



Manuel d'utilisation du module de commande du CPG série 6850

Sommaire

Introduction

Informations importantes	4
Généralités	4
Éléments du module de commande ..	5
Navigation entre les écrans	9
Configuration de l'instrument	13
Pour régler le contraste de l'écran ..	15
Configuration de l'écran et du clavier	15
Réglage de l'heure et de la date	17
Configuration du port RS-232	18
Paramètres d'adresse IP	18
Tracé d'un signal	21
Tracé de plusieurs signaux	25

Méthodes

Elaboration d'une méthode	27
Enregistrement de la méthode active en tant que méthode nommée ...	28
Enregistrement de la méthode active en tant que méthode SERVICE ..	30
Rétablissement de la méthode par défaut	30
Utilisation de cartes PC	30
Accès aux méthodes enregistrées dans la mémoire du CPG	33

Contrôle des débits et des pressions

Arrêt de sécurité hydrogène	35
Arrêt de sécurité colonne	36

Régulation électronique des gaz (EPC)	36
Ouverture et fermeture des flux gazeux	36
Interprétation des débits et pression affichés	37
Configuration de la colonne	38
Modes de colonne	39
Débit initial ou pression initiale	41
Programmation du débit ou de la pression	43
Canaux auxiliaires	44
Résolution des problèmes de débit et de pression	48

Automatisation

Commande de l'injecteur	51
Paramètres de séquence	55
Pilotage d'une séquence	57
Tableau d'analyse	58
Tableau de chronoprogrammation ..	61

Injecteur avec/sans division

Utilisation de l'hydrogène	64
Options	64
Modes de fonctionnement de l'injecteur	64
Injecteur et colonne	65
Paramétrage de l'injecteur	66
Prep run	67
Configuration du mode de	

Sommaire

fonctionnement de l'injecteur ...	68	Utilisation de l'injecteur à froid en tête de colonne	126
Termes utilisés par les modes avec/ sans division	68	Détecteur à conductivité thermique	
Modes d'à-coups de pression	69	Utilisation de l'hydrogène	128
Mode avec division	71	Conditions d'utilisation	128
Mode sans division	74	Paramètres du TCD	128
Economiseur de gaz	77	Gaz d'appoint	131
Injecteur pour colonne remplie avec purge		Polarité	132
Utilisation de l'hydrogène	79	Sélection du signal	133
Contrôles de l'injecteur et de la colonne	79	Sortie analogique	135
Paramétrage de l'injecteur	80	Utilisation du TCD	136
Utilisation d'un injecteur avec purge pour colonne remplie	81	Détecteur à ionisation de flamme	
Injecteur/vaporisateur programmable en température		Utilisation de l'hydrogène	138
Utilisation de l'hydrogène	83	Remarques relatives à l'utilisation du détecteur	138
Modes de fonctionnement de l'injecteur	83	Busés	139
Injecteur et colonne	84	Electromètre	139
Paramétrage de l'injecteur	84	Gaz d'appoint	140
Configuration du mode de fonctionnement de l'injecteur ...	87	Sélection du signal	141
Chauffage de l'injecteur	87	Sortie analogique	143
Termes relatifs au PTV	89	Rallumage automatique — Décalage avec flamme allumée	143
Modes pulsés	91	Paramètres du FID	144
Mode avec division	98	Utilisation du FID	146
Mode sans division	102	Micro-détecteur à capture d'électrons	
Mode élimination de solvant	109	Linéarité	148
Injection à froid en tête de colonne		Gaz de détecteur	149
Température d'injection	125	Température	149
		Electromètre	149

Sommaire

Sortie analogique	150	Configuration de l'élément de chauffage	169
Utilisation du détecteur	150	Paramètres du DPF	169
Four à colonne		Utilisation du DPF	170
Caractéristiques du four	153	Vannes	
Sécurité du four	153	Types de vannes	172
Paramétrage du four	154	Configuration des vannes	173
Création d'une analyse isotherme	155	Vannes d'échantillonnage	173
Programmation de la température	156	Vanne multiposition avec vanne d'échantillonnage	175
Compensation de colonne	160	Pilotage manuel des vannes	176
Détecteur à photométrie de flamme (DPF)		Réglage de la température des boîtiers de vannes	177
Utilisation de l'hydrogène	162	Mode Service (entretien)	
Informations générales	162	Ecran Service	178
Utilisation de Lit offset (décalage avec flamme allumée)	163	Journal	178
Allumage de la flamme	164	Diagnostics	179
Utilisation de l'électromètre	165	Etalonnage	187
Sélection du signal	166	Maintenance	191
Pour sélectionner le mode de gaz d'appoint	168	Mise à jour des fonctions	195

Introduction

Informations importantes

© Agilent Technologies 1998, 1999, 2000, 2002, 2004

Tous droits réservés. Toute reproduction, adaptation ou traduction sans autorisation est interdite, sauf dans le cadre des lois sur le copyright.

Vespel[®] est une marque déposée de E.I. duPont de Nemours Co., Inc.

Swagelok[®] est une marque déposée de Swagelok Company.

Référence G2629-93329

Première édition, mars 2004

Remplace la référence G2629-93327, G2629-93328, *Manuel d'utilisation du module de commande du CPG*.

Imprimé aux Etats-Unis.

Généralités

Le module de commande offre une programmation et un contrôle complets du chromatographe en phase gazeuse 6850 (CPG), de l'injecteur automatique 6850 et des vannes.

Lorsqu'il est raccordé à un CPG 6850, le module de contrôle peut :

- commander l'exécution de méthodes analytiques ;
- créer, modifier et transférer des méthodes analytiques d'un CPG à un autre par l'intermédiaire d'une carte PC ;
- régler les températures et les débits du CPG et configurer les éléments du CPG (colonnes, injecteur, détecteur etc.) ;
- afficher des signaux en temps réel, comme la température du four ou le signal de sortie du détecteur ;
- commander l'exécution de tests de diagnostic ;
- fournir des informations contextuelles sur les messages, les points de consigne, les actions nécessaires, etc. ;
- réaliser un certain nombre d'autres fonctions.

Éléments du module de commande

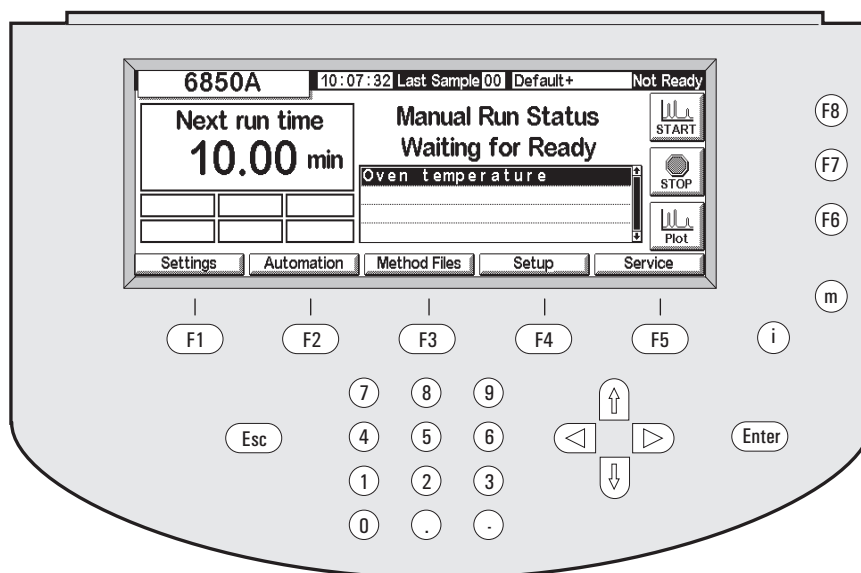


Figure 1. Le module de commande

Le module de commande se compose d'un affichage, d'un clavier et d'un câble de raccordement à un CPG 6850. Une alvéole, sur le côté gauche - non visible sur la figure - peut recevoir une carte mémoire PCMCIA (appelée carte PC dans le reste de ce guide).

Le clavier du module de commande sert à entrer des instructions dans une série d'écrans. Ces instructions peuvent ensuite être enregistrées sous un nom de méthode.

Ecrans

La [Figure 1](#) montre un écran d'état type. C'est le point de départ de toutes les opérations effectuées sur écran. Les cinq libellés le long du bas de l'écran correspondent aux cinq touches (F1 à F5) situées juste au-dessous. Les trois libellés de droite correspondent aux trois touches (F6 à F8) situées à leur droite. Les fonctions correspondantes changent d'un écran à l'autre.

Le [Tableau 2](#) page 12 donne une liste complète des écrans.

Clavier

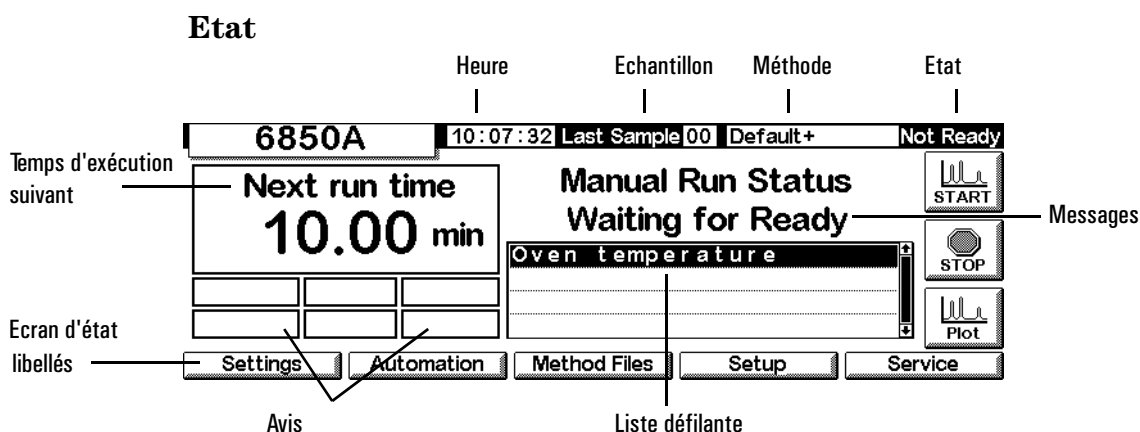
Le clavier sert à naviguer entre les écrans et à entrer des instructions et des données.

F1 à F5	Touches de navigation. Voir les libellés en bas de l'écran.
F6 à F8	Touches d'action. Voir les libellés sur le bord droit de l'écran.
Esc(ape)	Annulation d'une action ou retour à l'écran précédent.
← →	Déplacement du curseur sur l'écran.
↑ ↓	Sélection de points de consigne, des valeurs ou de caractères alphanumériques.
m(enu)	Affichage de dialogues supplémentaires.
i(nfo)	Aide contextuelle concernant la sélection actuelle ; appuyez deux fois pour voir l'index de l'aide.
0 à 9	Entrée de chiffres et de lettres.
.	Entrée d'un point décimal.
-	Entrée d'un signe moins.
Enter	Validation de l'entrée ou de l'action actuelle.

Les touches **0 à 9**, ainsi que les touches . et -, servent également à entrer des caractères alphabétiques. La méthode spéciale employée est décrite plus loin.

Ecran d'état

Toutes les opérations ont pour point de départ l'écran d'état représenté ci-dessous. Pour revenir à l'écran d'état à partir de n'importe quel autre écran, appuyez autant de fois que nécessaire sur **Esc**.



Les éléments de l'écran d'état sont les suivants :

- *Time (Heure)* — heure en format 24 heures.
- *Sample (Echantillon)* — dernier échantillon analysé ou échantillon en cours d'analyse.
- *Method (Méthode)* — nom de la méthode active. Si elle a été modifiée depuis son chargement, son nom est suivi du signe +.
- *Status (Etat)* — état actuel du CPG.
- *Avis* — toute situation actuelle empêchant le CPG de commencer une analyse ou pouvant avoir une incidence sur les résultats.

Les messages Warning (Attention), Faults (Défaillance), Shutdown (Arrêt), et Method (Méthode) attirent votre attention sur des problèmes potentiels. Le message Run Log (Voir le journal) clignote pour vous indiquer de lire le journal de bord. Le message StrtLock clignote pour prévenir que la touche de démarrage a été verrouillée par un module de commande, ChemStation Agilent ou le système de données en réseau Agilent Cerity pour AQ/CQ pharmaceutique.

Keyboard Locked (Clavier verrouillé) apparaît au bas de l'écran du module de commande si vous tentez d'accéder au clavier pendant que l'avis StrtLock est en vigueur.

- *Liste défilante* — indique l'existence de problèmes concernant le CPG ou la méthode active. Dans cet exemple, elle indique que le CPG est non prêt car la température du four ne s'est pas stabilisée.
- *Messages* — conditions instrumentales. Les messages décrivent le type d'analyse ou de séquence que le CPG se prépare à exécuter et indiquent si le CPG est prêt ou non.
- *Next Run Time (Temps d'analyse)* — le temps nécessaire à la méthode active pour effectuer une analyse entière.

- *Libellés de fonction d'écran* — identifient la fonction des touches F1 à F5 situées au-dessous de l'affichage et des touches F6 à F8 situées à droite. Reportez-vous au [Tableau 1](#).

Tableau 1. Libellés de fonction de l'écran d'état

Touche	Libellé	Fonction
F1	Settings (Réglage)	Ce que vous modifiez souvent, comme la température du four, la durée d'un palier de température, la température d'injection, etc.
F2	Automatisation	Commande des vannes et de l'injecteur, tableaux d'analyse et de chronoprogrammation
F3	Method Files (Fichiers de méthodes)	Création et enregistrement d'ensembles de valeur de consigne
F4	Setup (Paramétrage)	Ce que vous ne modifiez pas très souvent, comme la température maximale du four, les unités de pression utilisées, etc.
F5	Service	Fichiers journaux, tests, étalonnages en température et en pression, etc.
F6	Plot (Tracé)	Développement d'un signal en temps réel sur l'écran.
F7	Stop (Arrêt)	Arrêt d'une analyse ou d'une séquence.
F8	Start (Démarrage)	Démarrage d'une analyse ou d'une séquence.

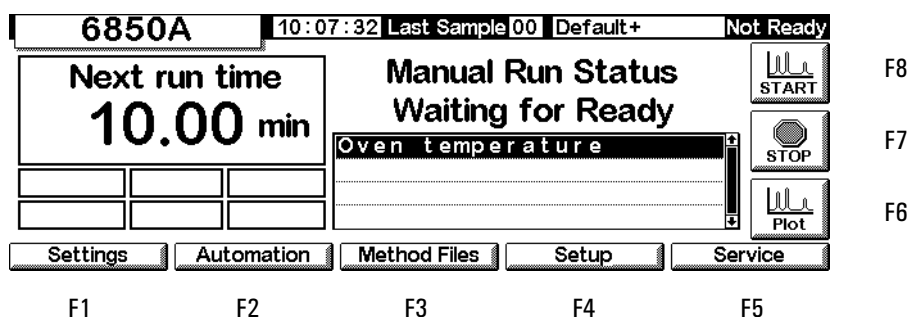
Navigation entre les écrans

Cet exemple montre comment utiliser le module de commande pour configurer la colonne afin que l'instrument puisse convertir les débits en pression et vice versa.

Exemple : configuration d'une colonne

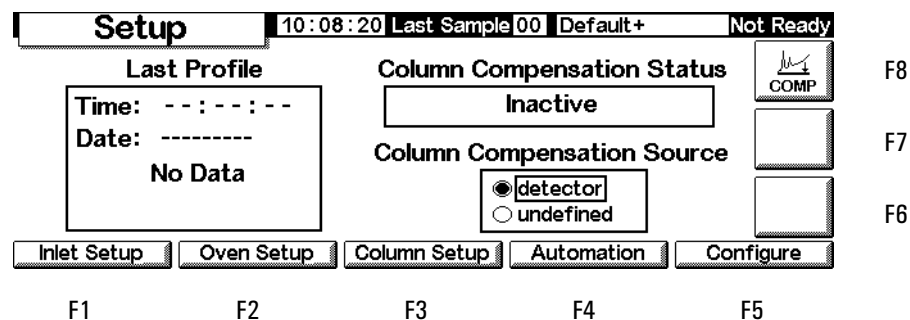
1. Partez de l'écran Status. Si vous vous trouvez sur un autre écran, appuyez sur Esc autant de fois que nécessaire pour revenir à l'écran Status.

Status



2. Appuyez sur Setup (F4) pour afficher l'écran suivant. Dans ce document, la plupart des écrans sont précédés du chemin (dans ce cas, Status/Setup) à suivre pour y accéder à partir de l'écran Status.

Status / Setup



- Appuyez sur **Column Setup** pour passer à l'écran suivant. La deuxième version présentée ci-dessous apparaît sur les CPG EPC auxiliaires. Le premier écran apparaît sur tous les autres.

Status / Setup / Column Setup

Column Setup		10:08:54	Last Sample 00	Default+	Not Ready
Source Connection		 The column dimensions are not defined.		Outlet Connection	
☒ Inlet ☐ Auxiliary				☒ Detector ☐ MSD ☐ None	
				 More	
F1	F2	F3	F4	F5	

Column Setup		14:32:04	Last Sample 00	CCHS.M+	Ready
Source Connection		 The column dimensions are defined.		Outlet Connection	
☒ Inlet ☐ Aux 3 ☐ Aux 4 ☐ Aux 5 ☐ Other				☒ Detector ☐ Other	
				 More	
F1	F2	F3	F4	F5	

- Vérifiez que les raccordements de la colonne sont corrects. Sinon, utilisez les touches ← et → pour amener le curseur sur la série d'options correcte et les touches ↑ et ↓ pour faire votre choix. Appuyez sur Enter.
- La colonne n'a pas été définie, comme l'indique le signe ? et le message au centre. Appuyez sur **More** (F6) pour afficher le menu contextuel.

Status / Setup / Column Setup / More

Column Setup		10:09:08	Last Sample 00	Default+	Not Ready
Source Connection		 The column dimensions are not defined.		Outlet Connection	
☒ Inlet ☐ Auxiliary				☒ Detector ☐ MSD	
				1 Configure Column 2 Column Mode  More	
F1	F2	F3	F4	F5	

6. Utilisez ↑ et ↓ pour sélectionner **Configure Column** et appuyez sur **Enter**, ou bien appuyez sur la touche numérique 1.

Status / Setup / Column Setup / More / Configure Column / Enter

7. Utilisez ← et → pour accéder aux trois champs, tapez les valeurs numériques avec les unités indiquées sur l'écran et appuyez sur la touche OK (F6) afin de valider les valeurs et de revenir à l'écran précédent.

Status / Setup / Column Setup

8. Notez que le signe ? a disparu puisque la colonne est maintenant définie.

Pour revenir à votre point de départ, appuyez sur **Esc** autant de fois que nécessaire. Dans le reste de ce document, les écrans seront représentés sans l'indication de la touche de fonction correspondante.

Tableau 2. Ecrans du module de commande

F1 Settings (Réglages)				
F1 Inlet (injecteur)	F2 Oven (four)	F3 Column (colonne)	F4 Detector (détecteur)	F5 Auxiliary (auxiliaire)
Température, rampes, mode de temp., pression, débits, rampes, modes (injecteur* impulsion*, économiseur de gaz*, impulsion/division*, élimination de solvant*), gaz vecteur*, unités*, infos réfrigérant	Programmes de température	Programme de débit et de pression, mode de colonne, configuration	Température, débits, signal, sorties, type de gaz	Programmes de température et de pression, paramètres EPC Aux
F2 Automation (type de séquence, échantillons utilisés, répétition de séquence, commande de séquence)				
F1 Injector (injecteur)	F2 Valves (vannes)		F4 Clock Table (chronoprogrammation)	F5 Run Table (tableau d'analyse)
Volume, pompes, rinçages, profondeur, temps de pause, viscosité, piston lent	Ouverture et fermeture des vannes		Ajout et suppression d'événements	Ajout et suppression d'événements
F3 Method Files (visualisation/enregistrement méthode active, enregistrement méthode d'entretien, retour à la méthode par défaut)				
		F3 Enregistrer le listing	F4 PC Card (carte PC)	F5 GC Methods (méthodes CPG)
			Enregistrement, chargement et suppression	Chargement et suppression

<u>F4 Setup (compensation de colonne)</u>				
F1 Inlet Setup (paramètres, injecteur)	F2 Oven Setup (paramètres, four)	F3 Column Setup (paramètres, colonne)	F4 Automation (automatisation)	F5 Configure
Gaz vecteur, unités de pression, correction de vide, commande refroidissement cryo	Temps d'équilibre, température maximum, commande refroidissement cryo	Raccordements, configuration, mode	Injecteur, vanne d'échantillonnage, vanne multiposition, mise en condition automatique	Four, numéro de série, date de fabrication, horloge, transmission de données, verrouillages IU locale, affichage, type de détecteur, vanne 1 & 2, temp & pression aux., modèle et capacité d'injection, dimensions de la colonne
<u>F5 Service (journal d'analyse, entrée en mode service, sortie du mode service)</u>				
F1 Log Book (journal)	F2 Diagnostics	F3 Calibration (étalonnage)	F4 Maintenance	F5 Update (mise à jour)
Voir/Enregistrer journal électronique	Injecteur, détecteur, clavier	Réglages usine pour le four, l'injecteur, la colonne, le détecteur, l'EPC auxiliaire	Limites de la prestation, maintenance prédictive	Mise à jour du microprogramme du CPG, de l'injecteur, du module de commande
<u>F6 Plot signals (tracé des signaux)</u>				
<u>F7, F8 Start & Stop Runs (démarrer/arrêter les analyses)</u>				

* Injecteurs avec/sans division et PTV uniquement

Configuration de l'instrument

L'instrument devra être configuré

- avant la première utilisation
- à chaque modification ou ajout de matériel

La configuration de l'instrument définit les paramètres globaux, tels que la date et l'heure ; elle indique également à l'instrument quels périphériques sont installés, afin que le CPG puisse les contrôler correctement.

Notez que les paramètres de configuration influencent directement vos méthodes. Les périphériques non configurés peuvent ne pas être disponibles à l'écran ou ne pas disposer de valeurs configurables. De plus, ces paramètres contrôlent l'exécution de certaines tâches, notamment le chargement de la boucle d'échantillonnage d'une vanne d'échantillonnage de gaz.

Avant la première utilisation du CPG, configurez les éléments/fonctions suivants :

- contraste de l'écran (voir [Pour régler le contraste de l'écran](#) page 15.)
- écran et clavier (voir [Configuration de l'écran et du clavier](#) page 15.)
- heure et date (voir [Réglage de l'heure et de la date](#) page 17.)
- paramètres d'adresse IP (voir [Paramètres d'adresse IP](#) page 18.)
- paramètres de communication (voir [Configuration du port RS-232](#) page 18 et [Paramètres d'adresse IP](#) page 18.)
- colonne (voir [Navigation entre les écrans](#) page 9 et [Configuration de la colonne](#) page 38.)
- paramètres d'automatisation, tels que les informations relatives à l'injecteur (voir [Automatisation](#) page 51.)
- injecteur (voir le chapitre consacré au type d'injecteur approprié).
- détecteur (voir le chapitre consacré au type de détecteur approprié).
- mise en condition automatique (voir [Prep run](#) page 67.)
- four (voir [Paramétrage du four](#) page 154.)
- vannes (voir [Configuration des vannes](#) page 173.)

Affichage de la configuration actuelle

Vous pouvez afficher une liste d'éléments décrivant les composants installés sur le CPG. Cette liste décrit le CPG, indiquant notamment le numéro de série et le mode de l'injecteur (si celui-ci est installé). Un exemple de cet écran est présenté ci-dessous. Appuyez sur ↑ et ↓ pour faire défiler la liste vers le haut et vers le bas.

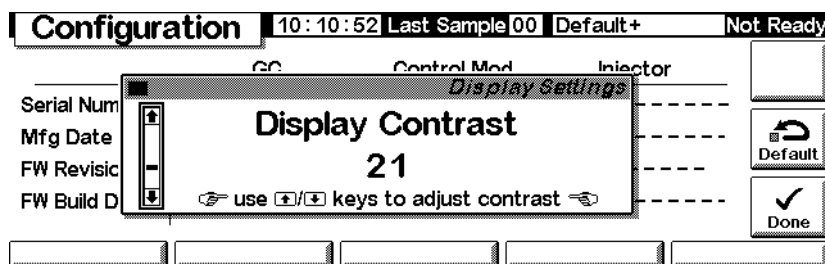
Status / Setup / Configure

Configuration		12:02:32	Last Sample 01	DEF_GC.M	Ready
GC					
Type:	220-240 VAC Std				
SN:	US00000138				
Mfg Date:	Sat Jan 01 00:00:00 2000				
INJECTOR					
Model:	G2613				
Capacity:	8 sample(s)				
OVEN					
Type:	Oven				
Local UI		Clock Set		Display	
Serial Comm		LAN Comm		EDIT	

Pour régler le contraste de l'écran

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Setup / Configure / Display



2. Utilisez les touches ↑ et ↓ pour régler le contraste. Appuyez sur Done (Terminé) une fois que vous êtes satisfait.

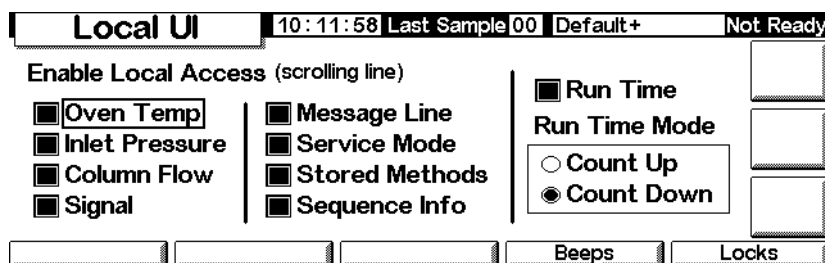
Configuration de l'écran et du clavier

Le module de commande peut définir les fonctions disponibles au niveau du clavier et de l'écran du CPG. Cela est utile lorsque, par exemple, un CPG doit être utilisé comme un analyseur dédié ou doit être piloté à distance par une ChemStation ou un système Cerity.

Pour définir les fonctions du clavier et de l'écran du CPG

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Setup / Configure / Local UI



- Les champs *Oven Temp* (température du four), *Message Line* (ligne de message), *Inlet Pressure* (pression d'injection), *Column Flow* (débit de colonne), *Signal* et *Run Time* (temps d'analyse) sont seulement visualisables — pour modifier les valeurs, il faut un module de commande ou une ChemStation.

- *Service Mode* (mode entretien) — Permet de charger la méthode SERVICE à partir du clavier (voir [Mode Service \(entretien\)](#) page 178).
 - *Stored Methods* (méthodes enregistrées) — Affiche une liste déroulante des méthodes enregistrées dans le CPG pour permettre leur sélection et leur chargement à partir du clavier.
 - *Run Time Mode* (temps écoulé ou temps restant) — Détermine si le temps d'analyse affiché est le temps écoulé depuis le lancement Start de l'analyse ou le temps restant. Ce choix n'a pas d'incidence sur le tableau d'analyse.
2. Sélectionnez ce que vous voulez voir afficher sur l'écran du CPG, les actions que vous voulez pouvoir effectuer à l'aide du clavier du CPG et, si Run Time est sélectionné, le Run Time Mode.
 3. Appuyez sur Beeps pour afficher l'écran suivant :

Status / Setup / Configure / Local UI / Beeps

Local Beeps	10:12:07	Last Sample 00	Default+	Not Ready
☒ Enable Key Click [a click sounds when a key is pressed]				
☐ Enable Setpoint Beep [a beep sounds if a setpoint is changed]				
☒ Enable Warning Beep [a beep sounds during warnings]				

4. Sélectionnez la signalisation sonore souhaitée.
5. Appuyez sur Esc pour retourner à l'écran Local UI, puis sur Locks pour afficher l'écran suivant :

Status / Setup / Configure / Local UI / Locks

Local Locks	10:12:25	Last Sample 00	Default+	Not Ready
☐ Lock Local Keyboard	Host Lock: ☐ Off			
☐ Lock Local Start Key	Sequence Lock: ☐ Off			
☐ Lock Remote Start	Clock Table Lock: ☐ Off			
	Clock Table Exec Lock: ☐ Off			
	Method & Sequence & Clock Table Lock: ☐ Off			

- *Lock Local Keyboard* (Verrouillage clavier local) — interdit toute modification de paramètres à partir du module de commande.
- *Lock Local Start Key* (Verrouillage de la touche Start en local) — désactive la touche Start du clavier du CPG.

