à partir de la carte PC avant de pouvoir être exécutée. Une fois chargée, la méthode de carte PC devient une méthode de module.

Sauf indication contraire, les sections suivantes concernent les méthodes de module.

## Chargement d'une méthode

Une méthode peut être chargée en utilisant le bouton méthode [F3] à partir de l'écran Analyses ou Echantillons :

- 1 Appelez l'écran Analyses ou Echantillons.
- 2 Choisissez méthode ; les paramètres en cours de la méthode s'affichent.
- 3 Appuyez sur le bouton module [F1].
- 4 Sélectionnez une méthode dans la liste.
- 5 Appuyez sur la touche Enter.

Vous pouvez aussi ouvrir une méthode directement depuis l'écran Analyses au moyen des touches de sélection et en changeant la sélection de la méthode dans la liste.

L'écran de méthode/module affiche toutes les méthodes qui sont enregistrées dans les modules. La date de la dernière modification et une courte

Utilisation du module de commande Utilisation des méthodes

description utilisateur sont associées à chacune de ces méthodes. Aussitôt chargée, une méthode devient la méthode en cours.

Une méthode peut être déclarée partielle. Cela signifie alors qu'il y a une différence entre la configuration réelle et la configuration originale, c'est-àdire que, par exemple, un module a été ajouté ou retiré du système. Une méthode partielle ne peut pas être ouverte en tant que méthode en cours.

## Modification d'une méthode

Vous pouvez modifier une méthode en changeant les paramètres dans les écrans Analyses ou Réglages.

De nombreux réglages couramment utilisés (débit, volume injecté, température de colonne, longueur d'onde, fin d'analyse) peuvent être modifiés à partir de l'écran Analyses. D'autres paramètres moins couramment utilisés, par exemple la vitesse d'éjection peuvent être atteints par le bouton Réglages (Settings) [F1]. ce bouton affiche le menu des réglages qui permet d'accéder à tous les réglages du système CLHP et de ses modules.

Si vous changez un paramètre de méthode, la nouvelle valeur est immédiatement transférée dans le module CLHP. Un astérisque (\*) apparaît dans le coin droit de la ligne d'état pour indiquer que la méthode en cours a été modifiée.

Les paramètres programmables dans le temps peuvent être modifiés à partir de l'écran Table d'événements.

Les paramètres du programme d'injection peuvent être modifiés à l'écran Injector Program appelé à partir de l'écran Autosampler Settings.

## Spécification du nom de la méthode

- 1 Sélectionnez le bouton méthode [F3] dans l'écran Analyses ou Echantillons.
- 2 Sélectionnez le bouton enregistrer sous [F8].
- **3** Appuyez sur la touche de sélection vers le haut pour passer en saisie alphabétique.
- 4 Sélectionnez les caractères numériques ou alphabétiques nécessaires dans la boîte de saisie du nom de la méthode à l'aide des touches de sélection. Les chiffres et le signe moins (-) peuvent être entrés directement.

Utilisation du module de commande Utilisation des méthodes

REMARQUE	Les caractères alphanumériques peuvent également être entrés en utilisant les
	touches 1 à 9 plusieurs fois de suite (par exemple : 1 A B C, 2 D E F, 3 G H I,
	). Voir aussi la Figure 4.

- 5 Déplacez le curseur jusqu'au champ suivant à l'aide de la touche de direction droite et procédez comme ci-dessus étape 4.
- 6 Répétez les étape 4 et 5 jusqu'à ce que vous ayez saisi le nom de la méthode.
- 7 Sélectionnez le bouton Terminé (Done) [F6] pour valider le nom de la méthode.

# **REMARQUE** La touche gauche peut être utilisée pour reculer d'un caractère, la touche droite pour avancer d'un caractère.

# Protection d'une méthode

Pour protéger la méthode en cours :

- 1 Sélectionnez le bouton Méthode [F3] dans l'écran Analyses.
- 2 Sélectionnez Module dans le menu.
- 3 Sélectionnez le bouton Enregistrer sous (Save As) [F8].
- 4 Cochez la case de protection (Protected).
- 5 Sélectionnez le bouton Terminé (Done) [F6].

La méthode est maintenant protégée contre les modifications involontaires. Vous ne pourrez plus modifier la méthode qu'en la déprotégeant, c'est-à-dire en l'enregistrant à nouveau sans protection. Pour obtenir une protection totale, débranchez le module de commande de l'instrument et rangez-le en lieu sûr.

Toutes les modifications de méthodes et de paramètres instrument non autorisées peuvent être retrouvées dans le journal système.

#### Enregistrement d'une méthode

Bien que les méthodes semblent être enregistrées dans le module de commande, en réalité toutes les données concernant les méthodes sont enregistrées dans les divers modules de CPL eux-mêmes. Le module de commande produit une liste de toutes les méthodes disponibles qui peuvent être chargées.

Le nombre de méthodes qui peuvent être enregistrées dépend du nombre de
tables d'événements et de lignes de programmation de l'injecteur déjà
présentes. Globalement, on peut enregistrer une quinzaine de méthodes par
module, chacune contenant environ 50 lignes d'événements programmés. En
fonction des méthodes elles-mêmes, le nombre réel de méthodes que l'on
peut enregistrer peut varier considérablement.

Utilisez des cartes PC afin d'enregistrer autant de méthodes que souhaité pour les utiliser ultérieurement et pour les échanges de données entre instruments CLHP (voir "Transfert de méthode entre systèmes CLHP" page 44).

Pour enregistrer la méthode en cours :

- 1 Sélectionnez le bouton Méthode [F3] dans l'écran Analyses.
- 2 Sélectionnez Enregistrer sous (Save As) en utilisant les touches Action.
- **3** Saisissez un nom comme décrit au paragraphe "Spécification du nom de la méthode" page 40, ou continuez simplement à l'étape suivante si vous souhaitez conserver le nom de la méthode en cours.
- 4 Appuyez sur la touche Enter.

# **REMARQUE**En option vous pouvez ajouter d'autres données. Activez la case de protection<br/>afin de protéger la méthode. En saisissant un ID utilisateur (User ID) vous<br/>pourrez identifier vos modules personnels plus facilement. Vous pouvez<br/>également saisir un commentaire personnel.

5 Sélectionnez le bouton Terminé (Done) [F6] pour enregistrer la méthode dans les modules. Sélectionnez Oui (Yes) pour confirmer l'enregistrement si un fichier de même nom existe déjà.

La méthode stockée contient à présent tous les paramètres du système CLHP en cours et de ses modules. Les paramètres de la méthode sont enregistrés dans les modules individuels, c'est-à-dire que par exemple tous les paramètres de la pompe sont enregistrés dans la pompe et non pas dans le module de commande.

Si vous déconnectez le module de commande d'un système CLHP pour le reconnecter à un autre système CLHP, la méthode et les paramètres en cours qui apparaissent sont ceux du nouveau système CLHP. Pour transférer les méthodes d'un système CLHP sur un autre, utilisez une carte PC. Utilisation du module de commande Utilisation des méthodes

## Suppression d'une méthode

- 1 Sélectionnez le bouton Méthode [F3] dans l'écran Analyses.
- 2 Sélectionnez Module dans le menu.
- 3 Sélectionnez la méthode dans la liste.
- 4 Sélectionnez le bouton Supprimer (Delete) [F6].
- 5 Choisissez la méthode souhaitée dans le menu déroulant. Si vous voulez supprimer toutes les méthodes, sélectionnez Toutes les méthodes (All Methods).
- 6 Appuyez sur la touche Enter.
- 7 Sélectionnez le bouton Oui (Yes) pour confirmer la suppression à l'aide de la touche Enter.

### Echanger des méthodes avec une carte PC

Vous pouvez confortablement enregistrer et recharger des méthodes avec une carte PC, à partir d'un écran pratique pour faire le transfert dans les deux sens.

1 Insérez la carte PC dans le module de commande, comme décrit dans "Insertion et retrait des cartes PC" page 38.

# **REMARQUE**Les méthodes provenant d'une carte PC nouvellement installée ne sont pas<br/>disponibles. Redémarrez le module de commande par la fonction redémarrage<br/>(Restart) accessible par la touche m (menu) depuis l'écran principal.

- 2 Sélectionnez le bouton Méthode [F3] dans l'écran Analyses ou Echantillons (Samples).
- 3 Sélectionnez le bouton Carte PC (PC card) [F2].

#### **REMARQUE** Utilisez le bouton Initialisation (Initialize) [F1] disponible dans cet écran afin d'initialiser une carte PC préformatée pour vous en servir avec le module de commande. Cette opération est nécessaire avant la première utilisation dans le module de commandeToute donnée éventuellement enregistrée sur la carte est alors perdue.

**4** Utilisez les touches de sélection et de direction pour naviguer parmi les différentes boîtes de liste de méthode.

Utilisation du module de commande	;
Utilisation des méthodes	

5 Utilisez les boutons copier "Copy>>" et "Copy<<" [F7, F8] pour copier les méthodes depuis et vers une carte PC.

Si vous souhaitez enregistrer la méthode en cours sur la carte PC, vous devez utiliser la fonction Enregistrer sous (voir "Enregistrement d'une méthode" page 41) afin de l'enregistrer d'abord dans les modules. Vous pouvez ensuite la recopier dans la carte PC comme indiqué dans cette section.

#### Transfert de méthode entre systèmes CLHP

Vous pouvez transférer les méthodes d'un système CLHP sur un autre au moyen d'une carte PC.

- 1 Enregistrez la méthode que vous souhaitez transférer sur une carte PC. Consultez la section "Echanger des méthodes avec une carte PC" page 43.
- 2 Retirez la carte PC du module de commande.
- 3 Insérez la carte PC dans le module de commande de l'autre système CLHP.

# **REMARQUE** Si ce système ne possède pas de module de commande, utilisez un autre module de commande disponible.

- 4 Redémarrez le module de commande par la fonction redémarrage (Restart) accessible par la touche m (menu) depuis l'écran principal.
- 5 Chargez la méthode à partir de la carte PC. Voir la section "Echanger des méthodes avec une carte PC" page 43.

# **Programmation dans le temps**

Pour programmer des événements pendant l'analyse, vous devez créer une table d'événements (Timetable). En utilisant l'écran Timetable, vous pouvez créer un programme chronologique qui contrôlera automatiquement la pompe, le détecteur, le compartiment à colonnes et les contacts externes.

Dans certains cas le paramètre subit un changement instantané de sa valeur précédente à la nouvelle au temps spécifié dans la table (par exemple la longueur d'onde). Dans d'autres cas (par exemple la composition du solvant) la modification se fait par incréments successifs en suivant une loi linéaire.

# **REMARQUE** La table d'événements devient une partie de la méthode au moment de son enregistrement.

On accède à la table d'événements en choisissant le bouton Table d'événements (Timetable) [F2] dans l'écran Analyses.

On peut insérer une ligne dans la table d'événements à l'aide du bouton Insérer (Insert) [F7] ; elle comporte les éléments suivants :

• Time

indique le temps qui doit s'écouler entre l'injection et l'événement.

- Module détermine le module qui commande le paramètre sur lequel agit l'événement.
- Setting détermine le paramètre que l'événement doit modifier.
- Value

indique la nouvelle valeur du paramètre.

Vous pouvez éditer une ligne existante dans la table à l'aide de la touche Enter. Utilisez le bouton Supprimer (Delete) [F6] et faites votre choix dans le menu déroulant pour supprimer la ligne sélectionnée ou l'ensemble de la table.

Vous pouvez copier ou coller des lignes de la table d'événements en sélectionnant l'un des choix possibles à partir du menu contextuel (touche m).

# Automatisation des analyses

Vous pouvez utiliser l'écran des Séquences pour créer des analyses totalement automatiques ne nécessitant pas d'opérateur y compris pour la préparation et l'injection de l'échantillon. On accède à l'écran Séquences par le bouton Séquence [F4] dans l'écran Analyses ou Echantillons.

L'écran des séquences vous permet d'enchaîner plusieurs méthodes. Par exemple, vous pouvez d'abord exécuter une méthode contenant un programme d'injection pour effectuer une préparation d'échantillon suivie d'une session analytique chargée d'analyser un lot d'échantillons. Vous pouvez ensuite exécuter une seconde méthode pour analyser d'autres échantillons dans des conditions analytiques différentes. Un délai peut être introduit dans la ligne de la séquence. Quand la seconde méthode est chargée, elle attend pendant la durée spécifiée avant de démarrer l'analyse, pour laisser à la colonne le temps de s'adapter aux nouvelles conditions. Tous les événements des séquences peuvent être examinés dans le journal des séquences auquel on accède grâce au bouton Journal (Logbook) [F5] de l'écran Séquence.

A la fin d'une séquence, vous pouvez spécifier soit de charger une méthode (par exemple purger le système CLHP pour le débarrasser des sels tampon et éviter leur cristallisation ou programmer un arrêt en douceur) ou encore, arrêter le système CLHP au moyen du bouton Terminer (End Actions) [F1]. Si les deux options sont sélectionnées, la méthode d'arrêt sera chargée et disponible pour l'utilisateur suivant. Cependant, elle ne sera pas exécutée avant l'arrêt.

Vous pouvez définir les réétalonnages automatiques à partir de l'écran des Paramètres d'étalonnage (Calibration Settings). Vous pouvez ainsi associer des réglages d'étalonnage à une ligne de séquence. On accède à l'écran des paramètres d'étalonnage par le bouton Etalonnage (Calibration ) de l'écran Séquence.

Vous pouvez réétalonner à l'aide d'un ou plusieurs étalons, la souplesse du système vous permet de choisir l'intervalle et la composition de réétalonnage. Une ligne de séquence vous permet de définir la fréquence de réétalonnage ainsi que l'ordre des flacons étalons à l'aide des paramètres Alter et Multi. Alter analyse les flacons étalons en alternance. Multi analyse les flacons étalons par groupes complets selon l'intervalle d'étalonnage défini.

	Utilisation du module de commande Automatisation des analyses
	<ul> <li>Une ligne de séquence est constituée de la manière suivante :</li> <li>Line Number numéros successifs des lignes en commençant par 1.</li> </ul>
	<ul> <li>Vial Range Information comme dans l'écran Analyses, vous pouvez choisir une plage de flacons ainsi que le nombre d'injections par flacon.</li> </ul>
	• Injection Volume bien que le volume injecté soit enregistré comme paramètre de la méthode, cette ligne de séquence possède son propre volume injecté qui prévaut sur celui de la méthode. Si DEF est spécifié ici, le volume injecté de la méthode est conservé.
	• Method Name choisissez dans la liste l'une des méthodes enregistrées dans les modules (voir la section "Utilisation des méthodes" page 39). La méthode doit contenir tous les paramètres nécessaires ainsi que la table d'événements ou de programmation de l'injecteur.
REMARQUE	Dans l'écran des Séquences, vous créez un programme avec plusieurs méthodes à exécuter dans un ordre déterminé. L'édition des méthodes ou de leurs composants (table d'événements, programme d'injection, etc.) n'est pas possible.
	• Wait Time permet de spécifier le temps d'attente à observer entre le chargement de la méthode et le début de son exécution. Cela permet de laisser certains paramètres des modules se stabiliser avant de commencer d'analyse suivante.
	<ul> <li>Calibration Settings pour chaque ligne de séquence vous pouvez définir les paramètres d'étalonnage à l'aide du bouton Etalonnage (Calibration) [F1] et choisir d'éditer/supprimer dans le menu déroulant. vous pouvez spécifier une plage de flacon d'étalonnage, le nombre d'injections, le volume injecté, la méthode d'étalonnage et un temps d'attente après le chargement d'un méthode. Vous pouvez également spécifier les paramètres de réétalonnage tels que le type et l'intervalle de réétalonnage.</li> </ul>
	Le système d'information en ligne donne une description précise des options de réétalonnage.

# Affichage graphique des données

L'utilisation de l'écran des Graphes (Plot) offre de nombreuses possibilités d'afficher un grand nombre de signaux sous forme graphique pendant le déroulement de l'analyse.

#### Sélection des signaux

Parmi tous les signaux disponibles, trois peuvent être désignés pour l'affichage graphique.

- 1 Depuis l'écran des Graphes (Plot), sélectionnez le bouton Sélectionner (Select) [F6] pour faire apparaître le menu de choix des graphes.
- 2 A l'aide des touches de navigation et de sélection, déplacez-vous parmi les listes des Acquisitions disponibles (Available Signals) et des Acquisitions sélectionnées (Selected Signals).
- **3** Faites passer les acquisitions d'une liste à l'autre avec le bouton Déplacer (Move) [F8] ou avec la touche Enter.

Sur le côté droit de la liste des Acquisitions sélectionnées, vous pouvez observer les légendes des acquisitions.

Vous avez la possibilité de saisir une plage de temps, axe des X (X axis) pour le graphe sur l'écran.

Les différentes acquisitions peuvent être définies en appuyant sur le bouton Configurer (Setup) [F7]. Selon l'acquisition en vidéo inverse, vous pouvez saisir les limites de l'axe des y.

4 Quand vous avez défini les acquisitions et leurs échelles X (temps) et Y (unités spécifiques), appuyez sur le bouton Terminé (Done) [F6] pour voir les graphes correspondants.

## Modification de l'échelle de l'écran des Graphes

#### Axe des x (temps)

Pour changer l'échelle de l'axe des x, (temps) il existe plusieurs possibilités :

• Entrer un temps dans la fenêtre de Sélection du Graphe (accessible à partir de l'écran Graphes et du bouton Sélectionner [F6])

#### Utilisation du module de commande Affichage graphique des données

• Effectuer un changement d'échelle directement dans l'écran des graphes avec les touches de direction gauche/droite. La touche droite divise par deux la plage de temps. La touche gauche multiplie par deux cette même plage de temps. Utilisez ces touches le nombre de fois nécessaire pour obtenir l'échelle désirée.

L'échelle est indiquée au bas de l'écran du graphe. Ce paramètre est indépendant de l'acquisition représentée graphiquement.

#### Axe des y (en unités d'acquisition)

Pour changer l'échelle de l'axe des y (unités signal/acquisition) il existe plusieurs possibilités :

- Depuis la fenêtre de Sélection du Graphe (accessible à partir de l'écran Graphes et du bouton Sélectionner [F6]), choisissez une acquisition dans l'une des listes et pressez le bouton Configuration (Setup) [F7]. Vous pouvez spécifier une échelle y différente pour chacune des acquisitions. Ce réglage peut aussi être effectué pour des acquisitions ne figurant pas dans la liste des Acquisitions Sélectionnées. Si vous effectuez un changement d'échelle directement sur l'écran ces paramètres seront modifiés.
- Utilisez le bouton Changer l'échelle (Rescale) [F7] de l'écran des Graphes (Plot) pour régler l'axe des y en fonction du minimum et du maximum des valeurs sur la plage de temps spécifiée. L'utilisation de cette fonction affiche l'acquisition avec l'échelle optimale. Elle ne s'applique qu'à l'acquisition mentionnée en haut de l'écran.
- Utilisez les touches de sélection pour modifier l'échelle d'un facteur 2 (multiplication ou division).