- *Lock Remote Start (Verrouillage de la touche Start à distant)* — désactive la fonction Start du connecteur REMOTE situé à l'arrière du CPG. Vous pouvez toujours démarrer une analyse à l'aide d'un module de commande.
- *Host Lock (Verrouillage de l'hôte)* — une valeur rapportée. La valeur On signifie qu'une ChemStation ou un autre ordinateur pilote le CPG et que vous ne pouvez pas modifier les points de consigne à l'aide du module de commande.
- *Sequence Lock (Verrouillage de la séquence)* — interdit l'exécution d'une séquence à partir du CPG.
- *Clock Table Lock (Verrouillage du tableau de chronoprogrammation)* — interdit l'accès au tableau de chronoprogrammation.
- *Clock Table Exec Lock (Verrouillage exécution tableau de chronoprogrammation)* — interdit l'exécution d'événements du tableau de chronoprogrammation.
- *Method & Sequence & Clock Table Lock (Verrouillage table de chronoprogrammation, de séquence et de méthode)* — interdit le chargement d'une méthode depuis le clavier du CPG, le module de commande ainsi que l'accès aux tableaux de séquence et de chronoprogrammation.

Réglage de l'heure et de la date

Le CPG est doté d'une horloge interne permettant d'utiliser l'heure et la date pour des tâches telles que la journalisation des méthodes et des erreurs.

Réglage de l'heure et de la date :

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Setup / Configure / Clock Set

The screenshot shows a 'Configuration' window with a title bar containing '10:11:33 Last Sample 00 Default+' and a 'Not Ready' status indicator. The main area is divided into two sections: 'Time' and 'Date'. The 'Time' section has fields for Hour (10), Min (11), and Sec (33). The 'Date' section has fields for Day (11), Month (11), and Year (2002). To the right of these fields are three empty input boxes and a 'Done' button with a checkmark. On the left side of the window, there are labels: 'Ser', 'Mfg', 'FW', and 'FW'.

2. Réglez la date et l'heure, puis appuyez sur Done.

Configuration du port RS-232

Il s'agit du connecteur RS-232 situé à l'arrière du CPG. Ce connecteur ne joue aucun rôle dans les communications entre le module de commande et le CPG.

Normalement, la configuration du CPG 6850 pour les communications est effectuée en usine. Toutefois, si vous avez besoin de vérifier ou de modifier les paramètres de communication, procédez comme suit :

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Setup / Configure / Serial Comm

Host Serial		12:55:13 Last Sample 00		SERVICE+		Not Ready	
Baud Rate		Parity	Handshake	Data	Stop	Term	
☒ 300	☐ 1200	☐ odd	☒ none	☐ 7	☒ 1	☒ LF	
☐ 2400	☐ 19200	☐ even	☐ xon-xoff	☒ 8	☐ 1.5	☐ CR	
☐ 4800	☐ 28800	☒ none	☐ cts/rts		☐ 2		
☐ 9600	☐ 38400	☐ mark					
	☐ 57600	☐ space					

2. Réglez les paramètres en fonction des possibilités de l'appareil externe. Appuyez sur Esc pour finir.
3. Réglez la date et l'heure. L'horloge est réinitialisée lorsque vous appuyez sur Done.

Paramètres d'adresse IP

La méthode utilisée pour configurer l'adresse IP dépend du type de carte LAN qui est installée sur votre CPG.

Pour afficher les paramètres actuels, activez cet écran.

Status / Setup / Configure / LAN Comm

LAN Setup		03:00:05 Last Sample 00		Default		Not Ready	
LAN Card Settings							
IP Address	130 . 30 . 255 . 236			Timeout			
Subnet Mask	255 . 255 . 248 . 0			99 seconds			
Default Gateway	130 . 30 . 248 . 1						
Control Mode	Use BootP to get address						
Set LAN							

Si la carte LAN est installée, ses paramètres sont mentionnés à titre indicatif. Les valeurs d'adresse IP, de masque de sous-réseau (subnet mask), de passerelle par défaut (default gateway) et de temporisation (timeout) ont été définies lors de l'installation de la carte LAN/CPG. Les modes de commande sont présentés ci-dessous.

Modes de commande

Le mode de commande affiché sur l'écran de configuration du LAN (LAN Setup) renseigne sur la méthode utilisée pour obtenir les paramètres de la configuration LAN. Les modes de commande disponibles dépendent de la carte LAN installée (Voir [Tableau 3](#)). Pour savoir comment identifier la carte réseau local installée, voir [Affichage de la configuration actuelle](#) page 14.

Tableau 3. Modes de commande disponibles

Carte LAN	Modes de commande disponibles	Saisie des paramètres
J2552B	BootP	N/D
J4100A	BootP, paramètres saisis localement	Commandes face av. du CPG
Lantronics	DHCP, paramètres saisis localement	Commandes face av. du CPG, module de commande

- Si une carte J2552B ou J4100A LAN est installée, le message “Supports BootP Control Mode Only” (N’accepte que le mode de commande BootP) est affiché. Il est possible de définir l'adresse LAN depuis le module de commande, mais cette pratique *n'est pas recommandée*. La connexion sera en effet très lente.
- *Utilisez le programme BootP/DHCP pour définir l'adresse* : votre CPG est configuré pour recevoir l'adressage LAN depuis le programme BootP ou Windows NT® DHCP.
- *Utilisez les paramètres saisis localement* : votre CPG est configuré pour utiliser l'adresse IP, le masque de sous-réseau et les paramètres de la passerelle que vous fournissez par le module de commande ou la face avant du CPG.

Pour régler les paramètres, affichez l'écran suivant :

Status / Setup / Configure / LAN Comm / Set IP

The screenshot shows the 'LAN Setup' screen with a status bar at the top displaying '02:59:05', 'Last Sample 00', 'Default', and 'Not Ready'. The main area is titled 'LAN Settings' and contains the following fields:

- IP A:** Radio buttons for 'Local' and 'BootP / DHCP' (selected).
- Subnet:** Radio buttons for 'Local' and 'BootP / DHCP' (selected).
- Def:** Radio buttons for 'Local' and 'BootP / DHCP' (selected).
- Cor:** Radio buttons for 'Local' and 'BootP / DHCP' (selected).
- IP Address:** Four input boxes containing '130', '30', '255', and '236'.
- Subnet:** Four input boxes containing '255', '255', '248', and '0'.
- Gateway:** Four input boxes containing '130', '30', '248', and '1'.
- Done:** A button with a checkmark icon.

Paramètres d'adresse affectés automatiquement

1. Sélectionnez **BootP/DHCP** pour utiliser le programme BootP ou DHCP pour définir la configuration de la carte LAN CPG. Le CPG utilisera automatiquement la méthode adéquate.
2. Appuyez sur **Done** (Terminé). Les nouveaux paramètres entrent en vigueur au redémarrage du CPG. Pour redémarrer tout de suite, sélectionnez **Yes** lorsque la fenêtre suivante s'ouvre :

The screenshot shows a dialog box with a warning icon and the following text:

The new lan settings have been loaded.
Changes will take effect after the GC is restarted.
Do you want to restart the GC now?

At the bottom of the dialog box are two buttons: 'Yes' (with a checkmark icon) and 'No' (with a circle and slash icon). The 'Done' button from the previous screen is visible in the bottom right corner.

Paramètres spécifiques d'adresse IP

Le module de commande peut être utilisé pour ajuster les paramètres LAN d'un CPG 6850 équipé d'une carte LAN Lantronics. Pour savoir comment identifier la carte LAN installée dans votre CPG, voir [Affichage de la configuration actuelle](#) page 14.

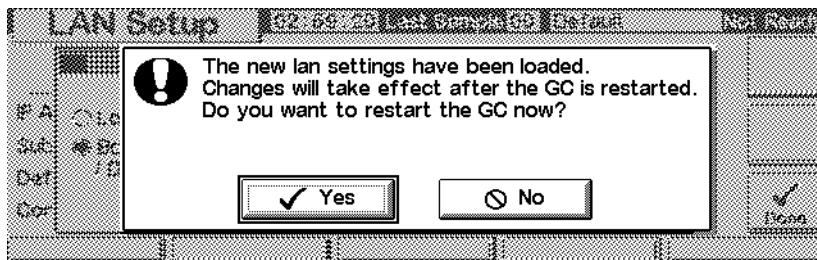
1. Affichez l'écran suivant :

Status / Setup / Configure / LAN Comm / Set LAN

The screenshot shows the 'LAN Setup' screen with a status bar at the top displaying '02:58:44', 'Last Sample 00', 'Default', and 'Not Ready'. The main area is titled 'LAN Settings' and contains the following fields:

- IP A:** Radio buttons for 'Local' (selected) and 'BootP / DHCP'.
- Sub:** Radio buttons for 'Local' (selected) and 'BootP / DHCP'.
- Def:** Radio buttons for 'Local' (selected) and 'BootP / DHCP'.
- Cor:** Radio buttons for 'Local' (selected) and 'BootP / DHCP'.
- IP Address:** Four input boxes containing '130', '30', '255', and '236'.
- Subnet:** Four input boxes containing '255', '255', '248', and '0'.
- Gateway:** Four input boxes containing '130', '30', '248', and '1'.
- Done:** A button with a checkmark icon.

2. Sélectionnez **Local** pour utiliser l'adresse IP, le masque de sous-réseau et les paramètres de passerelle que vous souhaitez entrer vous-même.
3. Utiliser les touches ← et → pour vous déplacer d'un champ à un autre et utilisez le pavé numérique pour saisir les valeurs.
4. Vérifiez les données saisies et appuyez sur **Done** (Terminé). Les nouveaux paramètres entrent en vigueur au redémarrage du CPG. Pour redémarrer tout de suite, sélectionnez **Yes** lorsque la fenêtre suivante s'ouvre :



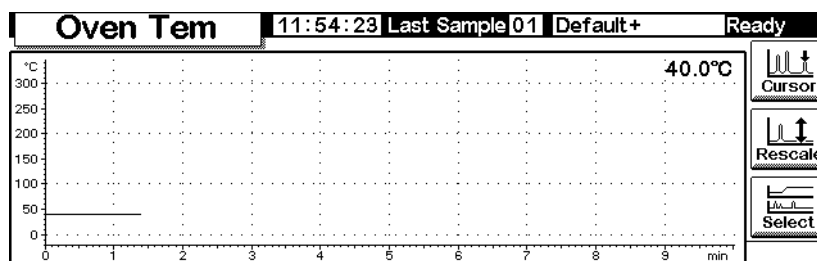
Tracé d'un signal

L'écran du module de commande peut afficher simultanément jusqu'à trois courbes en temps réel. Des exemples permettront de mieux comprendre.

Pour tracer un signal

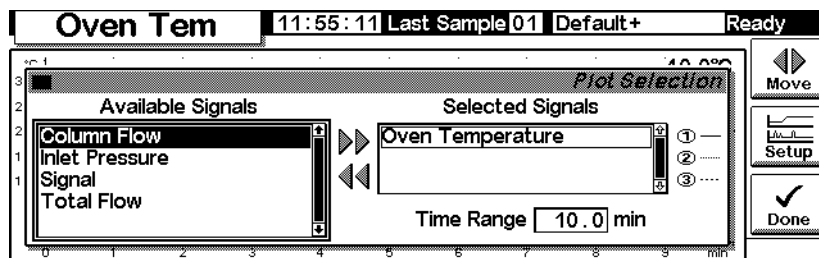
1. Affichez l'écran suivant :

Status / Plot



2. L'écran affiche une courbe de la température du four. Appuyez sur Select pour obtenir une liste de signaux disponibles.

Status / Plot / Select



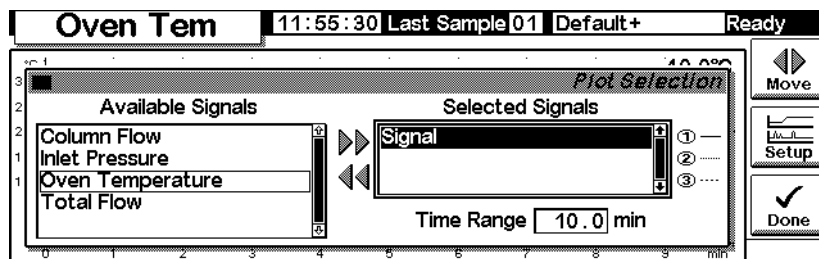
Dans la liste Available Signals (signaux disponibles), Signal est le signal sélectionné sur l'écran propre au détecteur.

Ce signal peut être l'un des suivants :

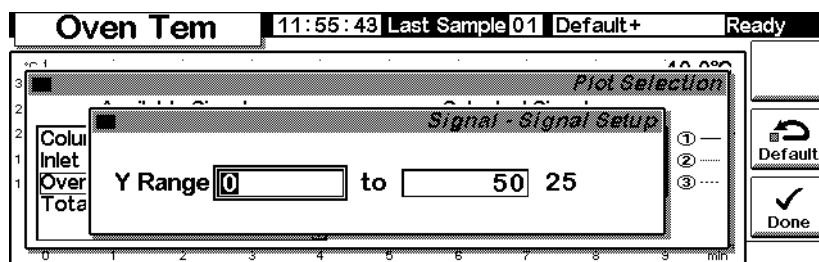
- détecteur
- compensation de colonne ;
- détecteur - compensation de colonne ;
- chromatogramme de test ;
- autre

Voir le chapitre propre au détecteur pour plus de détails.

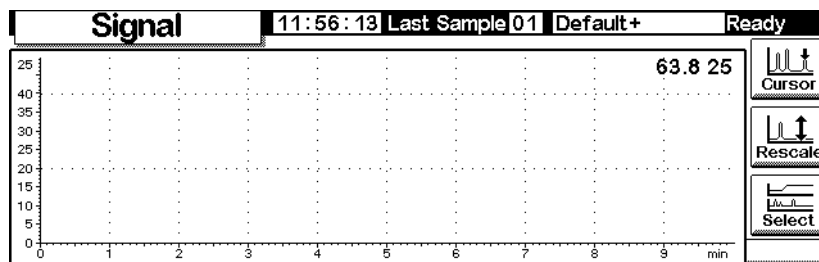
3. Pour transférer un signal d'une liste à l'autre, sélectionnez-le et appuyez sur Move. Bien que vous puissiez sélectionner jusqu'à trois signaux, nous allons d'abord considérer le cas d'un signal unique.
4. Pour cet exemple, nous supposons que vous avez ramené Oven Temperature (température du four) dans la liste Available Signals (Signaux disponibles) et transféré Signal dans la liste Selected Signals (signaux sélectionnés).
5. L'écran de sélection se présente maintenant de la façon suivante :



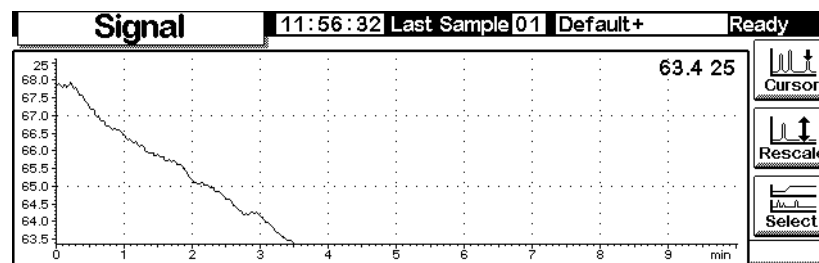
6. Entrez une Time Range (plage de temps). Il s'agit de la largeur, en minutes, de la courbe. Si l'analyse dure plus longtemps, le tracé sort de l'écran vers la gauche.
7. A ce stade, vous pouvez appuyer sur Setup pour régler l'échelle verticale (Y Range). Cela n'est pas absolument nécessaire car vous pouvez toujours remettre la courbe à l'échelle ultérieurement.



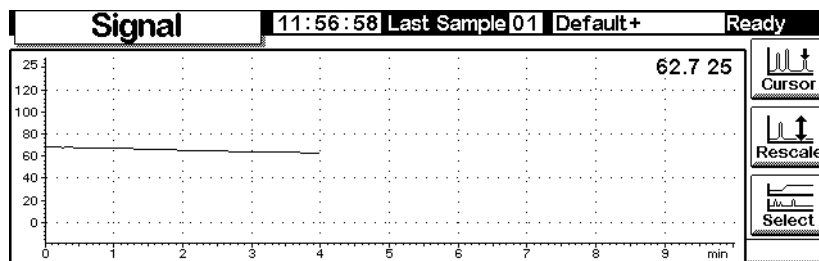
8. Appuyez sur Done pour revenir à l'écran de sélection de signal, puis appuyez à nouveau sur Done pour visualiser la courbe. Si vous n'avez pas réglé l'échelle verticale (Y Range) ou bien si vous l'avez réglée à une valeur trop grande, la courbe peut se présenter de la façon suivante :



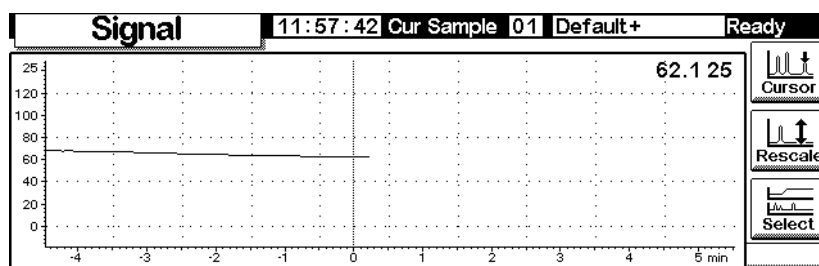
9. Appuyez sur Rescale. Cela a pour effet de modifier l'échelle verticale de sorte que la courbe remplisse la fenêtre.



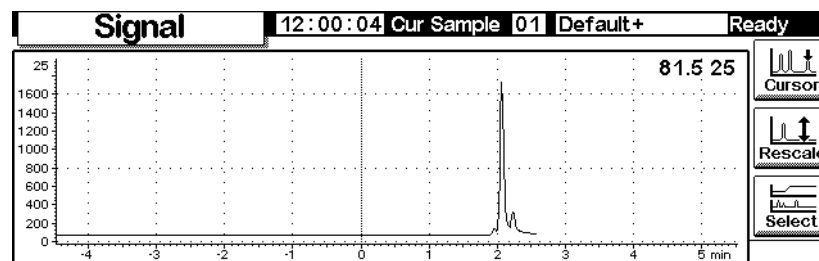
10. Pour affiner la mise à l'échelle, utilisez ← et → pour régler l'échelle horizontale et ↑ et ↓ pour régler l'échelle verticale. Dans cet exemple, l'échelle verticale est trop sensible et a besoin d'être modifiée.



11. Injectez un échantillon (l'air a été utilisé pour cet exemple) et appuyez sur Start. Un trait vertical repère le début de l'analyse.

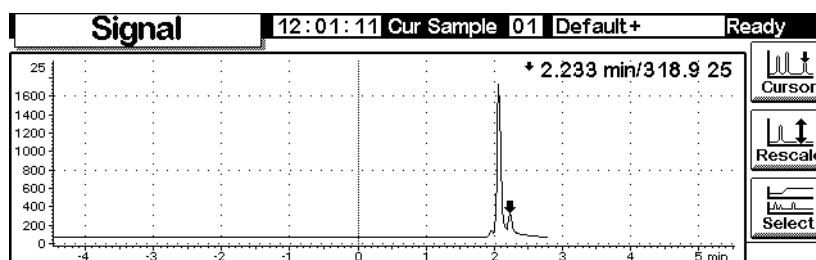


12. Lorsque le pic apparaît, il est hors échelle. Attendez que le front arrière apparaisse, puis appuyez sur Rescale pour ramener le sommet du pic sur l'échelle. Appuyez une fois sur ↓.



13. Pour explorer la courbe en détail, appuyez sur Cursor. Une flèche apparaît sur l'écran et les valeurs de temps et de signal apparaissent dans l'angle supérieur droit de l'écran.

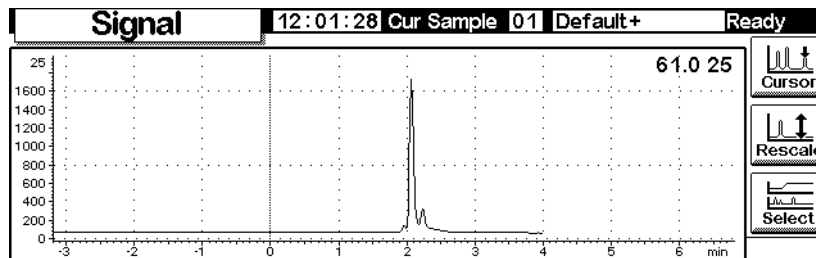
Utilisez les touches ← et → pour déplacer le curseur. L'écran suivant montre le temps de rétention et la hauteur du pic le plus petit.



14. Pour supprimer le curseur, appuyez à nouveau Cursor.

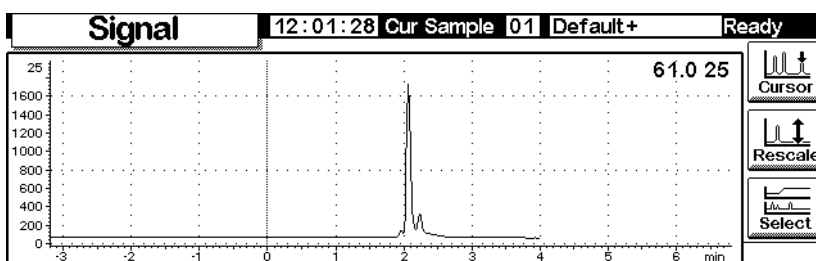
Tracé de plusieurs signaux

La courbe ci-dessous est la courbe remise à l'échelle du signal de détecteur décrit précédemment. Nous avons ajouté une courbe de la température du four.

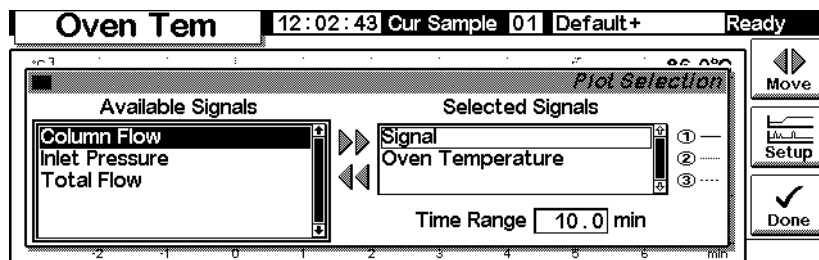


1. Affichez l'écran suivant :

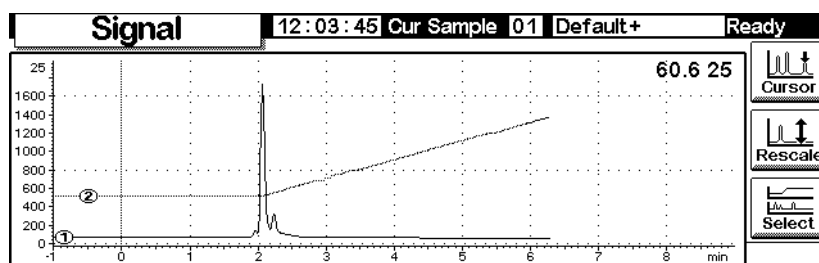
Status / Plot



- Appuyez sur **Select** pour afficher la liste des signaux. Sélectionnez **Oven Temperature** et appuyez sur **Move**. L'écran suivant apparaît :



- Utilisez les touches $\uparrow$ et $\downarrow$ ou appuyez sur 2 pour mettre en évidence **Oven Temperature** (Température du four). Appuyez sur **Setup** pour régler l'échelle verticale (Y Range) de ce signal. Nous suggérons une gamme de 0 °C à 150 °C.
- Appuyez sur **Done** pour revenir à la sélection, puis à nouveau sur **Done** pour faire apparaître les deux courbes.



Les deux courbes sont superposées mais ont des échelles verticales indépendantes. Remarquez les petits ① et ② qui identifient les deux courbes. Utilisez les touches 1 et 2 pour sélectionner ces courbes. L'échelle Y change en fonction de la courbe sélectionnée.

Par exemple, pour remettre à l'échelle la courbe **Oven Temperature**, appuyez sur 2 pour sélectionner la courbe, puis appuyez sur **Rescale**. De la même façon, les touches $\leftarrow$, $\rightarrow$, $\uparrow$ et $\downarrow$ fonctionnent indépendamment pour les deux courbes.

Méthodes

Il y a toujours une méthode active dans la mémoire du CPG. Il s'agit des valeurs de commande qui gèrent actuellement le CPG, notamment les événements du tableau d'analyse et les commandes de l'injecteur automatique.

La méthode active change lorsque vous modifiez les conditions d'analyse. Pour enregistrer les modifications et créer une méthode permanente :

1. Modifiez la méthode active en fonction de vos besoins.
2. Donnez un nom à la méthode et enregistrez-la dans la mémoire du CPG. Vous pouvez enregistrer jusqu'à cinq méthodes identifiées par un nom ainsi qu'une méthode nommée SERVICE.

Ce chapitre décrit comment enregistrer la méthode active soit comme une méthode nommée, soit en tant que méthode SERVICE.

Nous allons également décrire l'utilisation d'une carte PC pour copier des méthodes nommées à partir du CPG et pour télécharger des méthodes nommées dans le CPG.

Le *contenu* de la méthode (les détails de l'ensemble des éléments qui peuvent être contrôlés) est décrit dans les sections ultérieures.

Elaboration d'une méthode

Une méthode est un ensemble de valeurs de commande qui détermine ce que fait le CPG. Les méthodes sont créées à l'aide d'un module de commande ou d'une ChemStation et sont exécutées par le CPG.

- Le contenu de nombreux écrans dépend du matériel présent. Le CPG peut détecter un grand nombre de ses composants mais certaines informations doivent lui être fournies par vous (par exemple, la nature du gaz vecteur utilisé). Configurez (définissez) toujours les éléments d'instrumentation avant de tenter de les utiliser.
- Lors de la mise au point d'une méthode, configurez d'abord le gaz vecteur, puis la colonne et enfin l'injecteur. Les détecteurs peuvent être définis à tout moment.
- La touche **i** du module de commande permet d'obtenir des informations à propos de l'écran actuel. Pour accéder à l'index du système d'aide, appuyez à nouveau sur cette touche.

Enregistrement de la méthode active en tant que méthode nommée

Pour nommer et enregistrer la méthode active :

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Method Files

2. L'écran affiche le début de la méthode active. Utilisez les touches ↑ et ↓ pour l'examiner et vérifiez que toutes les valeurs sont correctes.
3. Appuyez sur Save pour afficher l'écran suivant :

Status / Method Files / Save

4. Les touches du module de commande ont des valeurs "légendées" et des valeurs cachées (voir [Tableau 4](#)). Les valeurs cachées s'appliquent *uniquement* à la saisie de texte dans un champ alphanumérique, tel que le champ Method Name de cet écran.
5. Placez le curseur à l'extrême gauche du champ Method Name. Utilisez le clavier pour saisir un nom de méthode Nom de méthode (Method Name) .
 - a. Déplacez le curseur à l'aide des touches ← et →.
 - b. Appuyez plusieurs fois sur une touche légendée pour atteindre les valeurs cachées. Si vous allez trop loin, continuez d'appuyer car les valeurs défilent en boucle.
 - c. N'ajoutez *pas* d'extension au nom de méthode.

Tableau 4. Légendes des touches et caractères cachés

Légende de touche	Caractères cachés
1	A B C
2	D E F
3	G H I
4	J K L
5	M N O
6	P Q R
7	S T U
8	V W X
9	Y Z _
0	sans
.	, ; :
-	+ * /

6. Quand vous avez fini, appuyez sur OK pour enregistrer la méthode dans la mémoire à long terme du CPG. Consultez le [Tableau 5](#).

Tableau 5. Contenu d'une méthode enregistrée

Élément	Enregistré ?
Consignes du four	oui
Consignes de l'injecteur	oui
Liste d'échantillon à injecteur/vanne	non enregistré
Injecteur	oui
Colonne	oui
Détecteur	oui
Signal	oui
Compensation de colonne	oui
Aux 1	oui
Tableau d'analyse	oui
Vanne d'échantillonnage	oui
Vanne multiposition	oui
Liste d'échantillons de séquence	non enregistré
Tableau de chronoprogrammation	non enregistré

Enregistrement de la méthode active en tant que méthode **SERVICE**

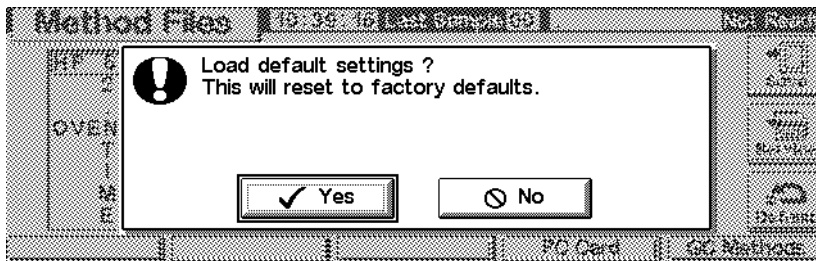
1. Affichez la méthode : **Status / Method Files**.
2. Appuyez sur **Service** pour enregistrer la méthode active en tant que méthode **SERVICE**. Elle remplace alors la méthode **SERVICE** existante.

Rétablissement de la méthode par défaut

La méthode par défaut, chargée en usine, contient des paramètres qui constituent un point de départ raisonnable pour de nombreuses analyses. Cette méthode peut être modifiée et adaptée à vos besoins.

Pour rétablir les paramètres par défaut d'origine, appuyez sur **Default**. L'écran suivant apparaît :

Status / Method Files / Default



- Appuyez sur **Yes** pour charger la méthode par défaut. Elle devient la nouvelle méthode active. La méthode active précédente est perdue si elle n'a pas été enregistrée.
- Appuyez sur **No** pour annuler l'opération de chargement. La méthode active reste intacte.

Utilisation de cartes PC

Les méthodes peuvent être enregistrées dans le CPG ou sur une carte PC placée dans le module de commande. En utilisant plusieurs cartes PC, on peut constituer une bibliothèque très complète de méthodes pour n'importe quel CPG. Vous pouvez aussi enregistrer le contenu de chaque méthode. Le contenu est constitué par le texte de la méthode à l'image de celui qui apparaît sur l'écran du module de commande.

Pour utiliser une carte PC, insérez-la dans le module de commande *avant* de le brancher au CPG. Si vous souhaitez utiliser une autre carte PC, vous devez commencer par déconnecter le module de commande avant d'échanger les cartes.

Les cartes PC sont disponibles avec différentes capacités de mémoire dans la plupart des magasins d'informatique. Aucune carte PC n'est fournie avec le module de commande.

Pour copier une méthode du CPG sur une carte PC

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Method Files / PC Card

PC Card		10:40:28	Last Sample 00	Default+	Not Ready
Methods on PC Card			Methods on Instrument		
CKOUT	4 Sep 98 10:3	▶▶ ◀◀	TRIAL3	22 Oct 98	▶▶ Load ◀◀ Save ✕ Delete
HEAVIES	4 Sep 98 10:3		*ACTIVE*	22 Oct 98	
LOBOIL	24 Sep 98 10:1				
OLEFIN1	4 Sep 98 10:5				
OLEFIN2	4 Sep 98 10:5				

2. Sélectionnez une méthode dans la liste de droite.
3. Appuyez sur Save pour copier la méthode sur la carte PC.

Pour copier une méthode d'une carte PC sur un CPG

Il est possible de télécharger une méthode enregistrée sur une carte PC dans le CPG d'origine, ou dans un autre CPG.

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Method Files / PC Card

PC Card		10:56:20	Last Sample 00	Default+	Not Ready
Methods on PC Card			Methods on Instrument		
CKOUT	4 Sep 98 10:3	▶▶ ◀◀	*ACTIVE*	21 Jun 97	▶▶ Load ◀◀ Save ✕ Delete
HEAVIES	4 Sep 98 10:3				
LOBOIL	24 Sep 98 10:1				
OLEFIN1	4 Sep 98 10:5				
OLEFIN2	4 Sep 98 10:5				

2. Sélectionnez un nom de méthode dans la liste de gauche.
3. Appuyez sur Load. La méthode sélectionnée devient la *méthode active* sur le CPG.

- Exécutez Save sur l'écran Status / Method Files et donnez un nom à la méthode pour l'enregistrer dans la mémoire à long terme du CPG.

Pour supprimer des méthodes d'une carte PC

- Affichez l'écran suivant :

Status / Method Files / PC Card

PC Card		10:56:20	Last Sample 00	Default+	Not Ready
Methods on PC Card			Methods on Instrument		
CKOUT	4 Sep 98 10:3	▶▶ ◀◀	*ACTIVE*	21 Jun 97	▶▶ Load ◀◀ Save ✕ Delete
HEAVIES	4 Sep 98 10:3				
LOBOIL	24 Sep 98 10:1				
OLEFIN1	4 Sep 98 10:5				
OLEFIN2	4 Sep 98 10:5				

- Sélectionnez une méthode dans la liste de gauche.
- Appuyez sur Delete. Un menu contextuel apparaît.

Status / Method Files / PC Card

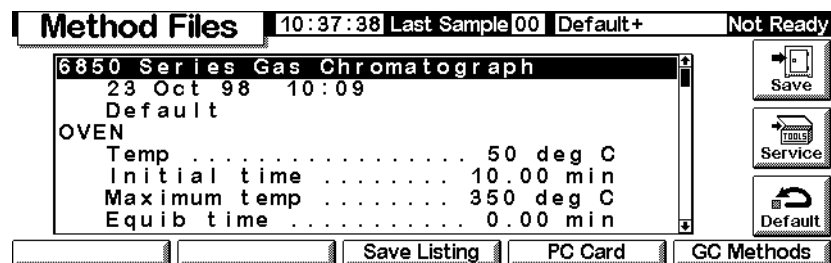
PC Card		10:56:46	Last Sample 00	Default+	Not Ready
Methods on PC Card			Methods on Instrument		
CKOUT	4 Sep 98 10:3	▶▶ ◀◀	*ACTIVE*	21 Jun 97	▶▶ Load ◀◀ Save 1 Delete Selected Method 2 Delete All ✕ Delete
HEAVIES	4 Sep 98 10:3				
LOBOIL	24 Sep 98 10:1				
OLEFIN1	4 Sep 98 10:5				
OLEFIN2	4 Sep 98 10:5				

- Sélectionnez le mode de suppression et appuyez sur Enter.
- Un écran de confirmation s'affichera. Sélectionnez Yes ou No et appuyez sur Enter.

Pour enregistrer le contenu d'une méthode sur une carte PC

Si vous pouvez accéder aux données d'une carte PC (au moyen d'un ordinateur portable par exemple) l'enregistrement du contenu de la méthode en format texte permet d'accéder facilement à tous les paramètres et réglages de la méthode.

Status / Method Files



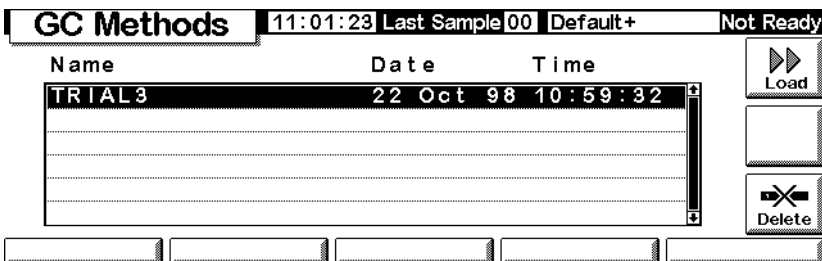
Appuyez sur **Save Listing** (Enregistrer le contenu). Un fichier texte appelé *methodname.lst* est enregistré dans l'écran des fichiers de méthode. Notez que le module de commande réécrit automatiquement par dessus la version précédente du contenu de méthode.

Accès aux méthodes enregistrées dans la mémoire du CPG

Pour visualiser la liste des méthodes à enregistrer dans le CPG

Affichez l'écran suivant :

Status / Method Files / GC Methods



Pour charger une méthode enregistrée

Sélectionnez la méthode souhaitée, puis appuyez sur **Load**. La méthode sélectionnée devient la méthode active.

Pour supprimer des fichiers de méthode de la mémoire à long terme du CPG

1. Sélectionnez une méthode et appuyez sur `Delete`. Un menu contextuel apparaît.

Status / Method Files / GC Methods / Delete

GC Methods		11:01:37 Last Sample 00 Default+ Not Ready
Name	Date Time	
TRIAL3	22 Oct 98 10:59:32	

1Delete Selected Method	
2Delete All	

- Sélectionnez le mode de suppression et appuyez sur **Enter**.
- Un écran de confirmation apparaît. Sélectionnez **Yes** ou **No** et appuyez sur **Enter**.

Contrôle des débits et des pressions

Arrêt de sécurité hydrogène

L'hydrogène peut être utilisé comme gaz vecteur ou comme gaz combustible pour un détecteur à ionisation de flamme (FID).

Avertissement Lors de l'utilisation de l'hydrogène (H₂) comme gaz vecteur ou combustible, il faut prendre en compte la possibilité que l'hydrogène peut s'échapper dans le four et créer un risque d'explosion. Assurez-vous que l'alimentation d'hydrogène est fermée jusqu'à ce que tous les raccords soient effectués et assurez-vous également que les raccords d'injecteur et de détecteur sont dans tous les cas soit connectés à une colonne, soit obturés par un bouchon lorsque l'appareil est alimenté en hydrogène.

L'hydrogène est inflammable. Toute fuite d'hydrogène confinée dans un espace fermé peut entraîner des risques d'incendie ou d'explosion. Chaque fois que vous utilisez de l'hydrogène, vérifiez l'étanchéité des raccords, des canalisations et des vannes avant d'utiliser l'instrument. Avant toute intervention sur l'instrument, coupez toujours l'alimentation en hydrogène à la source.

Le CPG contrôle les débits et les pressions. Si un flux s'arrête parce qu'il ne peut atteindre son débit ou sa pression de consigne et si ce flux est configuré pour utiliser de l'hydrogène, le CPG suppose une fuite et provoque une *fermeture d'hydrogène par sécurité*. Ils se présentent comme suit :

- La vanne qui alimente l'injecteur en gaz vecteur se ferme.
- La vanne de division de l'injecteur avec/sans division s'ouvre.
- Le chauffage du four s'arrête. Les volets du four s'ouvrent complètement.
- L'injecteur, le détecteur et les zones chauffées auxiliaires sont désactivées.

Supprimez la cause de l'arrêt de sécurité (vanne fermée, fuite grave, etc.). Mettez l'instrument hors tension, puis sous tension.

Arrêt de sécurité colonne

Si la source de gaz vecteur se ferme, le chauffage du four s'arrête pour éviter la détérioration de la colonne par la chaleur en l'absence de gaz vecteur. Les volets du four s'ouvrent à moitié.

Supprimez la cause de l'arrêt de sécurité (vanne fermée, fuite grave, etc.). Remettez en marche le four et l'injecteur ou la voie auxiliaire à l'origine du problème.

Régulation électronique des gaz (EPC)

Le CPG contrôle électroniquement tous les débits et toutes les pressions de gaz. Cela permet :

- de commander le débit et/ou la pression de l'injecteur et par conséquent de programmer le débit ou la pression du gaz vecteur dans la colonne ;
- de contrôler le débit par régulation de pression au travers de restricteurs pour tous les gaz de détection ;
- de contrôler la pression pour les trois canaux auxiliaires par régulation de pression au travers de restricteurs ;
- de disposer d'un mode économique permettant de réduire la consommation de gaz vecteur entre les analyses (injecteur avec/sans division) ;
- de saisir directement des rapports de division à condition que la colonne soit configurée (injecteur avec/sans division).

Entrez les points de consigne dans les écrans d'injecteur, de détecteur ou de zone auxiliaire.

Ouverture et fermeture des flux gazeux

Tous les flux gazeux peuvent être ouverts ou fermés sans perturber les consignes de débit ou de pression. Pour fermer un flux gazeux, sélectionnez le point de consigne et appuyez sur la touche ↑ ou ↓.

Les vannes d'un module de régulation de gaz sont conçues pour doser les gaz plutôt que pour un fonctionnement de type tout ou rien. Quand ce type de vanne est fermé (état OFF), elle peut encore laisser passer un petit débit, jusqu'à 0,2 ml/min.

Interprétation des débits et pression affichés

Le CPG mesure la pression et la température atmosphérique pour éliminer les conditions locales faisant varier les temps de rétention.

Tous les affichages de débit et de pression sont ramenés à un ensemble défini de conditions dites "normales". Ces conditions normales de température de pression (NTP), sont 25 °C et une pression de 1 atmosphère. De même, les points de consigne sont adaptés aux conditions locales.

Ainsi, le débit affiché sur l'instrument et le débit mesuré par un débitmètre à bulle peuvent différer parce que le débit mesuré par le débitmètre à bulle l'est dans les conditions locales et non dans les conditions TPN. Cependant, les temps de rétention deviennent indépendants de l'environnement local.

Pour convertir le débit lu sur un débitmètre à bulle en conditions normales (25 °C et 1 atmosphère), vous devez connaître la pression atmosphérique locale ainsi que la température dans le débitmètre au moment de la mesure.

La conversion est la suivante :

$$\text{Débit à TPN} = \frac{\text{Débit}_{\text{local}} \times 298 \times \text{Pression}_{\text{locale}}}{\text{Température}_{\text{locale}}}$$

où :

Débit à TPN	est le débit en ml/min corrigé en température (25°) et pression (1 atmosphère) normales
Débit_{local}	est le débit en ml/min mesuré par le débitmètre à bulle
Température_{locale}	est la température du débitmètre à bulle au moment de la mesure. Ce nombre doit être exprimé en degrés K (degré Kelvin = degré Celsius + 273).
Pression_{locale}	est la pression atmosphérique locale au moment de la mesure. La valeur est en atmosphères (1 atm = 1,01325 bar = 760 torr = 760 mm Hg (à 0 °C) = 101,325 kPa = 14,7 psi).

Certains débitmètres électroniques sont étalonnés pour des températures différentes de 25 °C ou des pressions différentes de 1 atm. Ils donneront des lectures qui ne correspondent pas aux valeurs affichées, sauf correction à TPN.

Configuration de la colonne

Pour définir (configurer) une colonne capillaire, entrez sa longueur, son diamètre et l'épaisseur du film. Avec cette information, le CPG peut calculer le débit dans la colonne.

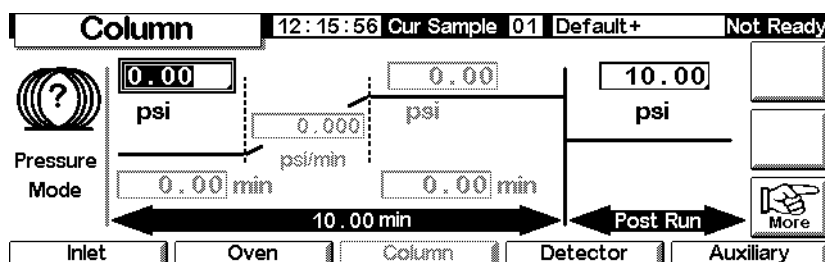
C'est un grand avantage dans l'utilisation des colonnes capillaires avec un injecteur avec/sans division parce qu'il devient possible de :

- Saisir directement des rapports de division pour que l'instrument calcule et définisse les débits appropriés ;
- Saisir le débit ou la pression de tête. L'instrument calcule la pression nécessaire pour obtenir le débit, le définit et rapporte les deux valeurs ;
- Procéder à des injections sans division, sans devoir mesurer les débits ;
- Choisir l'un des quatre modes de colonne (voir [Modes de colonne](#) page 39). Si la colonne n'est pas définie, vos choix sont limités.

Pour configurer la colonne

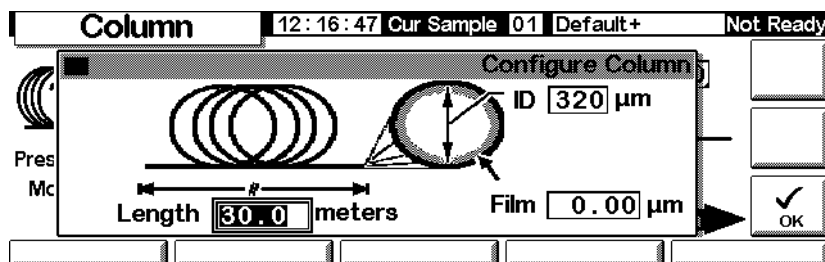
1. Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Column



2. Remarquez le point d'interrogation à gauche, qui indique que la colonne n'est pas définie. Pour la définir, appuyez sur More, sélectionnez Configure Column et appuyez sur Enter pour afficher l'écran suivant :

Status / Settings / Column / More / Configure Column / Enter



3. Entrez la longueur, le diamètre intérieur et l'épaisseur du film.
4. Appuyez sur OK.

Si vous ne connaissez pas les dimensions de la colonne — elles sont généralement fournies avec la colonne — ou si vous ne voulez pas utiliser les fonctions de calcul du CPG, entrez 0 pour la longueur ou pour le diamètre intérieur. La colonne sera *non définie (not defined)* et il ne sera pas possible d'utiliser l'asservissement de pression avec un injecteur avec/sans division ni avec un injecteur garni avec purge.

Modes de colonne

Modes de débit

Les débits sont ramenés aux conditions TPN (température et pression normales, 25 °C et 1 atmosphère).

- *Constant flow (Débit constant)* — Maintient un débit constant de gaz vecteur dans la colonne pendant toute l'analyse. Si la résistance de la colonne change à cause d'un programme de température, la pression en tête de colonne est ajustée pour garder le débit constant. Cela peut raccourcir nettement les analyses.
- *Ramped flow (Débit programmé dans le temps)* — Augmente le débit massique dans la colonne pendant l'analyse, d'après un programme que vous avez entré.

Modes de pression

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

- *Constant pressure (Pression constante)* — Maintient une pression constante en tête de colonne pendant l'analyse. Si la résistance de la colonne change, la pression ne change pas mais le débit massique change.
- *Ramped pressure (Pression programmée dans le temps)* — Augmente la pression en tête de colonne pendant l'analyse, d'après un programme que vous avez entré.

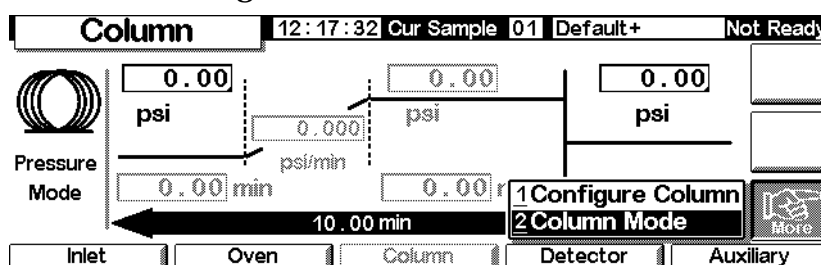
Modes de colonne/mode d'injecteur

Le mode de colonne sélectionné modifie les modes d'injecteur disponibles. Par exemple, si vous utilisez le mode de pression de colonne, seuls les modes de pression seront disponibles pour la plupart des types d'injecteur.

Pour sélectionner un mode de colonne

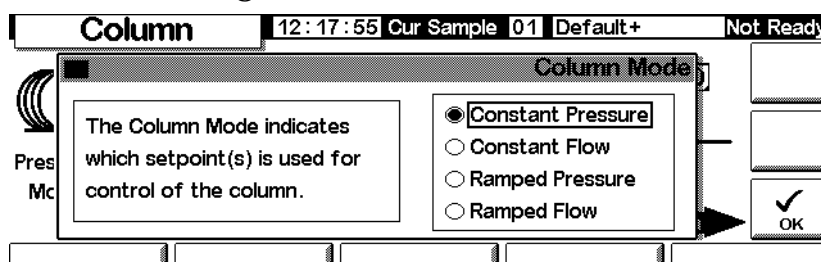
Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Column / More



1. Sélectionnez Column Mode et appuyez sur Enter pour afficher l'écran suivant :

Status / Settings / Column / More / Column Mode / Enter



2. Sélectionnez le mode de colonne désiré. Appuyez sur OK.

La sélection du mode de colonne est terminée.

Avertissement Définissez vos paramètres de colonne avec le four à sa température initiale.

Certains points de consigne varient avec la température du four en raison de la variation de la résistance de la colonne et de la viscosité du gaz. Cela peut vous paraître alarmant. Cependant, la condition du débit dans la colonne demeure comme spécifiée par le mode de colonne (débit ou pression constante, débit ou pression programmé(e) dans le temps) et les valeurs de points de consigne initiales.

Débit initial ou pression initiale

Débits et pression de démarrage recommandés

Les tableaux [Tableau 6](#) et [Tableau 7](#) indiquent les débits et pressions recommandés pour différentes dimensions de colonne. Elles sont proches des valeurs optimales pour une grande variété de composés.

Tableau 6. Taille de colonne et débit de gaz vecteur

Type de colonne	Taille de la colonne	Débit de gaz vecteur, mL/min		
		Hydrogène	Hélium	Azote
Capillaire	50- μ m id	0.5	0.4	
	100- μ m id	1.0	0.8	
	200- μ m id	2.0	1.6	
	250- μ m id	2.5	2.0	
	320- μ m id	3.2	2.6	
	530- μ m d.i.	5.3	4.2	
Colonnes garnies métalliques	1/8 pouce d.i.		30	30
	1/4 pouce d.i.		60	30-60
Colonnes remplies en verre	2 mm d.i.		30	30
	2 mm d.i.		30-60	30-60

Ces débits, en mL/min à TPN (25 °C et 1 atm) sont recommandés pour toutes les températures de colonne.

Pour des colonnes capillaires, les débits sont proportionnels au diamètre de la colonne et sont inférieurs de 20 % pour l'hélium par rapport à l'hydrogène.

Tableau 7. Pressions de gaz recommandées pour colonnes capillaires

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

Injecteur avec/sans division

Si la colonne est *définie (defined)* (voir [Configuration de la colonne](#) page 38), vous pouvez entrer soit le débit soit la pression, selon le type de colonne sélectionnée.

Si la colonne *n'est pas définie*, vous ne pouvez entrer que la pression.

Injecteur garni avec purge

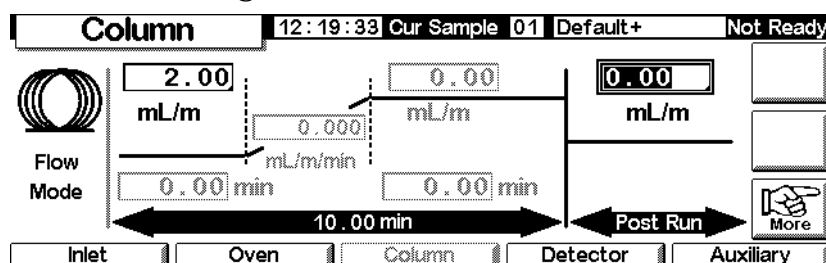
Si vous utilisez une colonne capillaire *définie (defined)* (voir [Configuration de la colonne](#) page 38), vous pouvez entrer seulement la pression en tête de colonne.

Si la colonne est *non définie (not defined)*, vous pouvez seulement entrer le débit total.

Pour définir le débit initial ou la pression initiale

Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Column



1. Amenez le curseur sur le champ `psi` (mode de pression) ou `mL/min` (mode de débit).
2. Entrez la valeur initiale souhaitée, puis appuyez sur `Enter`.

Programmation du débit ou de la pression

Si vous avez choisi le mode pression programmée dans le temps ou débit programmé dans le temps, l'écran comporte des champs permettant d'établir un programme de rampe.

Commencez avec une valeur initiale, pression ou débit et un temps initial. A la fin de ce temps, la rampe de pression ou de débit commence ; elle dure jusqu'à la valeur finale. Elle reste à cette valeur pendant un temps spécifié.

Le programme de four détermine la durée de l'analyse. Si un programme de débit ou de pression se termine avant la session analytique, le débit (ou la pression) reste à la dernière valeur finale. Si le programme du four comprend une période post-analyse, vous pouvez entrer une pression post-analyse ou un débit post-analyse pour la colonne.

Pour créer un programme de débit ou de pression

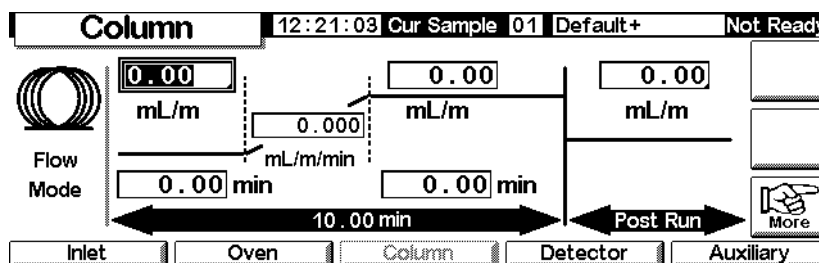
Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Column

Column		12:20:16	Cur Sample 01	Default+	Not Ready
 Flow Mode	0.00	0.00	0.00	0.00	
	mL/m		mL/m	mL/m	
	0.000				
	mL/m/min				
	0.00 min	0.00 min			
		10.00 min		Post Run	More
Inlet	Oven	Column	Detector	Auxiliary	

1. La colonne est en mode débit constant ; c'est pourquoi les points de consigne de rampe sont estompés. Appuyez sur **More** et utilisez l'écran de mode de colonne (voir [Modes de colonne](#) page 39) pour passer en Ramped Flow (débit programmé dans le temps).

Status / Settings / Column



2. Entrez la valeur de départ dans le champ ml/min.
3. Utilisez les touches ← et → et entrez les valeurs dans les champs restants pour compléter la rampe. Entrez éventuellement une valeur post-analyse.
4. Procédez de la même façon pour établir un programme de pression.

Canaux auxiliaires

Trois canaux de contrôle de pression auxiliaire supplémentaires sont disponibles en option. Ils sont contrôlés par les entrées Aux 3, Aux 4 et Aux 5 de l'écran des paramètres de zone auxiliaire (Aux 1 et 2 correspondent aux contrôles de température de chauffage).

Si un canal auxiliaire est indiqué comme **Injecteur** au cours de la configuration de colonne (voir [Configuration de la colonne](#) page 38), le canal permet la chronoprogrammation ainsi que la programmation de la pression à trois rampes. Le plus souvent, ce cas de figure se produit lorsqu'une vanne d'échantillonnage de gaz est utilisée.

Configuration du type de zone thermique auxiliaire

Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Column / More

The screenshot shows the 'Auxiliary' screen with the following details:

- Header: Auxiliary | 14:34:32 | Last Sample 00 | CCHS.M+ | Ready
- Temperature: 50 °C
- Aux Pressure, psi:
 - Aux 3: OFF, 0.00 N2
 - Aux 4: OFF
 - Aux 5: OFF
- Buttons: Inlet, Oven, Column, Detector, Auxiliary
- Right-side icons: Ramps, More
- Bottom menu: 1 Configure Thermal, 2 Configure Pneumatics

1. Sélectionnez Configure Thermal (Configurer zone thermique).
2. Sélectionnez le type de dispositif installé.

The screenshot shows the 'Configure Thermal Aux' screen with the following details:

- Header: Auxiliary | 14:34:40 | Last Sample 00 | CCHS.M+ | Ready
- Title: Configure Thermal Aux
- Auxiliary Type:
 - ☒ Valve Box
 - ☐ No Auxiliary
 - ☐ Other
- Buttons: Inlet, Oven, Column, Detector, Auxiliary
- Right-side icons: Ramps, More, OK

- Sélectionnez Other pour un MSD.
 - Sélectionnez No Auxiliary pour désactiver la zone.
3. Appuyez sur OK.

Configuration des pneumatiques

Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Column / More

This screenshot is identical to the one above, showing the 'Auxiliary' screen with the following details:

- Header: Auxiliary | 14:34:32 | Last Sample 00 | CCHS.M+ | Ready
- Temperature: 50 °C
- Aux Pressure, psi:
 - Aux 3: OFF, 0.00 N2
 - Aux 4: OFF
 - Aux 5: OFF
- Buttons: Inlet, Oven, Column, Detector, Auxiliary
- Right-side icons: Ramps, More
- Bottom menu: 1 Configure Thermal, 2 Configure Pneumatics

1. Sélectionnez Configure Pneumatics (Configurer les pneumatiques).
2. Sélectionnez le gaz à utiliser et le temps de stabilisation (temps autorisé pour la stabilisation de la pression avant qu'une erreur ne soit provoquée) pour les canaux appropriés. Votre sélection de gaz doit correspondre à ce que vous avez physiquement connecté au CPG.

N'utilisez ni ne sélectionnez *air* comme gaz pour le canal d'introduction de colonne.

3. Appuyez sur OK.

Avertissement Lorsque vous utilisez de l'hydrogène, il est possible que de hauts débits dangereux se produisent si la résistance de débit est insuffisante dans le tube d'approvisionnement.

Réglage de la température et de la pression auxiliaires

Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Auxiliary

1. Réglez la température et les pressions pour les canaux appropriés.
2. Appuyez sur Esc.

Réglage des rampes de température auxiliaires

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Auxiliary / Ramps

The screenshot shows the 'Auxiliary' screen with the following details:

- Header: Auxiliary | 14:34:21 | Last Sample 00 | CCHS.M+ | Ready
- Temperature: 50 °C
- Aux Pressure, psi:
 - Aux 3: OFF, 0.00 N2
 - Aux 4: OFF, 0.02 N2
- Buttons: Inlet, Oven, Column, Detector, Auxiliary
- Right sidebar: 1 Aux #3 Ramp, 2 Aux #4 Ramp, 3 Aux #5 Ramp, ArMe, Ramps, More

2. Sélectionnez la rampe que vous souhaitez régler. Un tableau de rampe de pression pour le canal auxiliaire sélectionné apparaît. Le tableau correspondant à la rampe Aux #3 est présenté ci-dessous. Les autres sont identiques. Tandis que cet écran répertorie les valeurs de pression en unités psi, vous spécifiez les unités dans l'écran Inlet Setup (paramétrage de l'injecteur).