#### REMARQUE

En utilisant la touche m (menu) puis en choisissant maximiser, vous pouvez afficher les graphes en plein écran. En appuyant sur le bouton Restaurer (Restore) [F6] vous pouvez rétablir la vue dans sa dimension initiale.

## Permutation des acquisitions affichées

Sur l'écran des graphes, vous pouvez suivre en temps réel (mise à jour une fois par seconde) jusqu'à trois acquisitions différentes de différents modules. Bien que les trois signaux soient visibles sur l'écran, le bouton de changement d'échelle [F7] ne concerne que l'une des acquisitions. L'acquisition active est indiquée au niveau du titre de l'écran des graphes et peut être permutée en actionnant les touches 1, 2, 3 du clavier numérique. Utilisation du module de commande Affichage graphique des données

### Affichage des valeurs exactes des signaux d'acquisition

En choisissant le bouton Curseur (Cursor) [F8] dans l'écran des graphes, vous obtiendrez l'affichage des valeurs exactes en X et Y du signal de l'acquisition activée correspondant à l'abscisse du curseur. Dans ce mode, les touches de sélection vous permettent de changer l'échelle de l'axe des y. L'utilisation des touches de direction gauche/droite vous permet de déplacer le curseur dans le sens de l'axe des x afin de gagner l'abscisse voulue.

### Impression d'un graphe

Si une imprimante est connectée sur votre système, vous pouvez imprimer l'écran Graphes en utilisant la touche m (menu) et en choisissant Imprimer Graphe (Print Plot). Cela fonctionne également avec la fenêtre en plein écran.

# Journaux

Le module de commande garde la trace de toute modification des paramètres système, tout message d'erreur et toute donnée de maintenance. Vous pouvez lire les journaux en appuyant sur le bouton Enregistrements (Records) [F4] dans l'écran Système. Cet écran indique le numéro de produit et le numéro de série du module, le numéro de version du microprogramme et le temps écoulé depuis la mise sous tension. Un indicateur supplémentaire du EMF (système de maintenance prédictive - Early Maintenance Feedback ) renseigne sur un besoin éventuel de maintenance.

# **REMARQUE**Vous pouvez identifier les modules individuels en les sélectionnant dans<br/>l'écran des Enregistrements (Records) et en actionnant le bouton Identifier<br/>(Identify) [F8]. La LED d'état du module clignote alors pendant plusieurs<br/>secondes.

La configuration des journaux peut être saisie via la touche m (menu) de l'écran Système et l'option Configuration du journal (Setup Logbook). Dans le menu de configuration du journal qui apparaît, vous pouvez choisir les événements qui doivent figurer dans les journaux.

Choisissez un module dans la liste et appuyez sur le bouton [F1-F4] correspondant au type de journal que vous voulez ouvrir.

# Journal de maintenance

Le travail de maintenance effectué le plus récemment apparaît sur l'écran avec la date et l'heure. Utilisez le bouton Ajouter (Add) [F7] pour enregistrer le travail de maintenance et mettre le journal à jour. Le contenu du journal est enregistré au fur et à mesure dans les modules respectifs, mais, si la capacité de la mémoire est dépassée, l'entrée la plus récente remplace l'entrée la plus ancienne.

# Journal des erreurs

Ce journal affiche le message d'erreur le plus récent avec la date et l'heure. Il est mis à jour individuellement automatiquement à chaque fois qu'un message d'erreur est envoyé par l'un des modules. Le contenu du journal est enregistré au fur et à mesure dans les modules respectifs, mais, si la capacité Utilisation du module de commande Journaux

de la mémoire est dépassée, l'erreur la plus récente remplace l'erreur la plus ancienne.

# Journal système

Ce journal permet d'enregistrer dans le module tous les événements et messages produits par le système jusqu'à ce que le module soit redémarré ou éteint.

## EMF (système de maintenance prédictive - Early Maintenance Feedback)

Dans l'écran des enregistrements, l'indicateur EMF permet de savoir si une maintenance de routine est nécessaire. Les limites EMF peuvent être programmées via le bouton EMF [F1] de l'écran des Enregistrements (Records) et l'option Programmation des limites (Setup Limits). Une fenêtre de programmation de l'intervalle de maintenance correspondant au module en vidéo inverse s'ouvre. Consultez le système d'information en ligne pour avoir des détails sur les limites EMF.

Vous pouvez également Afficher les événements EMF via l'option Show Events. Cette fenêtre montre toutes les limites EMF de tous les modules qui les ont dépassées. La mise à jour de cette fenêtre a lieu uniquement au démarrage.

# Impression des écrans

Vous pouvez connecter une imprimante dotée d'une interface RS-232 et du câble adéquat sur n'importe quel module.

**REMARQUE** Un câble convertisseur série/parallèle (RS-232/Centronics) est disponible sous la référence 5181-1529.

Vous pouvez configurer l'impression par le bouton Configurer [F2] de l'écran Système et de l'option système CLHP. Dans l'écran de Configuration suivant, appuyez sur le bouton Imprimante (Printer) [F1] pour ouvrir le dialogue d'impression. Ce dialogue vous permet de choisir le modèle d'imprimante et le module auquel elle est raccordée. Définissez la mise en page (y compris la taille du papier, le texte du bandeau et les marges) au moyen du bouton Page [F8]. Le bouton Série (Serial) [F7] vous permet de configurer la connexion RS-232, le débit de transmission, les bits et la parité. Cette configuration peut être effectuée individuellement pour chaque module dans sa configuration propre (voir la section "Raccordement des périphériques" page 55).

Une fois la configuration terminée, vous pouvez imprimer une page de test avec le bouton correspondant.

# **REMARQUE**Dans de nombreux cas, la fonction d'impression est présente dans le menu<br/>contextuel auquel on accède par la touche m (menu), par exemple si vous<br/>vous trouvez dans le champ de saisie de la plage de flacons (vial range) de<br/>l'écran d'Analyse, de l'écran d'Echantillons et depuis l'écran du système<br/>d'information en ligne.

## Impression d'un graphique

Dans l'écran d'impression des graphes, vous pouvez effectuer une copie d'écran à l'aide de la touche m (menu) et en sélectionnant Imprimer Graphe (Print Plot) dans le menu contextuel. L'impression comporte une légende, la date et l'heure. Utilisation du module de commande Impression des écrans

### Impression des journaux

Dans l'écran système, actionnez la touche m (menu) pour faire apparaître son menu contextuel et choisissez la fonction Imprimer un journal (Print Logbook). La boîte de dialogue qui s'ouvre vous permet également de configurer l'imprimante via le bouton Configuration [F8]. Le bouton Spouleur (Spooler) [F7] permet de supprimer les tâches en attente d'impression. Vous pouvez également choisir le nombre de copies à imprimer.

Dans l'écran Enregistrements (Records) vous pouvez choisir le bouton imprimer [F6] pour produire un rapport de configuration comprenant les numéros de produits, de série et de microprogramme des modules ainsi que leur durée de fonctionnement. Ce bouton est également disponible dans les fenêtres des journaux système (System Log), d'erreur (Errror Log) principal (Main Log) et EMF.

#### Impression d'une méthode

La méthode en cours peut aussi être imprimée grâce au bouton Imprimer (Print)[F6] de l'écran Méthode. Le dialogue d'impression déjà décrit ci-dessus s'ouvre à nouveau.Il permet d'imprimer tous les paramètres de la méthode à l'exclusion des plages de flacons.

#### Impression d'une table d'événements

Dans l'écran Table d'événements, une action sur la touche m (menu) permet aussi d'imprimer la table. Le dialogue est identique à celui déjà décrit.

#### Impression d'une séquence

Dans l'écran Séquence, une action sur la touche m (menu) permet aussi d'imprimer la séquence.

#### Impression du programme d'injection du passeur

Dans l'écran des paramètres du passeur automatique d'échantillons (Autosampler Settings) appuyez sur le bouton de Programme d'injection (Inj. Program) [F3] pour ouvrir l'écran Programme. Comme précédemment, la touche m (menu) permet d'imprimer le programme.

# Raccordement des périphériques

Il existe plusieurs sortes d'interfaces qui permettent aux modules de la Série Agilent 1100 de communiquer avec toute une gamme de périphériques de sortie. Pour certains d'entre eux, il est nécessaire d'installer du matériel supplémentaire.

La configuration des paramètres de l'interface sélectionnée est possible avec le bouton Interfaces [F1] disponible depuis le bouton Configurer [F2] de l'écran système. Ce système fonctionne de manière individuelle pour chaque module puisque certaines interfaces ne sont pas disponibles sur tous les modules.

Pour obtenir une information détaillée sur les interfaces, consultez les sections correspondantes dans les manuels de référence des modules.

## Commande à distance APG

Le connecteur de commande à distance à 9 broches APG (compris dans tous les modules) permet au système de communiquer avec les modules externes afin de synchroniser les analyses. Cela est nécessaire à chaque fois qu'un périphérique a besoin d'un certain temps pour être prêt à effectuer une nouvelle analyse et qu'il faut alors envoyer une requête de démarrage (voir également la section "Synchronisation des analyses avec des dispositifs externes" page 160 pour plus de détails sur les modes de séquences). La description détaillée du connecteur de commande à distance APG figure dans les manuels de référence des modules.

Parmi les signaux présents on trouve :

#### Mise sous tension (Power On)

Ce signal est activé dès que tous les modules connectés sur le système sont alimentés.

#### Mise hors tension (Shut Down)

Si le système rencontre un problème sérieux, (par exemple une fuite se produit) ce signal donne l'ordre à tous les modules de cesser leurs activités afin de réduire les risques d'atteinte à la sécurité. Utilisation du module de commande Raccordement des périphériques

#### Stop

Ce signal donne l'ordre à tous les modules de se mettre en sécurité le plus rapidement possible. Il fonctionne uniquement pendant le déroulement d'une analyse (il est sous le contrôle du paramètre de durée d'analyse) ; le système se met alors à décompter le temps post-analyse.

#### Prêt (Ready)

Ce signal est activé lorsque tous les modules du système CLHP Série Agilent 1100 sont prêts pour effectuer l'analyse suivante. Les autres modules ou périphériques peuvent alors répondre (par exemple en envoyant une requête de démarrage).

#### Préparer (Prepare)

Ce signal donne l'ordre à tous les modules de se préparer à l'injection suivante (par exemple le détecteur va s'équilibrer).

#### Requête de démarrage (Start Request)

Ce signal donne l'ordre à tous les modules de se préparer à l'analyse (par exemple le passeur automatique entame un cycle d'injection). Dès que toutes les conditions pour démarrer l'analyse sont réunies, (l'aiguille d'injection est sur son siège et la vanne dans la position adéquate), un signal de démarrage est envoyé pour informer les autres modules que l'analyse est commencée.

#### Démarrage (Start)

Dans le mode standard, seul le passeur automatique produit ce signal. Il équivaut à un ordre de démarrer des activités sous contrôle temporel d'une table d'événements à tous les modules connectés sur le bus de commande à distance APG.Le compteur de temps d'analyse écoulé démarre à ce momentlà (injection).

#### GPIB

L'interface GPIB (présente dans tous les modules) permet à votre système de communiquer avec un ordinateur personnel configuré comme la ChemStation Agilent. Reliez tous les modules à l'aide du câble bus CAN et utilisez l'un d'entre eux pour accorder la ChemStation Agilent à l'aide d'un câble GPIB. Pour plus de détails sur la manière de faire fonctionner le système avec l'interface GPIB, consultez la section "Coexécution avec la ChemStation Agilent" page 65. Utilisation du module de commande Raccordement des périphériques

## Série / RS-232

Utilisez un câble RS-232 standard pour raccorder une imprimante à l'interface série (incluse dans tous les modules). La communication du module est activée via le câble CAN. Choisissez un module pour connecter le câble imprimante.

# MIO

Cette interface permet aux modules de la Série Agilent 1100 de communiquer avec des PC configurés en ChemStation Agilent par l'intermédiaire d'un réseau local (LAN). Vous pouvez utiliser l'interface MIO si une carte d'extension adéquate a été installée dans l'un des modules et que votre système est intégré dans un réseau local.

# BCD

Si une carte d'extension adéquate est installée dans votre système, vous pouvez utiliser cette interface pour informer des appareils externes du numéro du flacon en cours d'analyse.

## **Contacts externes**

Avec une carte optionnelle de contacts externes, vous pouvez étendre les possibilités de synchronisation de l'activité CLHP avec d'autres appareils.

Utilisation du module de commande Microprogramme

### Microprogramme

#### **REMARQUE** Lorsque vous mettez à jour un microprogramme à l'aide d'une carte PC, assurez-vous que le câble GPIB est déconnecté du système et qu'il n'y a qu'un module (celui dont vous voulez mettre à jour le microprogramme) sous tension.

La mise à jour du microprogramme peut être effectuée au moyen du module de commande et d'une carte PC. Le programme est transféré de la carte PC dans le module de commande lui-même ou dans l'un des modules du système. Vous pouvez également effectuer la mise à jour d'un microprogramme à l'aide d'un PC configuré en ChemStation Agilent et connecté au système via le câble GPIB ou la connexion réseau. Tous les modules CLHP de la Série Agilent 1100 peuvent être mis à jour avec un PC et le module de commande G1323B.

#### **REMARQUE** Le module de commande G1323A ne peut pas être mis à jour à l'aide d'un PC.

# Mise à jour du microprogramme du module de commande

- 1 Fermez la ChemStation Agilent et déconnectez le câble GPIB du système.
- 2 Eteignez tous les modules.
- **3** Insérez la carte PC dans le module de commande comme indiqué à la Figure 14, page 38.
- 4 Allumez le composant sur lequel le module de commande est connecté.
- 5 Dans l'écran système, appuyez sur la touche Enregistrements (Records).
- 6 Sélectionnez un contrôleur dans la liste. Si le numéro de version affiché est inférieur au numéro courant, démarrez la mise à jour en appuyant sur FW Update.
- 7 Choisissez le fichier dont la date de version de microprogramme est la plus récente. Pour les modules CLHP, les noms de fichiers sont de la forme 1323A###.BIN dans lequel ### = numéro de version du microprogramme. Pour le module de commande G1323B, les noms de fichiers sont de la forme LCB###\*\*.BIN, avec \*\* = code du langage, par exemple EN pour l'anglais (English). Après avoir sélectionné le fichier, appuyez sur Enter. Appuyez ensuite sur le bouton Exécuter [F8] et confirmez par Oui (Yes) la mise à jour.

Le module de commande redémarre et recopie le nouveau microprogramme dans sa mémoire. Le chargement du microprogramme est signalé par une série de points qui s'affichent sur l'écran. Après un redémarrage, l'écran Analyses habituel s'affiche.

Il peut arriver que le contraste de l'affichage ait besoin d'un réglage (voir la section "Réglage du contraste de l'affichage" page 35).

L'installation correcte du microprogramme peut être validée dans l'écran Système/Enregistrements (Records). La ligne du G1323A/B devrait s'afficher avec le nouveau numéro de version.

# **REMARQUE** Ne déconnectez pas le câble ni l'alimentation en cours de mise à jour du microprogramme.

# mise à jour des microprogrammes des modules CLHP.

Dans un modules CLHP, le microprogramme est en deux parties : la partie résidente (système d'exploitation minimal et modules d'amorçage) et la partie exploitation. Le bouton Transfert [F7] bascule le fonctionnement du module du mode exploitation au mode résident. Dans la plupart des cas c'est la première étape dans le processus de mise à jour des microprogrammes. Une fois que le microprogramme est chargé, la commande de transfert permet de rebasculer le module de commande en mode exploitation. Le microprogramme résident est identique pour tous les modules CLHP tandis que le microprogramme d'exploitation est spécifique à chaque module.

# **REMARQUE** La mise à jour du microcode d'exploitation ne peut se faire qu'en mode résident.

La mise à jour du microprogramme résident ne peut être effectuée que dans le mode normal (exploitation) de fonctionnement.

Mise à jour des microprogrammes des modules CLHP via un PC

**REMARQUE** Les modules CLHP peuvent aussi être mis à jour par l'utilitaire de mise à jour livré avec la ChemSChemStationtation HP.

# Fonctions de mises à jour des modules de la Série Agilent 1100.

#### Select File

Permet de sélectionner le fichier sur la carte PC pour le module qui est mis à jour avec le nouveau microcode. Des fichiers binaires sont généralement nécessaires :

.BIN pour le module de commande (voir "Mise à jour du microprogramme du module de commande" page 59),

.DLB pour le fonctionnement du module et le système résident.

#### Utilisation du module de commande mise à jour des microprogrammes des modules CLHP.

#### Transfer

Transfère le microcode, du microcode d'exploitation du module dans la partie résidente. C'est la première étape dans le processus de mise à jour du microcode. Le mode résident est signalé par le clignotement (couleur ambre) de la LED du module de commande. Une fois le microprogramme chargé, la commande de transfert permet de rebasculer le microprogramme en mode exploitation.

#### Execute

Démarre la mise à jour du microcode. La barre mobile dans le champ pourcentage montre la progression de la mise à jour. Lorsque la mise à jour est terminée, sans erreur, le message "Status : Complete" s'affiche.

# **REMARQUE** La mise à jour des modules CLHP réinitialise tous les compteurs du système de maintenance prédictive EMF et efface les méthodes en mémoire.

La mise à jour du microprogramme du module de commande n'a aucune action sur les compteurs EMF ni sur les méthodes enregistrées dans les modules.

## Préparation de la mise à jour des microprogrammes

- 1 Isolez le module, que vous souhaitez mettre à jour avec le nouveau microcode, en mettant hors tension tous les autres modules ou en débranchant tous les autres câbles CAN. Débranchez le câble GPIB de l'arrière du module.
- 2 Insérez la carte PC (selon la description de la section "Insertion et retrait des cartes PC" page 38) dans le module de commande et rebranchez-le sur le module sélectionné pour redémarrer le module de commande.

#### Commutation des modes des microprogrammes

- 1 Préparez le système comme indiqué à la section "Préparation de la mise à jour des microprogrammes" page 61.
- 2 Appuyez sur Enregistrements système (System Records) et sélectionnez le module à mettre à jour.
- 3 Appuyez sur FW Update (FW = FirmWare = microprogramme).
- 4 Appuyez sur le bouton transfer [F7] (et confirmez avec OK) pour basculer le module sélectionné dans le mode microprogramme résident correspondant.

Utilisation du module de commande mise à jour des microprogrammes des modules CLHP.

#### REMARQUE

Le mode résident est signalé par le clignotement (couleur ambre) de la LED du module de commande.

Le module de commande redémarre après chaque transfert. Lorsque le mode résident est activé, le module est identifié comme "inconnu ". L'écran Analyses affiche **Module résident ou non supporté (Resident or Unsupported Module)**.

Dans l'écran — Enregistrements (Records) vous pouvez voir le numéro de version du microprogramme de chacun des modules. En mode normal de fonctionnement, le numéro de version du microprogramme d'exploitation apparaît En revanche, en mode résident c'est le numéro de version du microprogramme résident qui apparaît.

#### Mise à jour du microprogramme résident

La mise à jour du microprogramme résident ne peut se faire qu'en mode exploitation. Utilisez le bouton Transfert [F7] comme décrit à la section "Commutation des modes des microprogrammes" page 61, pour contrôler le numéro de version, assurez-vous de retourner au mode de fonctionnement normal après avoir effectué une mise à jour.