Niveau de pression

The screenshot shows the 'Aux 3 Pressure Ramps' screen with the following details:

- Header: Auxiliary | 14:35:13 | Last Sample 00 | CCHS.M+ | Ready
- Table:

Ramp	psi/min	Next psi	Hold
Initial		0.00	0.00
Ramp 1	0.00	0.00	0.00
Ramp 2	0.00	0.00	0.00
Ramp 3	0.00	0.00	0.00
- Buttons: OK
- Annotations:
 - 'Vitesse' points to the 'psi/min' column.
 - 'Durée de maintien' points to the 'Hold' column.

3. Réglez trois rampes, en entrant des valeurs pour le niveau de pression, une durée pendant laquelle la pression doit être maintenue et la vitesse à laquelle passer au niveau de pression suivant.
 - Pour désactiver une rampe et toutes les autres rampes, entrez une vitesse de 0,0.
4. Appuyez sur OK.

Résolution des problèmes de débit et de pression

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

Si la condition dure plus longtemps que le temps spécifié pour ce gaz, il y a arrêt de sécurité de l'injecteur ou du détecteur. Le temps dépend de l'appareil concerné. Causes possibles/corrections :

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

Si vous utilisez un injecteur avec/sans division

- Le rapport de division est trop faible. Augmentez la quantité de débit avec division.
- La vanne proportionnelle de l'injecteur est bloquée par suite de contamination ou d'un autre défaut. Contactez votre représentant du service après-vente Agilent.

Si vous utilisez un injecteur garni avec purge

- La vanne de contrôle de l'injecteur est bloquée par suite de contamination ou d'un autre défaut. Contactez votre représentant du service après-vente Agilent.

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

Causes possibles/corrections :

- Le capteur de pression pour cette unité ne fonctionne pas correctement. Contactez votre représentant du service après-vente Agilent.

Si vous utilisez un injecteur avec/sans division

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

Si vous utilisez un injecteur garni avec purge

- La vanne proportionnelle de l'injecteur est bloquée en position ouverte. Contactez votre ingénieur de maintenance Agilent.

La pression ou le débit de l'injecteur fluctue

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

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

Le débit mesuré n'est pas identique au débit affiché

Vous avez vérifié le débit à l'aide d'un débitmètre à bulle, ramené la mesure aux conditions TPN et trouvé qu'elles ne concordent pas avec le débit que vous avez défini. Causes possibles/corrections :

- la longueur de colonne, le diamètre intérieur ou le type de gaz sont incorrects. Entrez l'information correcte. Si une colonne capillaire a été raccourcie de façon importante, sa longueur réelle ne correspond plus à la longueur originelle. Corrigez la longueur.
- un nouveau point de consigne de pression n'a pas été entré après sélection du mode de débit constant. Entrez un nouveau point de consigne de pression chaque fois que le débit constant est activé ou désactivé.
- une colonne WCOT de 0,58 à 0,75 μm de d.i. de courte longueur (< 15 m) est utilisée. Le débit total est réglé pour un débit élevé, ce qui engendre une certaine pression dans l'injecteur et provoque un débit de colonne, même avec un point de consigne de pression de zéro. Avec des colonnes courtes, de 530 à 750 μm , maintenez le débit total le plus bas possible (par exemple, 20 à 30 mL/min). Installez une colonne plus longue et de résistance plus forte (par exemple, 15 à 30 m).
- la ligne de l'orifice de division est peut-être partiellement bouchée, créant une pression d'injection réelle supérieure à la pression du point de consigne. Consultez le [Test de l'orifice de division \(injecteur avec/sans division seulement\)](#) page 182.
- un détecteur de masse est utilisé et la compensation de vide n'est pas sélectionnée.

Automatisation

Ce chapitre explique comment mettre en oeuvre les fonctions d'automatisation du CPG à l'aide du module de commande. Il traite les sujets suivants :

- commande de l'injecteur
- séquence
- tableau d'analyse
- tableau de chronoprogrammation.

Commande de l'injecteur

Définition des paramètres d'injection

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Automation / Injector

The screenshot shows the 'Injector' status screen. At the top, it displays '11:46:04 Last Sample 01 RUN.M' and 'Not Ready'. Below this, there are several sections: 'Plunger Pumps' with a value of 5, 'Sample Size' with a value of 1.0 uL, and 'Viscosity Delay' with a value of 0 sec. There is also a checkbox for 'Slow plunger'. At the bottom, there are buttons for 'Washes', 'Depth Offset', and 'Dwell Times'. A syringe icon with '10 µL' is also visible.

2. Entrez :

Plunger Pumps — Nombre de pompages du piston, l'aiguille étant dans l'échantillon, pour éliminer les bulles avant de prélever la quantité d'échantillon mesurée.

Sample Size — Quantité à injecter. Le choix dépend de la taille de la seringue spécifiée lors de la configuration.

Viscosity Delay — Temps d'arrêt du piston au point haut de la course de pompage et d'injection. Ce temps d'arrêt permet aux échantillons visqueux de s'écouler dans le vide créé par le piston.

Slow plunger — Ralentit le piston pendant l'injection de la valeur normale (environ 100 µL/sec pour une seringue de 10 µL) jusqu'à environ 5 µL/sec.

Paramètres de rinçage

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Automation / Injector / Washes

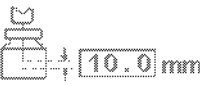
Washes		12:05:33	Last Sample 01	Default+	Not Ready
	Sample	Solvent A	Solvent B		
Pre Washes	0	0	0		
		0	0	Post Washes	

2. La seringue peut être rincée avec l'échantillon avant le prélèvement de la quantité à injecter. Elle peut également être rincée avec du solvant avant (pré-rinçages) et après (post-rinçages) une injection. L'ordre des événements est le suivant :
 - rinçage de la seringue avec le solvant A un nombre de fois égal à Solvent-A-Pre-Washes ;
 - rinçage de la seringue avec le solvant B un nombre de fois égal à Solvent-B-Pre-Washes ;
 - rinçage de la seringue avec l'échantillon un nombre de fois égal à Sample-Pre-Washes ;
 - prélèvement de l'échantillon et injection ;
 - rinçage de la seringue avec le solvant A un nombre de fois égal à Solvent-A-Post-Washes ;
 - rinçage de la seringue avec le solvant B un nombre de fois égal à Solvent-B-Post-Washes .
3. Entrez vos choix, puis appuyez sur Esc pour revenir à l'écran précédent.

Profondeur de l'aiguille

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Automation / Injector / Depth Offset

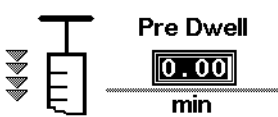
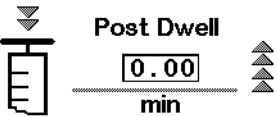
Depth Offset	12:05:40	Last Sample 01	Default+	Not Ready
This parameter allows an offset in the the depth of the syringe needle in the sample vial. It can prevent particles being drawn up into the syringe.	☐ Enable Offset			
				

2. La valeur par défaut, 0 mm, tient compte d'un petit facteur de sécurité afin de ne pas heurter le fond du flacon. Ce paramètre peut aussi être utilisé pour passer les échantillons avec l'espace de tête au lieu de l'échantillon liquide ou solide. Reportez-vous au manuel de votre passeur d'échantillons.
3. Entrez vos choix, puis appuyez sur Esc pour revenir à l'écran précédent.

Temps de pause

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Automation / Injector / Dwell Times

Dwell Times	12:05:48	Last Sample 01	Default+	Not Ready
				

2. Entrez vos choix. Dans la plupart des cas, les deux temps de pause sont nuls. Cela donne une injection rapide avec un minimum de débordement de l'échantillon d'une aiguille chaude.
3. Appuyez sur Esc pour revenir à l'écran précédent.

Paramètres de solvant

Selon le micrologiciel du CPG dont vous disposez, le type et le micrologiciel de l'injecteur et la taille de la tourelle de votre CPG, vous pouvez définir différents

paramètres de solvant. Pour accéder à ces paramètres, procédez comme suit :

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Setup / Automation / Injector

The screenshot shows the 'Injector' screen with the following details:

- Header:** Injector | 16:02:41 | Last Sample 00 | FPD_S_1.M+ | Ready
- Syringe µL:**
 - Buttons: 5, 10 (selected), other
 - Value: 10.0
- Solvent Bottle:**
 - Buttons: Use A and B only, Enable Solvent Saving Mode
- Solvent Volume:**
 - Wash volume: 2.0 µl
 - More button
- Labels below the screen:**
 - Paramètres de seringue
 - Paramètres d'utilisation des bouteilles de solvant
 - Paramètres de volume de solvant

Cet écran donne un exemple de l'affichage qui peut apparaître. L'écran qui apparaît présente différents paramètres, en fonction de la configuration sur votre CPG des différents éléments répertoriés ci-dessus.

2. Définissez les paramètres comme nécessaire.
3. Appuyez sur Esc.

Capacité de la seringue

Entrez la taille de la seringue en millilitres.

Utilisation des flacons de solvant

Les versions récentes du CPG (versions de microprogramme A.05.00 et supérieures) acceptent la capacité de solvant étendue, utile lorsque vous analysez un grand nombre d'échantillons. Si la méthode mentionne l'utilisation du solvant A ou B, la capacité de votre solvant peut être étendue selon les indications ci-dessous :

Injecteur	Type de tourelle	Réglage solvant étendu
G2613A	Position de flacon 3	Utilisation A, B et B2
G2913A	1	A, A2, A3, et B, B2, et B3
Echantillonneur automatique 6850	Tous	Utilisation A, A+ et B, B+

Rappelez-vous que les solvants utilisés (A et/ou B) sont définis dans la méthode. Consultez la section [Paramètres de rinçage](#) page 52. Reportez-vous au CD-ROM GC User Information (Informations utilisateur) pour de plus amples informations concernant la position des flacons de solvant dans votre injecteur automatique ou dans votre échantillonneur automatique.

Utilisation des flacons de récupération

Si la commande des flacons de récupération n'apparaît pas à l'écran, appuyez sur **More** pour sélectionner cette option. Les positions contenant les bouteilles à utiliser (*A*, *B*, ou *Alternner entre A et B*).

Volume de solvant

Le volume de solvant vous permet d'économiser le solvant en réglant la quantité à utiliser pour nettoyer la seringue.

Activez ou désactivez le mode économie et spécifiez la quantité de solvant à aspirer dans la seringue à chaque lavage. Si cette option est désactivée, la valeur par défaut correspond à 80 % du volume de la seringue.

Ventilateur de l'injecteur

Si la commande du ventilateur n'apparaît pas à l'écran, appuyez sur **More** pour sélectionner cette option. Laissez normalement le ventilateur en marche pour refroidir l'injecteur et pour conserver la stabilité de vos échantillons. Remarquez que le ventilateur s'arrêtera brièvement une fois par jour. Cela prolonge sa durée de vie.

Paramètres de séquence

La *séquence* est une liste d'échantillons à analyser à l'aide de la méthode active. Les échantillons peuvent être des positions de flacon dans une tourelle d'injecteur ou des positions d'une vanne de sélection de flux. La séquence n'est pas enregistrée avec une méthode.

Pour définir la séquence d'échantillons à analyser

Affichez l'écran suivant :

Status / Automation

The screenshot shows the 'Automation' screen with the following parameters and controls:

- Automation** (Title bar)
- 11:57:22** (Time)
- Last Sample 00** (Sample number)
- Default+** (Mode)
- Not Ready** (Status)
- First Vial**: 1 (with a right arrow icon)
- Last Vial**: 1 0
- # Inj per Vial**: 1 0
- Sequence Type**:
 - ☒ Injector
 - ☐ Valve
 - ☐ none
- Repeat Sequence**:
 - ☐ repeat
 - ☒ no repeat
- Repeat Valve Range**: 1 0
- START** (button with right arrow)
- Stop Seq** (button with stop icon)
- PAUSE** (button)
- Injector** (button)
- Valves** (button)
- Clock Table** (button)
- Run Table** (button)

Pour entrer les paramètres d'injecteur

1. Sélectionnez **Injector** comme type de séquence. L'écran est celui représenté ci-dessus.
2. Entrez les paramètres suivants :
 - *First and Last Vial* — Les échantillons portant le plus petit et le plus grand numéro sur la tourelle seront échantillonnés. Reportez-vous au manuel de votre échantillonneur pour le système de numérotation ;
 - *# Inj per Vial* — Nombre d'analyses à faire de chaque échantillon avant de passer au suivant. La valeur par défaut est 1 ;
 - *Repeat Sequence* — Sélectionnez **repeat** pour que la séquence recommence depuis le début. Sélectionnez **no repeat** pour que la séquence s'arrête après l'analyse de tous les échantillons.

Pour entrer les paramètres de vanne

1. Comme type de séquence, sélectionnez **Valve** (vanne).

Status / Automation

The screenshot shows the 'Automation' screen with the following parameters and controls:

- Automation** (Title bar)
- 11:58:44** (Time)
- Last Sample 00** (Sample number)
- Default+** (Mode)
- Not Ready** (Status)
- First Position**: 1 (with a right arrow icon)
- Last Position**: 1 0
- # Inj per Position**: 1 0
- Sequence Type**:
 - ☐ Injector
 - ☒ Valve
 - ☐ none
- Repeat Sequence**:
 - ☐ repeat
 - ☒ no repeat
- Repeat Valve Range**: 1 0
- START** (button with right arrow)
- Stop Seq** (button with stop icon)
- PAUSE** (button)
- Injector** (button)
- Valves** (button)
- Clock Table** (button)
- Run Table** (button)

2. Entrez les paramètres suivants :

- *First and Last Position* — Les première et dernière positions à échantillonner par ordre numérique de la vanne ;
- *# Inj per Position* — Nombre d'analyses à faire pour chaque position de la vanne avant de passer à la suivante. La valeur par défaut est 1 ;
- *Repeat Valve Range* — Nombre de fois que la vanne doit passer par toute sa série de positions, en faisant des analyses (éventuellement multiples) dans chaque position ;
- *Repeat Sequence* — Sélectionnez repeat pour que la séquence recommence depuis le début. Sélectionnez no repeat pour que la séquence s'arrête après l'analyse de tous les flux.

Pour travailler sans séquence

Comme type de séquence, sélectionnez None.

Pilotage d'une séquence

Pour lancer la séquence

Appuyez sur Start dans l'écran Status ou dans l'écran Status/Automation.

Pour marquer une pause dans l'exécution de la séquence

Appuyez sur Pause sur l'écran Status/Automation pour marquer un temps d'arrêt dans l'exécution de la séquence. Si une analyse est en cours, le CPG termine l'analyse, puis arrête la séquence.

Le mot PAUSE apparaît sur l'écran et clignote pendant la pause.

Status / Automation / Pause

Automation		12:00:18	Cur Sample 00	Default+	Not Ready
First Vial	Last Vial	# Inj per Vial	Sequence Type	Repeat Sequence	START
1	1 0	1 0	☒ Injector ☐ Valve ☐ none	☐ repeat ☒ no repeat	Stop Seq
Repeat Valve Range 1 0			PAUSE		PAUSE
Injector	Valves		Clock Table	Run Table	

Pour reprendre une séquence interrompue

Appuyez à nouveau sur **Pause**. La séquence reprend avec l'échantillon suivant le dernier précédant la pause.

Pour annuler une séquence interrompue

Utilisez **Stop Seq**.

Pour arrêter la séquence

Le bouton **Stop** de l'écran **Status** interrompt l'analyse et la séquence. Le bouton **Stop Seq** de l'écran d'automatisation (**Automation screen**) arrête seulement la séquence. L'analyse en cours continue. Une séquence arrêtée ne peut pas être reprise.

Tableau d'analyse

Un *tableau d'analyse* est une liste d'opérations à effectuer à des instants précis de chaque analyse. Les événements courants sont la modification de l'atténuation du signal, la remise à zéro après une perturbation et la commutation d'une vanne. Le tableau d'analyse est enregistré avec la méthode.

Tous les temps du tableau d'*analyse* sont des temps (en minutes) écoulés depuis le début de l'analyse.

Pour visualiser le contenu actuel du tableau d'analyse, affichez l'écran suivant :

Status / Automation / Run table

Time	Event	Value
End Of Table		

Buttons: Add, Delete

Top bar: 12:01:33 | Cur Sample 01 | Default+ | Not Ready

- *Pour supprimer un événement* : sélectionnez l'événement et appuyez sur **Delete**.

- *Pour ajouter un événement :*
 - a. Appuyez sur Add pour afficher une liste des événements disponibles. La liste dépend de la configuration matérielle du CPG. Voir [Tableau 8](#) pour la liste des événements disponibles.

Status / Automation / Run Table / Add

The screenshot shows a software interface titled 'Run Table'. At the top, it displays '12:01:56 Cur Sample 01 Default+ Not Ready'. Below this is a section titled 'Add Run Table Event'. It contains a 'Time' field set to '0.00 min', an 'Event' list box with options: 'Valve 1', 'Valve 2', 'MultiPort Valve', and 'Signal Zero', and an 'Event Value' field set to 'OFF'. An 'OK' button is located at the bottom right of the dialog.

- b. Sélectionnez l'événement désiré.
 - c. Entrez le temps d'exécution (nombre de minutes après Start) et éventuellement, une valeur. Appuyez sur OK. Le nouvel événement est inséré dans le tableau d'analyse dans l'ordre chronologique correct.
- *Pour modifier un événement :* sélectionnez et supprimez l'événement, puis ajoutez l'événement modifié.

Tableau 8. Evénements du tableau d'analyse

Event (Evénement)	Valeurs	Signal
Vanne 1	ON/OFF	
Vanne 2	ON/OFF	
Vanne multiposition	Position	
Zéro Signal	500,000 à 500,000 ou néant	Analogique, numérique
Atténuation Signal	0 à 10	Analogique
Gamme Signal	0 à 13	Analogique
Polarité négative détecteur	ON/OFF	Analogique, numérique
Température auxiliaire	Ambiante + 25 °C à 200 °C	
Pression auxiliaire N°3	0 à 689 kPa, 100 psig ou 6,89 bar	
Pression auxiliaire N°4	0 à 689 kPa, 100 psig ou 6,89 bar	
Pression auxiliaire N°5	0 à 689 kPa, 100 psig ou 6,89 bar	
Valeur enreg. Signal	Sans	Analogique, numérique
Zéro du signal - Valeur	Sans	Analogique, numérique

Événements de vanne

Ces événements permettent de piloter directement les vannes. Entrez les moments auxquels vous voulez ouvrir et fermer les vannes.

Événement "zéro du signal"

- Entrez une valeur à soustraire de toutes les valeurs futures du signal.

OU

- Laissez vierge le champ réservé à la valeur. Le CPG enregistre la valeur du signal au moment de l'événement et soustrait cette valeur de toutes les valeurs futures du signal.

Événement "dynamique du signal" et événement "atténuation du signal"

- L'événement Gamme Signal échelonne le signal disponible via les sorties 0–1 V ou 0–10 V et 0–1 mV.
- L'événement Atténuation Signal met à l'échelle uniquement la sortie 0–1 mV.

Ces deux événements sont des échelles de deux — une variation de la valeur de l'événement égale à l'unité modifie le signal d'un facteur égal à 2.

Événement "Enregistrement de la valeur du signal" et événement zéro - valeur du signal

Ces deux événements sont utilisés ensemble pour restaurer le niveau de la ligne de base après une perturbation, par exemple, une opération sur la vanne.

- *Enregistrement de la valeur du signal* — cet événement enregistre la valeur du signal au moment de l'événement. Il doit se produire sur la ligne de base.
- *Zéro - valeur du signal* — cet événement décale la ligne de base perturbée en retranchant la valeur enregistrée par un événement "enregistrement de la valeur du signal" de toutes les valeurs futures du signal. Lorsque ces deux événements encadrent une action de décalage de la ligne de base, ils ont pour effet de ramener la ligne de base au niveau précédent. L'événement d'enregistrement doit se produire avant le décalage de la ligne de base et l'événement zéro - valeur doit se produire après la stabilisation de la ligne de base au niveau décalé. Consultez la section [Figure 2](#).

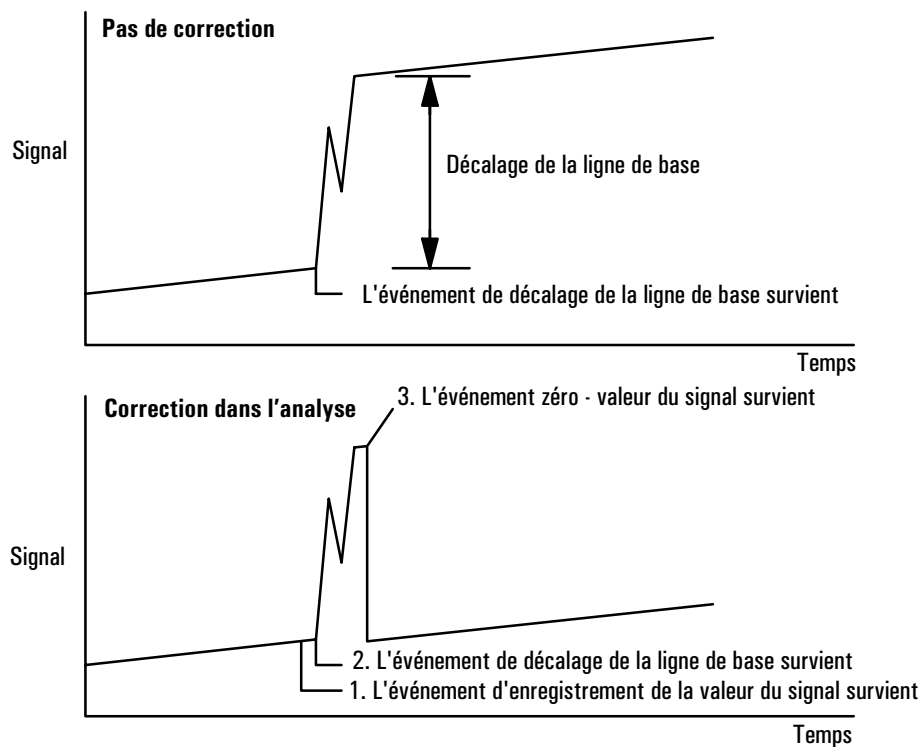


Figure 2. Correction des décalages de la ligne de base

Tableau de chronoprogrammation

Le *tableau de chronoprogrammation* est une liste d'opérations à effectuer à des moments précis de la journée : chargement d'une méthode, exécution d'une analyse à blanc, démarrage de la séquence. Le tableau de chronoprogrammation n'est pas enregistré avec une méthode.

Attention ! le tableau de chronoprogrammation ne comporte pas de calendrier. Les opérations effectuées seront les mêmes tous les jours, y compris le week-end, les jours fériés et les jours de congé.

Pour visualiser le contenu actuel du tableau de chronoprogrammation, affichez l'écran suivant. Tous les temps sont des *heures*, mesurées par l'horloge interne du CPG. Les heures sont en format 24 heures.

Status / Automation / Clock Table

Time	Event	Value
End Of Table		

- *Pour supprimer un événement* : sélectionnez l'événement et appuyez sur Delete.
- *Pour ajouter un événement* : appuyez sur Add pour afficher une liste des événements disponibles. La liste dépend de la configuration matérielle du CPG.

Status / Automation / Clock Table / Add

Sélectionnez le temps d'exécution, entrez l'heure d'exécution (horloge 24 heures) et éventuellement, une valeur et appuyez sur OK. Le nouvel événement est inséré dans le tableau de chronoprogrammation dans l'ordre chronologique correct.

- *Pour modifier un événement* : sélectionnez et supprimez l'événement, puis ajoutez l'événement modifié.

Tableau 9. Evénements du tableau de chronoprogrammation

Event (Evénement)	Valeurs
Vanne 1	ON/OFF
Vanne 2	ON/OFF
Vanne multiposition	ON/OFF
Démarrage d'analyse à blanc	Sans
Démarrage de séquence	Sans
Passage en pré-analyse	Sans
Compensation de colonne	Sans
Chargement de méthode CPG	Method Name (Nom de la méthode)

Injecteur avec/sans division

Utilisation de l'hydrogène

Avertissement Si vous utilisez l'hydrogène (H₂) comme gaz vecteur ou comme gaz combustible, l'introduction d'hydrogène dans le four expose à un risque d'explosion. Avant d'ouvrir l'alimentation en hydrogène, assurez-vous que tous les branchements ont été effectués. Assurez-vous que les raccords d'entrée et de sortie de colonne sont soit connectés à une colonne, soit obturés quand l'instrument est alimenté en hydrogène.

Avertissement L'hydrogène est inflammable. Toute fuite d'hydrogène confinée dans un espace fermé peut entraîner des risques d'incendie ou d'explosion. Chaque fois que vous utilisez de l'hydrogène, vérifiez l'étanchéité des raccords, des canalisations et des vannes avant d'utiliser l'instrument. Avant toute intervention sur l'instrument, coupez toujours l'alimentation en hydrogène à la source.

Options

Deux options sont disponibles pour l'injecteur avec/sans division :

- *Standard* — la plage de pression s'étend de 0 à 100 psi. Elle convient à la plupart des colonnes.
- *Haute pression* — la plage de pression s'étend de 0 à 150 psi. Elle est utile avec les colonnes capillaires à très petit diamètre offrant une résistance considérable au flux de gaz.

Pour déterminer l'option dont vous disposez, vérifiez la configuration du CPG (Status / Settings / Configure). Cet écran affiche la plage de pression de l'injecteur.

Modes de fonctionnement de l'injecteur

L'injecteur possède également quatre modes de fonctionnement :

- *Avec division* — divisé entre la colonne et un événement de débit ;
- *Sans division* — n'est pas divisé. La plus grande partie entre dans la colonne. Une petite quantité est purgée de l'injecteur pour éviter un élargissement des pics et une traînée excessive du solvant ;

- *Avec division et confinement* — ce mode est similaire au mode avec division mais la pression est augmentée juste avant et pendant l'injection puis retourne à la normale au bout d'un temps spécifié par l'utilisateur. Le débit total est augmenté également afin que le rapport de division ne change pas. Ce type de "programmation" particulier est indépendant de la programmation du débit ou de la pression (voir [Mode avec division](#) page 71).
- *Sans division avec confinement* — Semblable au mode avec division et confinement, mais sans division.

L'injecteur avec/sans division est équipé d'un dispositif d'économie de gaz qui réduit le flux de gaz vecteur entrant dans l'injecteur et sortant par l'évent de division une fois l'injection terminée. Il ne modifie pas le flux traversant la colonne. Pour plus d'informations, reportez-vous à la section [Economiseur de gaz](#) page 77.

La ligne de purge de septum se trouve près du septum où l'échantillon est injecté. Une petite quantité de gaz vecteur sort par cette ligne pour chasser un ressuage éventuel. Ce débit est défini automatiquement comme l'indique le [Tableau 10](#).

Tableau 10. Débits de purge de septum

Gaz vecteur	Purge de septum
He, N ₂ , 95 % Ar / 5 % Me	3 mL/min
H ₂	6 mL/min

Injecteur et colonne

Le contrôle de l'injecteur et le contrôle de la colonne sont liés et la relation diffère selon que la colonne est configurée ou non. Nous vous recommandons vivement de configurer le CPG dans l'ordre suivant :

1. Configurez (définissez) la colonne (voir [Configuration de l'instrument](#) page 13). Si vous ne le faites pas, seuls les modes de pression de la colonne et de l'injecteur seront utilisables. Les fonctions liées au débit, comme la définition directe d'un rapport de division, ne sont pas disponibles.
2. Sélectionnez le mode de colonne (voir [Modes de colonne](#) page 39).
3. Programmez le débit ou la pression de la colonne (voir [Programmation du débit ou de la pression](#) page 43).
4. Paramétrez l'injecteur (voir [Paramétrage de l'injecteur](#) page 66).

5. Paramétrez le four (voir [Paramétrage du four](#) page 154).
6. Configurez le détecteur (voir [Détecteur à conductivité thermique](#) page 128, [Détecteur à ionisation de flamme](#) page 138, [Micro-détecteur à capture d'électrons](#) page 148 ou [Détecteur à photométrie de flamme \(DPF\)](#) page 162).

Paramétrage de l'injecteur

Pour paramétrer l'injecteur :

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Setup / Inlet Setup

The screenshot shows the 'Inlet Setup' screen with the following details:

- Header:** Inlet Setup | 13:14:31 | Last Sample 00 | PTVMAX.M+ | Not Ready
- Carrier Gas:** Radio buttons for He (selected), H2, and N2.
- Units:** Radio buttons for psi (selected), kPa, and bar.
- Adjustments:** Radio buttons for none (selected), Vacuum Correct, and Pressure Correct. A numeric field shows '0.00' with 'psi' below it.
- Buttons:** A 'More' button with a hand icon is located at the bottom right.