- 1 Préparez le système comme indiqué à la section "Préparation de la mise à jour des microprogrammes" page 61.
- 2 Appuyez sur Enregistrements système (System Records) et sélectionnez le module à mettre à jour.
- 3 Appuyez sur FW Update (FW = FirmWare = microprogramme).
- 4 Sélectionnez le fichier pour la mise à jour (RESXXX.DLB), appuyez sur le bouton Executer [F8] et confirmez par Oui (Yes).

Dans cet écran, vous pouvez suivre la progression de la procédure de mise à jour.

5 Lorsque la barre d'état a atteint 100 %, appuyez sur la touche Esc.

La mise à jour du microprogramme résident du module concerné est terminée.

# Mise à jour du microprogramme d'exploitation

- 1 Préparez le système comme indiqué à la section ."Préparation de la mise à jour des microprogrammes" page 61
- 2 Mettez le module dont vous voulez effectuer la mise à jour en mode résident comme décrit à la section "Commutation des modes des microprogrammes" page 61. Vérifiez également qu'une mise à jour du microprogramme résident est nécessaire.
- 3 Appuyez sur Enregistrements système (System Records) et sélectionnez le module à mettre à jour.
- 4 Appuyez sur le bouton FW Update [F5].
- 5 Sélectionnez le fichier pour la mise à jour (####-XXX.DLB), appuyez sur le bouton Executer [F8] et confirmez par Oui (Yes).

# **REMARQUE** Assurez-vous que vous avez sélectionné le bon microprogramme, le bon module et que ce dernier est en mode résident.

Le message "mise à jour démarrée (Update started)" s'affichent sur l'écran et vous pouvez ensuite surveiller l'avancement de la mise à jour sur la barre mobile d'état et l'affichage en %. Si un message d'erreur du type "échec de la mise à jour, adresse erronée (update failed, wrong address)" apparaît, vérifiez si le module n'est pas en mode résident (signalé par la LED clignotante).

- 6 Quand la mise à jour du microprogramme d'exploitation est terminée, appuyez sur la touche Esc pour retourner à l'écran des Enregistrements.
- 7 Appuyez sur Transfert dans l'écran de mise à jour du microprogramme afin de retourner au mode de fonctionnement normal (voir la section "Commutation des modes des microprogrammes" page 61).

Le module de commande redémarre, la lampe d'état arrête de clignoter, l'écran Analyses reprend l'aspect habituel associé à ce module.

- 8 Appuyez sur System Records pour vérifier que le microcode correct pour le module a été chargé.
- 9 Rebranchez les câbles CAN ou mettez les autres modules sous tension.

Lors de la mise à jour du microprogramme d'un détecteur, completez la procédure de mise à jour avec un étalonnage en longueur d'onde du détecteur.

Lors de la mise à jour du microprogramme d'un passeur automatique d'échantillons, faites ensuite une injection pour vous assurer que l'alignement du passeur est correct.Si ce n'est pas le cas, effectuez le réglage d'alignement du passeur.

**10** Si d'autres modules nécessitent une mise à jour de leur microprogramme, recommencer la procédure à l'étape 1 pour chacun des modules.

### Mise à jour du microprogramme d'amorçage

Le microprogramme d'amorçage (Boot Loader firmware) dont le nom de fichier est BOOT\_XXX.DLB, est mis à jour d'une manière similaire à celle du microprogramme résident (voir la section "Mise à jour du microprogramme résident" page 62).

# **Coexécution avec la ChemStation Agilent**

#### Fonctions et caractéristiques

- Il est possible de connecter simultanément le module de commande et la ChemStation Agilent sur un système CLHP de la Série Agilent 1100.
- L'entrée des paramètres peut se faire à partir de l'une ou l'autre des interfaces. Les paramètres seront mis à jour rapidement, sur l'autre interface utilisateur.
- Une séquence ChemStation Agilent peut être arrêtée ou abandonnée depuis l'une ou l'autre des interfaces.
- La ChemStation Agilent peut produire des fichiers de données à partir de méthodes ou de séquences enregistrées dans un module de commande. Dans ce dernier cas, le préfixe et le compteur de noms de fichiers de la section info. Echantillon unique (Single Sample) de la ChemStation doivent être activés (mode protocole seulement).
- Si le module de commande démarre une analyse, la ChemStation Agilent est le système esclave/de suivi.

En règle générale, il n'est cependant pas recommandé de faire fonctionner simultanément la ChemStation et le module de commande. Etant donné que la ChemStation Agilent permet de commander l'ensemble des systèmes de CLHP et de les contrôler de manière bien plus conviviale, elle devrait être préférée au module de commande. Certains problèmes de diagnostic ou de vérification peuvent apparaître et impliquent les restrictions suivantes :

## Restrictions

- Si une fenêtre est ouverte pour la saisie de paramètres sur la ChemStation Agilent, le champ en cours est désactivé sur le module de commande.
- Si une analyse démarrée par le module de commande est en cours, la ChemStation Agilent ne devrait ni être mise sous tension ni être redémarrée.
- Si la ChemStation Agilentdémarre une analyse, le module de commande est le système esclave/de suivi.
- Les changements de paramètres apportés à une méthode représenteront une modification sur l'autre interface utilisateur.

Utilisation du module de commande Coexécution avec la ChemStation Agilent

• Le module de commande et la ChemStation Agilent manipulent les méthodes différemment (les méthodes ChemStation peuvent contenir plus d'informations que celles du module de commande, par exemple des paramètres additionnels DAD ne seront accessibles que depuis la ChemStation Agilent). Pour qu'une méthode soit disponible sur les deux systèmes de commande, procédez de la manière suivante :

Si une méthode est sur la ChemStation Agilent et doit être enregistrée sur le module de commande ou sur une carte PC, ouvrez la méthode sur la ChemStation Agilent et enregistrez-la sur le module de commande (ou la carte PC) avec Méthode — Enregistrer sous (Save as).

Si la méthode est sur le module de commande (ou la carte PC) et doit être enregistrée sur la ChemStation Agilent, chargez d'abord la méthode DEF\_LC.M sur la ChemStation Agilent puis chargez la méthode requise sur le module de commande. Enregistrez ensuite la méthode sous le même nom sur la ChemStation Agilent.

#### AVERTISSEMENT Une méthode enregistrée sur le module de commande comme méthode protégée peut être modifiée par la ChemStation Agilent, puis enregistrée sur le module de commande sans qu'une mise en garde n'apparaisse.

# Partie 2

- **3** Utilisation de la pompe 69
- 4 Utilisation du dégazeur 83
- 5 Utilisation du passeur automatique d'échantillons 87
- 6 Utilisation de la vanne d'injection manuelle 97
- 6 Utilisation de la vanne d'injection manuelle 97
- 7 Utilisation des détecteurs 105
- 8 Utilisation du compartiment à colonnes 117

Utilisation des modules Série Agilent 1100 Utilisation des modules Série Agilent 1100

# 3

# Utilisation de la pompe

Détails d'utilisation des systèmes de pompage de la Série Agilent 1100

# Mise en route et arrêt de la pompe

Pour démarrer/arrêter la pompe, vous pouvez utiliser le bouton Marche/arrêt (On/Off ) [F7] de l'écran Analyses ou Système.

- 1 Appelez l'écran Analysis ou System.
- 2 Sélectionnez le bouton Marche/arrêt (On/Off ) [F7].
- 3 Sélectionnez le bouton Pompe (Pump) [F8].
- 4 Choisissez la fonction désirée, soit avec les boutons Action [F6-F8], soit en sélectionnant les boutons Marche/arrêt (On/Off) dans la fenêtre déroulante. Enlevez la coche de la case "toujours mettre en attente (to Standby mode only)" si vous souhaitez mettre en marche et arrêter la pompe sans passer par le mode attente (standby).

Cette fonction est également accessible par le bouton Réglages (Settings) [F1] disponible dans l'écran Analyses ou par le bouton Commande (Control) [F1] de l'écran système.

# Configuration des paramètres de la pompe

Tous les paramètres de la pompe peuvent être saisis à l'écran Pump Settings. Vous pouvez accéder à cet écran en sélectionnant le bouton Réglages (Settings) [F1] de l'écran Analyses puis en choisissant la pompe. Les paramètres utilisés couramment, tels que le débit et la composition du solvant, peuvent être définis directement à l'écran Analysis. Les choix disponibles dépendent du nombre de modules installés.

# Purge de la pompe

En ouvrant la vanne de purge, vous pouvez envoyer le flux de solvant vers la sortie de la vanne au lieu de le diriger vers la vanne d'injection et la colonne. Ce processus de purge supprime tout solvant non dégazé ou précédemment utilisé dans le système de pompage.
### Procédure de purge

- 1 Vérifiez qu'un tuyau de sortie relie la vanne de purge à un flacon de solvant usé.
- 2 Ouvrez la vanne de purge.
- 3 Appelez l'écran Analysis.
- 4 Définissez le débit de purge dans la partie de l'écran Analyses consacrée au débit normal par exemple 5 ml/min.

**REMARQUE**Si un débit supérieur à 5 ml/min est utilisé sur une pompe quaternaire,<br/>modifiez la valeur du seuil supérieur de pression à 200 bars (écran Analyses,<br/>bouton Réglages [F1], choisissez pompe (Pump) dans la liste et pressez la<br/>touche Enter.Choisissez ensuite Autres... (More...))

- 5 Configurez la première voie à purger à 100%. Nous vous recommandons de commencer avec la voie du solvant organique. La voie A passera automatiquement à 100 % et toutes les autres voies à zéro ou OFF.
- 6 Démarrer la pompe à l'aide du bouton Marche/arrêt (On/Off) [F7] de l'écran Analyses.
- 7 Attendez qu'un flux continu de solvant sorte du tuyau d'évacuation provenant de la vanne de purge.
- 8 Arrêtez la pompe à l'aide du bouton Marche/arrêt (On/Off) [F7] de l'écran Analyses puis refermez la vanne de purge.
- 9 Répétez la procédure pour les autres canaux à purger.
- **REMARQUE**Les voies d'un système de pompage sont appelées A, B, C et D (selon le type<br/>de pompe). %A est automatiquement calculé par 100% (%B + %C + %D). Si<br/>aucune valeur n'est entrée pour %B, %C ni %D ; %A vaut toujours 100%. Pour<br/>purger la pompe vous devez effectuer les étapes 5 à 8 individuellement pour<br/>chacune des voies, en mettant à chaque fois à 100 % pour la voie à purger.

### Réglage de la compressibilité

Les solvants utilisés en chromatographie liquide sont plus ou moins compressibles. Cette compressibilité des solvants entraîne un changement du débit au fur et à mesure que la pression change. Pour compenser cet effet, vous pouvez utiliser le réglage de compressibilité de la pompe pour maintenir un débit uniforme et précis, indépendamment de la pression du système. On accède au paramètre de compressibilité par le bouton Pump Settings button [F1] de l'écran Analyses. Utilisation de la pompe Réglage de la compressibilité

Le Tableau 1 donne la compressibilité de solvants couramment utilisés en CLHP.

Solvant	Compressibilité (10 <sup>-6</sup> par bar)	
Acétone	126	
Acétonitrile	115	
Benzène	95	
Tétrachlorure de carbone	110	
Chloroforme	100	
Cyclohexane	118	
Ethanol	114	
Acétate d'éthyle	104	
Heptane	120	
Hexane	150	
lsobutanol	100	
lsopropanol	100	
Méthanol	120	
Propanol-1	100	
Toluène	87	
Eau	46	

#### Tableau 1 Valeurs de compressibilité pour des solvants CLHP courants

Quand le réglage de compressibilité est sur OFF, la pompe ne compense pas la compressibilité de la phase mobile.

A chaque valeur de la compressibilité, il est nécessaire d'ajuster la course du piston (la distance sur laquelle le piston se déplace) ainsi que la vitesse de déplacement du piston.Pour un mélange de solvants, il est recommandé de choisir la valeur de compressibilité du solvant présent en plus grande quantité.

### Réglage du volume de course du piston

Le volume de course définit le volume de phase mobile déplacé par un coup du piston 1 de la pompe. Vous pouvez régler le volume de course sur AUTO (automatique) ou sur une valeur comprise entre 20 et 100 µl. Sur AUTO, la pompe utilise de grandes courses à haut débit et des courses plus courtes quand le débit est faible. Cela peut améliorer les performances du mélange et la linéarité du gradient, en réduisant les volumes de solvant à mélanger.

On accède au volume de course du piston par le bouton Réglages (Settings) [F1] de l'écran Analyses, en sélectionnant la pompe et en appuyant sur Autres... (More...)

L'amplitude de la pulsation de pression est directement proportionnelle au volume de course du piston. La diminution de la course du piston diminue l'amplitude de pulsation, donnant un meilleur rapport signal/bruit avec des détecteurs sensibles au débit. Pour maintenir le débit, la fréquence de pompage est augmentée, ce qui augmente du même coup la fréquence de la pulsation de pression. L'augmentation de la fréquence de pompage donne une meilleur reproductibilité des aires de pic avec débit faible.

Utilisation de la pompe Arrêt automatique

### Arrêt automatique

A la fin d'une séquence vous pouvez définir un arrêt automatique de la pompe en utilisant le bouton Terminer séquence (End Actions) [F1] dans l'écran Séquence. Vous pouvez arrêter la pompe complètement ou charger une méthode de fermeture spécifique.

### Diagnostic de la pompe

- 1 Sélectionnez le bouton Tests [F3] dans l'écran Système.
- 2 Sélectionnez Pump dans le menu.

Vous pouvez sélectionner divers tests de vérification de la pompe. Pour plus d'informations sur ces tests, voir le *Manuel de référence* de la pompe Série Agilent 1100.

### Examen du journal de la pompe / limites EMF de la pompe

- 1 Sélectionnez le bouton Enregistrements (Records) [F4] de l'écran Système.
- 2 Sélectionnez Pump dans la liste.
- 3 Appuyez sur la touche Enter.

Vous pouvez maintenant vérifier la quantité de solvant envoyé par la pompe (compteur de solvant) et le compteur d'usure.

Le compteur de solvant affiche le volume total de solvant délivré par la pompe depuis sa dernière réinitialisation. Vous pouvez utiliser la limite de compteur de solvant pour établir le calendrier de maintenance prédictive de la pompe. Par exemple, notez le nombre total de litres pompés quand vous changez les joints du piston. Ce volume est un repère qui indique la durée de vie des joints pour vos solvants et application. Quand la limite est dépassée, un message de maintenance prédictive apparaîtra, pour indiquer que le moment est venu de changer les joints. Il vaut mieux changer les joints à l'avance afin d'éviter la répétition d'analyses à cause de joints non étanches.

Le comptage d'usure affiche une valeur calculée indiquant l'usure des joints de la pompe. Vous pouvez aussi utiliser la limite d'usure des joints pour établir un calendrier de maintenance prédictive afin de changer les joints quand la limite est dépassée.

### Réinitialisation de la pompe

- 1 Sélectionnez le bouton Commande (Control ) [F1] de l'écran Système.
- 2 Sélectionnez Pump dans le menu.
- 3 Appuyez sur la touche Enter.
- 4 Sélectionnez le bouton Réinitialisation (Reset) [F7] pour arrêter la pompe et effectuer une réinitialisation matérielle.

### Réinitialisation des réglages de la pompe

- 1 Sélectionnez le bouton Réglages (Settings) [F1] dans l'écran Analyses.
- 2 Sélectionnez Pump dans le menu.
- 3 Appuyez sur la touche Enter.
- 4 Sélectionnez le bouton Défaut (Default) [F7] pour que les réglages de la pompe reprennent leurs valeurs par défaut.

Utilisation de la pompe Réinitialisation des réglages de la pompe

## 4

# Utilisation du dégazeur

Détails d'utilisation du dégazeur à vide de la Série Agilent 1100

### Démarrage du dégazeur

- 1 Appuyez sur l'interrupteur marche/arrêt du panneau avant.
- 2 Démarrez la pompe à l'aide du bouton Marche/arrêt (On/Off) [F8] de l'écran Analyses.
- 3 Observez le voyant d'état du dégazeur sur le panneau avant.

Ce voyant est éteint quand il y a suffisamment de vide dans le dégazeur.

Pendant l'utilisation, le voyant d'état peut être jaune pendant plusieurs secondes. Cela indique qu'il n'y a pas suffisamment de vide dans le dégazeur en ligne et que la pompe à vide est en train de créer un vide suffisant.

### Elimination des bulles de gaz

Si vous apercevez des bulles de gaz dans la tuyauterie du solvant ou à l'intérieur du filtre du solvant :

- 1 Débranchez le tube de solvant de la première voie de solvant de votre pompe.
- 2 Connectez l'adaptateur de seringue sur la seringue provenant du kit d'accessoires du dégazeur.
- **3** Tirez le piston de la seringue pour extraire du solvant par l'intermédaire du dégazeur et de la tuyauterie. Continuez à extraire du solvant par la tuyauterie jusqu'à ce qu'aucune bulle de gaz ne soit visible.
- 4 Déconnectez l'adaptateur de la seringue du tuyau du solvant.
- 5 Connectez le tuyau du solvant à votre pompe.

Répétez les étape 1 à étape 5 pour les autres voies de solvant.

### Changement de solvant

Si vous changez pour adopter un solvant non miscible avec celui qui est actuellement dans la tuyauterie :

1 Remplacez le solvant actuel :

par de l'isopropanol, si le solvant actuel est organique, ou

par de l'eau, si le solvant actuel est un tampon ou un sel organique.

- 2 Rincez soigneusement le dégazeur en ligne et toute la tuyauterie.
- 3 Remplacez l'isopropanol ou l'eau par le nouveau solvant.

Utilisation du dégazeur Changement de solvant

## 5

## Utilisation du passeur automatique d'échantillons

Détails d'utilisation du passeur automatique d'échantillons Série Agilent 1100

# Configuration du passeur automatique d'échantillons

- 1 Sélectionnez le bouton Configurer [F2] de l'écran Système.
- 2 Sélectionnez Autosampler dans le menu.
- **3** Appuyez sur la touche Enter.

Vous pouvez configurer le volume de la seringue, le volume capillaire du siège, définir l'action en cas de flacon manquant, configurer les plateaux, les interfaces etc.

### **Configuration des interfaces**

- 1 Sélectionnez le bouton Configurer [F2] de l'écran Système.
- 2 Sélectionnez Autosampler dans le menu.
- **3** Appuyez sur la touche Enter.
- 4 Sélectionnez le bouton Interfaces [F1].
- 5 Sélectionnez les interfaces que vous voulez utiliser (voir "Raccordement des périphériques" page 55).
- 6 Sélectionnez le bouton Terminé (Done) [F6].

### Configuration des paramètres du passeur

Tous les paramètres du passeur automatique d'échantillons peuvent être entrés à l'écran Autosampler Settings. Vous pouvez accéder à cet écran en sélectionnant le bouton Réglages (Settings) [F1] de l'écran Analyses. Vous pourrez ensuite accéder à la fonction table d'événements (définir une table d'événements pour un passeur seulement), à l'écran événements programmés (runtimes) et à l'écran du programme d'injection (Injector Program). Les réglages courants tels que le volume d'injection et numéro de flacon (vial number) peuvent être définis directement dans l'écran Analyses. Les réglages plus spécifiques - vitesse de prélèvement (Draw Speed), vitesse d'expulsion (Eject Speed), décalage du piston (draw position offset) peuvent être saisis avec le bouton Autres... (More...) [F1] puis l'option Réglages (Settings).

### Définition du mode d'injection

Deux modes peuvent être définis :

• Standard,

sans rinçage d'aiguille prédéfini,

avec rinçage d'aiguille prédéfini (on peut définir également le numéro du flacon de rinçage ).

Si la fonction de rinçage d'aiguille prédéfini est activée, l'aiguille se déplace avant l'injection (avec du réactif dans l'aiguille) dans le flacon de rinçage, pour éliminer les dépôts d'échantillon de l'extérieur de l'aiguille. Cela empêche que des échantillons restant dans le siège ne créent des effets mémoire sur le prochain cycle d'injection.

• Programme d'injection

voir "Exécution d'un programme d'injection" page 165.

# Optimisation des performances du passeur automatique d'échantillons

Deux modes d'optimisation sont disponibles pour le passeur automatique d'échantillons (on les appelle préavance et recouvrement). Ces deux options

permettent de réduire le temps d'analyse lorsque le débit d'échantillons à atteindre nécessite de les mettre en oeuvre.

Le mode d'optimisation peut être choisi à partir de l'écran Analyses :

- 1 Appuyez sur le bouton Réglages (Settings) [F1].
- 2 Choisissez un passeur automatique d'échantillons dans la liste.
- 3 Sélectionnez le bouton Autres... (More...) [F1].
- 4 Choisissez Optimisation dans la liste.
- 5 Dans la fenêtre qui s'ouvre alors, le mode d'optimisation ainsi que le délai peuvent être choisis dans une liste.

Si vous optez pour l'option Préavance du flacon d'échantillons (Prefetch Sample Vial) le flacon suivant (le même si l'injection doit être répétée), sera rapproché du site de prélèvement après que le délai spécifié soit écoulé. Le cycle d'injection n'est cependant pas démarré. En procédant ainsi, le temps total d'injection est réduit sans aucune répercussion sur l'analyse en cours.

Si vous optez pour l'option Recouvrement de cycles d'injections (Overlap Injection Cycle), le flacon suivant sera injecté après qu'une durée spécifiée se soit écoulée depuis l'injection précédente. Cette option présente les limitations suivantes :

- Le temps de démarrage de l'acquisition/du traitement de l'injection suivante ne doit pas interférer avec l'analyse en cours.
- Le recouvrement ne fonctionne que pour une plage de flacons déterminée (par exemple dans la même ligne de séquence).
- Il n'y a pas de recouvrement pour la première injection d'une nouvelle plage de flacons.
- Les programmes d'injecteur utilisant des commutations de vannes ne peuvent pas être exécutés si le recouvrement est sélectionné. Ils donneront un message d'erreur. Etant donné que tous les programmes d'injecteur de la ChemStation Agilent font appel à de telles commandes pour fonctionner correctement, aucun ne fonctionnera en mode recouvrement.

L'écran vous permet aussi d'activer/désactiver (enable/disable) l'option 'laisser toujours le bras de saisie à proximité du dernier flacon utilisé (always keep transport arm next to last used vial)'.

# Configuration du passeur automatique d'échantillons thermostaté

Si vous avez un passeur automatique d'échantillons thermostaté dans votre système, vous pouvez effectuer la configuration spécifique par l'option Thermostat de l'écran Réglages.

Cette option vous permet de régler la température du courant d'air traversant le passeur. Ce réglage est également disponible dans l'écran Analyses. Cochez la case correspondante pour contrôler la température dès que le passeur refroidi est mis en marche.

l'option Autres... (More...) de l'écran Réglages (Settings) et sélection des signaux (Signals) vous permet de choisir parmi plusieurs types de paramètres de thermostat (température ambiante, radiateur, ventilateur de refroidissement etc.) auxquels on se réfèrera sous "passeur automatique d'échantillons : auxiliaire (Autosampler: Auxiliary)" dans l'écran Graphes -Acquisitions (Plot - Signals). Cela vous permet d'accéder à plusieurs signaux de passeur automatique d'échantillons thermostaté sans pour autant encombrer la liste des acquisitions disponibles (Available Signals) (voir "Ecran des Graphes (Plot)" page 30).

### Alignement du bras d'injection / des pinces

- 1 Appuyez sur le bouton Tests Tests [F3] dans l'écran Système.
- 2 Choisissez un passeur automatique d'échantillons dans la liste.
- 3 Appuyez sur le bouton Aligner (Align) [F1].
- 4 Sélectionnez Transport.
- 5 Saisissez les valeurs souhaitées dans les champs correspondants.

La correction champ X (field X Correction) définit la valeur par défaut pour l'axe parallèle à la face avant (déplacement gauche/droite).

La correction thêta concerne l'angle par défaut du bras par rapport à l'axe avant arrière du module (rotation).

Pour une information détaillée sur les axes, référez-vous au manuel du passeur automatique d'échantillons.

6 Sélectionnez le bouton Terminé (Done) [F6] pour valider les réglages.

Les nouvelles valeurs prennent effet à la réinitialisation suivante du passeur.

### Consultation du journal du passeur automatique d'échantillons / des limites EMF

- 1 Sélectionnez le bouton Enregistrements (Records) [F4] de l'écran Système.
- 2 Sélectionnez Autosampler dans la liste.
- 3 Appuyez sur la touche Enter.

Vous pouvez vérifier le nombre d'injections effectives ('Needle into Seat') réalisée par le passeur ainsi que le nombre de cycles de vanne d'injection. Pour chaque fonction, vous pouvez spécifier une limite qui servira à planifier la maintenance prédictive.

# Réinitialisation du passeur automatique d'échantillons

- 1 Sélectionnez le bouton Commande (Control ) [F1] de l'écran Système.
- 2 Sélectionnez Autosampler dans le menu.
- **3** Appuyez sur la touche Enter.
- 4 Sélectionnez le bouton Réinitialisation (reset) [F7] pour réinitialiser le matériel du passeur automatique d'échantillons.

Cette manoeuvre réinitialise la vanne d'injection, le dispositif doseur et l'unité d'échantillonnage.

### Réinitialisation aux valeurs par défaut

- 1 Sélectionnez le bouton Réglages (Settings) [F1] dans l'écran Analyses.
- 2 Sélectionnez Autosampler dans le menu.
- **3** Appuyez sur la touche Enter.
- 4 Sélectionnez le bouton Défaut (Default) [F7] pour que les réglages du passeur reprennent leurs valeurs par défaut.

### Diagnostic du passeur

- 1 Sélectionnez le bouton Tests [F3] dans l'écran Système.
- 2 Sélectionnez Autosampler dans le menu.
- 3 Appuyez sur la touche Enter.

Vous pouvez sélectionner divers mouvements d'injection pour déplacer individuellement chaque partie du passeur.

Les fonctions pas à pas de l'injecteur peuvent être utilisées lors de la détection de pannes pour vérifier chacun des pas du cycle d'injection. Pour une description complète de chaque pas, voir le *Manuel de référence* du passeur automatique d'échantillons Série Agilent 1100.

Si vous avez un passeur automatique d'échantillons thermostaté, vous pouvez également tester les signaux auxiliaires en appuyant sur le bouton Signal de l'écran Test. Les graphes des signaux commencent alors à s'afficher (voir "Configuration du passeur automatique d'échantillons thermostaté" page 91). Utilisation du passeur automatique d'échantillons Diagnostic du passeur

## 6

## Utilisation de la vanne d'injection manuelle

Détails d'utilisation de la vanne d'injection manuelle de la Série Agilent 1100

### A propos de la vanne d'injection

La vanne d'injection possède 6 voies et peut être déplacée manuellement entre deux positions. En position LOAD, la phase mobile est dirigée de la pompe directement dans la colonne, vous permettant d'injecter l'échantillon dans la boucle d'échantillon. En position INJECT, la phase mobile passe par la boucle d'échantillon, en rinçant le contenu de la boucle dans la colonne.

#### Positions de la vanne



Load

Inject

Positions de la vanne :

1 à 6	ports de la vanne	
7	entrée (de la pompe)	
8	sortie (vers la colonne)	
9	port d'aiguille	
10	orifices	
11	boucle d'échantillon	

## **Effectuer une injection**

La boucle d'échantillonnage peut être remplie, soit complètement, soit partiellement. Cela dépend de la quantité d'échantillon dont vous disposez.

# Remplissage complet de la boucle d'échantillonnage

C'est la méthode classique dans laquelle un excès d'échantillon est utilisé pour remplir complètement la boucle d'échantillon. Le volume de la boucle détermine le volume d'injection.

- 1 Remplissez la seringue avec l'échantillon.
- 2 Mettez la vanne en position LOAD.
- **3** Insérez l'aiguille de la seringue dans le port d'aiguille jusqu'à ce que l'aiguille touche la face du stator. N'appuyez pas trop fort.
- 4 Injectez lentement l'échantillon.
- 5 Laissez la seringue en position et mettez la vanne en position INJECT.
- 6 Retirez la seringue.

# Remplissage partiel de la boucle d'échantillonnage

Utilisez cette méthode quand vous ne disposez que de petites quantités d'échantillon. Ici, la seringue détermine le volume d'injection.

- 1 La vanne étant en position INJECT, utilisez le nettoyeur du port d'aiguille pour rincer le port d'aiguille avec environ1 ml de phase mobile (afin de réduire la contamination résiduelle de l'injection précédente).
- 2 Mettez la vanne en position LOAD.
- **3** Remplissez la seringue avec le volume d'échantillon requis (pas plus de la moitié d'un volume de boucle).
- **4** Insérez l'aiguille de la seringue dans le port d'aiguille jusqu'à ce que l'aiguille touche la face du stator. N'appuyez pas trop fort.
- 5 Injectez lentement l'échantillon.
- 6 Laissez la seringue en position et mettez la vanne en position INJECT.
- 7 Retirez la seringue.

# Quelle quantité d'échantillon est effectivement injectée ?

Quand la boucle d'échantillon est complètement remplie, la quantité d'échantillon injectée est égale au volume de la boucle d'échantillon plus le volume des passages de vanne (1 dans le rotor et 2 dans le stator). Cela signifie que la quantité réelle d'échantillon injectée sera différente de la valeur nominale désignée à votre boucle d'échantillon. Toutefois, comme les étalons et les échantillons sont tous deux analysés en utilisant la même boucle, il est rarement nécessaire de connaître le volume absolu de la boucle.

Si vous devez connaître le volume réel d'une boucle d'échantillon, nous vous conseillons de l'étalonner raccordée à la vanne, afin de prendre aussi en compte les passages de vanne.

# De quelle quantité d'échantillon ai-je besoin ?

Pour remplir complètement la boucle d'échantillonnage, il faut disposer d'échantillon en excès. Il faut de deux à trois fois le volume de la boucle pour la remplir à environ 95 % (le reste est constitué par la phase mobile restée dans la boucle d'échantillonnage). Déterminez de manière expérimentale le nombre optimum de volumes de boucle pour votre application particulière.

Quand vous remplissez partiellement la boucle d'échantillon, n'injectez pas plus de la moitié du volume d'échantillon. Lorsque vous injectez l'échantillon dans la boucle, celui-ci se mélange avec le solvant déjà dans la boucle et une partie de l'échantillon risque de se perdre par le port 6 si vous essayez d'en injecter une trop grande quantité.

# Procédure alternative de remplissage de la boucle

Quand la boucle d'échantillon est entièrement remplie, vous pouvez soit injecter l'échantillon dans la boucle, soit utiliser la seringue pour extraire l'échantillon en passant par la boucle.

- 1 Mettez la vanne en position LOAD.
- 2 Placez le tuyau d'évacuation du port 6 dans le flacon d'échantillon.
- **3** Insérez l'aiguille de la seringue dans le port d'aiguille jusqu'à ce que l'aiguille touche la face du stator. N'appuyez pas trop fort.
- 4 Injectez lentement l'échantillon dans la seringue.
- 5 Laissez la seringue en position et mettez la vanne en position INJECT.
- 6 Retirez la seringue.

Si vous utilisez cette méthode, rincez toujours les passages de chargement (tuyau d'évacuation sur le port 6) après chaque injection, pour empêcher la contamination croisée entre les injections. Rappelons que pour rincer le port 6 et le tuyau d'évacuation, la vanne doit être en position LOAD.

## **Utilisation des détecteurs**

7

Détail de fonctionnement des détecteurs à longueur d'onde variable(VWD), à longueurs d'onde multiples (MWD), à indice de réfraction (RID), à fluorescence (FLD) et à barrette de diodes (DAD) de la Série Agilent 1100.

### Allumage et extinction de la lampe

Pour allumer et éteindre la lampe, utilisez le bouton marche/arrêt (On/Off ) [F7] de l'écran Analyses :

- 1 Appelez l'écran Analysis.
- 2 Sélectionnez le bouton marche/arrêt (On/Off) [F7].
- 3 Sélectionnez le bouton Lampe (Lamp) [F6].

Vous pouvez parvenir au même résultat en utilisant le bouton marche/arrêt (On/Off) [F8] de l'écran Réglages du détecteur (Detector Settings) ou Commande (Control) accessible par les écrans Analyses ou Système.

**REMARQUE** Quand la lampe est mise sous tension, une routine d'allumage de la lampe démarre. Pour plus d'informations, voir "Routine d'allumage de la lampe (VWD seulement)", page 114.

Utilisation des détecteurs Saisie des réglages

### Saisie des réglages

Tous les réglages du détecteur peuvent être entrés par l'écran Réglages du détecteur (Detector Settings). Vous pouvez accéder à cet écran en sélectionnant le bouton Réglages (Settings) [F1] de l'écran Analyses puis en choisissant le détecteur approprié. Les paramètres utilisés couramment, tels que la longueur d'onde, peuvent être définis directement à l'écran Analyses.

### Détecteur à barrette de diodes (DAD)

La longueur d'onde pour le signal A peut être entrée à l'écran Analysis. Les : longueur d'onde d'échantillon, longueur d'onde de référence, bande passante, largeur du pic et largeur de la fente peuvent être entrées à l'écran DA Detector Settings. Vous pouvez accéder à cet écran en sélectionnant le bouton Réglages (Settings) [F1] de l'écran Analyses. les autres paramètres (autoéquilibrage etc.) et les réglages de spectres (gamme, seuil) sont accessibles par le bouton Autres... (More...) [F1] des réglages du détecteurs (DA Detector Settings).

### Détecteur à longueur d'onde variable (VWD)

Les paramètres de ce détecteur comprennent la Longueur d'onde (wavelength), la largeur de pic (peakwidth) et la polarité du signal (signal polarity). En utilisant le bouton Autres... (More...) [F1] et en choisissant Réglages (Settings) vous accédez à l'autoéquilibrage (autobalance) et à la marge pour les absorbances négatives.L'option Spectre vous permet d'entrer une plage de longueur d'onde pour un spectre d'échantillon.

### Détecteur à fluorescence (FLD)

Pour le détecteur à fluorescence les réglages suivants sont accessibles : longueur d'onde d'excitation, longueur d'onde d'émission et multilongueur d'onde (dans l'écran des réglages courants). Le bouton Autres... (More...) [F1] vous permet en outre de spécifier les paramètres complémentaires, c'est-àdire : largeur de pic et gain PMT (comportement de la ligne de base, référence, polarité, ajustement sur la gamme spectrale), réglages multilongueur d'onde (spectre, plages d'excitation), réglages de balayage 3D (plages d'excitation et d'émission) ainsi que les réglages du mode de détection de phosphorescence.

### Détecteur à longueurs d'onde multiples (MWD)

La longueur d'onde pour le signal A peut être entrée à l'écran Analysis. la longueur d'onde pour le signal B, la largeur de fente et la largeur de pic peuvent être entrées à l'écran des réglages du Détecteur (MW Detector Settings). Vous pouvez accéder à cet écran en sélectionnant le bouton Réglages (Settings) [F1] de l'écran Analyses. des signaux et fonctions complémentaires sont accessibles par le bouton Autres... (More...) [F1] sous MW Settings.

**REMARQUE** Seule la version G1323B du module de commande permet de piloter le détecteur à longueurs d'onde multiples. Le G1323A affiche "module résident ou non supporté (resident or unsupported module)" si un tel détecteur est configuré dans le système Agilent 1100.

#### Détecteur à indice de réfraction (RID)

Le module de commande permet de régler la température de cuve du RID depuis l'écran Analyses.

La température, la largeur de pic, la polarité et les cycles automatiques peuvent être réglés à partir de l'écran de Réglages du détecteurs RI. Vous pouvez accéder à cet écran en sélectionnant le bouton Réglages (Settings) [F1] de l'écran Analyses.

Pour accéder au zéro automatique et à la purge automatique, il faut passer par le bouton Autres... (More...) [F1] sous Réglages RI.

**REMARQUE** Seule la version G1323B du module de commande permet de piloter le détecteur à indice de réfraction. Le G1323A affiche "module résident ou non supporté (resident or unsupported module)" si un tel détecteur est configuré dans le système Agilent 1100.
#### Réinitialisation de la ligne de base

Vous pouvez réinitialiser la ligne de base à l'aide du bouton Equilibrer (Balance) [F1] (Zéro [F1] avec le détecteur à indice de réfraction) dans l'écran de commande du détecteur (Detector Control). Remarquez que cette procédure n'est pas disponible pour le détecteur à fluorescence :

- 1 Sélectionnez le bouton Commande (Control ) [F1] de l'écran Système.
- 2 Sélectionnez le détecteur à partir du menu.
- 3 Appuyez sur la touche Enter.
- 4 Sélectionnez le bouton Equilibrer (Balance) [F1].

Vous pouvez parvenir au même résultat par la touche m (menu) de la fenêtre des réglages du détecteur de l'écran Analyse.

#### Configuration du détecteur

- 1 Sélectionnez le bouton Configurer [F2] de l'écran Système.
- 2 Sélectionnez le détecteur dans la liste.
- 3 Appuyez sur la touche Enter.

Vous pouvez maintenant configurer le détecteur sortie(s) analogique(s), allumage de la lampe à la mise sous tension et les interfaces.

#### Diagnostic du détecteur

- 1 Sélectionnez le bouton Tests [F3] de l'écran système.
- 2 Sélectionnez le détecteur à partir du menu.
- 3 Appuyez sur la touche Enter.
- 4 Sélectionnez le test approprié.

La sélection du test dépend de. Pour les détails concernant chaque test, voir le *manuel de référence* des détecteurs de la série Agilent 1100.

**REMARQUE** La possibilité de test intégral n'est possible qu'à partir de la ChemStation CPL.

#### Examen du journal du détecteur

- 1 Sélectionnez le bouton Enregistrements (Records) [F4] de l'écran Système.
- 2 Sélectionnez le détecteur à partir du menu.
- 3 Appuyez sur la touche Enter pour afficher le journal.

Vous pouvez vérifier, modifier et réinitialiser le temps ainsi que le nombre d'allumage de la lampe. Pour les détecteurs à fluorescence et à indice de réfraction, vous pouvez respectivement vérifier la durée de vie de la lampe flash et le temps écoulé depuis la dernière purge.