2. Sélectionnez le gaz vecteur.
3. Sélectionnez les unités de pression que vous préférez (le [Tableau 11](#) indique les conversions).

Tableau 11. Conversions des unités de pression

Pour convertir	en	Multipliez par
psi	bar	0,0689476
	kPa	6,89476
bar	psi	14,5038
	kPa	100
kPa	psi	0,145038
	bar	0,01

4. Sélectionnez les réglages de pression, le cas échéant.
 - Vacuum Correct (correction de vide) si la colonne se vide dans une atmosphère vide. Par exemple, si vous utilisez un détecteur de masse ou un spectromètre de masse.
 - None, si la pression est normale. Ce paramètre est le plus courant sur la plupart des détecteurs.
 - Pressure Correct (correction de pression), si une autre situation intervient.

Prep run

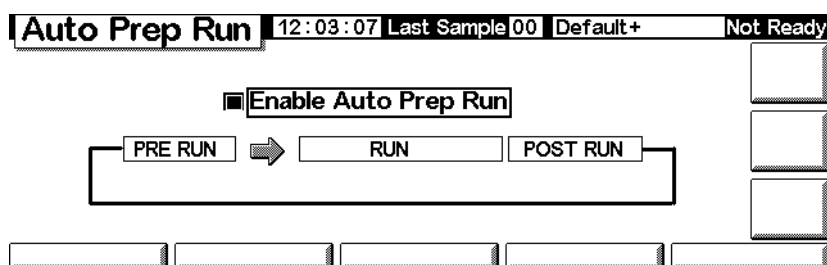
Lorsque vous effectuez des analyses avec injection manuelle et économiseur de gaz, en mode sans division et/ou pulsé, le CPG affiche "Waiting for prep run" et un ou plusieurs messages :

- "Gas saver active" (économiseur de gaz actif) ;
- "Inlet purging" (purge d'injecteur) ;
- "Inlet pulse inactive" (mode pulsé inactif).

Dans ces cas, vous devez appuyer sur la touche Prep Run pour réinitialiser les points de consigne, attendre le message "Ready for", puis effectuer l'injection et appuyer sur Start.

Si cela n'est pas pratique, vous pouvez faire en sorte que le CPG émette une commande Prep Run automatique à la fin de chaque analyse. Pour cela, affichez l'écran suivant :

Status / Setup / Automation / Auto Prep Run



Sélectionnez Enable Auto Prep Run et appuyez sur Esc.

Cela a pour effet de désactiver la fonction économiseur de gaz et porte immédiatement la pression d'injection au niveau de l'à-coup de pression. La vanne de purge de l'injecteur se ferme. Dès que vous avez fini vos analyses, désélectionnez Enable Auto Prep Run afin d'économiser le gaz vecteur.

Il est généralement préférable de désactiver *Auto Prep Run*. Cette fonction s'applique uniquement à l'injecteur avec/sans division en mode sans division et donne le même résultat qu'une pression sur le bouton Prep run.

Configuration du mode de fonctionnement de l'injecteur

1. Affichez l'écran suivant. Cet exemple indique que le CPG est en mode sans division.

Status / Settings / Inlet / More / Inlet Mode / Enter

The screenshot shows a control interface for an injector. At the top, a status bar displays 'Split-Splitless', the time '12:35:19', 'Cur Sample 01', 'Default+', and 'Not Ready'. Below this, a window titled 'Inlet Mode' contains two sections. The 'Mode' section has two radio buttons: 'Split' and 'Splitless', with 'Splitless' being selected. The 'Splitless Purge' section has two input fields: 'Flow' set to '0.00 mL/min' and 'Time' set to '0.00 min'. To the right of these fields are two empty input boxes and a unit indicator 'L/m'. At the bottom right of the window is an 'OK' button with a checkmark icon.

2. Sélectionnez le mode de votre choix et appuyez sur OK.

Termes utilisés par les modes avec/sans division

Les termes suivants sont utilisés en relation avec l'injecteur avec/sans division. Il s'agit souvent de champs figurant dans des écrans qui apparaissent lorsque vous utilisez cet injecteur.

- *Débit* — Il s'agit du débit, en mL/min, à l'évent de purge, au début de la purge. Vous ne pourrez pas spécifier cette valeur si votre colonne n'est pas configurée.
- *Pression* — La pression d'injection réelle de consigne avant et après la période d'à-coup de pression ou d'évent (mesurée en psi, bar ou kPa). Il s'agit du point de départ d'un programme de pression, d'une tête de colonne ou de la pression fixe si aucun programme n'est utilisé.
- *Pression pulsée* — La pression d'injection que vous souhaitez au début d'une analyse. Cette pression augmente jusqu'à cette valeur de consigne une fois que vous appuyez sur Prep Run et demeure constante jusqu'à l'écoulement du temps de pulsion, puis elle revient sur Pression.
- *Temps de pulsion* — La pression de l'injecteur revient à sa valeur de consigne normale à cet instant après Start Run.
- *Débit de purge* — Il s'agit du débit de gaz vecteur, en mL/min, à l'évent de purge, au début de la purge. La colonne doit être configurée.

- *Temps de purge* — Durée séparant la pression sur Start Run et la fin du transfert de l'échantillon (ouverture de la vanne de purge). Réglez le début de la purge pour 0,1 à 0,5 minute avant l'heure de la purge.
- *Débit de division* — Débit, en mL/min à la sortie de l'évent de division/purge. Ce champ n'est pas disponible si votre colonne n'est pas configurée.
- *Rapport de division* — Rapport entre le débit de division et le débit de colonne. Ce champ n'est pas disponible si votre colonne n'est pas configurée.
- *Temp*— Températures initiales, réelle et de consigne, de l'injecteur.
- *Débit total* — Débit total d'entrée dans l'injecteur, somme du débit de division, du débit de colonne et du débit de purge du septum, affiché au cours d'une pré-analyse (le voyant de pré-analyse est allumé mais *pas* clignotant) et au cours d'une analyse avant le début de la purge. Vous ne pouvez pas entrer de consigne à ces niveaux. A d'autres moments, le débit total présentera à la fois des valeurs de consigne et des valeurs réelles. Lorsque vous modifiez le débit total, le rapport de division et le débit de division changent également, alors que le débit de colonne et la pression d'injecteur demeurent constants. Lorsque vous utilisez un à-coup de pression, le débit total augmente afin que le rapport de division reste constant.

Modes d'à-coups de pression

Les modes de pression pulsés augmentent la pression de l'injecteur juste avant le début d'une analyse et la ramène à sa valeur normale au bout d'un temps spécifié. L'à-coup de pression chasse l'échantillon hors de l'injecteur et dans la colonne plus rapidement, réduisant le risque de décomposition de l'échantillon dans l'injecteur. Si votre chromatographie est dégradée par l'à-coup de pression, une précolonne peut aider à rétablir la forme du pic.

Les à-coups de pression peuvent être utilisés en mode avec ou sans division et peuvent être combinés avec la programmation de la pression ou du débit de colonne. L'à-coup de pression prend le pas sur la rampe de pression ou le débit comme le montre la [Figure 3](#).

L'à-coup de pression doit commencer avant l'injection de l'échantillon. Le CPG le fait automatiquement si vous utilisez un injecteur automatique ou une séquence.

Si vous utilisez l'injection manuelle, vous devez appuyer sur **Prep Run** pour démarrer l'à-coup de pression et attendre le message "Ready for manual inj" (prêt pour l'injection manuelle).

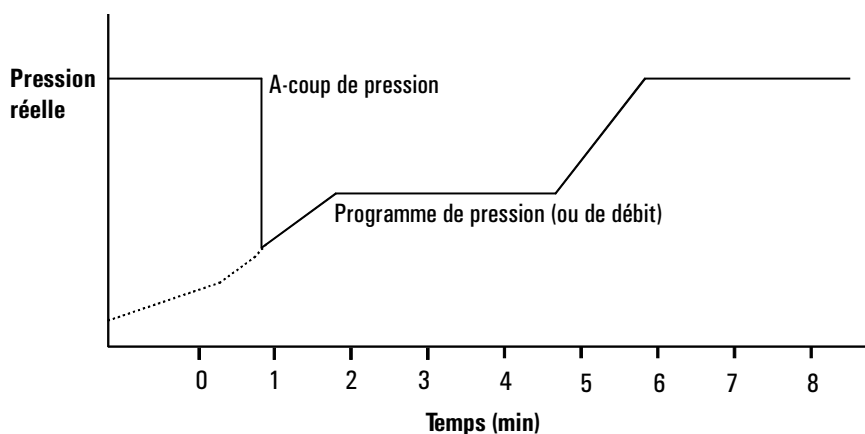
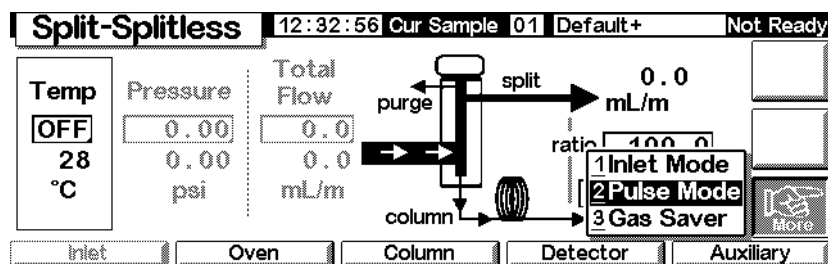


Figure 3. A-coup de pression et débit ou pression de la colonne

Pour paramétrer un à-coup de pression

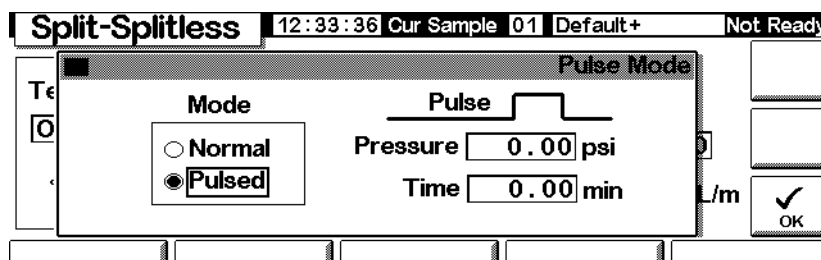
1. Définissez les conditions de débit dans la colonne, avec éventuellement notamment un programme de débit ou de pression (voir [Programmation du débit ou de la pression](#) page 43). Puis affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Inlet / More



- Sélectionnez Pulse Mode et appuyez sur Enter pour afficher l'écran suivant :

Status / Settings / More / Pulse Mode / Enter



- Sélectionnez Pulsed. Entrez les valeurs pour Pressure et Time.
 - Pressure* — Pression d'injection de Prep Run à Pulse Time.
 - Time* (nombre de minutes après Start) — Temps au bout duquel la pression d'entrée passe de Pulse Pressure à la pression imposée par le programme de débit ou de pression (voir [Programmation du débit ou de la pression](#) page 43).
- Appuyez sur OK pour valider ces valeurs ou sur Esc pour annuler.

Mode avec division

Régulation des gaz

Lors d'une injection avec division, un échantillon liquide est vaporisé rapidement dans un injecteur chaud. Une petite quantité de la vapeur pénètre dans la colonne, tandis que le reste sort par l'évent de purge. Le rapport de division, c'est-à-dire le rapport du débit de la colonne sur le débit de division, est contrôlé par l'utilisateur. Les injections avec division sont utilisées principalement pour les échantillons à forte concentration, lorsqu'il est indifférent que la plus grande partie de l'échantillon soit évacuée par l'évent de purge. On les utilise aussi pour des échantillons non diluables.

La [Figure 4](#) présente un schéma de la régulation de pression de l'injecteur avec division.

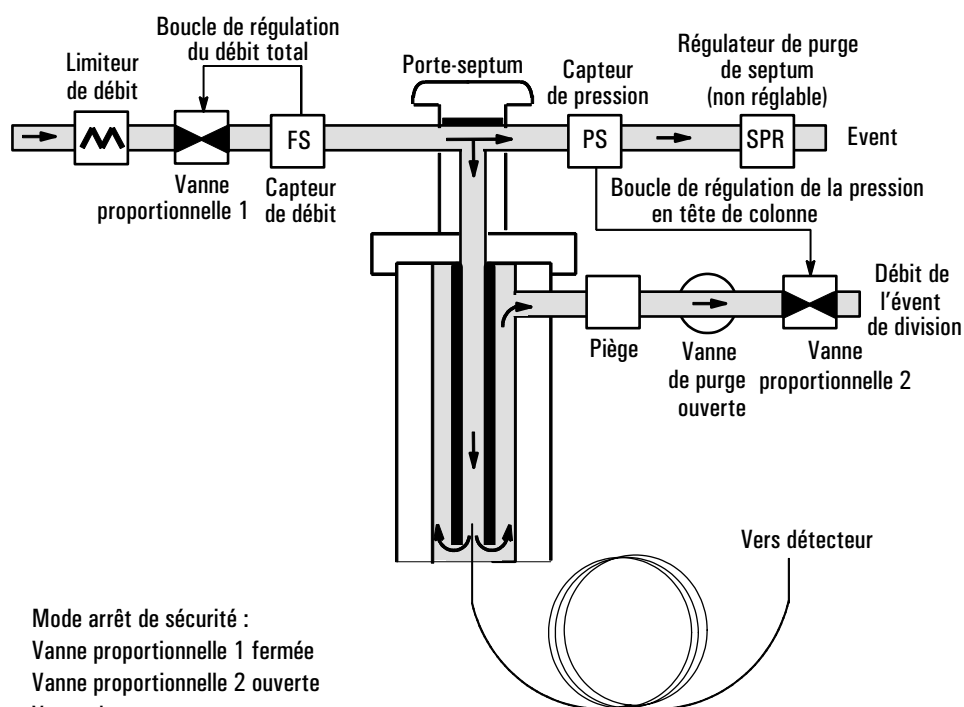
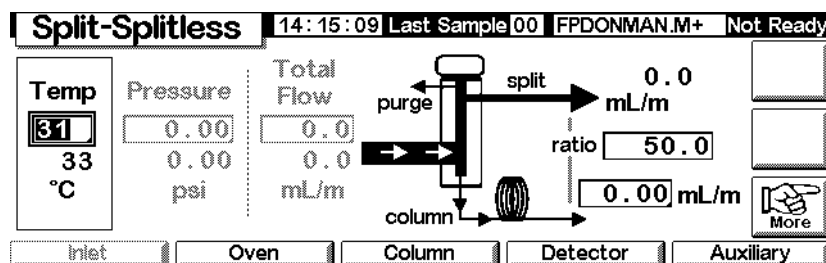


Figure 4. Régulation des gaz de l'injecteur avec division

Pour utiliser le mode avec division avec la colonne définie

1. Vérifiez que la colonne est soit en mode Split (division), soit en mode Constant Flow (Débit constant) ou Ramped Flow (Rampes de débit). Consultez la section [Modes de colonne](#) page 39.
2. Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Inlet

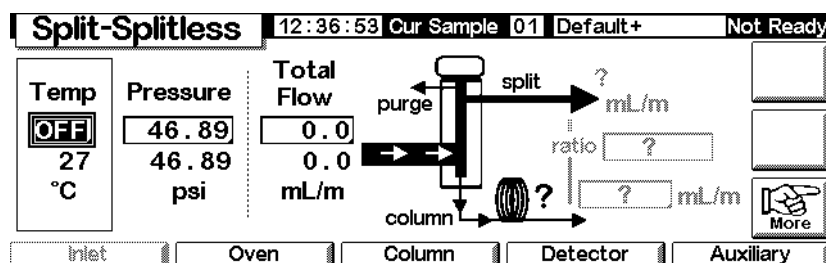


3. Définissez Temp.
4. Entrez le ratio ou le débit de colonne. L'instrument calcule et affiche l'autre valeur.
5. Définissez column mL/min.

Pour utiliser le mode avec division avec la colonne définie

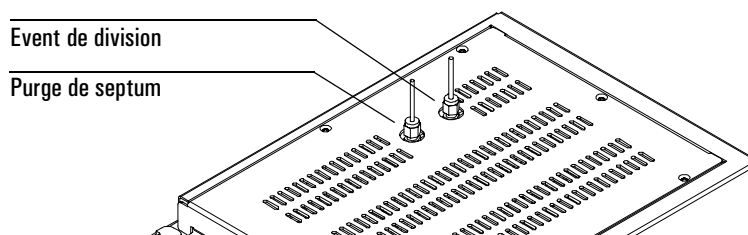
Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Inlet



1. Si nécessaire, passez en mode avec division.

2. Définissez Temp et Pressure. Mesurez le débit de sortie de l'évent de division à l'aide d'un débitmètre.



Soustraire le débit de division et le débit de purge de septum (voir [Tableau 10](#) pour les débits de purge de septum nominaux selon le type de gaz vecteur) du débit total pour obtenir le débit dans la colonne.

3. Calculez le rapport de division. Ajustez-le si besoin est.

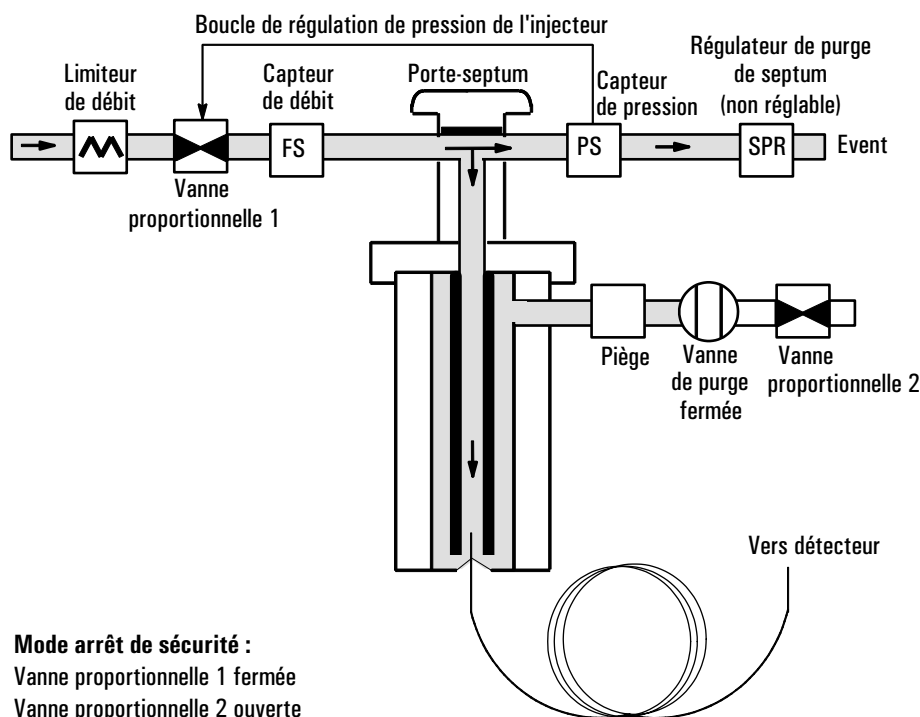
$$\text{Rapport de division} = \frac{\text{débit de fuite}}{\text{débit de la colonne}}$$

Mode sans division

Régulation des gaz

Dans ce mode, la vanne de purge est fermée pendant l'injection et reste fermée pendant la vaporisation de l'échantillon dans l'insert et son transfert dans la colonne. Au bout d'un certain temps après l'injection, la vanne de purge s'ouvre pour évacuer les vapeurs éventuellement présentes dans l'insert. Cela évite la traînée de solvant due aux grands volumes d'injection et aux faibles débits dans la colonne. Consultez la section [Figure 5](#).

Si vous utilisez la fonction économie de gaz, le temps d'économie de gaz doit *suivre* le temps de purge (voir [Economiseur de gaz](#) page 77 pour plus de détails sur la fonction d'économie de gaz).



Vanne proportionnelle 1 fermée
Vanne proportionnelle 2 ouverte
Vanne de purge ouverte

Figure 5. Schéma de fonctionnement de l'injecteur sans division, temps pré-analyse/purge

Injections en mode sans division

Une injection sans division réussie comporte les étapes suivantes :

1. vaporisation de l'échantillon et du solvant dans un injecteur chauffé ;
2. utilisation d'un débit faible et d'une température faible pour créer une zone saturée de solvant en tête de la colonne ;
3. utilisation de cette zone pour piéger et reconcentrer l'échantillon en tête de la colonne.
4. temps d'attente pour que la totalité, ou la plus grande partie, de l'échantillon ait été transférée dans la colonne. Puis ignorer la vapeur restant dans l'injecteur (essentiellement du solvant) en ouvrant une vanne de purge. Cette manoeuvre élimine la longue traîne de solvant que cette vapeur causerait dans le cas contraire ;
5. élévation de la température du four pour libérer le solvant, puis l'échantillon dans la colonne.

Une certaine expérimentation est nécessaire pour affiner les conditions d'utilisation. Les valeurs initiales des paramètres essentiels sont indiqués dans le [Tableau 12](#).

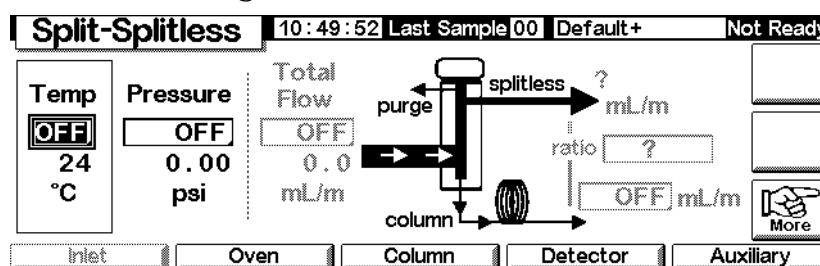
Tableau 12. Paramètres d'injection en mode sans division

Paramètre	Gamme de points de consigne autorisée	Valeur de départ suggérée
La température du four	Sans cryo, 0 °C à 375 °C Avec cryo CO ₂ , -20 °C à 375 °C	30 °C sous le point d'ébullition du solvant
Temps initial du four	0 à 999,9 minutes	≥ Temps de purge de l'injecteur
Temps de purge de l'injecteur	0 à 999,9 minutes	Volume de l'insert/débit de colonne
Temps de l'économiseur de gaz	0 à 999,9 minutes	Après le temps de purge
Débit de l'économiseur de gaz	15 à 1000 mL/min	15 ml/min supérieur au débit de colonne maximal

Pour utiliser le mode sans division avec la colonne définie

1. Vérifiez que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (s'il existe) sont configurés correctement.
2. Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Inlet



3. Si nécessaire, passez en mode sans division. Consultez la section [Configuration du mode de fonctionnement de l'injecteur](#) page 68.
4. Entrez des valeurs pour Temp et column mL/min.
5. Utilisez Prep Run (voir [Prep run](#) page 67) avant d'injecter manuellement un échantillon.

Pour utiliser le mode sans division avec la colonne non définie

1. Si nécessaire, passez en mode sans division.
2. Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Inlet

The screenshot shows the 'Split-Splitless' status screen. At the top, it displays '10:50:40 Last Sample 00 Default+ Not Ready'. Below this, there are several sections: 'Temp' with a toggle switch set to 'OFF' and a value of '25 °C'; 'Pressure' with a toggle switch set to 'OFF' and a value of '0.00 psi'; 'Total Flow' with a toggle switch set to 'OFF' and a value of '0.0 mL/m'. To the right of these is a flow diagram showing 'purge' and 'splitless' paths leading to 'mL/m' values, and a 'column' path leading to a 'ratio' and 'mL/m' value. At the bottom, there are buttons for 'Inlet', 'Oven', 'Column', 'Detector', and 'Auxiliary'.

3. Entrez des valeurs pour Temp (la valeur maximale est de 375 °C) et pour Pression.
4. Utilisez Prep Run (voir [Prep run](#) page 67) avant d'injecter manuellement un échantillon.

Economiseur de gaz

L'économiseur de gaz réduit le débit de gaz vecteur provenant de l'orifice de division dès que l'échantillon arrive sur la colonne. La pression en tête de colonne et le débit sont maintenus, tandis que les débits de l'orifice de purge/division diminuent. Les débits — à l'exception du débit de colonne — restent au niveau réduit jusqu'à ce que vous appuyiez sur Start (séquence ou injecteur automatique) ou sur la touche Prep Run (injection manuelle). Consultez la section [Figure 6](#).

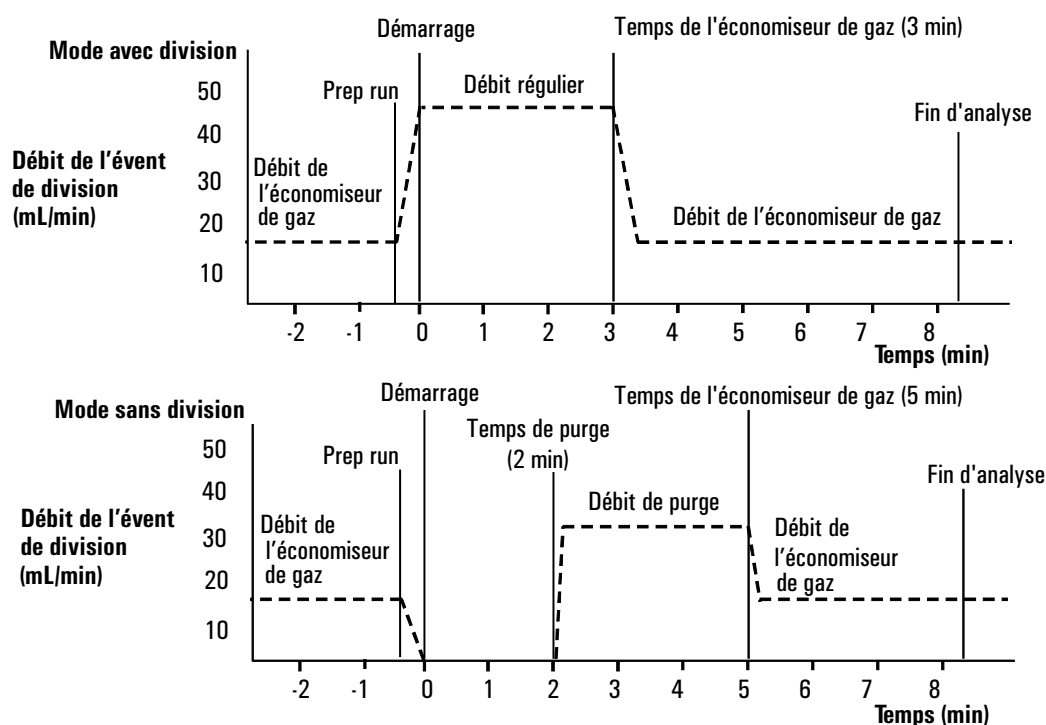


Figure 6. Fonctionnement de l'économiseur de gaz

Pour configurer l'économiseur de gaz

Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Inlet / More / Gas Saver / Enter

- Sélectionnez Gas Saver. Entrez les valeurs pour Flow et Time.
 - Flow* — est le débit réduit entre chaque analyse.
 - Time* (nombre de minutes après l'injection) — correspond à l'instant de passage du débit normal au débit réduit. Le débit réduit est maintenu jusqu'à l'événement Prep Run suivant (manuel ou automatique).
- Appuyez sur OK pour valider ces valeurs ou sur Esc pour annuler.

Injecteur pour colonne remplie avec purge

Utilisation de l'hydrogène

Avertissement Si vous utilisez l'hydrogène (H₂) comme gaz vecteur ou comme gaz combustible, l'introduction d'hydrogène dans le four expose à un risque d'explosion. Avant d'ouvrir l'alimentation en hydrogène, assurez-vous que tous les branchements ont été effectués. Assurez-vous que les raccords d'entrée et de sortie de colonne sont soit connectés à une colonne, soit obturés quand l'instrument est alimenté en hydrogène.

Avertissement L'hydrogène est inflammable. Toute fuite d'hydrogène confinée dans un espace fermé peut entraîner des risques d'incendie ou d'explosion. Chaque fois que vous utilisez de l'hydrogène, vérifiez l'étanchéité des raccords, des canalisations et des vannes avant d'utiliser l'instrument. Avant toute intervention sur l'instrument, coupez toujours l'alimentation en hydrogène à la source.

Contrôles de l'injecteur et de la colonne

Le contrôle de l'injecteur et le contrôle de la colonne sont liés et la relation diffère selon que la colonne est configurée ou non. Configurez le CPG comme suit :

1. Si vous utilisez une colonne remplie ou une colonne capillaire de grand diamètre non configurée, seuls les modes de débit sont disponibles. Il s'agit de la méthode de commande par défaut d'un injecteur pour colonne remplie avec purge.