#### Réinitialisation du détecteur

- 1 Sélectionnez le bouton Réglages (Settings) [F1] dans l'écran Analyses.
- 2 Sélectionnez le détecteur à partir du menu.
- 3 Appuyez sur la touche Enter.
- 4 Sélectionnez le bouton Défaut (Default) [F7] pour que les réglages du détecteur reprennent leurs valeurs par défaut.

# Routine d'allumage de la lampe (VWD seulement)

Quand la lampe est mise sous tension, la routine d'allumage suivante démarre

• 1 minute de chauffage pendant laquelle la position du réseau est réinitialisée.

vérification de la longueur d'onde à 656 nm (résultat :  $\pm 0,5$  nm) du côté référence seulement (pour qu'il n'y ait pas d'influence provenant de l'état de la cuve à circulation).

En cas d'erreur, un message concernant l'étalonnage s'affiche. Effectuez un étalonnage de longueur d'onde (disponible dans les tests du détecteur à longueur d'onde variable).

• vérification de l'intensité

:

- à 250 nm sans filtre de coupure,
- à 250 nm avec filtre de coupure.

Si la vérification des intensités n'est pas correcte, le fonctionnement du filtre de coupure n'est pas correct.

# Configuration de la voie analogique de sortie.

Vous pouvez utiliser votre détecteur CLAgilent Série 1100 pour tester ou surveiller les paramètres optiques sur un équipement analogique externe connecté à la sortie analogique (les détecteurs à fluorescence, à barrette de diodes et à longueurs d'onde multiples possèdent deux sorties analogiques, les détecteurs à longueur d'onde variable et à indice de réfraction en ont une) à l'arrière du module.

Pour configurer les sorties analogiques :

- 1 Appuyer sur le bouton Réglages (Settings) [F1] dans l'écran Analyses.
- 2 Sélectionnez le détecteur et appuyez sur Enter.
- 3 Appuyez sur le bouton Analogique [F3].
- 4 Sélectionnez soit le signal que vous voulez suivre dans la liste, ou, si vous avez un détecteur à longueur d'onde variable (détecteur à fluorescence), choisissez le signal (les signaux) à reporter en sortie analogique dans la liste (les listes).
- 5 Entrez les valeurs pour le Décalage de zéro (Zero Offset) permet de décaler la ligne de base pour reconnaître les dérives négatives et l'Atténuation (plages absorbances) pour chacun des deux connecteurs.
- 6 Appuyez sur le bouton Terminé (Done) [F6].

Utilisation des détecteurs Configuration de la voie analogique de sortie.

#### 8

#### Utilisation du compartiment à colonnes

Détails d'utilisation du compartiment à colonnes thermostaté de la Série Agilent 1100

# Allumage et extinction du compartiment à colonnes

vous pouvez allumer et éteindre le compartiment à colonnes à l'aide du bouton marche/arrêt (On/Off ) [F7] de l'écran Analyses :

- 1 Appelez l'écran Analyses.
- 2 Sélectionnez le bouton marche/arrêt (On/Off) [F7].
- 3 Sélectionnez le bouton Temp [F7].

Vous pouvez parvenir au même résultat en utilisant les boutons Réglages (Settings) ou Commande (Control) [F1] des écrans Analyses ou Système.

#### Configuration des paramètres

La température peut être entrée à l'écran Analyses. La température (pour le chauffage gauche et/ou droit) peut être entrée à l'écran Column Compartment Settings. Vous pouvez accéder à cet écran en sélectionnant le bouton Réglages (Settings) [F1] de l'écran Analyses. Des réglages complémentaires sont accessibles par le bouton Autres... (More...) [F1] sous Réglages du compartiment à colonnes (Column Compartment Settings).

# Configuration du compartiment à colonnes

- 1 Sélectionnez le bouton Configurer [F2] de l'écran Système.
- 2 Sélectionnez Column Comp dans la liste.
- 3 Appuyez sur la touche Enter.

Vous pouvez maintenant configurer le mode de détection de fuites, l'activation de la température à la mise sous tension, les interfaces et le module d'identification de colonne.

		Configuration du module ID colonne	
	1	Sélectionnez le bouton Configurer [F2] de l'écran Système.	
	2	Sélectionnez Column Comp dans la liste.	
	3	Appuyez sur la touche Enter pour ouvrir l'écran de Configuration du compartiment à colonnes (Column Compartment Configuration) .	
	4	Appuyez sur le bouton ID colonne [F4] pour ouvrir l'écran Column ID.	
	5	Pour basculer entre la colonne de droite et la colonne de gauche, appuyez sur le bouton Gauche/Droite (Left/Right) [F8].	
REMARQUE		Si aucune étiquette de colonne n'est détectée, les champs correspondants sont désactivés et le signe de la bascule Gauche/Droite dans le coin supérieur droit de la fenêtre est barré.	
	6	Entrez vos données de colonne dans les champs de manière appropriée. Des champs supplémentaires sont disponibles par le bouton Autres (More) [F1].	
	7	En appuyant sur le bouton Ecrire (Write) [F7] vous transférez les informations dans l'étiquette de colonne.	
	8	En appuyant sur le bouton Droite (Right) [F8] vous obtenez les informations qui figurent sur l'étiquette de la colonne de droite (si elle est installée).	
REMARQUE		L'information ID colonne est mise à jour dès qu'une colonne comportant une étiquette ID est correctement installée. Vous pouvez ainsi, de cet écran, vérifier le nombre d'injections faites sur la colonne.	

#### Sélection du mode séparé ou combiné

Le mode séparé permet de régler indépendamment la température des deux chauffages. Dans le cas contraire, les deux chauffages présentent la même température.

- 1 Sélectionnez le bouton Réglages (Settings) [F1] dans l'écran Analyses.
- 2 Sélectionnez Column Comp dans le menu.
- 3 Cochez la case Separated mode.
- 4 Pour activer le mode Combined, enlevez la coche de la case.

# sélection de la vanne de commutation de colonne (option)

La vanne de commutation de colonnes est facultative.

- 1 Sélectionnez le bouton Réglages (Settings) [F1] dans l'écran Analyses.
- 2 Sélectionnez Column Comp dans le menu.
- 3 Appuyez sur le bouton Commutation de colonnes (Column Switch).
- 4 Sélectionnez le mode 1 ou 2.
- 5 Appuyez sur le bouton Terminé (Done) [F6] et quittez cet écran.

#### Diagnostics du compartiment à colonnes

- 1 Sélectionnez le bouton Tests [F3] dans l'écran Système.
- 2 Sélectionnez Column Comp dans le menu.
- 3 Appuyez sur la touche Enter.
- 4 Sélectionnez le test approprié.

Vous pouvez sélectionner le test d'étalonnage pour vérifier le fonctionnement du compartiment à colonnes. Pour en savoir plus sur ce test, voir le *Manuel de référence* des compartiment à colonnes de la Série Agilent 1100.

### Examen du journal du compartiment à colonnes

- 1 Sélectionnez le bouton Enregistrements (Records) [F2] de l'écran Système.
- 2 Sélectionnez le compartiment à colonnes (Column Comp) dans la liste.
- **3** Appuyez sur le bouton Journal Système ou Maintenance (System ou Maint.Log) [F4] pour afficher le journal.

	Examen du journal des ID colonnes	
	1 Sélectionnez le bouton Configurer [F4] de l'écran Système.	
	Sélectionnez Column Comp dans la liste.	
	Appuyez sur la touche Enter pour ouvrir l'écran de Configuration du compartiment à colonnes (Column Compartment Configuration) .	
	4 appuyez sur le bouton ID colonnes (Column ID) [F2] pour ouvrir l'écran ID colonnes.	
REMARQUE	Si aucune étiquette de colonne n'est détectée, les champs correspondants sont désactivés et le signe de la bascule Gauche/Droite (. Supérieur droit de la fenêtre) est barré et le bouton Autres (More) n'est pas disponible.	
	En utilisant le bouton Autres (More) [F1] vous pourrez consulter et modifier les valeurs des autres caractéristiques de la colonne installée. Par exemple, la pression maximum autorisée et la température maximum recommandée.	
	Vous pouvez vérifier le nombre d'injections effectuées sur la colonne.	

### Réinitialisation du compartiment à colonnes

- 1 Sélectionnez le bouton Réglages (Settings) [F1] dans l'écran Analyses.
- 2 Sélectionnez Column Comp dans le menu.
- 3 Appuyez sur la touche Enter.
- 4 Sélectionnez le bouton Défaut (Default) [F7] pour que les réglages du détecteur reprennent leurs valeurs par défaut.

Utilisation du compartiment à colonnes Réinitialisation du compartiment à colonnes

#### Partie 3

9	Exécution d'	une analyse	isocratique	127
---	--------------	-------------	-------------	-----

- **10** Exécution d'une analyse avec gradient 137
- 11 Exécution d'analyses à injections multiflacon (séquence) 147
- **12** Exécution d'un programme d'injection 165

Utilisation du système CLHP Série Agilent 1100 avec le module de commande Utilisation du système CLHP Série Agilent 1100 avec le module de commande

#### 9

# Exécution d'une analyse isocratique

Comment analyser l'échantillon étalon isocratique HP en utilisant une analyse d'injection simple

#### Ce qu'il vous faut

Instruments	Pompe isocratique, binaire ou quaternaire, passeur d'échantillons et un détecteur UV, tous de la Série Agilent 1100.
Colonne	Une colonne 125 mm $\times$ 4 mm Hypersil ODS, 5 $\mu m$ (numéro de référence 7982618-564).
Solvants	Pour la pompe isocratique, un mélange de solvant constitué d'eau bidistillée (35 %) et d'acétonitrile (65 %) de qualité CLHP.
Echantillon	L'échantillon isocratique de référence ( référence 01080- 68704). Composition : 0,15 poids % de diméthylphthalate, 0,15 poids % de diéthylphthalate, 0,01 poids % de biphényle et 0,03 poids % de o-terphényle dissout dans du méthanol.

#### Préparation du système CLHP

- 1 Pour la pompe isocratique, remplissez le flacon de solvant avec le mélange d'eau bidistillée (35 %) et d'acétonitrile (65 %). Pour la pompe binaire ou quaternaire, remplissez un flacon de solvant avec de l'eau bidistillée (canal A) et l'autre avec de l'acétonitrile (canal B).
- 2 Allumez la lampe du détecteur et la pompe en utilisant le bouton marche/arrêt (On/Off) [F7] de l'écran Analyses. Sélectionnez ensuite le module à l'aide des touches d'Action.
- **3** Pour la pompe quaternaire, mettez le dégazeur sous tension en actionnant l'interrupteur marche/arrêt.
- **4** Purgez la pompe. Pour plus d'informations voir le chapitre 3 "Utilisation de la pompe".
- 5 Accordez au moins 15 minutes au détecteur pour qu'il fournisse une ligne de base stable.
- **6** Versez le contenu d'une ampoule d'échantillon étalon isocratique HP dans un flacon et bouchez celui-ci. Placez le flacon dans la position 1 du plateau du passeur automatique d'échantillons.
- 7 Pompez la phase mobile constituée d'eau/acétonitrile (35/65 %) au travers de la colonne pendant 10 minutes, à un débit de 2 ml/min.

#### Entrée des paramètres

Pour préparer l'analyse isocratique, définissez les paramètres du système CLHP d'après les valeurs par défaut, puis modifiez les paramètres sélectionnés ; les autres conservant leur valeurs par défaut. Ensuite, enregistrez ces paramètres dans une méthode appelée ISO.

- 1 Appelez l'écran Analyses.
- 2 Définissez la gamme de flacons de 1 à 1.
- 3 Définissez le nombre d'injections à 1.
- 4 Pressez Enter pour ne pas tenir compte de la section du nom de la méthode.
- 5 Appuyez sur le bouton Réglages (Settings) [F1].
- 6 Sélectionnez HPLC System dans le menu.
- 7 Sélectionnez le bouton Défaut (Default) [F7] puis Oui (Yes) pour recharger les valeurs par défaut.
- 8 Appuyez sur la touche Esc.
- 9 Appuyez sur le bouton Réglages (Settings) [F1].
- 10 Sélectionnez la pompe dans le menu (ISO, BIN ou QUAT).
- 11 Appuyez sur le bouton Pressure [F3].
- 12 Entrez 400 pour le seuil supérieur de pression.
- 13 Sélectionnez le bouton Terminé (Done) [F6].
- 14 Saisissez les valeurs suivantes : %B 65, (%C OFF, %D OFF pour les pompes quaternaires. Si vous avez une pompe binaire, réglez %B sur 65).
- 15 Réglez le débit sur 1,5 ml/min.
- 16 Validez avec "Terminé (Done)" pour retourner à l'écran Analyses.
- 17 Entrez les valeurs affichées à l'écran Tableau 2Analyses.

# **REMARQUE**Les canaux d'un système de pompage sont nommés A, B, C et D (selon le type<br/>de pompe). %A est automatiquement calculé par 100% - (%B + %C + %D).<br/>Si aucune valeur n'est entrée pour %B, %C et %D ; %A est toujours 100%.

Tableau 2	Valeurs affichées à l'écran Analyses			
	Paramètre	Valeur		
	Detection wavelength	254 nm		
	Injection volume	1 µl		
	Stoptime	6 min		

# enregistrement des réglages dans une méthode

- 1 Sélectionnez le bouton Méthode [F3] dans l'écran Analyses.
- 2 Sélectionnez le bouton Enregistrer sous (Save As) [F8].
- **3** Entrez le nom de méthode ISO à l'aide des touches de sélection (voir également "Spécification du nom de la méthode" page 40)
- 4 Appuyez sur le bouton Terminé (Done) [F6] pour enregistrer la méthode.
- 5 Appuyez sur la touche Esc pour retourner à l'écran Analysis.

		Observation du chromatogramme	
	1	Sélectionnez le bouton Graphes (Plot) [F6] dans l'écran Analyses.	
	2	Appuyez sur le bouton Sélectionner (Select) [F6].	
	3	Choisissez une source de signal dans la liste des acquisitions disponibles (Available Signals).	
	4	Appuyez sur la touche Enter.	
REMARQUE		Vous pouvez choisir plusieurs signaux à la fois. La fonction graphe affiche tous les signaux figurant dans la liste des signaux sélectionnés (Selected Signals). A l'aide des touches de navigation et de sélection, déplacez-vous dans les listes et utilisez la touche Enter pour faire passer une acquisition d'une liste à l'autre.	
	5	Sélectionnez le bouton Terminé (Done) [F6] pour afficher le graphe.	
	6	Appuyez sur la touche Esc pour retourner à l'écran Analysis.	
	7	Appuyez sur le bouton démarrer (Start) [F8].	
	8	Sélectionnez OK pour confirmer la gamme de flacons et le numéro d'injection et appuyez sur la touche Enter pour démarrer l'analyse.	
	9	Sélectionnez le bouton Graphes (Plot) [F6] pour que le chromatogramme en cours s'affiche	
		Un chromatogramme type de cette analyse est présenté Figure 16.	
		Le profil exact du chromatogramme dépendra de la colonne utilisée. D'éventuelles différences entre les temps de rétention et les aires des pics de votre chromatogramme et ceux de la Figure 16 peuvent avoir des causes diverses : écarts dans la concentration de l'échantillon d'un lot à l'autre, qualité des solvants utilisés et température de la colonne.	
REMARQUE		Vous pouvez modifier l'échelle du graphe à l'aide du bouton Changer l'échelle (Rescale) [F7], ou des touches de curseur ; vous pouvez également définir les axes de la fenêtre graphique dans la configuration.	

Exécution d'une analyse isocratique **Observation du chromatogramme** 



#### Analyse d'un échantillon isocratique de référence

#### Démarrage de l'analyse

### **REMARQUE** L'analyse peut également être démarrée depuis de nombreux autres écrans, par exemple Système, Etat (Status), Echantillon (Samples) ou Séquence .

- 1 Appelez l'écran Analysis.
- 2 Sélectionnez le bouton Démarrer (Start) [F8].
- **3** Sélectionnez OK pour confirmer la gamme de flacons et le numéro d'injection et appuyez sur la touche Enter pour démarrer l'analyse.

Exécution d'une analyse isocratique Démarrage de l'analyse

#### **10**

# Exécution d'une analyse avec gradient

Comment analyser l'échantillon étalon isocratique HP en utilisant une analyse avec gradient

#### Ce qu'il vous faut

Instruments	Pompe binaire ou quaternaire, passeur d'échantillons, détecteur UV et un dégazeur, tous de la Série Agilent 1100.
Colonne	Une colonne 125 mm $\times$ 4 mm Hypersil ODS, 5 $\mu m$ (numéro de référence 7982618-564).
Solvants	Eau bidistillée et acétonitrile de qualité CLHP.
Echantillon	L'échantillon étalon isocratique HP (numéro de référence 01080-68704). Composition : 0,15 poids % de diméthylphthalate, 0,15 poids % de diéthylphthalate, 0,01 poids % de biphényle et 0,03 poids % de o-terphényle dissout dans du méthanol.

#### Préparation du système CLHP

- 1 Remplissez un flacon de solvant avec de l'eau bidistillée (canal A) et l'autre avec de l'acétonitrile (canal B).
- 2 Allumez la lampe du détecteur et la pompe en utilisant le bouton marche/arrêt (On/Off ) [F7] de l'écran Analyses.
- **3** Pour la pompe quaternaire, mettez le dégazeur sous tension en actionnant l'interrupteur marche/arrêt.
- **4** Purgez la pompe. Pour plus d'informations voir le chapitre 3 "Utilisation de la pompe".
- 5 Accordez au moins 15 minutes au détecteur pour qu'il fournisse une ligne de base stable.
- **6** Versez le contenu d'une ampoule d'échantillon étalon isocratique Agilent Technologies dans un flacon et bouchez celui-ci. Placez le flacon dans la position 1 du plateau du passeur automatique d'échantillons.
- 7 Pompez la phase mobile constituée d'eau/acétonitrile (35/65 %) au travers de la colonne pendant 10 minutes, à un débit de 2 ml/min.

#### Entrée des paramètres

Pour préparer l'analyse avec gradient, définissez les paramètres du système CLHP d'après les valeurs par défaut, puis modifiez les paramètres sélectionnés ; les autres conservant leur valeurs par défaut. Ensuite, enregistrez ces paramètres dans une méthode appelée GRAD.

Pour établir le gradient du solvant, vous créerez un tableau des événements dans la méthode. il faut pour cela ouvrir l'écran Table des événements (Timetable), au moyen du bouton Table d'événements [F2] de l'écran des Réglages de la pompe.

L'exemple suppose que la table d'événements est vide. Si la table des événements n'est pas vide, pour l'effacer, utilisez la rubrique Toutes les lignes (All Lines), accessible par le bouton Supprimer (Delete).