Si vous utilisez une colonne capillaire de grand diamètre, vous pouvez la configurer (la définir) (voir [Configuration de la colonne](#) page 38) et utiliser les modes de pression de la colonne et de l'injecteur au lieu des modes de débit.

2. Sélectionnez le mode de colonne (voir [Modes de colonne](#) page 39).
3. Programmez le débit ou la pression de la colonne (voir [Programmation du débit ou de la pression](#) page 43).
4. Paramétrez l'injecteur (voir [Paramétrage de l'injecteur](#) page 80).
5. Paramétrez le four (voir [Paramétrage du four](#) page 154).

- Configurez le détecteur (voir [Détecteur à conductivité thermique](#) page 128, [Détecteur à ionisation de flamme](#) page 138, [Détecteur à photométrie de flamme \(DPF\)](#) page 162 ou [Micro-détecteur à capture d'électrons](#) page 148).

Paramétrage de l'injecteur

Pour paramétrer l'injecteur, affichez l'écran suivant :

Status / Setup / Inlet Setup

The screenshot shows the 'Inlet Setup' screen with the following settings:

- Carrier Gas:** He (selected), H2, N2
- Units:** psi (selected), kPa, bar
- Adjustments:** none (selected), Vacuum Correct, Pressure Correct (0.00 psi)

- Sélectionnez le gaz vecteur.
- Sélectionnez les unités de pression que vous préférez (le [Tableau 13](#) indique les conversions).

Tableau 13. Conversions des unités de pression

Pour convertir	To (Jusqu'à)	Multipliez par
psi	bar	0,0689476
	kPa	6,89476
bar	psi	14,5038
	kPa	100
kPa	psi	0,145038
	bar	0,01

- Sélectionnez les réglages de pression, le cas échéant.
 - Vacuum Correct** (correction de vide) si la colonne se vide dans une atmosphère vide. Par exemple, si vous utilisez un détecteur de masse ou un spectromètre de masse.
 - none**, si la pression est normale. Ce paramètre est le plus courant sur la plupart des détecteurs.
 - Pressure Correct** (correction de pression), si une autre situation intervient.

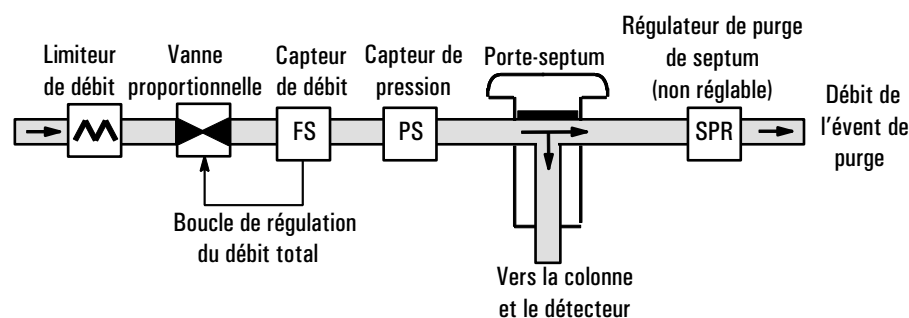
Utilisation d'un injecteur avec purge pour colonne remplie

Cet injecteur est utilisé avec des colonnes remplies lorsque des séparations de haute efficacité ne sont pas nécessaires. Il peut être aussi utilisé avec des colonnes capillaires de grand diamètre dans la mesure où les flux (débits) supérieurs à 10 mL/min sont acceptables.

Si une colonne capillaire est utilisée et que la colonne est configurée, l'injecteur est réglé en pression. Si la colonne **n'est pas** définie (colonnes remplies et colonnes capillaires non définies), l'injecteur est réglé en débit.

La [Figure 7](#) compare ces deux modes.

Mode sous contrôle de débit (pour colonnes remplies et colonnes capillaires non définies)



Mode sous contrôle de pression (recommandé pour les colonnes capillaires configurées)

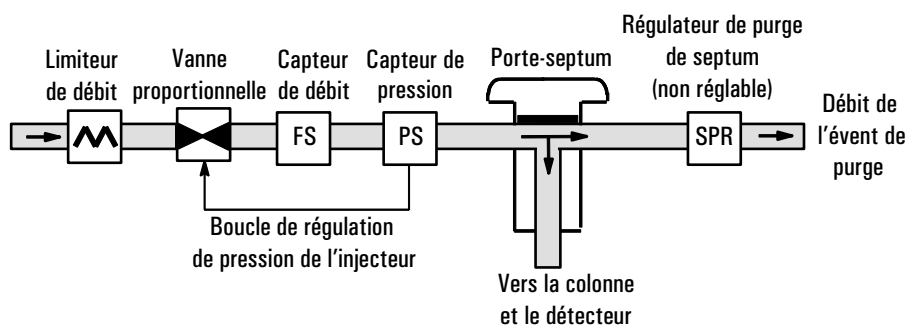
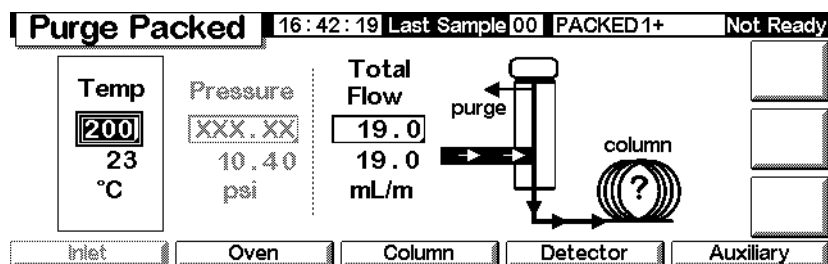


Figure 7. Schéma de fonctionnement de l'injecteur avec purge pour colonne remplie

Colonne remplie ou colonne capillaire non définie

Pour programmer l'injecteur lors de l'utilisation d'une colonne remplie ou d'une colonne capillaire non configurée, affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Inlet



Dans l'exemple ci-dessus, remarquez que :

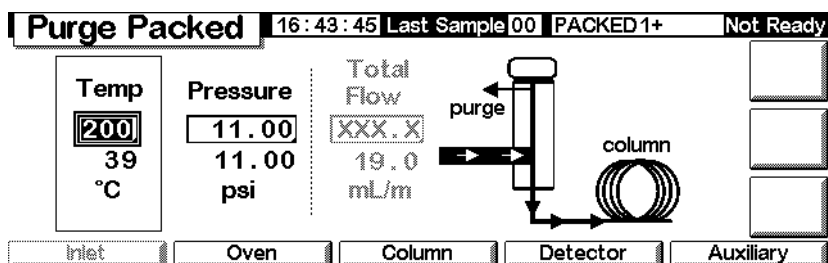
- les températures et débits des points de consigne et réels sont affichés ;
 - la pression de l'injecteur est mesurée et affichée à titre indicatif.
1. Réglez la température de l'injecteur.
 2. Réglez le débit total à travers l'injecteur. Le débit total se compose du débit de la colonne plus le débit de la purge du septum.

Avec colonnes capillaires configurées

Pour programmer l'injecteur lors de l'utilisation d'une colonne capillaire configurée :

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Inlet



2. Réglez la température et la pression de l'injecteur selon la méthode.
 - Les températures et pressions des points de consigne et réels sont affichées.
 - Le débit total est mesuré et affiché à titre indicatif.

Injecteur/vaporisateur programmable en température

Utilisation de l'hydrogène

Avertissement Si vous utilisez de l'hydrogène (H₂) comme gaz vecteur ou gaz combustible, son introduction dans le four vous expose à un risque d'explosion. Avant d'ouvrir l'alimentation en hydrogène, assurez-vous également que tous les branchements ont été effectués. Assurez-vous que les raccords d'entrée et de sortie de colonne sont soit connectés à une colonne, soit obturés quand l'instrument est alimenté en hydrogène.

Avertissement L'hydrogène est inflammable. Toute fuite d'hydrogène confinée dans un espace fermé peut entraîner des risques d'incendie ou d'explosion. Chaque fois que vous utilisez de l'hydrogène, vérifiez l'étanchéité des raccords, des canalisations et des vannes avant d'utiliser l'instrument. Avant toute intervention sur l'instrument, coupez toujours l'alimentation en hydrogène à la source.

Modes de fonctionnement de l'injecteur

Le système Agilent d'injection à vaporisateur à température programmable (PTV) possède cinq modes de fonctionnement :

- Le *mode avec division* est généralement utilisé pour les analyses des principaux composés.
- Le *mode avec division pulsé* est similaire au mode avec division, mais un à-coup de pression est appliqué dans l'injecteur lors de l'introduction de l'échantillon afin d'accélérer le transfert du produit vers la colonne.
- Le *mode sans division* est utilisé pour les analyses de composés à l'état de traces.
- Le *mode sans division pulsé* permet un à-coup de pression pendant l'introduction de l'échantillon.
- Le *mode élimination de solvant* est utilisé pour les gros volumes d'injection. Chaque analyse peut comporter des injections simples ou multiples.

Injecteur et colonne

Le contrôle de l'injecteur et celui de la colonne sont liés et la relation diffère selon que la colonne est configurée ou non. Nous vous recommandons vivement de configurer le CPG dans l'ordre suivant :

1. Configurez (définissez) la colonne (voir [Configuration de l'instrument](#) page 13). Si vous ne le faites pas, seuls les modes de pression de la colonne et de l'injecteur seront utilisables. Les fonctions liées au débit, comme la définition directe d'un rapport de division, ne sont pas disponibles.
2. Sélectionnez le mode de colonne (voir [Modes de colonne](#) page 39).
3. Programmez le débit ou la pression de la colonne (voir [Programmation du débit ou de la pression](#) page 50).
4. Paramétrez l'injecteur (voir [Paramétrage de l'injecteur](#) page 84).
5. Configurez le four ([Paramétrage du four](#) page 154) et le détecteur (reportez-vous au chapitre approprié).

Paramétrage de l'injecteur

Pour configurer l'injecteur, affichez l'écran suivant :

Status / Setup / Inlet Setup

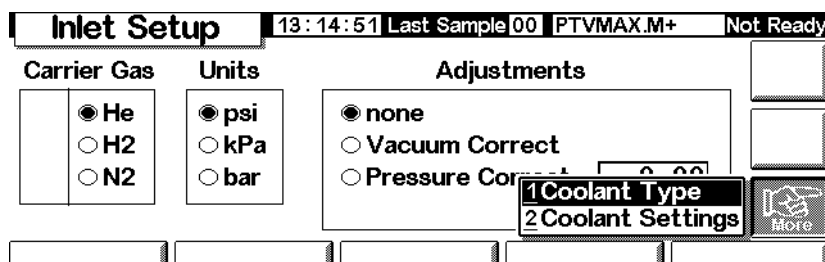
Inlet Setup		11:31:48	Last Sample 00	Service Mode+	Not Ready
Carrier Gas	Units	Adjustments			
☒ He ☐ H2 ☐ N2	☒ psi ☐ kPa ☐ bar	☒ none ☐ Vacuum Correct ☐ Pressure Correct			
		0.00 psi			
		More			

1. Sélectionnez le gaz vecteur.
2. Sélectionnez les unités de pression que vous préférez (le [Tableau 14](#) indique les conversions).

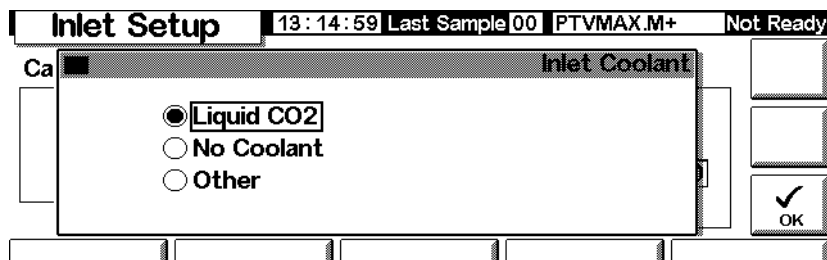
Tableau 14. Conversions des unités de pression

Pour convertir	En	Multipliez par
psi	bar	0,0689476
	kPa	6,89476
bar	psi	14,5038
	kPa	100
kPa	psi	0,145038
	bar	0,01

3. Sélectionnez les réglages de pression, le cas échéant.
 - Vacuum Correct (correction de vide) si la colonne se vide dans une atmosphère vide. Par exemple, si vous utilisez un détecteur de masse ou un spectromètre de masse.
 - none (aucun), si la pression est normale. Ce paramètre est le plus courant sur la plupart des détecteurs.
 - Pressure Correct (correction de pression), si une autre situation intervient.
4. Appuyez sur More, sélectionnez Coolant Type (Type de réfrigérant) et appuyez sur Enter.



5. Définissez le type de réfrigérant et appuyez sur OK. Pour désactiver le refroidissement cryo de l'injecteur ou si ce refroidissement n'est pas disponible, sélectionnez No Coolant (Pas de réfrigérant). Appuyez sur OK.



6. Si vous avez sélectionné Liquid CO₂ (CO₂ liquide), appuyez sur More et sélectionnez Coolant Settings (Paramètres du réfrigérant). L'écran suivant apparaît. Entrez les informations pertinentes et appuyez sur OK.

- *Cryo Enable* (Cryo activé) — Lorsqu'elle est sélectionnée, cette option active le refroidissement cryo de l'injecteur dès que le four de la colonne atteint sa température initiale. Si elle n'est pas sélectionnée, le refroidissement est désactivé.
- *Timeout* — La temporisation cryo est activée et la température de l'injecteur baisse lorsqu'une analyse ne débute pas durant ce laps de temps spécifié (plage de 5 à 120 minutes, valeur par défaut 30 minutes) après l'équilibrage du four. Cette fonction peut être désactivée. Nous conseillons de l'activer pour conserver du réfrigérant à la fin d'une séquence ou si l'automatisation échoue. Il est également possible d'utiliser une méthode Après séquence.
- *Ambient* (Ambiante) — Si Cryo est activé, il s'agit de la limite supérieure de température à laquelle le refroidissement cryo est utilisé pour maintenir l'injecteur à son point de consigne. Si le point de consigne se situe au-delà de cette limite, le refroidissement cryogénique est utilisé pour ramener l'injecteur à son point de consigne, mais pas pour le maintenir à cette température.
- *Cryo Fault* (Défaut cryo) — Sélectionnez cette option pour fermer l'injecteur s'il n'atteint pas son point de consigne après 16 minutes de fonctionnement cryo continu. Remarquez que cette durée est celle nécessaire pour *atteindre* le point de consigne et non pour se stabiliser au point de consigne et mettre l'instrument à l'état Prêt.

Comportement d'arrêt

Les temporisations cryo et les défauts cryo peuvent provoquer un arrêt cryo. Les arrêts de refroidissement cryogénique conservent le réfrigérant liquide quand le CPG ne peut pas démarrer une analyse. Cela ne veut pas dire que le système de refroidissement cryogénique fonctionne mal. Une “expiration de temporisation cryo” se produit si la temporisation cryogénique que vous avez spécifiée expire avant que le four atteigne son point de consigne de

température. Un défaut cryo se produit quand le refroidissement cryogénique a fonctionné plus de 16 minutes sans que le four atteigne sa température de consigne. Dans ce cas, le chauffage de l'injecteur est désactivé et la vanne cryo se ferme. Le CPG émet un bip sonore et affiche Inlet cryo shut off (Arrêt du refroidissement cryogénique).

Le chauffage de l'injecteur est contrôlé pour éviter la surchauffe. Si le chauffage reste activé plus longtemps que la durée autorisée et que l'injecteur n'est pas au point de consigne, le chauffage s'arrête. Le CPG émet un bip sonore et affiche le message Inlet heating slow (chauffage de l'injecteur lent).

Pour mettre un terme à l'un ou l'autre de ces états, arrêtez le CPG, puis rallumez-le, ou entrez un nouveau point de consigne.

Configuration du mode de fonctionnement de l'injecteur

Avant d'effectuer la programmation, définissez le mode d'injecteur de votre choix. Pour ce faire :

1. Affichez l'écran suivant. L'exemple ci-dessous présente un injecteur en mode sans division.

Status / Settings / Inlet / More / Inlet Mode / Enter

PTV Inlet		13:18:06 Last Sample 01 4+	Not Ready
PTV Inlet Mode			
Mode	Vent Settings	Purge Flow	
☐ Split	Pressure 5.00 psi	Flow 0.00 mL/min	
☒ Splitless	Flow 0.00 mL/min	Purge Start 0.00 min	
☐ Solvent Vent	Vent End 5.00 min		
		☒ OK	

2. Sélectionnez le mode et appuyez sur OK pour revenir à l'écran précédent.

Chauffage de l'injecteur

Il est possible de programmer la température en indiquant une température initiale et jusqu'à 3 vitesses et plateaux. Vous pouvez sélectionner une vitesse située entre 0,1 et 720 °C/min.

Attention

Si la température initiale de l'injecteur et celle du four sont trop proches, l'injecteur peut ne pas être en mesure de se maintenir à son point de consigne. Nous recommandons une différence d'au moins 6 °C, supérieure ou inférieure.

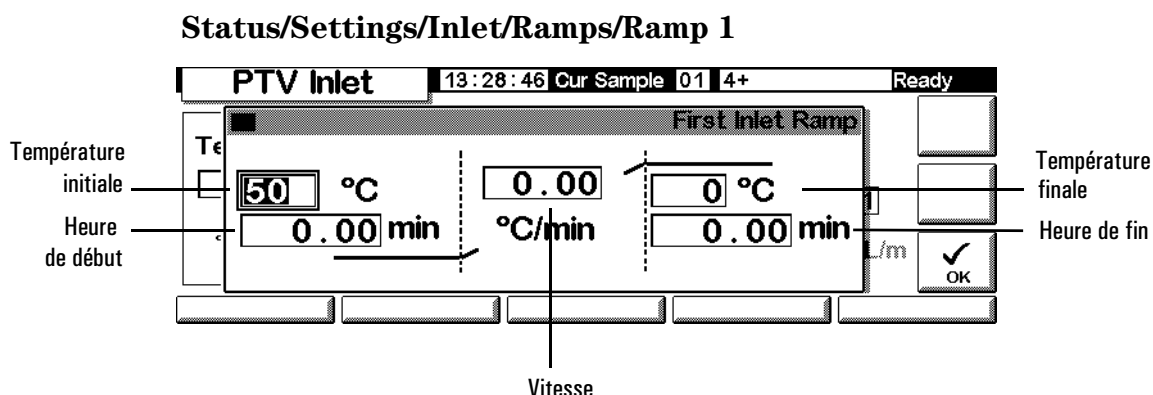
Dans la plupart des cas, le PTV est conçu de manière à maintenir l'échantillon dans l'insert de l'injecteur jusqu'à ce que l'intégralité de l'échantillon ait été injecté : l'injection peut en effet s'effectuer en plusieurs étapes. Le PTV est ensuite rapidement chauffé afin de transférer l'échantillon dans la colonne. Cette opération peut être effectuée avec un maintien initial, une rampe unique et un maintien final pour terminer le transfert de l'échantillon.

Deux rampes supplémentaires sont disponibles et utilisables de plusieurs manières :

- L'injecteur peut être chauffé jusqu'à une température élevée afin de nettoyer l'insert par pyrolyse pour la prochaine analyse.
- L'insert peut être programmé de manière descendante : il suffit pour cela de définir la température finale (Final temp) sous la température précédente, afin de réduire le stress thermique sur l'insert.
- La programmation descendante peut permettre de préparer l'insert en vue de l'analyse suivante. Cela peut réduire la durée du cycle et permettre un débit d'échantillons plus important.

Pour programmer une rampe de température PTV :

1. Affichez l'écran suivant :



- *Start temp (Température initiale)* — Températures initiales, réelle et de consigne de l'injecteur.

- *Start time (Heure de début)* — L'heure, mesurée à partir du début de l'analyse, à laquelle le maintien initial de la température de l'injecteur s'interrompt. Cette heure est généralement postérieure à la fin de balayage.
 - *Rate (Vitesse)* — Vitesse du programme de température pour les rampes thermales des injecteurs 1, 2 et 3. La valeur maximale est de 720 °C par minute.
 - *Final temp (Température finale)* — Température finale des injecteurs pour les rampes 1, 2 et 3. La plage se situe entre -30 °C et 375 °C ; il s'agit d'une durée, et non d'une mesure à partir du début de l'analyse.
 - *Final time (Heure de fin)* — Heure de maintien à la température finale 1, 2 et 3.
2. Entrez la rampe. Cette opération est similaire à la [Programmation de la température](#) page 156.

Termes relatifs au PTV

Les termes suivants sont utilisés en relation avec l'injecteur PTV. Il s'agit souvent de champs figurant dans des écrans qui apparaissent lorsque vous utilisez cet injecteur.

- *Débit* — Il s'agit du débit, en ml/min, à l'événement de purge, au début de la purge. Vous ne pourrez pas spécifier cette valeur si votre *colonne n'est pas configurée*.
- *Pression* — La pression d'injection réelle de consigne avant et après la période d'à-coup de pression ou d'événement (mesurée en psi, bar ou kPa). Il s'agit du point de départ d'un programme de pression, d'une tête de colonne ou de la pression fixe si aucun programme n'est utilisé.
- *Pression pulsée* — Pression d'injection que vous souhaitez au début d'une analyse. Cette pression augmente jusqu'à cette valeur de consigne, une fois que vous appuyez sur Prep Run et demeure constante jusqu'à l'écoulement du temps de pulsion ; elle revient ensuite sur Pression.
- *Temps de pulsion* — Pression de l'injecteur, revient à sa valeur de consigne normale à cet instant après Start Run.
- *Débit de purge* — Il s'agit du débit de gaz vecteur, en ml/min, à l'événement de purge, au début de la purge. La colonne doit être configurée.

- *Début de la purge* — Durée séparant la pression sur Start Run et la fin du transfert de l'échantillon (ouverture de la vanne de purge). Réglez le début de la purge pour 0,1 à 0,5 minute avant l'heure de la purge.
- *Débit de division* — Débit, en ml/min à la sortie de l'évent de division/purge. Ce champ n'est pas disponible si votre colonne n'est pas configurée.
- *Rapport de division* — Rapport entre le débit de division et le débit de colonne. Ce champ n'est pas disponible si votre colonne n'est pas configurée.
- *Temp* — Températures initiale, réelle et de consigne de l'injecteur.
- *Débit total* — Débit total d'entrée dans l'injecteur, somme du débit de division, du débit de colonne et du débit de purge du septum, affiché au cours d'une pré-analyse (le voyant de pré-analyse est allumé mais *pas* clignotant) et au cours d'une analyse avant le début de la purge. Vous ne pouvez pas entrer de consigne à ces niveaux. A d'autres moments, le débit total présentera à la fois des valeurs de consigne et des valeurs réelles. Lorsque vous modifiez le débit total, le rapport de division et le débit de division changent également, alors que le débit de colonne et la pression d'injecteur demeurent constants. Lorsque vous utilisez un à-coup de pression, le débit total augmente afin que le rapport de division reste constant.
- *Fin de balayage* — Heure, mesurée à partir de Start Run, à laquelle l'élimination du solvant se termine. Pour les injections de gros volumes, cette heure est habituellement postérieure à l'heure de fin d'injection.
- *Débit d'évent* — Débit de gaz vecteur sortant de l'évent de division au cours de la période d'évent. Les débits supérieurs balaient l'insert plus rapidement et réduisent la durée d'élimination du solvant. Pour la plupart des colonnes, un débit d'évent de 100 ml/min élimine le solvant à une vitesse acceptable mais place une quantité minime de produit dans la colonne.
- *Pression d'évent* — Pression dans l'injecteur pendant la période d'évent. En réduisant la pression d'évent pendant la période d'évent, on peut accélérer l'élimination du solvant. De même, la réduction de pression diminue la quantité de gaz vecteur - et de vapeur de solvant - qui pénètre dans la colonne pendant cette période.

Les utilisateurs peuvent sélectionner une valeur comprise entre 0 et 100 psig. Si vous choisissez 0, l'injecteur utilise la pression la plus basse possible au débit d'évent concerné. Le [Tableau 15](#) indique les valeurs approximatives de ce minimum avec différents débits d'évent d'hélium. Les pressions inférieures à celles qui figurent dans le tableau ne sont pas applicables, sauf si le débit est réduit.

Tableau 15. Pressions minimales applicables

Débit d'évent, en ml/min	Pression d'évent réelle à un point de consigne de "0" psig	Pression d'évent réelle à un point de consigne de "0" kPa
50	0,7	5
100	1,3	10
200	2,6	18
500	6,4	44
1000	12,7	88

Modes pulsés

Les modes de pression pulsés (avec et sans division) augmentent la pression de l'injecteur juste avant le début d'une analyse et la ramènent à sa valeur normale au bout d'un temps spécifié. L'à-coup de pression chasse l'échantillon hors de l'injecteur et dans la colonne plus rapidement, réduisant le risque de décomposition de l'échantillon dans l'injecteur. Si votre chromatographie est dégradée par l'à-coup de pression, une précolonne peut aider à rétablir la forme du pic.

Appuyez sur **Prep Run** avant de procéder à des injections manuelles en mode de pression pulsé.

Vous pouvez définir une pression de colonne et programmer un débit lorsque vous travaillez en mode avec impulsion de pression. Toutefois, l'à-coup de pression prendra le dessus sur la pression de la colonne ou la rampe de débit. Consultez la [Figure 8](#).

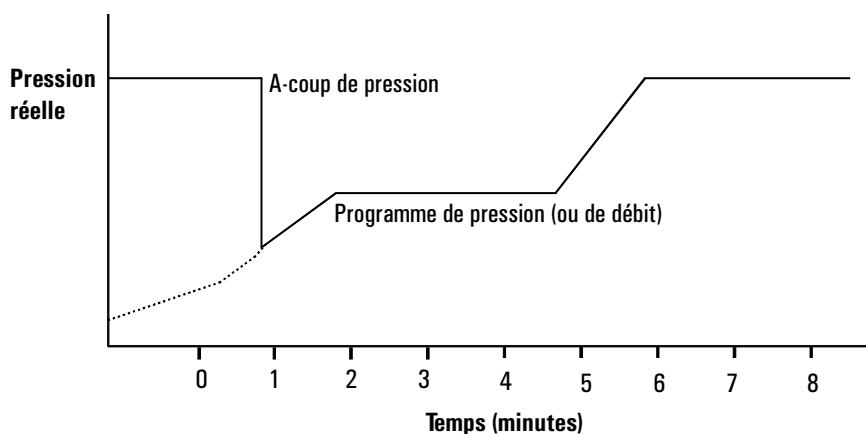
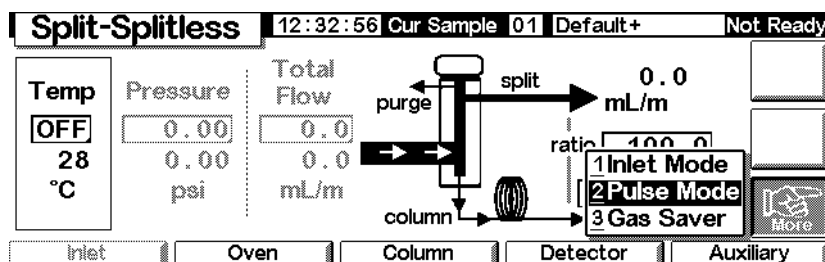


Figure 8. A-coup de pression et débit ou pression de la colonne

Pour paramétrer un à-coup de pression

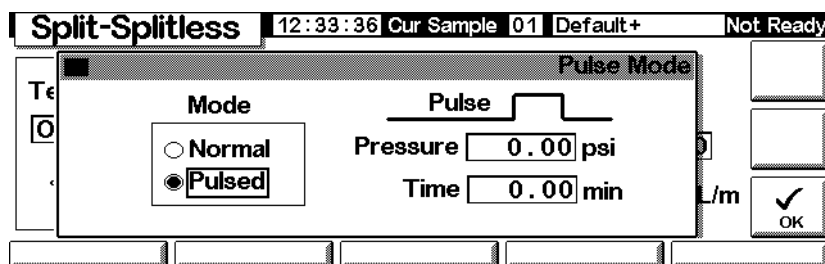
1. Définissez les conditions de débit dans la colonne, avec éventuellement notamment un programme de débit ou de pression (voir [Programmation du débit ou de la pression](#) page 43), puis affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Inlet / More



2. Sélectionnez Pulse Mode et appuyez sur Enter pour afficher l'écran suivant :

Status / Settings / More / Pulse Mode / Enter

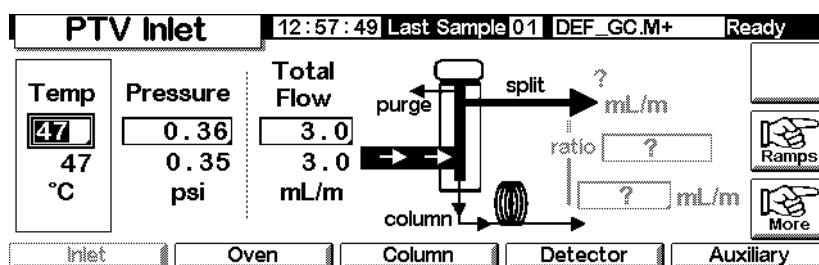


3. Sélectionnez Pulsed. Entrez les valeurs pour Pressure et Time.
 - *Pressure* — Pression d'injection de Prep Run à Pulse Time.
 - *Time* (nombre de minutes après Start) — Temps au-delà duquel la pression d'entrée passe de Pulse Pressure à la pression imposée par le programme de débit ou de pression (voir [Programmation du débit ou de la pression](#) page 43).
4. Appuyez sur OK pour valider ces valeurs ou sur Esc (Echap) pour annuler.

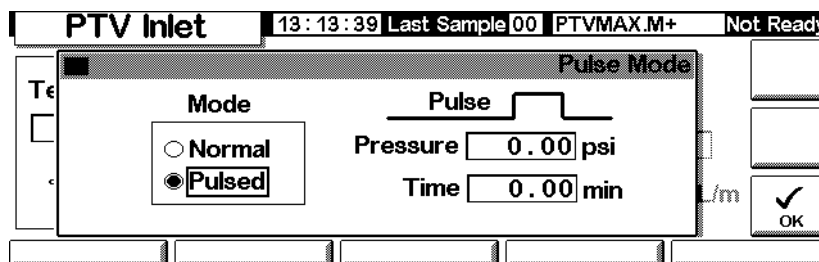
Pour utiliser le mode sans division pulsé avec la colonne définie

1. Vérifiez les points suivants :
 - La colonne est configurée (voir [Navigation entre les écrans](#) page 9 et [Configuration de la colonne](#) page 38)
 - Le gaz vecteur est configuré (voir [Paramétrage de l'injecteur](#) page 84)
 - Le programme de débit ou de pression, s'il est utilisé, est configuré (voir [Programmation du débit ou de la pression](#) page 43)
2. Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Inlet



3. Définissez la température de l'injecteur et les éventuelles rampes souhaitées.
4. Appuyez sur More et sélectionnez Pulse Mode.
5. Sélectionnez Pulsed Mode.



6. Entrez des valeurs pour Pulse Pressure et Pulse Time, puis appuyez sur OK.
7. Appuyez sur More et sélectionnez Inlet Mode.
8. Sélectionnez Splitless.

PTV Inlet Mode	
Mode ☐ Split ☒ Splitless ☐ Solvent Vent	Vent Settings Pressure 5.00 psi Flow 0.00 mL/min Vent End 5.00 min
Purge Flow Flow 0.00 mL/min Purge Start 0.00 min	
OK	

9. Entrez la valeur de Purge Start (Début de la purge) lorsque vous souhaitez ouvrir la vanne de purge.
10. Entrez un Purge flow (Débit de purge). Appuyez sur OK.
11. Activez l'économiseur de gaz, si vous le souhaitez. Définissez une heure *postérieure* à Purge Start, puis appuyez sur OK.

Gas Saver	
Mode ☐ Normal ☒ Gas Saver	Gas Saver Flow 20.00 mL/min Time 2.00 min
OK	

Sélectionnez Gas Saver (économiseur de gaz) Temps de l'économiseur de gaz

12. Appuyez sur Prep Run (voir page 67) avant d'injecter manuellement un échantillon.

Pour utiliser le mode sans division pulsé avec la colonne non définie

1. Vérifiez les points suivants :
 - La colonne est configurée (voir [Navigation entre les écrans](#) page 9 et [Configuration de la colonne](#) page 38).
 - Le gaz vecteur est configuré (voir [Paramétrage de l'injecteur](#) page 84).
 - Le programme de débit ou de pression, s'il est utilisé, est configuré (voir [Programmation du débit ou de la pression](#) page 43).

- Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Inlet

PTV Inlet 11:17:46 Last Sample 00 TEST2.M+ Not Ready

Temp 50 °C	Pressure 71.08 71.07 psi	Total Flow 3.0 3.0 mL/m
-------------------------	--	---

Diagram: A schematic showing a purge line entering a splitless inlet, which then leads to a column. Flow rates are indicated as ? mL/m for the splitless inlet and ? mL/m for the column. A ratio of ? is also shown.

Buttons: Inlet, Oven, Column, Detector, Auxiliary, Ramps, More.

- Définissez la température de l'injecteur et les éventuelles rampes souhaitées.
- Appuyez sur More et sélectionnez Pulse Mode.
- Sélectionnez le mode Pulsed.

PTV Inlet 13:13:39 Last Sample 00 PTVMAX.M+ Not Ready

Pulse Mode

Mode
☐ Normal
☒ Pulsed

Pressure 0.00 psi
Time 0.00 min

Buttons: OK

- Entrez des valeurs pour Pulse Pressure et Pulse Time, puis appuyez sur OK.
- Appuyez sur More et sélectionnez Inlet Mode.
- Entrez la valeur de Purge Start (Début de la purge) lorsque vous souhaitez ouvrir la vanne de purge.

PTV Inlet 13:18:06 Last Sample 01 4+ Not Ready

PTV Inlet Mode

Mode
☐ Split
☒ Splitless
☐ Solvent Vent

Vent Settings
Pressure 6.00 psi
Flow 0.00 mL/min
Vent End 5.00 min

Purge Flow
Flow 0.00 mL/min
Purge Start 0.00 min

Buttons: OK

- Appuyez sur OK.
- Appuyez sur Prep Run (voir page 67) avant d'injecter manuellement un échantillon.

Pour utiliser le mode avec division pulsé avec la colonne définie

- Vérifiez les points suivants :
 - La colonne est configurée (voir [Navigation entre les écrans](#) page 9 et [Configuration de la colonne](#) page 38).
 - Le gaz vecteur est configuré (voir [Paramétrage de l'injecteur](#) page 84).
 - Le programme de débit ou de pression, s'il est utilisé, est configuré (voir [Programmation du débit ou de la pression](#) page 43).
 - L'injecteur est en mode avec division pulsé (voir [Configuration du mode de fonctionnement de l'injecteur](#) page 87 et [Pour paramétrer un à-coup de pression](#) page 92).
- Affichez l'écran suivant. Il peut apparaître différemment (certains champs peuvent être modifiables ou non), selon la configuration de la colonne.

Status / Settings / Inlet

PTV Inlet 12:57:49 Last Sample 01 DEF_GC.M+ Ready

Temp 47 °C	Pressure 0.36 0.35 psi	Total Flow 3.0 3.0 mL/m	Diagram: Inlet system with split and ratio settings
------------------	---------------------------------	----------------------------------	---

Buttons: Inlet, Oven, Column, Detector, Auxiliary

- Définissez la température. Entrez le débit dans la colonne column ml/min. Entrez le rapport de division (Ratio) ou, si vous préférez, le débit de division (split ml/min). Dans les deux cas, l'instrument calcule et affiche l'autre valeur.
- Activez l'économiseur de gaz, si vous le souhaitez, en appuyant sur More et en choisissant Gas Saver. Définissez Saver time (Temps d'économiseur) sur une heure postérieure à Pulse time. Appuyez sur OK.

PTV Inlet 13:13:09 Last Sample 00 PTVMAX.M+ Not Ready

Gas Saver

Mode:
☐ Normal
☒ Gas Saver

Gas Saver:
 Flow: 20.00 mL/min
 Time: 2.00 min

Buttons: OK

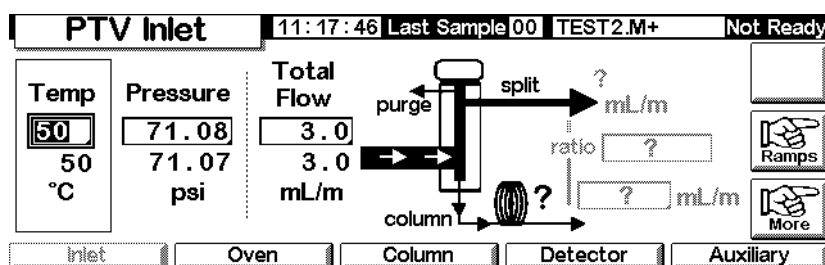
Annotations:
 Sélectionnez Gas Saver (économiseur de gaz)
 Temps de l'économiseur de gaz

5. Appuyez sur Prep Run (voir page 67) avant d'injecter manuellement un échantillon.

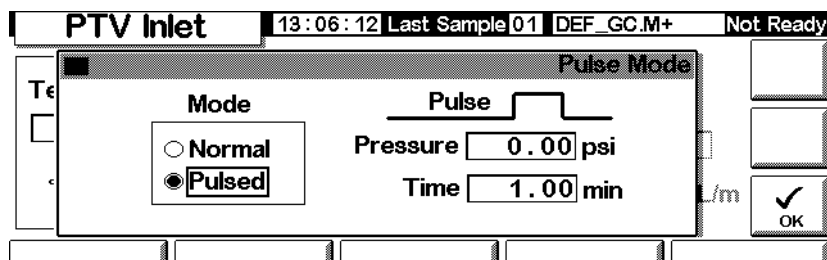
Pour utiliser le mode avec division pulsé avec la colonne non définie

1. Vérifiez les points suivants :
 - La colonne est configurée (voir [Navigation entre les écrans](#) page 9 et [Configuration de la colonne](#) page 38).
 - Le gaz vecteur est configuré (voir [Paramétrage de l'injecteur](#) page 84).
 - Le programme de débit ou de pression, s'il est utilisé, est configuré (voir [Programmation du débit ou de la pression](#) page 43.)
 - L'injecteur est en mode avec division pulsé (voir [Configuration du mode de fonctionnement de l'injecteur](#) page 87 et [Pour paramétrer un à-coup de pression](#) page 92).
2. Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Inlet



3. Définissez la température de l'injecteur et les éventuelles rampes souhaitées.
4. Appuyez sur More et sélectionnez Pulse Mode.
5. Sélectionnez Pulsed Mode.



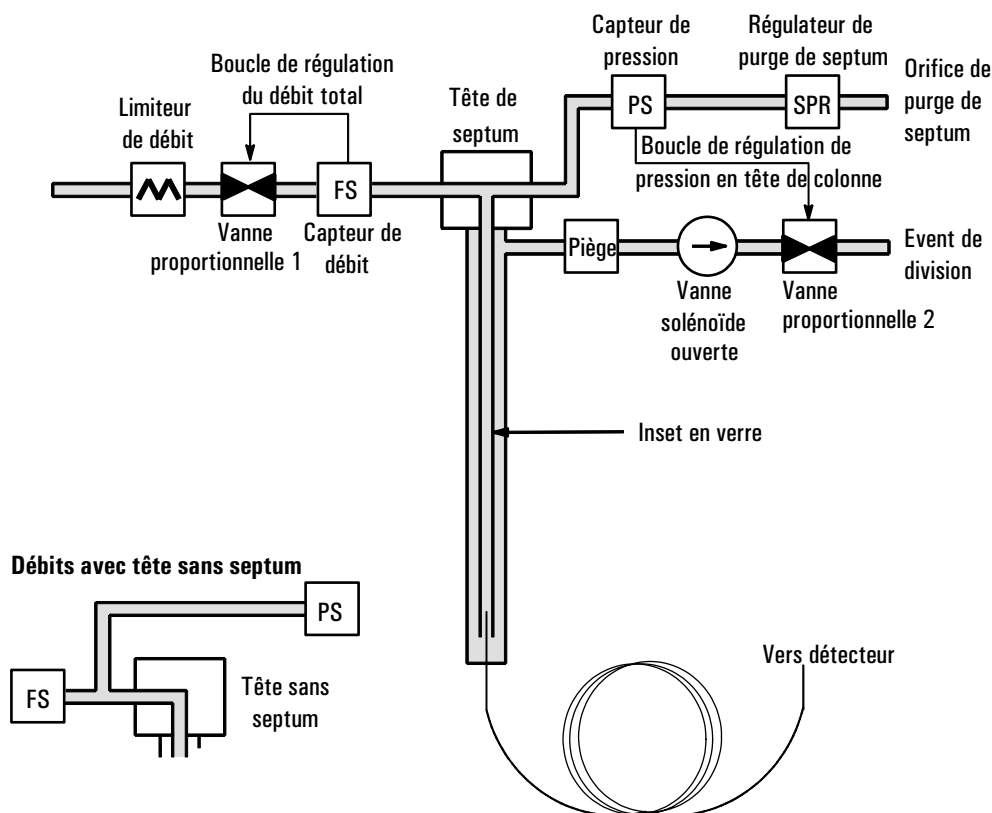
6. Entrez des valeurs pour Pulse Pressure et Pulse Time, puis appuyez sur OK.

7. Réglez le débit total d'entrée dans l'injecteur. Mesurez le débit sortant de l'évent de division et de l'évent de purge du septum à l'aide d'un débitmètre.
8. Soustrayez le débit de purge du septum du débit total.
9. Calculez le rapport de division. Ajustez-le si besoin est.

Mode avec division

Les deux modes avec division - avec ou sans à-coup de pression - divisent le flux de gaz pénétrant dans l'injecteur entre le débit de colonne, le *débit d'évent de division* (débit, en ml/min, sortant de l'évent de division/purge) à travers la vanne solénoïde et le débit de purge du septum. Le rapport du débit d'évent de division sur le débit de colonne s'appelle *rapport de division*.

Le graphique ci-dessous présente les débits avec la tête de septum. Les débits avec tête sans septum sont identiques, si ce n'est que le débit de purge du septum contourne la tête (angle inférieur gauche).



Le *débit total* est la somme du débit de division, du débit de colonne et du débit de purge du septum. Lorsque vous modifiez le débit total, le rapport de division et le débit de division changent également, alors que le débit de colonne et la pression d'injecteur demeurent constants.

Considérations de température

Introduction avec division à froid

Pour l'introduction avec division à froid, utilisez une température initiale de l'injecteur inférieure au point d'ébullition normal du solvant. Si le volume de l'insert est suffisant pour contenir l'ensemble du solvant vaporisé, démarrez la première rampe de température de l'injecteur à 0,1 minute avec une vitesse de chauffage élevée (500 °C/min ou supérieure). La température finale doit être suffisamment élevée pour volatiliser les analytes les plus lourds de l'insert ; elle doit en outre être maintenue pendant au moins 5 minutes. Une température finale de 350 °C pendant 5 minutes s'est avérée suffisante pour transférer de manière quantitative du C₄₄.

Pour les volumes d'injection plus importants ou pour éliminer le solvant, maintenez la température initiale assez longtemps afin de faire passer le solvant dans l'évent de division, puis débutez la première rampe. Utilisez un débit rapide pour les analytes thermiquement stables. Les débits plus lents peuvent minimiser la dégradation thermique dans l'injecteur.

Une seule rampe de température est suffisante pour le processus d'injection. Les autres rampes peuvent être utilisées pour nettoyer l'insert ou réduire la température de l'injecteur en vue de l'injection suivante.

Introduction avec division à chaud

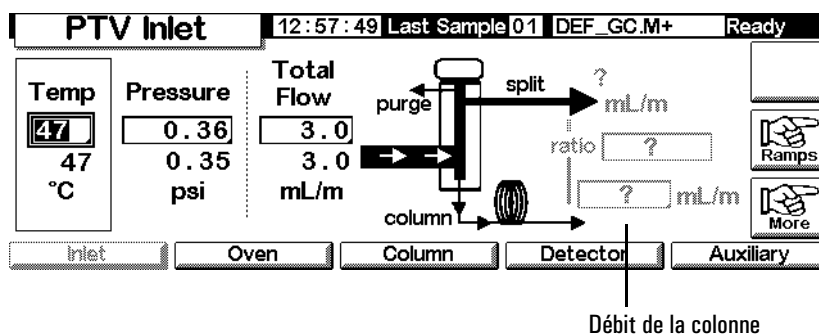
Pour l'introduction avec division à chaud, définissez une température initiale suffisamment élevée pour volatiliser les analytes. Aucun paramètre thermique supplémentaire n'est requis, car l'injecteur maintiendra le point de consigne pendant toute l'analyse.

En raison du volume réduit de l'insert (environ 120 microlitres), le PTV présente une capacité d'injection limitée avec l'introduction avec division à chaud. Les volumes d'injection supérieurs à 1 µL en mode avec division à chaud risquent de déborder de l'injecteur et de provoquer des problèmes d'analyse. L'introduction avec division à froid évite ce problème potentiel.

Pour utiliser le mode avec division avec la colonne définie

1. Vérifiez les points suivants :
 - La colonne est configurée (voir [Navigation entre les écrans](#) page 9 et [Configuration de la colonne](#) page 38).
 - Le gaz vecteur est configuré (voir [Paramétrage de l'injecteur](#) page 84).
 - Le programme de débit ou de pression, s'il est utilisé, est configuré (voir [Programmation du débit ou de la pression](#) page 43).
 - L'injecteur est en mode avec division (voir [Configuration du mode de fonctionnement de l'injecteur](#) page 87).
2. Affichez l'écran suivant. Il peut apparaître différemment (certains champs peuvent être modifiables ou non), selon le mode de la colonne.

Status / Settings / Inlet



3. Définissez Temp, le point de consigne initial de l'injecteur.
4. Entrez la pression initiale ou le débit total.
5. Entrez le rapport de division ou le débit de colonne souhaité.
6. Le cas échéant, activez l'économiseur de gaz en appuyant sur More et en sélectionnant Gas Saver. Entrez ensuite les valeurs correspondant aux paramètres dans l'écran suivant et appuyez sur OK.

Status / Settings / Inlet / More / Gas Saver

- Appuyez sur Prep Run avant d'injecter manuellement l'échantillon si l'économiseur de gaz est activé (voir page 67).

Pour utiliser le mode avec division avec la colonne définie

- Vérifiez les points suivants :
 - La colonne est configurée (voir [Navigation entre les écrans](#) page 9 et [Configuration de la colonne](#) page 38)
 - Le gaz vecteur est configuré (voir [Paramétrage de l'injecteur](#) page 84)
 - Le programme de débit ou de pression, s'il est utilisé, est configuré (voir [Programmation du débit ou de la pression](#) page 43)
 - L'injecteur est en mode avec division (voir [Configuration du mode de fonctionnement de l'injecteur](#) page 87)
- Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Inlet

- Réglez la température de l'injecteur.
- Définissez le débit total ou la pression d'entrée dans l'injecteur. Mesurez les débits de sortie de l'évent de division et de l'évent de purge du septum à l'aide d'un débitmètre.
- Soustrayez le débit de purge du septum du débit total pour obtenir le débit de division.
- Calculez le rapport de division. Ajustez-le si besoin est.

Reportez-vous à la [Figure 3](#) pour voir un graphique de l'à-coup de pression et du débit ou de la pression de la colonne.

Mode sans division

Profil d'écoulement

Dans ces modes - avec ou sans à-coup de pression - la vanne solénoïde est fermée pendant l'injection et la vaporisation de l'échantillon et reste fermée pendant le transfert de l'échantillon vers la colonne (voir Figure 9). A une heure spécifiée après l'injection, la vanne s'ouvre pour chasser les vapeurs restées dans l'insert hors de l'évent de division (voir Figure 10). Cela permet d'éviter les traînées de solvant dues au volume important de l'injecteur et au faible débit de la colonne.

La Figure 9 présente les débits avec la tête de septum. Les débits avec la tête sans septum sont identiques, si ce n'est que le débit de purge du septum contourne la tête (angle inférieur gauche).

La Figure 11 présente des graphiques du débit, de la pression et de la température au cours de ce processus.

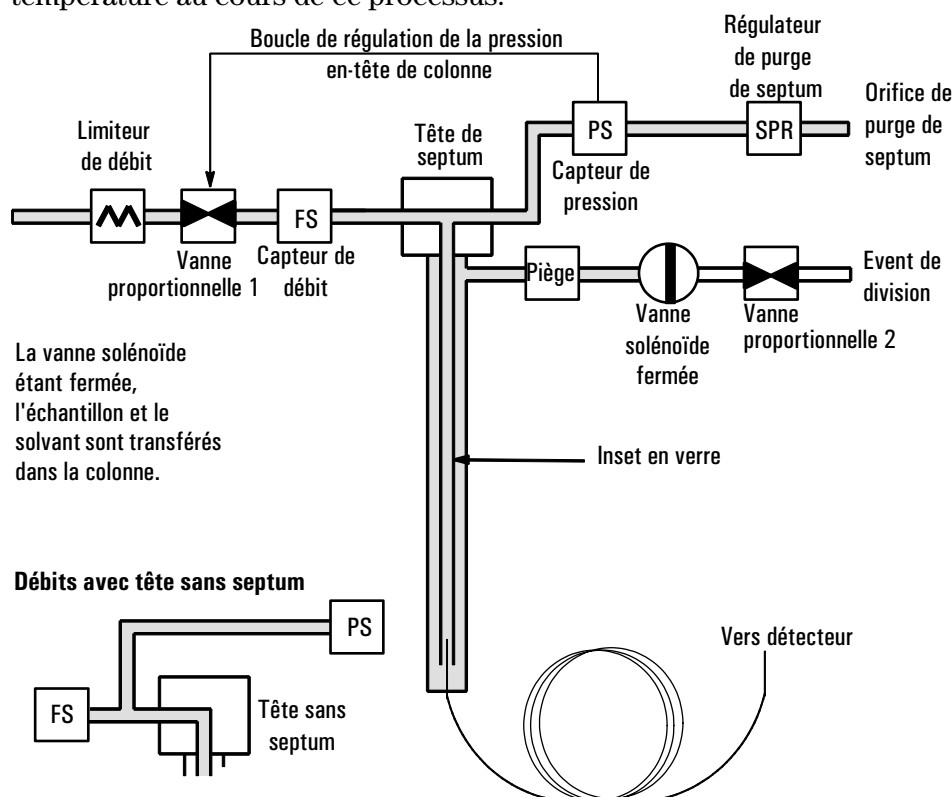


Figure 9. Etape 1. Injection de l'échantillon

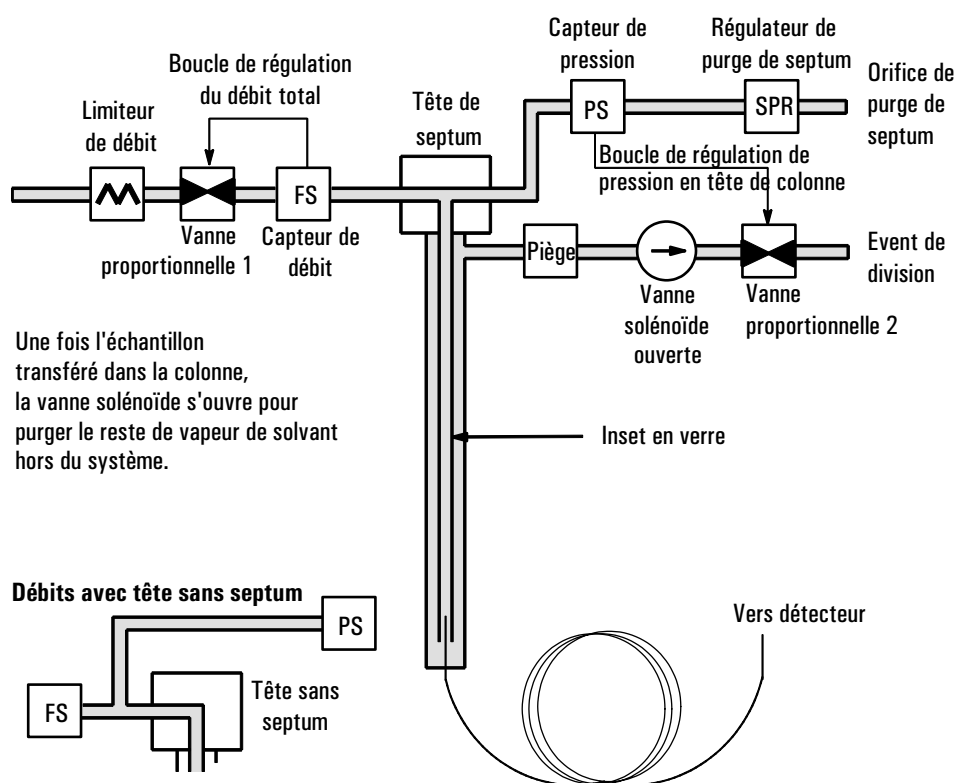


Figure 10. Etape 2. Purge

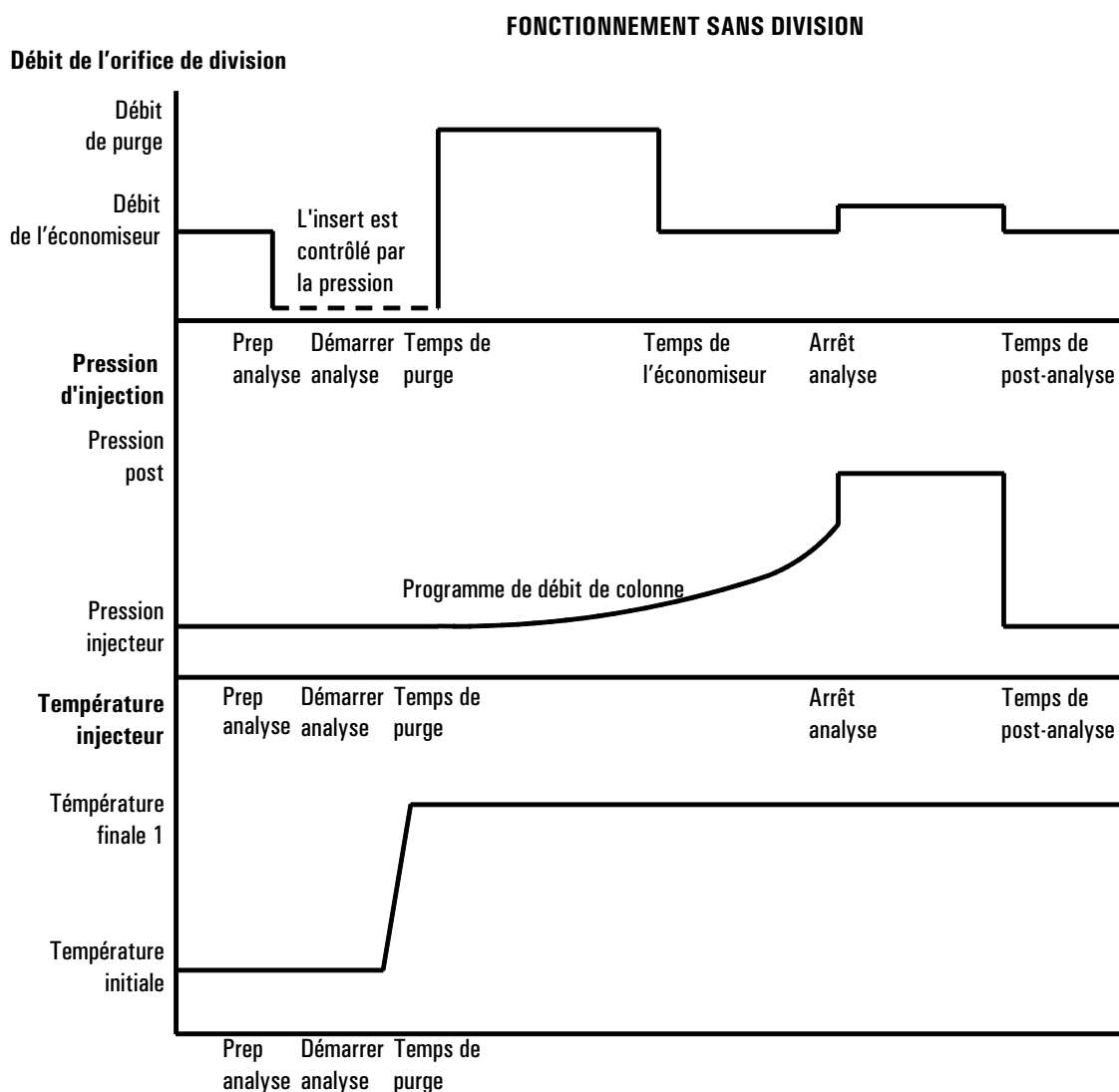


Figure 11. Débits, pressions et températures

Considérations de température

Introduction sans division à froid

Pour l'introduction sans division à froid, utilisez une température initiale d'injecteur inférieure au point d'ébullition normal du solvant. Pour la plupart des solvants, le lancement de la première rampe de température d'injecteur à 0,1 minute permet un transfert et une reproductibilité satisfaisants. Un débit de programme de 500 °C/min ou supérieur est approprié pour les analytes thermiquement stables. Une température finale de 350 °C, maintenue pendant 5 minutes, a permis de transférer quantitativement jusqu'à l'alcane C₄₄.