- 1 Appelez l'écran Analyses.
- 2 Définissez la gamme de flacons de 1 à 1.
- 3 Définissez le nombre d'injections à 1.
- 4 Sautez le champ du nom de méthode (method name).
- 5 Appuyez sur le bouton Réglages (Settings) [F1].
- 6 Sélectionnez HPLC System dans le menu.
- 7 Appuyez sur la touche Enter.
- 8 Sélectionnez le bouton Défaut (Default) [F7] puis Oui (Yes) pour recharger les valeurs par défaut.
- 9 Appuyez sur la touche Esc pour appeler l'écran Analyses.
- 10 Entrez les valeurs suivantes à l'écran Analyses.
- 11 Appuyez sur le bouton Réglages (Settings) [F1].
- 12 Sélectionnez pompe Binaire ou quaternaire (BIN or QUAT Pump) dans le menu.

Si vous avez une pompe quaternaire, réglez %B sur 65 et %C et %D sur OFF.

Si vous avez une pompe binaire, réglez %B sur 65.

Tableau 3	Valeurs de l'écran Analyses			
	Paramètre	Valeur		
	Flow	1,5 ml/minute		
	Detection wavelength	254 nm		
	Injection volume	1 µl		
	Stoptime	5 min		
REMARQUE	Les différentes voies du système de pompage sont appelées A, B, C et D (selon le type de pompe). %A est automatiquement calculé par 100% - (%B + %C + %D). Si aucune valeur n'est entrée pour %B, %C et %D ; %A est toujours 100%.			
13	Sélectionnez le bouton Pressure.			
14	Réglez la limite de pres	sion supérieure à 400 bars.		
15	5 Sélectionnez le bouton	Done.		
10	Sélectionnez le bouton Table d'événements (Timetable).			
17	Sélectionnez le bouton	Insert.		
18	B Entrez une valeur de 2 paramètre.	minutes et sélectionnez Composition comme		
	Si vous avez une pomp %D sur 0.00.	e quaternaire, réglez la composition %B sur 65, %C et		
	Si vous avez une pomp	e binaire, réglez la composition %B sur 65.		
19	Sélectionnez le bouton	Enter pour valider la saisie (touche Action F7).		
20	Entrez les informations	s suivantes pour deux autres lignes.		
	time 4 : %B = 95			
	time 5 : %B = 65			
21	Appuyez sur le bouton table.	Terminé (Done) et vérifiez les données saisies dans la		
22	2 Appuyez sur la touche	Esc jusqu'à ce que vous soyez dans l'écran Analyses.		

Exécution d'une analyse avec gradient Entrée des paramètres

**REMARQUE**Utilisez la touche Enter pour enregistrer les lignes de la table d'événements.<br/>Une fois toutes les lignes entrées, validez avec Terminé (Done).<br/>En appuyant sur la touche Esc vous retournez à l'écran précédent.

# enregistrement des réglages dans une méthode

- 1 Sélectionnez le bouton Méthode [F3] dans l'écran Analyses.
- 2 Sélectionnez le bouton Enregistrer sous (Save As) [F8].
- **3** Entrez le nom de méthode GRAD à l'aide des touches de sélection (voir également "Spécification du nom de la méthode" page 40)
- 4 Appuyez sur le bouton Terminé (Done) [F6] pour enregistrer la méthode.
- 5 Appuyez sur ESC pour revenir à l'écran Analyses.

		Observation du chromatogramme	
	1	Sélectionnez le bouton Graphes (Plot) [F6] dans l'écran Analyses.	
	2	Appuyez sur le bouton Sélectionner (Select) [F6].	
	3	Choisissez une source de signal dans la liste des acquisitions disponibles (Available Signals).	
	4	Appuyez sur la touche Enter.	
REMARQUE		Vous pouvez choisir plusieurs signaux à la fois. La fonction graphe affiche tous les signaux figurant dans la liste des signaux sélectionnés (Selected Signals). A l'aide des touches de navigation et de sélection, déplacez-vous parmi les listes et utilisez la touche Enter pour faire passer une acquisition d'une liste à l'autre.	
	5	Sélectionnez le bouton Terminé (Done) [F6] pour afficher le graphe.	
	6	Appuyez sur la touche Esc pour retourner à l'écran Analysis.	
	7 Appuyez sur le bouton démarrer (Start) [F8].		
	8	Sélectionnez OK pour confirmer la gamme de flacons et le numéro d'injection et appuyez sur la touche Enter pour démarrer l'analyse.	
	9	Sélectionnez le bouton Graphes (Plot) [F6] pour que le chromatogramme en cours s'affiche	
		Un chromatogramme avec gradient type de cette analyse est illustré par la Figure 17.	
		Le profil exact du chromatogramme dépendra de la colonne utilisée. D'éventuelles différences entre les temps de rétention et les aires des pics de votre chromatogramme et ceux de la Figure 17 peuvent avoir des causes diverses : écarts dans la concentration de l'échantillon d'un lot à l'autre, qualité des solvants utilisés et température de la colonne.	
		Si vous comparez ce chromatogramme à celui du chapitre 9 "Exécution d'une analyse isocratique", vous observerez que le gradient du solvant a réduit le temps d'élution du quatrième pic dans le chromatogramme.	
Exécution d'une analyse avec gradient **Observation du chromatogramme** 



**REMARQUE**Vous pouvez modifier l'échelle du graphe avec le bouton Changer l'échelle<br/>(Rescale) [F7], ou les touches de curseur ; vous pouvez également définir les<br/>axes de la fenêtre graphique dans la configuration.

# Démarrage de l'analyse

# **REMARQUE**Vous pouvez démarrer l'analyse en appuyant sur le bouton Démarrer (Start)<br/>[F8] des écrans Echantillons (Samples), Système et Etat (Status).

- 1 Appelez l'écran Analyses.
- 2 Sélectionnez le bouton Démarrer (Start) [F8].
- **3** Sélectionnez OK pour confirmer la gamme de flacons et le numéro d'injection et appuyez sur la touche Enter pour démarrer l'analyse.

# 11

# Exécution d'analyses à injections multiflacon (séquence)

Comment préparer des injections multiflacon en utilisant la même méthode et des méthodes differentes

# Analyse d'injections multiflacon par la même méthode

Cette section décrit comment configurer une analyse à 25 flacons avec une injection par flacon. Vous utiliserez une méthode créée précédemment. Les échantillons se trouvent dans les positions de 1 à 25 du plateau du passeur automatique d'échantillons. Pour plus de détails, voir "Utilisation des méthodes", page 39.

- 1 Appelez l'écran Analyses.
- 2 Définissez la gamme de flacons (Vial Range) de 1 à 25.
- 3 Définissez le nombre d'injections à 1.
- 4 Sélectionnez la méthode que vous voulez utiliser à l'aide des boutons de défilement (↓ ♥).
- 5 Sélectionnez le bouton Démarrer (Start) [F8].
- 6 Sélectionnez OK pour confirmer la gamme de flacons et le numéro d'injection et appuyez sur la touche Enter pour démarrer l'analyse.

		Analyse d'injections multiples par différentes méthodes		
		Cette section décr trois méthodes cr METH3. Dans cet paramètres analyt d'analyse. METH3 d'attente de 30 mi	rit comment configurer une analyse à 50 flacons utilisant éées précédemment et appelées ici METH1, METH2 et exemple, METH1 et METH2 utilisent les mêmes iques mais diffèrent par le volume injecté et le temps de fin a utilise une température différente et requiert un temps nutes pour que le système CLHP s'équilibre.	
REMARQUE		Cette méthode de	combinaison de méthodes est appelée Sequence.	
		• les 20 premiers flacons sont analysés en utilisant METH1 avec une injection par flacon,		
		<ul> <li>les 20 flacons suivants sont analysés en utilisant METH2 avec deux injections par flacon,</li> <li>les 10 derniers flacons sont analysés en utilisant METH3 avec trois injections par flacon.</li> <li>Les flacons sont placés dans les positions de 1 à 50 du plateau du passeur d'échantillons.</li> </ul>		
		L'exemple suppose que la Table de séquences est vide. Si la table de séquence n'est pas vide, pour l'effacer, utilisez la rubrique Toutes les lignes (All Lines accessible par le bouton Supprimer (Delete) [F6].6		
	1	Sélectionnez Séquence [F4] de l'écran Analyses.		
	2	Pour la ligne de sé [F7] et entrez :	équence numéro 1, sélectionnez le bouton Insérer (Insert)	
		Vial Range	1 à 20	
		#Inj. 1	1	
		Inj. Vol.	Par défaut	
		Method	METH1	
		Sélectionnez le bo	outon Enter pour valider la saisie.	
		Pour la ligne de séquence 2, entrez :		

Exécution d'analyses à injections multiflacon (séquence) Analyse d'injections multiples par différentes méthodes

Vial Range	21 à 40
#Inj.	2
Inj. Volume	Par défaut
Method	METH2

- 5 Sélectionnez le bouton Enter pour valider la saisie.
- 6 Pour la ligne de séquence 3, entrez :

Vial Range	41 à 50
#Inj.	3
Inj. Volume	Par défaut
Method	METH3
Wait	30 minutes

- 7 Sélectionnez le bouton Terminé (Done) [F6] pour valider les paramètres de la ligne 3 de la séquence et terminer la séquence.
- 8 Sélectionnez le bouton Démarrer (Start) [F8] de l'écran Séquence.
- 9 Sélectionnez le bouton OK pour démarrer la séquence.

# Séquence d'étalonnage à un seul point

La procédure suivante décrit comment définir une séquence d'étalonnage pour une analyse utilisant un étalonnage à un seul point.

Il y a un mélange étalon (C) et 9 échantillons (S).

L'analyse requiert que :

- chaque échantillon soit analysé 2 fois,
- Le mélange étalon soit analysé une fois avant les échantillons et réanalysé ensuite tous les 2 échantillons,

C S S C S S C S S C S S C S C

- Le mélange étalon soit placé en position 90 et les 9 flacons d'échantillons dans les positions 1 à 9 du plateau du passeur automatique d'échantillons, et
- la méthode appelée METH1 soit utilisée pour les échantillons et les étalons.

L'exemple suppose que la Table de séquence est vide. Si la table de séquence n'est pas vide, pour l'effacer, utilisez la rubrique Toutes les lignes (All Lines), accessible par le bouton Supprimer (Delete) [F6].6

- 1 Sélectionnez le bouton Séquence [F4] de l'écran Analyses.
- 2 Pour la ligne de séquence numéro 1, sélectionnez le bouton insérer (Insert) [F7] et entrez :

Vial Range	1 à 9
#Inj.	2
Inj. Volume	Par défaut
Method	METH1

- **3** Sélectionnez le bouton Etalonnage (Calibration) [F1] pour afficher l'écran des réglages d'étalonnage pour la ligne numéro 1 de la séquence et choisissez Editer (Edit).
- 4 Entrez les informations suivantes :

Calibration vialrange90 à 90

Exécution d'analyses à injections multiflacon (séquence) Séquence d'étalonnage à un seul point

Number of injections	1
Calibration method	METH1
Recalibrate every	2 flacons multi
Before	On
After	On

- 5 Appuyez sur le bouton Terminé (Done) [F6] jusqu'à l'apparition de l'écran Séquence.
- 6 Sélectionnez le bouton Démarrer (Start) [F8] de l'écran Séquence.
- 7 Appuyez sur la touche Enter pour démarrer la séquence.

# Séquences d'étalonnage multipoint

Les paragraphes suivants sont consacrés à la description de la mise au point de séquences d'étalonnage pour des analyses faisant appel à un étalonnage multipoint.

# Réétalonnage avec le même groupe d'étalons

Il existe trois mélanges étalons de concentrations différentes (C1, C2, C3) et 15 échantillons (S). Les étalons et les échantillons sont analysés par la même méthode.

L'analyse requiert que :

- chaque échantillon soit analysé une fois,
- Les mélanges étalons soient analysés 2 fois avant les échantillons et réanalysés ensuite 2 fois tous les 5 échantillons,

 $C1\ C2\ C3\ S10\text{-}S14\ C1\ C2\ C3\ S15\text{-}S19\ C1\ C2\ C3\ S20\text{-}S24\ C1\ C2\ C3$ 

- les mélanges étalons se trouvent dans les positions 90 à 92 du plateau du passeur d'échantillons,
- Les 15 flacons d'échantillon se trouvent dans les positions 10 à 24 du plateau du passeur automatique d'échantillons, et que
- les échantillons et les étalons soient analysés par une méthode appelée METH1.

L'exemple suppose que la Table de séquence est vide. Si la table de séquence n'est pas vide, pour l'effacer, utilisez la rubrique Toutes les lignes (All Lines), accessible par le bouton Supprimer (Delete) [F6].6

- 1 Sélectionnez le bouton Séquence [F4] de l'écran Analyses.
- 2 Pour la ligne de séquence numéro 1, sélectionnez le bouton insérer (Insert) [F7] et entrez :

Vial Range	10à $24$
#Inj	2
Inj. Volume	Par défaut
Method	METH1

- **3** Sélectionnez le bouton Etalonnage (Calibration) [F1] pour afficher l'écran des réglages d'étalonnage pour la ligne numéro 1 de la séquence et choisissez Editer (Edit).
- 4 Entrez les informations suivantes :

Exécution d'analyses à injections multiflacon (séquence) Réétalonnage avec le même groupe d'étalons

Calibration vial range	90 à 92
Number of injections	2
Calibration method	METH1
Recalibrate	
every	5 flacons multi
Before	On
After	Off

5 Sélectionnez le bouton Terminé (Done) [F6] pour valider les données.

- 6 Sélectionnez le bouton Démarrer (Start) [F8] de l'écran Séquence.
- 7 Appuyez sur la touche Enter pour démarrer la séquence.

Le passeur automatique d'échantillons analyse à présent :

- les trois mélanges étalons en double,
- les flacons d'échantillon de 10 à 14,
- les trois mélanges étalons en double,
- les flacons d'échantillon de 15 à 19,
- les trois mélanges étalons en double,
- les flacons d'échantillon de 20 à 24, et
- les trois mélanges étalons en double.

# Réétalonnage avec des groupes d'étalons multiples

Il existe deux types différents d'échantillons, A et B, qu'il faut analyser.

L'analyse d'un échantillon de type A requiert une injection de 5  $\mu l$  et un stoptime (temps d'arrêt) de 8 minutes.

L'analyse d'un échantillon de type B requiert une injection de  $2 \mu$ l et un stoptime (temps d'arrêt) de 5 minutes.

Pour un échantillon de type A :

- il existe 3 mélanges étalons de différentes concentrations et 6 échantillons,
- chaque échantillon doit être analysé une fois,
- les mélanges étalons doivent être analysés en double et réanalysés après tous les 2 échantillons,

C1 C2 C3 S7 S8 C1 C2 C3 S9 S10 C1 C2 C3 S11 S12 C1 C2 C3

- Les mélanges étalons de type A sont dans les positions 1, 2 et 3 du plateau du passeur automatique d'échantillons et les 6 flacons d'échantillons sont dans les positions 7 à 12, et
- les échantillons et les mélanges étalons utilisent la même méthode appelée METH1.

Pour un échantillon de type B :

- il existe 3 mélanges étalons de différentes concentrations et 9 échantillons,
- chaque échantillon doit être analysé une fois,
- les mélanges étalons doivent être analysés en double et réanalysés après tous les 3 échantillons,

C1 C2 C3 S13-S15 C1 C2 C3 S16-S18 C1 C2 C3 S19-S21 C1 C2 C3

- les mélanges étalons de type B sont dans les positions 4, 5 et 6 du plateau du passeur automatique d'échantillons et les 9 flacons d'échantillons sont dans les positions 13 à 21, et
- les échantillons et les mélanges étalons de type B utilisent des méthodes différentes.

Exécution d'analyses à injections multiflacon (séquence) Réétalonnage avec des groupes d'étalons multiples

Les échantillons utilisent METH2 et les mélanges étalons utilisent METH3. Ces méthodes contiennent les mêmes paramètres analytiques et ne diffèrent que par le temps d'arrêt (stoptime) d'analyse.

L'exemple suppose que la Table de séquence est vide. Si la table de séquence n'est pas vide, pour l'effacer, utilisez la rubrique Toutes les lignes (All Lines), accessible par le bouton Supprimer (Delete) [F6].6

- 1 Sélectionnez le bouton Séquence [F4] de l'écran Analyses.
- 2 Pour la ligne de séquence numéro 1, sélectionnez le bouton insérer (Insert) [F7] et entrez :

Vial Range	7 à 12
#Inj.	1
Inj. Volume	Par défaut
Method	METH1

- **3** Sélectionnez le bouton Etalonnage (Calibration) [F1] pour afficher l'écran des réglages d'étalonnage pour la ligne numéro 1 de la séquence et choisissez Editer (Edit).
- 4 Entrez les informations suivantes :

Calibr. Vial	
Range	1 à 3
#Inj.	2
Inj. Volume	Par défaut
Calibr. Method	METH1
Recalibrate	
every	2 flacons multi
Before	On
After	Off

- 5 Sélectionnez le bouton Terminé (Done) [F6] pour valider les données.
- 6 Mettez la ligne 2 en vidéo inverse (à l'aide de la flèche de sélection vers le bas) et appuyez sur la touche Enter.
- 7 Pour la ligne de séquence 2, entrez :

Vial Range	13 à 21
#Inj.	1

Exécution d'analyses à injections multiflacon (séquence) Réétalonnage avec des groupes d'étalons multiples

Inj. Volume	Par défaut
Method	METH2

- 8 Sélectionnez le bouton Etalonnage (Calibration) [F1] pour afficher l'écran des réglages d'étalonnage pour la ligne numéro 2 de la séquence et choisissez Editer (Edit).
- 9 Entrez les informations suivantes :

4 to 6
2
Par défaut
METH3
3 flacons multi
On
Off

- 10 Sélectionnez le bouton Terminé (Done) [F6] pour valider les données.
- 11 Sélectionnez le bouton Démarrer (Start) [F8] de l'écran Séquence.
- 12 Appuyez sur la touche Enter pour démarrer la séquence.

Le passeur d'échantillons analyse à présent :

- trois mélanges étalons de type A en double,
- les échantillons de type A dans les flacons 7 et 8,
- trois mélanges étalons de type A en double,
- les échantillons de type A dans les flacons 9 et 10,
- trois mélanges étalons de type A en double,
- les échantillons de type A dans les flacons de 11 à 12,
- trois mélanges étalons de type A en double,
- trois mélanges étalons de type B en double,
- les échantillons de type B dans les flacons 13, 14 et 15,
- trois mélanges étalons de type B en double,
- les échantillons de type B dans les flacons 16,17 et 18,

Exécution d'analyses à injections multiflacon (séquence) Réétalonnage avec des groupes d'étalons multiples

- trois mélanges étalons de type B en double,
- les échantillons de type B dans les flacons 19, 20 et 21, et
- trois mélanges étalons de type B en double.

# Synchronisation des analyses avec des dispositifs externes

Le connecteur de commande à distance à broches APG permet de raccorder le système avec les dispositifs externes afin de synchroniser les analyses. Cela est nécessaire chaque fois qu'un périphérique a besoin d'un certain temps pour être prêt à effectuer une nouvelle analyse et qu'il faut alors envoyer une requête de démarrage (voir également la section "Raccordement des périphériques" page 55 pour plus de détails sur les interfaces).

Lorsque vous exécutez une analyse en appuyant sur le bouton Démarrer (Start) [F8], une fenêtre permettant de choisir le mode de séquence s'ouvre.

Dans tous les cas, préparez l'analyse à l'aide du module de commande.

**REMARQUE** Un signal de démarrage "Start" est utilisé pour démarrer le processus d'analyse au moment de l'injection ; il est généralement émis par le passeur automatique d'échantillons.

Un signal de requête de démarrage "Start Request" est destiné au passeur automatique d'échantillons qui place alors le prochain flacon à injecter sous l'aiguille de prélèvement (voir également "Commande à distance APG" page 55 et "Optimisation des performances du passeur automatique d'échantillons" page 89)

Le bouton de démarrage "Start" [F8] du module de commande est utilisé pour commencer l'analyse d'une série de flacons ou d'une séquence.

## Mode standard

Dans le mode standard, l'analyse est sous contrôle du module de commande. Le module de commande envoie un signal de requête de démarrage (Start Request) au passeur automatique d'échantillons dès que tous les modules sont prêts à démarrer l'analyse. Au moment de l'injection, le passeur automatique d'échantillons envoie le signal de démarrage (Start). Si un passeur automatique d'échantillons Agilent 1100 est intégré dans le système et qu'aucun dispositif externe n'est présent, il s'agit du mode de fonctionnement normal.

# Envoi d'une requête de démarrage unique

Après que vous avez démarré l'analyse avec le module de commande, ce dernier envoie une requête de démarrage unique sur le bus de commande à distance APG. Cela permet de commander un dispositif externe qui, en retour, envoie un signal de démarrage à chaque injection. La série de flacons ou la séquence est donc démarrée une seule fois par le module de commande, cependant, à chaque nouvelle injection le dispositif externe envoie un signal de démarrage.

#### Figure 18 Envoi d'une requête de démarrage externe unique



Dans ce mode, le module de commande se contente de suivre la progression dans la série de flacons ou de la séquence. Pour chaque analyse, il indique l'échantillon, les changements de ligne de séquences, le chargement des méthodes et toute autre action liée à la séquence.

# Envoi d'une requête de démarrage répétitive

Dans ce mode, le module de commande envoie une requête de démarrage avant chaque analyse. A chaque injection, le dispositif externe envoie un signal de démarrage sur le bus de commande à distance APG. Cela signifie que lorsque tout le programme du module de commande a été saisi et que le bouton de démarrage Start [F8] est actionné, une requête de démarrage est envoyée avant chaque analyse et le dispositif externe doit envoyer un signal de démarrage à chaque injection.

## Figure 19 Envoi d'une requête de démarrage externe répétitive



Dans ce mode, le module de commande se contente de suivre la progression des analyses.

# Attente de la requête de démarrage unique (externe)

Après l'appui sur le bouton Démarrer (Start) [F8], le passeur automatique d'échantillons attend un signal de requête de démarrage unique sur le bus APG. Lorsque ce signal est reçu, la série complète de flacons ou la séquence est effectuée comme dans le mode standard, sous contrôle du module de commande.

#### Figure 20 Attente de la requête de démarrage externe unique



# Attente de la requête de démarrage répétitive

Après l'appui sur le bouton Démarrer (Start) [F8, le passeur automatique d'échantillons attend un signal de requête de démarrage externe avant chaque flacon de la série ou de la séquence. Ces signaux doivent être produits par un dispositif externe. Cela est nécessaire chaque fois qu'un périphérique a besoin d'un temps supplémentaire pour être prêt à effectuer une nouvelle analyse et qu'il doit donc prendre l'initiative du signal de démarrage

#### Figure 21 Attente de la requête de démarrage externe répétitive



# **REMARQUE**Un détecteur à longueur d'onde variable ou à barrette de diodes Agilent 1100<br/>effectue un rééquilibrage (à condition que le paramètre autoéquilibrage (Auto<br/>Balance) ait la valeur "Avant analyse (Prerun)" - écran Réglages (Settings),

Exécution d'analyses à injections multiflacon (séquence) Synchronisation des analyses avec des dispositifs externes

Autres... (More...) - lorsqu'il reçoit un signal de démarrage en provenance du module de commande. Cela est vrai seulement pour les modes "Standard et Attente de Requête de démarrage Unique" & "Standard et Attente de Requête de démarrage Répétitive" à savoir "Standard and Wait for single / repeated". Dans les modes "Envoi de Requête de démarrage Unique" & "Envoi de Requête de démarrage Répétitive" à savoir "Send single (repeated) start request" un équilibrage avant analyse N'EST PAS exécuté. Si un équilibrage régulier est nécessaire, cochez la case Autoéquilibrage (Auto Balance) Après analyse (Postrun). Exécution d'analyses à injections multiflacon (séquence) Synchronisation des analyses avec des dispositifs externes

# **12**

# Exécution d'un programme d'injection

Comment créer un programme d'injection

# Création d'un programme d'injection

Le programme d'injection fait partie de la méthode. on accède à l'écran du programme d'injection au moyen du bouton Programme d'inj. (Inj. Program) [F3] de l'écran des Réglages du passeur automatique d'échantillons (Autosampler Settings).

Cette section décrit un programme d'injection chargé d'effectuer une préparation d'échantillon impliquant une réaction de dérivation de précolonne. Ce procédé est nécessaire quand les analytes manquent de chromophores et, dans leur structure chimique originale, ne peuvent être détectés avec la sensibilité requise.

Pour créer ce programme d'injection, vous devez :

- régler le système CLHP avec les paramètres par défaut,
- modifier les réglages du programme d'injection de l'écran Inj. Program, les autres réglages restant identiques aux valeurs par défaut et,
- enregistrer la méthode sous le nom DERIV.

Dès que la méthode DERIV démarre, le programme s'exécute suivi de la session analytique.

La première étape du programme implique l'injection d'un réactif de dérivation dans le capillaire de l'aiguille, suivi d'un échantillon puis à nouveau du réactif. Pour s'assurer que le réactif et l'échantillon réagissent efficacement, le piston dans le dispositif doseur du passeur d'échantillons est actionné plusieurs fois. Ce mouvement mélange l'échantillon et le réactif pendant qu'ils montent et descendent dans le capillaire. Après le mélange, la dérivation nécessite une pause pour permettre à l'échantillon et au réactif de réagir complètement, avant que l'échantillon dérivé ne soit injecté dans la colonne.

# Saisie des réglages du programme d'injection

- 1 Appelez l'écran Analyses.
- 2 Appuyez sur le bouton Réglages (Settings) [F1].
- 3 Sélectionnez HPLC System dans le menu.
- 4 Sélectionnez le bouton Défaut (Default) [F6] puis Oui (Yes) pour recharger les valeurs par défaut.
- 5 Appuyez sur la touche Esc pour retourner au menu Analyses.
- 6 Appuyez sur le bouton Réglages (Settings) [F1].
- 7 Sélectionnez Autosampler dans le menu.
- 8 Sélectionnez le bouton Programme d'inj. (Inj. Program) [F3] pour afficher l'écran Programme d'injection.
- 9 Pour la ligne de programme numéro 1, sélectionnez le bouton insérer (Insert) [F7].
- 10 Sélectionnez la fonction Prélever (DRAW) et saisissez le réglage draw comme décrit au Tableau 4.
- 11 Sélectionnez le bouton Enter [F7] pour valider les données.
- 12 Répétez la procédure pour les autres fonctions pour terminer le programme.
- 13 Appuyez sur la touche Esc jusqu'à ce que vous soyez dans l'écran Réglages.

## Lignes du programme d'injection

Le Tableau 4, page 168 décrit les lignes de programmes qui effectuent la réaction de dérivatisation requise.

Ligne	Fonction	Paramètres	Commentaire
1	DRAW	2 μl (AMOUNT) d'air (SOURCE)	Injecter 2 µl d'air dans le capillaire de l'aiguille pour séparer la phase mobile présente dans le capillaire de l'échantillon.
2	DRAW	1 μl (AMOUNT) du flacon 1(SOURCE)	Injecter 1µl de réactif de dérivation du flacon No 1 du plateau du passeur d'échantillons dans le capillaire d'aiguille.
3	Wash	dans le flacon 2 (VIAL), 1 fois (Cycles)	Rincer la pointe de l'aiguille dans le flacon de rinçage No 2.
4	DRAW	2 µl (AMOUNT) de l'échantillon (SOURCE)	Ajouter 2 µl d'échantillon du flacon du plateau du passeur automatique d'échantillons au volume de dérivatisation déjà dans le capillaire d'aiguille.
5	Wash	dans le flacon 2 (VIAL), 1 fois (CYCLE)	Rincer la pointe de l'aiguille dans le flacon de rinçage No 2.
5	DRAW	1 μl (AMOUNT) du flacon 1 (SOURCE)	Ajouter 1 µl de réactif de dérivation du flacon No 1 du plateau du passeur automatique d'échantillons dans le réactif et l'échantillon de dérivation déjà dans le capillaire d'aiguille.
7	MIX	6 μl (AMOUNT) dans le siège (SOURCE), à 500 μl/ min (SPEED), 8 fois (REPEAT)	Mélanger 6 µl en répétant 8 fois à une vitesse de 500 µl/minute dans le siège.
8	WAIT	0.5 minutes (WAIT)	Attendre 30 secondes pour que le mélange réagisse complètement.
9	INJECT		Injecter le mélange et démarrer l'analyse.

#### Tableau 4

#### 168

# Enregistrement de la méthode

- 1 Sélectionnez le bouton Méthode [F3] dans l'écran Analyses.
- 2 Sélectionnez le bouton Enregistrer sous (Save As) [F8].
- **3** Entrez le nom de méthode DERIV à l'aide des touches de sélection (voir également "Spécification du nom de la méthode" page 40)
- 4 Appuyez sur le bouton Terminé (Done) [F6] pour enregistrer la méthode.
- 5 Appuyez sur la touche Esc pour retourner à l'écran Analyses.

Le programme d'injection fait maintenant partie de la méthode appelée DERIV et peut être démarré en sélectionnant le bouton Démarrer (Start) [F8] de l'écran Analyses. Exécution d'un programme d'injection Enregistrement de la méthode

# Clauses de garantie

### Pour tous les produits d'Analyse Chimique

Agilent Technologies garantit ses produits d'analyse chimique contre tout défaut de matière et vice de construction. Pour des informations détaillées sur la période de garantie applicable dans votre pays adressez-vous au bureau Agilent le plus proche. Durant la période de garantie, Agilent choisira de réparer ou de remplacer les produits reconnus défectueux. Les produits installés par Agilent sont garantis à partir de la date d'installation, tous les autres à partir de la date d'expédition.

Si l'acheteur procède à l'installation plus de 30 jours après la livraison, la période de garantie démarre le  $31^e$  jour suivant la date d'expédition (60 et 61 jours, respectivement dans le cas des produits faisant l'objet d'un transport international).

Agilent garantit que ses logiciel et microprogramme (firmware) conçus pour être utilisés avec un PC, exécuteront leurs instructions de programmation lorsqu'ils sont correctement installés sur cette unité centrale. Agilent ne garantit pas que l'unité centrale ou le logiciel, ou le microprogramme (firmware) fonctionneront sans interruption ou sans erreur.

# Limitation de garantie.

Les services de garantie sur site sont fournis au point d'installation initial. Les services d'installation et de garantie sur site ne sont disponibles que dans les zones de déplacement du service Agilent, et uniquement dans le pays d'achat initial sauf si l'acheteur règle à Agilent les prix internationaux applicables aux produits et aux services. Les garanties nécessitant le renvoi à Agilent ne sont pas limitées au pays d'achat.

Dans le cas de services d'installation et de garantie en dehors de la zone de déplacement du service Agilent, Agilent fournira un devis pour les services supplémentaires applicables.

Si des produits bénéficiant des services d'installation et de garantie sur site sont déplacés du point d'installation initial, la garantie ne restera en vigueur que si le client souscrit aux services d'inspection ou d'installation supplémentaires, sur le nouveau site.

La garantie ci-dessus ne s'appliquera pas aux défauts résultant de :

#### **Clauses de garantie**

- 1 Entretien, réglage, étalonnages, ou utilisation incorrect(s) ou inapproprié(s) par l'acheteur,
- 2 Logiciel, matériel, liaison ou consommables fournis par l'acheteur,
- 3 Modification ou utilisation illicite,
- 4 Utilisation en dehors des spécifications d'environnement électrique du produit,
- 5 Préparation ou maintenance incorrecte du site,
- 6 Contamination ou fuites provoquées par le client.

LA GARANTIE CI-DESSUS EXCLUT TOUTE AUTRE GARANTIE, ECRITE OU VERBALE, EXPLICITE OU IMPLICITE. AGILENT EXCLUT SPECIFIQUEMENT TOUTE GARANTIE IMPLICITE DE CARACTERE MARCHAND ET D'ADEQUATION A UN BUT PARTICULIER.

#### Limites de recours et de responsabilité

LES RECOURS MENTIONNES ICI SONT LES SEULS RECOURS DE L'ACHETEUR. AGILENT NE POURRA ETRE TENU POUR RESPONSABLE DE DOMMAGES DIRECTS, INDIRECTS, SECONDAIRES OU ACCESSOIRES (Y COMPRIS LES PERTES DE BENEFICES) QUEL QUE SOIT LEUR FONDEMENT.

#### Responsabilités du client

Le client doit assurer :

- 1 l'accès aux produits pendant les périodes de garantie pour l'accomplissement des opérations de maintenance,
- 2 un espace de travail suffisant autour des produits pour permettre leur entretien par le personnel Agilent,
- 3 l'accès à toutes les informations et à tous les moyens jugés nécessaires par Agilent pour assurer l'entretien des produits. (Si ces éléments sont susceptibles de contenir des informations classifiées ou privatives, il incombe au client de les protéger contre une utilisation illicite),
- 4 les opérations courantes d'entretien et de nettoyage décrites dans le manuel d'utilisation et d'entretien Agilent, et
- 5 la fourniture de consommables tels que papier, disquettes, bandes magnétiques, rubans encreurs, encres, plumes, gaz, solvants, colonnes, seringues, lampes, septa, filtres, frittés, fusibles, joints, fenêtres de cuves à circulation, etc.

#### Responsabilités de Agilent Technologies

Agilent Technologies assurera les services de garantie décrits dans le Tableau 5.

#### Tableau 5

#### Services de garantie

Services pendant la période de garantie <sup>*</sup>	Période de garantie <sup>**</sup>	Туре
Modules de la Série Agilent 1100	1 an	Sur site
Consommables et accessoires CPG, CLHP, UV-Visible, et systèmes d'automatisation de laboratoire	90 jours	Sur site
Colonnes et consommables ***	90 jours	Retour à Agilent
Lampes au tungstène et à décharge	30 jours	Retour à Agilent
Réparations exécutées sur site par Agilent <sup>****</sup>	90 jours	Sur site

\* Cette garantie peut être modifiée conformément à la législation en vigueur dans votre pays. Veuillez consulter votre agence Agilent locale pour la période de garantie, les instructions d'expédition et la formulation de la garantie locale.

\*\* Les services de garantie sont inclus comme spécifié pour les produits d'analyse chimique et options achetés simultanément, sous réserve que le client se trouve dans une zone d'intervention Agilent. Le service de la garantie Agilent vous assure une couverture sur site du lundi au vendredi de 8 heures à 17heures, sauf pendant les périodes de congés Agilent.

\*\*\*\* Les colonnes et les fournitures consommables sont garanties sans défaut pour une période de 90 jours après la livraison et seront remplacés par simple retour à Agilent, s'ils n'ont pas été utilisés.

<sup>\*</sup> La garantie de réparation Agilent est limitée à l'élément réparé ou remplacé.

# Informations relatives à la sécurité

Les consignes générales de sécurité suivantes doivent être observées pendant toutes les phases d'utilisation, d'entretien et de réparation de cet instrument. Le non-respect de ces précautions ou d'autres avertissements spécifiques fournis dans ce manuel, constitue une transgression aux normes de sécurité en matière de conception, de fabrication et d'utilisation prévue de l'instrument. Agilent Technologies décline toute responsabilité contre le non-respect par le client de ces règles de sécurité.

#### Généralités

Cet instrument est un instrument de catégorie I (doté d'une terminaison pour terre de protection) et il a été fabriqué et testé conformément aux normes de sécurité internationales.

## Utilisation

Avant la mise sous tension, se conformer aux directives de la section d'installation. De plus, il convient de suivre les consignes suivantes.

Ne pas retirer les capots de l'instrument pendant son fonctionnement. Avant de mettre l'instrument sous tension, relier toutes les bornes de mise à la terre, les prolongateurs, les auto-transformateurs et dispositifs qui lui sont connectés à une terre de protection par l'intermédiaire d'une prise de terre. Toute discontinuité du circuit de terre de protection peut créer un risque d'électrocution. Dans tous les cas où la protection est susceptible d'être insuffisante, l'instrument doit être rmis hors service et condamné.

N'utiliser comme fusibles de rechange que des fusibles de calibre et de type appropriés (fusible normal, fusible temporisé, etc.) Ne pas utiliser de fusibles réparés et ne pas court-circuiter les porte-fusible.

Certains réglages décrits dans ce manuel s'effectuent avec l'instrument sous tension et avec les capots de protection retirés. L'énergie présente en de nombreux points peut, en cas de contact direct, entraîner des blessures.

Il faut éviter au maximum tout réglage, entretien et réparation de l'instrument ouvert sous tension. Si cette opération est inévitable, il faut la confier à une personne qualifiée, parfaitement informée du danger existant. Ne pas tenter d'effectuer une opération d'entretien ou de réglage interne sans la présence

#### Informations relatives à la sécurité

d'une autre personne capable de donner les premiers secours. Ne pas remplacer les composants avec le cordon d'alimentation branché.

Ne pas faire fonctionner l'instrument en présence de gaz ou de fumées inflammables. L'utilisation de tout instrument électrique dans un tel environnement constitue un danger certain.

N'installez aucune pièce de rechange et ne procéder à aucune modification non autorisée sur l'instrument.

Les condensateurs à l'intérieur de l'instrument peuvent être chargés même si l'instrument a été déconnecté de sa source d'alimentation. Des tensions dangereuses, susceptibles d'entraîner des blessures graves, sont présentes dans cet instrument. Soyez extrêmement prudent lors de la manipulation, des tests et des réglages.

## Symboles de sécurité

Le Tableau 6 présente les symboles de sécurité utilisés sur l'instrument et dans les manuels.

Tableau 6	Symboles de sécurité			
	Symbole	Description		
		L'appareil présente ce symbole quand l'utilisateur doit se référer au mode d'emploi, pour ne pas risquer d'endommager l'appareil.		
	4	Indique la présence de tensions dangereuses.		
		Indique une terminaison avec terre de protection.		
		L'exposition directe à la lumière de la lampe flash au Xenon utilisée dans cet appareil peut causer des lésions occulaires. Eteignez toujours la lampe flash au Xénon avant de l'enlever.		

#### AVERTISSEMENT Un avertissement vous signale les situations susceptibles d'entraîner des blessures ou une détérioration de l'équipement. Ne poursuivez pas tant que vous n'avez pas parfaitement compris et rempli les conditions indiquées.

#### **ATTENTION** Le signal "Attention" vous met en garde contre des situations susceptibles d'entraîner une perte de données. Ne poursuivez pas tant que vous n'avez pas parfaitement compris et rempli les conditions indiquées.

# Perturbations radioélectriques

N'utilisez jamais de câbles autres que ceux fournis par Agilent Technologies pour garantir un fonctionnement correct et une conformité avec la directive CEM.

#### Test et mesure

Si l'équipement de test et de mesure est utilisé avec des câbles non blindés et/ou utilisé pour des mesures dans des environnements ouverts, l'utilisateur doit s'assurer que, dans les conditions d'utilisation, les limites d'interférence radio sont toujours respectées dans les locaux.

# **Agilent Technologies sur l'Internet**

Pour les toutes dernières informations sur les produits et services Agilent Technologies, visitez notre site worldwide web site sur l'Internet à l'URL :

http://www.agilent.com

Sélectionnez "Products"- "Chemical Analysis"

## Index

#### A

acquisition activée, 49 acquisitions disponibles, 48 affichage, 48 contraste, 35 réglages, 35 affichage graphique, 48 Agilent sur l'Internet, 176 aide, 19 aide en ligne, 19 alignement du bras d'injection, 92 aligner le bras d'injection, 92 allumage et extinction compartiment à colonnes, 118 analog output détecteur à barrette de diodes, 115 analyse automatisé, 46 démarrer, 135, 146 gradient, 137 isocratique, 127 multiflacon, 147 programmation des événements, 45 analyse avec gradient, 137, 140, 144 analyse isocratique, 127 analyse multiflacon, 147 analyses automatisées, 46 analyses automatisées, 46 arrêt de la pompe, 77 axe des x, 48 axe des y, 49 axe du temps, 48 axe en unités d'acquisition, 49

#### В

boucle d'échantillon remplissage complet, 100 bouton ajouter, 35, 51 bouton apparenté, 20 bouton carte PC, 43 bouton changer l'échelle, 49, 145 bouton configuration, 54 bouton configurer, 48 bouton curseur, 50 bouton d'échelle, 30 bouton définir, 35 bouton démarrer, 160 bouton départ/arrêt, 25 bouton déplacer, 48 bouton des réglages, 24 bouton des vues. 23 bouton droite, 120 bouton écrire, 120 bouton EMF, 52 bouton enregistrement, 51 bouton enregistrer sous, 40 bouton équilibrer, 109 bouton étalonnage, 46 bouton exécut, 60 bouton graphes, 25 bouton ID colonne, 120 bouton identifier, 51 bouton imprimante, 53 bouton imprimer, 54 bouton insérer, 149 bouton lampe, 106 bouton marche/arrêt, 25, 35, 73, 106, 118 bouton méthode, 39 bouton module. 39 bouton page, 53 bouton précédent, 20 bouton Réinitialisation, 80, 94 bouton restaurer, 49 bouton sélectionner, 48 bouton séquence, 46 bouton série, 53 bouton signaux, 95 bouton spouleur, 54 bouton supprimer, 35 bouton terminer, 46 bouton tests, 78, 92, 95, 122 bouton transfert, 60 bouton zéro, 109 boutons, 73 ajouter, 35, 51 aligner, 92 analogique, 115 carte PC, 43 changer l'échelle, 49, 145 commutation de colonnes, 121 configuration, 54 configurer, 36, 48 contexte, 20 copier>>, 44

Curseur, 50 définir. 35 démarrer, 160 départ/arrêt. 25 déplacer, 48 détecteur, 111 droite, 120 échelle, 30 écrire, 120 EMF. 52 enregistrement, 51 enregistrer sous, 40 équilibrer, 109 étalonnage, 46 exécuter, 60 fonction. 19 ID colonne, 120 identifier, 51 imprimante, 53 imprimer. 54 initialisation, 43 insérer, 45, 149 interfaces, 55, 88 journal, 46 lampe, 106 marche/arrêt, 25, 35, 70, 84, 106, 118 menu. 19 méthode, 24, 39 mise à jour de microprogramme, 61 module, 39 page, 53 plot. 25 précédent, 20 recherche. 19 Réglages, 24 réglages, 24, 40 Réinitialisation, 94 réinitialisation. 80 restaurer, 49 sélection de fichiers. 60 sélectionner, 48 séquence, 24, 46 série, 53 signal, 95 spouleur, 54 supprimer, 45 supprimer/aiouter, 35 table d'événements, 24, 45

temp, 118 terminer, 46 tests, 78, 92, 95, 111, 122 transfert, 60 vues, 23, 24 zéro, 109 boutons de commutation de colonnes, 121 boutons de fonction, 19 boutons de la table d'événements, 45 boutons de menu, 19 boutons de recherche, 19 boutons interfaces, 55 boutons journal, 46 boutons réglages, 40

#### С

CAN (Controller Area Network), 34 caractères alphabétiques, 22 caractères alphanumériques, 22, 41 caractéristiques, 16 carte PC chargement d'une méthode, 43 échanger des méthodes, 43 enregistrement d'une méthode, 43 initialisation. 43 insertion et retrait, 38 changement de solvant, 85 ChemStation Agilent, 55 caractéristiques, 65 restrictions, 65 chromatogramme, 144 clavier, 22 clavier alphanumérique, 22 clavier numérique, 22 coexécution, 65 colonne, 128 commande à distance APG démarrage, 56 interface, 55 mise hors tension, 55 mise sous tension, 55 préparer, 56 prêt. 56 requête de démarrage, 56 stop. 56 compartiment à colonnes, 122 colonne, 128

configuration, 119 diagnostics, 122 étiquette ID, 120 examen du journal. 122 examen du journal des ID. 123 ID colonne, 123 identification de la colonne, 120 marche/arrêt. 118 modes, 121 modes de chauffage, 121 réglages, 118 réinitialisation, 123 tests, 122 utilisation, 117 vanne de commutation de colonne, 121 composition du solvant, 73, 129 compressibilité, 74 compteur de solvant, 79 configuration de la vue, 35 configuration des journaux, 51 configurer, 36 configurer l'impression, 53 conformité BPL, 16 contraste, 35 correction thêta, 92 correction x, 92 course du piston, 75 curseur. 50

#### D

date et heure, 35 débit de transmission, 53 décalage du piston, 89 dégazeur changement de solvant, 85 démarrage, 84 élimination des bulles de gaz, 84 marche/arrêt, 84 utilisation. 83 vovant d'état. 84 démarrer une analyse, 135, 146 détecte, 108 détecteur. 111 à fluorescence, 105 barrette de diodes. 105 longueur d'onde variable, 105 réinitialiser la ligne de base, 109

détecteur à barr, 107 détecteur à barrette de diodes. 105 bande passante, 107 diagnostics, 111 équilibrer, 109 examen du journal, 112 interfaces, 110 largeur de pic, 107 longueur d'onde, 107 marche/arrêt lampe, 106 réglages, 107 réinitialisation, 113 réinitialisation de la ligne de base, 109sorties analogiques, 110 tests. 111 détecteur à fluorescence, 105, 109 balayage 3D, 107 détection de phosphorescence, 107 diagnostics, 111 Gain PMT, 107 interfaces, 110 iournal. 112 largeur de pic, 107 longueur d'onde d'émission, 107 longueur d'onde d'excitation, 107 marche/arr, 106 multilongueur d'onde, 107 réglages, 107 réinitialisation, 113 sorties analogiques, 110 détecteur à indice de réfraction largeur de pic, 108 polarité, 108 réglages, 108 température de cuve, 108 zéro. 109 détecteur à longueur d'onde variable, 105diagnostics, 111 équilibrer, 109 étalonnage en longueur d'onde, 115 examen du journal, 112 interfaces, 110 longueur d'onde, 107 marche/arrêt lampe, 106, 114 polarité du signal, 107 réglages, 107

réinitialisation, 113 réinitialisation de la ligne de base, 109routine d'allumage de la lampe, 114 sortie analogique, 110 spectre, 107 tests, 111 détecteur à longueurs d'onde mul, 108 détecteur à longueurs d'onde multiples bande passante, 108 largeur de pic, 108 réglages, 108 détecteurs à fluorescence tests. 111 diagnostics, 78, 95, 111, 122 journal. 37 module de commande, 37 diagnostics internes, 37

#### Е

échantillon quantité, 102 échantillon isocratique de référence. 128 écran Analyses, 23 écran analyses configuration de la vue, 35 impression, 53 information. 24 modules affichés, 36 réglage, 24 structure des menus, 25 écran d'états, 28 écran de changement d'échelle, 48 écran des graphes, 30, 48 acquisition activée, 49 afficher les valeurs exactes, 50 axe des x. 48 axe des y, 49 axe du temps. 48 axe en unités d'acquisitions, 49 changer l'échelle, 48 curseur, 50 imprimer, 53 imprimer le graphe, 50 maximiser. 49 permuter les acquisitions, 49 valeur x / y, 50

écran échantillons, 28 impression, 53 Ecran système informations, 27 structure des menus, 28 écran système information, 27 écrans analyse, 23 analyses, 24, 25 config, 53 échantillons, 23 enregistrements, 51 état, 23, 28 graphe, 23 graphes, 30, 48 method, 54 programme, 54 samples, 28 séquence, 46 système, 23, 27 table d'événements, 40 traitement. 23 vues, 24 enregistrement d'une méthode, 41 enregistrement de méthode, 132, 143 équilibrer, 109 etalonnage détecteur. 115 étalonnage, 46, 151, 153 à un seul point, 151 longueur d'onde, 115 multipoint, 153 séquence, 151, 153 étalonnage à un seul point, 151 étalonnage en longueur d'onde, 115 étalonnage multipoint, 153, 154 étiquette, 120 étiquette ID, 120 exécution d'une analyse, 127 exécution du programme d'injection, 165

#### F

flacon de rinçage, 89 flacon manquant, 88 fonctions générales, 35

#### G

garantie clauses, 171 responsabilités de Agilent Technologies, 173 services, 173 graphique, 48

#### H

heure et date, 35

#### I

icônes EMF, 27, 51 ID utilisateur, 42 identification des modules, 51 impression des écrans, 53 imprimer graphe, 50, 53 interface, 55 journaux, 54 nombre de copies, 54 supprimer tâche, 54 initialisation, 43 interface BCD, 55 interface GPIB, 55 interface MIO, 55 interface RS232, 55 interface série, 55 interfaces, 55 BCD, 55 commande à distance APG, 55 GPIB, 55 MIO, 55 série/RS232, 55 internet, 176

#### J

journal compartiment à colonnes, 122 détecteur, 112 passeur automatique d'échantillons, 93 pompe, 79 journal des erreurs, 51 journal système, 52 journaux, 51 compartiment à colonnes, 122 configuration, 51 détecteur, 112 erreur, 51 imprimer, 37, 54 maintenance, 51 séquence, 46 système, 52 journaux de maintenance, 51

#### $\mathbf{L}$

LED, 51 limite de temps, 36

#### М

maintenance, 16, 51 maintenance prédictive (EMF), 16 marche auto, 36 marche/arrêt, 73 compartiment à colonnes, 118 dégazeur. 84 détecteur à barrette de diodes, 106 détecteur à longueur d'onde variable. 106 pompe, 70 marche/arrêt lampe détecteur à barrette de diodes, 106 détecteur à fluorescence, 106 détecteur à longueur d'onde variable, 106 marges, 53 maximiser l'écran des graphes, 49 menu contextuel. 20 menus déroulants, 23 méthode, 24 carte PC. 39 chargement, 39 chargement d'une carte PC, 43 échanges avec une carte PC, 43 enregistrement, 41, 132, 143 enregistrement sur une carte PC, 43 ID utilisateur, 42 impression, 54 méthode partielle, 40 modification, 40 protection, 41 spécifier un nom. 40 suppression, 43 tout supprimer, 43

types, 39 utilisation. 39 méthode partielle, 40 microprogramme contrôle de la version. 62 mode exploitation, 61 mode résident, 61 numéro de version, 51, 62 microprogramme d'amorçage, 64 microprogramme d'exploitation, 60 microprogramme résident, 60 mise à jour de microprogramme, 58 contrôle de la version, 62 exécuter. 60 module de commande, 59 modules CLHP, 60 numéro de version. 62 résident, exploitation, 60 transfert, 60 mise à jour de microprogrammes microprogramme d'amorçage, 64 microprogramme d'exploitation, 63 modes de commutation, 61 préparation, 61 sélectionner le fichier, 60 mise à jour des microprogrammes, 58 mise en page, 53 mode d'injection, 89 mode de rincage, 89 mode étalonnage, 160 mode exploitation, 61 mode résident, 61 modes de séquence, 160 modification des paramètres, 51 module de commande affichage, 35 Caractéristiques, 16 ChemStation Agilent, 65 coexécution, 65 contraste. 35 diagnostics, 37 fonctions générales, 35 installation, 34 interface utilisateur. 23 logiciel. 23 mise à jour de microprogramme, 59 modules affichés, 36 modules disponibles, 36

numéro de série, 18 présentation, 18 Référence du produit, 18 restrictions, 65 utilisation, 33 module ID colonne, 120 Module Status, 25 modules affichés, 36 modules de commande touches, 18 modules disponibles, 36

#### Ν

numéro de produits, 51 numéro de série, 18, 51 numéro de version, 62 contrôle, 62

#### 0

optimisation du passeur automatique d'échantillons, 89

#### Р

pass, 88, 91 passeur automatique d'échantillons, 95 aligner le bras d'injection, 92 configuration, 88 contacts externes, 88 correction thêta, 92 correction x, 92 décalage du piston, 89 diagnostics, 95 écran du programme d'injection, 89 effectuer les réglages, 89 événements programmés, 89 examen du journal, 93 flacon de rinçage, 89 interfaces, 88 mode de rinçage, 89 modes d'injection, 89 optimisation, 89 préavance, 89 programme d'injection, 89 recouvrement d'injection, 89 réinitialisation, 94 rincage d'aiguille, 89 signaux auxiliaires, 91 table d'événements, 89
tests, 95 thermostat, 91 utilisation, 87 valeurs par défaut, 94 vitesse d'expulsion, 89 vitesse de prélèvement, 89 volume d'injection, 89 volume de seringue, 88 volume du siège de l'aiguille, 88 passeur automatique d'échantillons thermostaté, 91 affichage des signaux, 91 graphes, 91 paramètres, 91 radiateur, 91 signaux, 91 signaux auxiliaires, 91 température ambiante, 91 ventilateur de refroidissement, 91 périphériques, 55 permuter les acquisitions, 49 pince, 92 point (.) touche, 41 pompe, 69, 78 arrêt, 77 course, 76 diagnostics, 78 examen du journal. 79 marche/arrêt. 70 piston, 75 purger, 72 réglage de la compressibilité, 74 réglages, 71 réinitialisation. 80 réinitialisation des réglages, 81 utilisation, 69 vanne, 72 voies et composition, 73, 141 préavance, 89 programmation des événements, 45 programme d'injection, 89, 165 création, 166 exemple, 168 impression, 54 saisie des réglages, 167 protection d'une méthode, 41 purge pompe, 72

procédure, 73 vanne, 72

### R

recouvrement d'injections, 89 réétalonnage, 154 alter/multi, 46 réétalonnage avec le même groupe d'étalons, 154 réétalonnage multipoint étalons multiples, 156 référence du produit, 18 réglage de la vue, 35 réglages détecteur, 107 détecteur à barrette de diodes. 107 détecteur à fluorescence, 107 détecteur à indice de réfraction, 108 détecteur à longueurs d'onde multiples. 108 réinitialisation compartiment à colonnes, 123 détecteur. 113 ligne de base, 109 passeur automatique d'échantillons, 94 pompe, 80 réglages de pompe, 81 valeurs par défaut passeur automatique d'échantillons, 94 retour, 41 rincage d'aiguille, 89 rinçage de l'aiguille, 89 routine d'allumage de la lampe, 114

## S

sélection des signaux, 48 sequence, 149 séquence, 24, 46, 151, 153 étalonnage, 46, 151, 153 journal, 46 réétalonnage, 46 terminer, 46 Séquence impression, 54 signal de démarrage, 56, 160 signal de mise hors tension, 55 signal de mise sous tension, 55 signal de requête de démarrage, 56, 160, 161 externe, 162 signal de stop. 56 signal préparer, 56 signal prêt, 56 signaux auxiliaires, 91 solvants, 85 sortie analogique détecteur à fluorescence, 115 détecteur à longueur d'onde variable. 115suppression d'une méthode, 43 suppression de toutes les méthodes, 43 sur erreur. 36 système CLHP arrêt. 46 configuration, 36 fonctions générales, 36 Mise à jour du microprogramme, 60 système d'information en ligne, 19 système de maintenance prédictive (early maintenance feedback -EMF), 27 système de maintenance prédictive (EMF), 79 compteurs, 61 indicateur. 51 iournal. 52 programmation des limites, 52

## Т

table d'événements, 24, 45 copier / coller. 45 impression, 54 passeur automatique d'échantillons, 89 réglage, 45 taille du papier, 53 temps de fonctionnement, 51 terminer, 46 tests compartiment à colonnes, 122 passeur automatique d'échantillons, 92.95 texte du bandeau. 53 touche enter. 21 touche esc, 21

touche i (info), 19 touche m (menu), 20, 41 touches action, 22 alphanumériques, 22 clavier, 22 direction, 22 enter, 21 esc, 21 info, 19 menu. 20 navigation, 21 numériques, 22 présentation, 18 selection, 22 touches d'action, 22 touches de direction, 22 touches de navigation, 21 touches de sélection, 22 touches numériques, 22 transfert, 61

#### U

unités, 36 usure, 79 utilisation des méthodes, 39 utilisation du module de commande, 33

#### V

valeur x / y, 50 vanne compartiment à colonnes, 121 échantillon, 102, 103 effectuer une injection, 99 manuelle, 97 ouverture, 72 positions, 98 remplissage de la boucle d'échantillonnage, 100, 104 remplissage partiel de la boucle d'échantillonnage, 101 vanne d'injection manuelle, 97 échantillon, 102, 103 effectuer une injection, 99 positions, 98 remplissage de la boucle d'échantillonnage, 100, 104 remplissage des boucles, 100

remplissage partiel de la boucle d'échantillonnage, 101 vanne d'injectionmanuelle, 97 vanne de commutation de colonne, 121 versions des modules de commande G1323B, 31 Versions du module de commande, 31 versions du module de commande G1323A, 31 G1323B. 31 vitesse d'expulsion, 89 vitesse de prélèvement, 89 voies, 73 volume d'injection, 89 volume de course du piston, 76 volume de seringue, 88 volume du siège de l'aiguille, 88 vues, 24

**Agilent Technologies** 



# Contenu de ce manuel

Ce manuel contient des informations sur le module de commande et sur le mode d'utilisation du système Série Agilent 1100 et de ses modules pour la CLHP.

- Module de commande de la Série Agilent 1100
- Utilisation du module de commande
- Utilisation de la pompe
- Utilisation du dégazeur
- Utilisation du passeur automatique d'échantillons
- Utilisation de la vanne d'injection manuelle
- Utilisation des détecteurs
- Utilisation du compartiment à colonnes
- Exécution d'une analyse isocratique
- Exécution d'une analyse avec gradient
- Exécution d'analyses à injections multiflacon (séquence)
- Exécution d'un programme d'injection



G1323-93006