L'un des principaux avantages de la programmabilité de la température tient au fait que l'injecteur peut être chauffé doucement afin de transférer les analytes fragiles. Si la température initiale du four est suffisamment basse pour reconcentrer les analytes sur la colonne, la vitesse de chauffage de l'injecteur peut être ralentie (par exemple, 120 °C). Cela réduit la dégradation thermique à la sortie de l'injecteur et peut améliorer la forme du pic et la quantification.

Pour la plupart des applications sans division à froid, une seule rampe de température suffit. Les autres rampes peuvent être utilisées pour nettoyer l'insert ou pour réduire la température de l'injecteur afin de préparer l'injection suivante.

Introduction sans division à chaud

Pour l'introduction sans division à chaud, sélectionnez une température initiale suffisamment élevée pour volatiliser les analytes. Aucun paramètre de température supplémentaire n'est requis, car l'injecteur maintiendra le point de consigne pendant toute l'analyse.

En raison du petit volume de l'insert (environ 120 µL), le PTV ne peut pas contenir de vapeur résultant de l'injection de gros volumes de liquide. Les volumes d'injection supérieurs à 1 µL risquent de provoquer un débordement de vapeur de l'injecteur, entraînant des variations de l'analyse. L'introduction sans division à froid permet d'éviter ce problème.

Valeurs initiales

Une injection sans division réussie comporte les étapes suivantes :

1. Injectez l'échantillon et programmez la température de l'injecteur pour le vaporiser.
2. Utilisez un débit de colonne faible et une température de four basse pour créer une zone saturée de solvant en tête de colonne.

3. Utilisation de cette zone pour piéger et reconcentrer l'échantillon en tête de la colonne.
4. Attendez que la totalité, ou la plus grande partie, de l'échantillon ait été transférée dans la colonne. Puis ignorez la vapeur restant dans l'injecteur (essentiellement du solvant) en ouvrant une vanne de purge. Cette manoeuvre élimine la longue traîne de solvant que cette vapeur causerait dans le cas contraire.
5. Elevez la température du four pour analyser l'échantillon.

Une certaine expérimentation est nécessaire pour améliorer les conditions de fonctionnement. Le [Tableau 16](#) indique les valeurs initiales des paramètres principaux.

Tableau 16. Paramètres d'injection en mode sans division

Paramètre	Gamme de points de consigne autorisée	Valeur de départ suggérée
Température du four	Aucune cryo, t° ambiante + 10 °C à 350 °C, cryo CO ₂ , -30 °C à 350 °C	10 °C sous le point d'ébullition du solvant
Temps initial du four	0 à 999,9 minutes	≥ Début de la purge de l'injecteur
Début de la purge de l'injecteur	0 à 999,9 minutes	$\frac{\text{Volume de l'insert}^*}{\text{Débit de la colonne}} \times 5$
Temps de l'économiseur de gaz	0 à 999,9 minutes	Après le début de la purge
Débit de l'économiseur de gaz	15 à 1000 ml/min	15 ml/min supérieur au débit de colonne maximal
Température d'injection	Pas de cryo, t° du four + 10 °C à 375 °C Avec cryo CO ₂ , -30 °C à 350 °C	10 °C sous le point d'ébullition du solvant pendant 0,1 min, puis augmentez la rampe

* Le volume de l'insert est d'environ 120 µL

Pour utiliser le mode sans division avec la colonne définie

1. Vérifiez les points suivants :
 - la colonne est configurée (voir [Navigation entre les écrans](#) page 9 et [Configuration de la colonne](#) page 38)
 - le gaz vecteur est configuré (voir [Paramétrage de l'injecteur](#) page 84)
 - le programme de débit ou de pression, s'il est utilisé, est configuré (voir [Programmation du débit ou de la pression](#) page 43)

- Affichez l'écran suivant. Il varie en fonction de vos paramètres actuels.

Status / Settings / Inlet

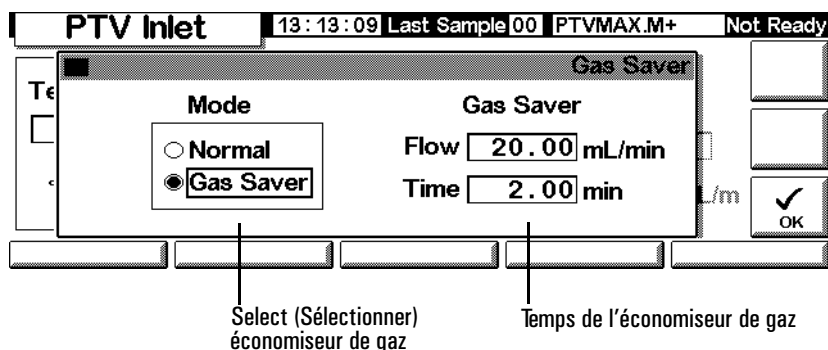
PTV Inlet		12:57:49 Last Sample 01 DEF_GC.M+ Ready	
Temp 47 °C	Pressure 0.36 0.35 psi	Total Flow 3.0 3.0 mL/m	
Inlet	Oven	Column	Detector Auxiliary

- Définissez la température de l'injecteur et les éventuelles rampes souhaitées.
- Définissez column ml/min.
- Appuyez sur More et sélectionnez Inlet Mode.
- Sélectionnez Splitless.

PTV Inlet		13:18:06 Last Sample 01 4+ Not Ready	
PTV Inlet Mode			
Mode ☐ Split ☒ Splitless ☐ Solvent Vent	Vent Settings Pressure 5.00 psi Flow 0.00 mL/min Vent End 5.00 min	Purge Flow Flow 0.00 mL/min Purge Start 0.00 min	OK

- Entrez un débit dans la colonne Flow et une heure de début de la purge dans Purge Start.
- Appuyez sur OK.

9. Activez l'économiseur de gaz, si vous le souhaitez, en appuyant sur More et en choisissant Gas Saver. Définissez Saver time (Temps d'économiseur) sur une heure postérieure à celle du début de la purge.

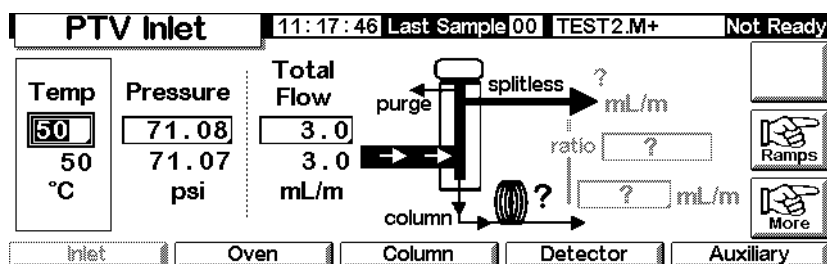


10. Appuyez sur OK.
11. Appuyez sur Prep Run (voir page 67) avant d'injecter manuellement un échantillon.

Pour utiliser le mode sans division avec la colonne non définie

1. Vérifiez les points suivants :
 - la colonne est configurée (voir [Navigation entre les écrans](#) page 9 et [Configuration de la colonne](#) page 38)
 - le gaz vecteur est configuré (voir [Paramétrage de l'injecteur](#) page 84)
 - le programme de débit ou de pression, s'il est utilisé, est configuré (voir [Programmation du débit ou de la pression](#) page 43)
 - l'injecteur est en mode sans division (voir [Configuration du mode de fonctionnement de l'injecteur](#) page 87)
2. Affichez l'écran suivant. Il varie en fonction de vos paramètres actuels.

Status / Settings / Inlet



3. Définissez la température de l'injecteur et les éventuelles rampes souhaitées.
4. Appuyez sur More et sélectionnez Inlet Mode.
5. Sélectionnez Splitless.

PTV Inlet		13:18:06	Last Sample 01	4+	Not Ready
PTV Inlet Mode					
Mode ☐ Split ☒ Splitless ☐ Solvent Vent	Vent Settings Pressure 5.00 psi Flow 0.00 mL/min Vent End 5.00 min	Purge Flow Flow 0.00 mL/min Purge Start 0.00 min			
					☒ OK

6. Entrez une heure de début de la purge dans Purge Start et un débit dans Flow. Appuyez sur OK.
7. Appuyez sur Prep Run (voir page 67) avant d'injecter manuellement un échantillon.

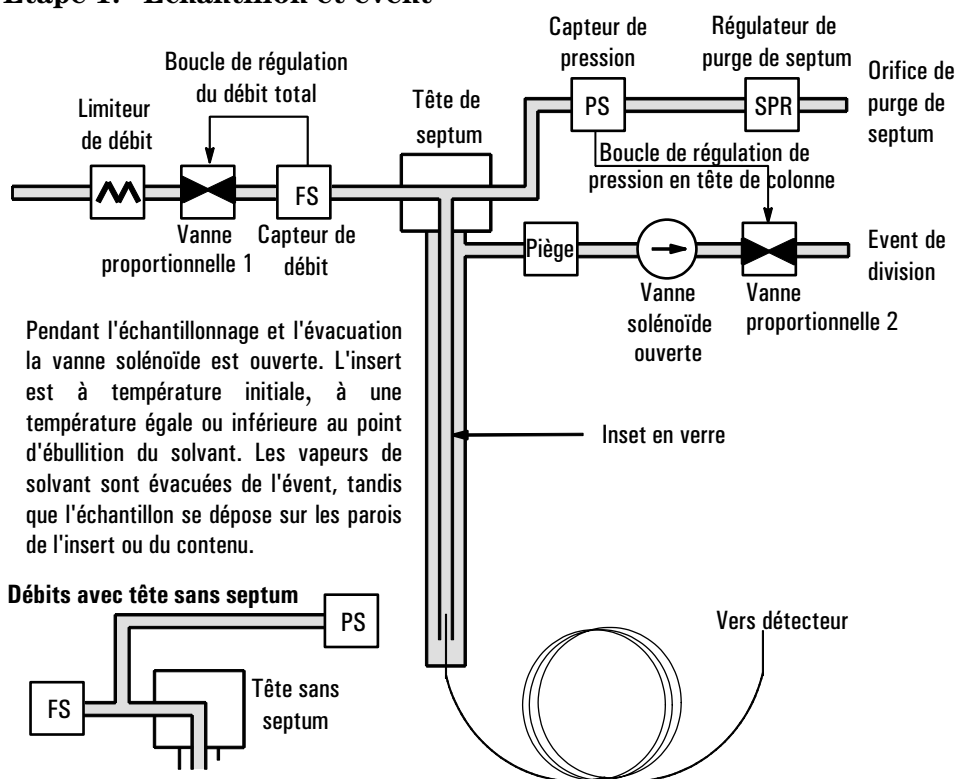
Mode élimination de solvant

Profil d'écoulement

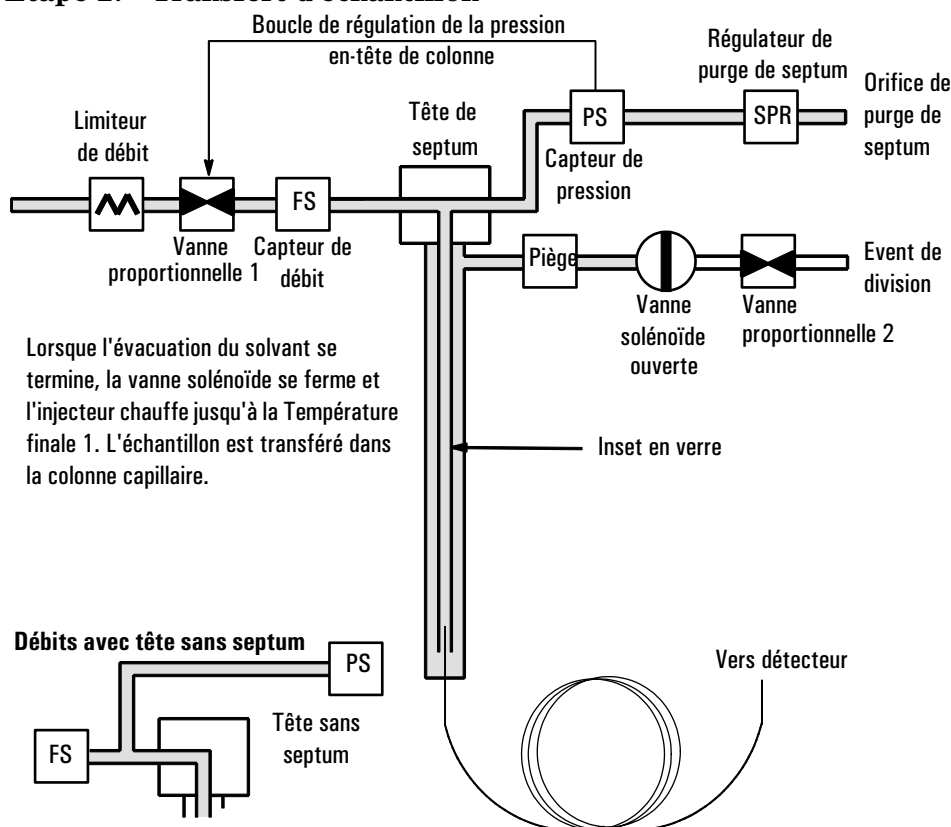
L'échantillon est injecté dans un injecteur froid. Si les conditions sont bien choisies et l'échantillon adéquat, les analytes se déposent dans l'insert de l'injecteur tandis que le solvant s'évapore et est évacué. Les injections volumineuses ou multiples peuvent être utilisées pour concentrer l'échantillon dans l'injecteur avant de le transférer dans la colonne à des fins d'analyse.

Le graphique ci-dessous présente les débits avec la tête de septum. Les débits avec tête sans septum sont identiques, si ce n'est que le débit de purge du septum contourne la tête (angle inférieur gauche).

Etape 1. Echantillon et évent



Etape 2. Transfert d'échantillon



Etape 3. Purge et nettoyage

La vanne solénoïde s'ouvre de nouveau et le système revient à la configuration de l'étape 1, avec des points de consigne différents. L'injecteur PTV est rincé. Des vitesses de rampe supplémentaires sont disponibles pour nettoyer l'injecteur par pyrolyse ou pour réduire la température de l'injecteur après le transfert de l'échantillon. Cela peut prolonger la vie de l'insert.

Considérations de température, de pression et de débit

Le mode élimination de solvant passe par trois états distincts de régulation des gaz : évacuation, transfert de l'échantillon et purge. La partie évacuation permet d'ajuster la pression de l'injecteur et le débit d'événement afin d'optimiser l'élimination du solvant. L'état de transfert reproduit le fonctionnement traditionnel sans division et transporte les analytes de l'insert vers la colonne. Le mode purge permet à l'utilisateur de préparer l'injecteur en vue de l'analyse suivante.

Une difficulté essentielle du mode élimination de solvant concerne la perte potentielle d'analytes volatils avec le solvant. Plusieurs solutions s'offrent à vous dans cette situation :

- Il est possible de placer dans l'insert un matériau plus absorbant, tel que le Tenax. Cela améliore considérablement la récupération des analytes volatils mais peut influencer sur la récupération de matériaux dont le point d'ébullition est plus élevé.
- Une partie du solvant peut rester dans l'insert lorsque le transfert de l'échantillon débute. Le solvant résiduel se comporte comme une phase stationnaire et conserve les matériaux volatils, mais cela implique un pic de solvant plus important.
- La température de l'injecteur peut être abaissée. Cela réduit la pression de la vapeur des analytes volatils et permet des récupérations plus importantes.

L'élimination du solvant peut être accélérée par :

- La réduction de la pression dans l'injecteur pendant l'introduction de l'échantillon — le paramètre *Pression d'évent*.
- L'augmentation du débit dans l'injecteur — le paramètre *Débit d'évent*.

Même si ces possibilités compliquent l'utilisation du PTV, elles offrent une flexibilité accrue et un nouveau potentiel pour résoudre les problèmes difficiles.

Séquence des opérations

Il s'agit des étapes d'une analyse type utilisant le mode élimination de solvant

Step (Incrément)	Paramètre	Value (Valeur)
1	Avant l'injection	Débit à l'évent avec division
		Débit de purge ou Débit économiseur
		Pression d'injection
		Dérivé du point de consigne de la colonne
Le système est au repos, le Débit de pression (ou Débit économiseur, s'il est activé) étant actif dans l'injecteur.		
2	Prep Run débute	Débit à l'évent avec division
		Point de consigne du débit d'évent
		Pression d'injection
		Point de consigne de la pression d'évent
Les points de consigne changent pour préparer l'injection. Lorsque le CPG est prêt, l'échantillon est injecté. Les temps initiaux de l'injecteur et du programme de température du four débutent. L'évacuation du solvant et la capture des analytes débutent.		
3	En fin de balayage	Débit à l'évent avec division
		Aucun, vanne solénoïde fermée
		Pression d'injection
		Point de consigne de la pression de colonne
Fin de l'élimination du solvant, le transfert des analytes débute tandis que l'injecteur chauffe.		
4	Au début de la purge	Débit à l'évent avec division
		Point de consigne du débit de purge
		Pression d'injection
		Point de consigne de la pression de colonne
Le transfert des analytes se termine, l'injecteur est purgé de la vapeur résiduelle. L'analyse débute.		
5	A Saver time (Temps d'économiseur)	Débit à l'évent avec division
		Point de consigne du débit économiseur
		Pression d'injection
		Point de consigne de la pression de colonne
L'analyse se termine, le débit de gaz vecteur est réduit pour économiser du gaz (si l'économiseur est activé).		

Certains éléments importants

- Le débit dans la colonne est régi par la pression régnant dans l'injecteur. Celle-ci est contrôlée, pendant la partie analyse du processus, par le point de consigne du débit ou de la pression ou par le programme entré *pour la colonne*.

- La fin de balayage et le début de la purge doivent survenir *avant* Saver time.
- La fin de balayage doit intervenir avant que l'injecteur ne commence à chauffer et ne libère les analytes.
- Le début de la purge doit survenir avant que le four ne commence à chauffer et à déplacer l'échantillon dans la colonne.

Chronologie

La durée augmente vers le bas ; toutes les autres quantités augmentent vers la droite. Le [Tableau 12](#) représente cette relation.

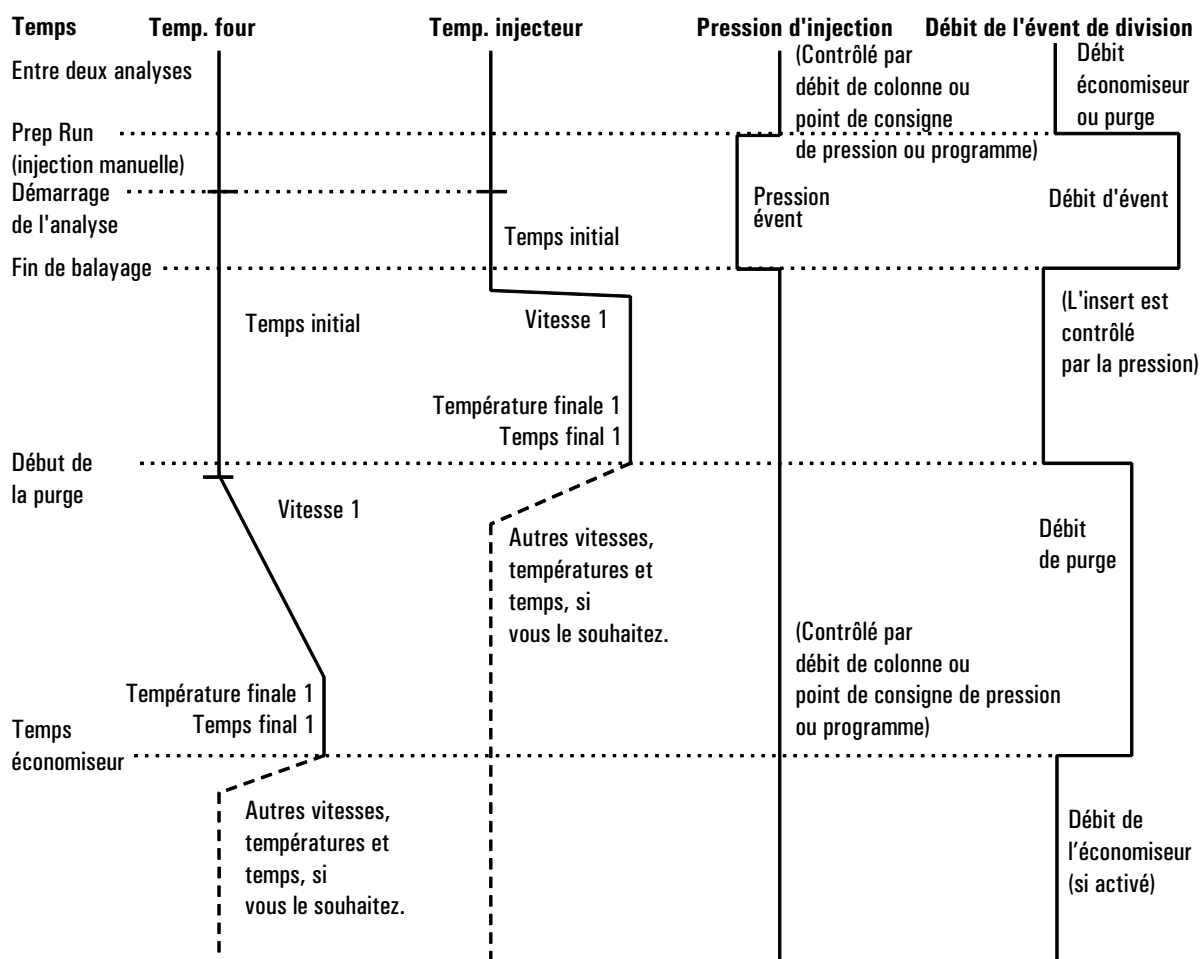


Figure 12. Relations chronologiques

Quand l'analyse débute-t-elle ?

Les programmes de température de l'injecteur et du four débutent à Start Run (Début de l'analyse). Tous les temps — notamment le début de la purge — sont mesurés à partir de Start Run. Quand le début de l'analyse survient-il ?

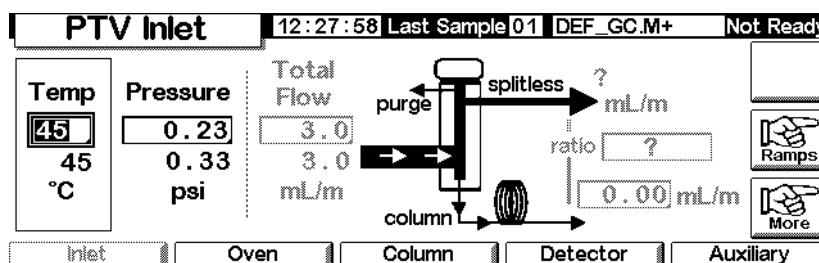
- Si l'échantillon est injecté manuellement, Start Run survient lorsque l'utilisateur appuie sur la touche Start Run.
- Si une seule injection par analyse est effectuée à l'aide d'un échantillonneur automatique, Start Run survient lorsque le porte-seringue se déplace vers le bas pour faire l'injection.
- Si plusieurs injections sont effectuées par analyse à l'aide d'un échantillonneur automatique, Start Run survient lorsque le porte-seringue se déplace vers le bas pour faire la première injection de la série. Il n'y a pas de Start Runs pour les autres injections de la série.

Ces injections supplémentaires prennent du temps. Pour en tenir compte, ajustez les programmes de température de l'injecteur et du four (principalement les valeurs de Start Time (Heure de début) des rampes). De même, vous devez ajuster les différentes valeurs de temps qui régissent le fonctionnement de l'injecteur. Cette question est abordée plus en détail dans la section [Grand volume d'injection](#) page 117.

Pour utiliser le mode élimination de solvant avec la colonne définie

1. Vérifiez les points suivants :
 - la colonne est configurée (voir [Navigation entre les écrans](#) page 9 et [Configuration de la colonne](#) page 38)
 - le gaz vecteur est configuré (voir [Paramétrage de l'injecteur](#) page 84)
 - le programme de débit ou de pression, s'il est utilisé, est configuré (voir [Programmation du débit ou de la pression](#) page 43)
2. Affichez l'écran suivant. Il varie en fonction de vos paramètres actuels.

Status / Settings / Inlet



3. Appuyez sur More. Sélectionnez le mode d'injection dans Inlet Mode.
 - a. Sélectionnez Solvent vent comme Mode.

- b. Entrez la pression d'évent dans Pressure et le débit d'évent dans Flow, ainsi que la fin de balayage dans Vent End. Vent End (Fin de balayage) doit être défini sur une heure antérieure à l'heure de début de toute rampe.
 - c. Entrez l'heure de début de la purge dans Purge Start et le débit dans Flow. Appuyez sur OK.
 - d. Définissez la température de l'injecteur et les rampes souhaitées.
 - e. Le cas échéant, activez Gas saver (Economiseur de gaz) et appuyez sur OK. Assurez-vous que l'heure est réglée sur une heure *postérieure* à Purge Start.

4. Appuyez sur Prep Run (voir page 67) avant d'injecter manuellement un échantillon.

Pour utiliser le mode élimination de solvant avec la colonne non définie

1. Vérifiez les points suivants :
 - la colonne n'est pas configurée (voir [Navigation entre les écrans](#) page 9 et [Configuration de la colonne](#) page 38)
 - le gaz vecteur est configuré (voir [Paramétrage de l'injecteur](#) page 84)
 - le programme de débit ou de pression, s'il est utilisé, est configuré (voir [Programmation du débit ou de la pression](#) page 43)

2. Affichez l'écran suivant. Il varie en fonction de vos paramètres actuels.

Status / Settings / Inlet

3. Appuyez sur More. Sélectionnez le mode d'injection dans Inlet Mode.
a. Sélectionnez Solvent vent comme Mode.

- b. Entrez une pression d'évent dans Pressure et une fin de balayage dans Vent End. Vent End (Fin de balayage) doit être défini sur une heure antérieure à l'heure de début de toute rampe.
c. Entrez une heure dans Purge Start (Début de la purge). Appuyez sur OK.
d. Définissez la température de l'injecteur et les rampes souhaitées.
4. Appuyez sur Prep Run (voir page 67) avant d'injecter manuellement un échantillon.

Grand volume d'injection

Cette fonction requiert un injecteur G2613A ou G2880A. Elle nécessite également un système de données Agilent :

- GC ChemStation (version A.10.01 ou supérieure avec le correctif 6850)
- Certy Chemical (version 4.07 ou ultérieure).

La plupart des injecteurs/vaporisateurs sont conçus pour les injections de 1 à 5 µL de liquide. En cas d'injection plus importante, le nuage de vapeur formé lorsque l'échantillon se vaporise risque de déborder de l'injecteur et de dégrader la chromatographie. Le [Tableau 17](#) répertorie les capacités nominales de contenance de l'insert.

Tableau 17. Capacités de l'insert

Insert	Capacité liquide nominale	Inertie
Chambre ouverte	5 µL	Haut
Garni de laine de verre	25 µL	Inférieur, en raison de la superficie plus importante

En mode élimination de solvant, les analytes sont thermiquement pris au piège dans l'insert tandis que le solvant est évacué. Une fois le solvant éliminé, le volume de l'insert peut être utilisé pour une autre injection. L'injection peut être répétée plusieurs fois pour concentrer les analytes provenant d'un échantillon volumineux. Après l'injection et l'élimination du solvant, les analytes sont transférés dans la colonne. Cela peut éliminer le besoin de concentration hors ligne et minimiser la perte d'échantillon.

Les paramètres de contrôle que vous spécifiez sont les suivants :

- Le volume total de la seringue (0,1 à 100 µL; la valeur par défaut étant 10 µL).
- En cas d'injections multiples, il émet une commande Start Run uniquement à la première injection. En cas d'injection unique, il émet une commande Start Run pour chaque analyse.
- La quantité à injecter, spécifiée comme le produit de *X* (quantité à injecter en µL) et *Y* (nombre d'injections à effectuer). (*X* : 0,1 à 0,5 multiplié par le volume de la seringue ; *Y* : 1 à 100; les valeurs par défaut étant 0,1 x volume de la seringue (pour *X*) et 1 (pour *Y*)).
- Le temps de pause, en secondes, entre deux injections. Il est ajouté au temps de cycle matériel minimum (0 à 100; la valeur par défaut étant 0).
- Le nombre de rinçages au solvant et/ou à l'échantillon requis pour la seringue *avant la première injection*. Aucun rinçage n'est effectué avant le reste des injections en cas d'injections multiples (0 à 15, la valeur par défaut étant 0).
- Le nombre de rinçages requis de la seringue au solvant *après la dernière injection*. Aucun rinçage n'est effectué après le reste des injections en cas de série d'injections multiples (de 0 à 15, la valeur par défaut étant 0).

- Le nombre de pompages du plongeur de la seringue avant l'aspiration de l'échantillon mesuré. Les pompages sont effectués uniquement avant la première injection dans une série d'injections multiples (de 0 à 15 ; la valeur par défaut étant 0).

Valeurs calculées

Le logiciel calcule et affiche :

- Produit de X (Volume par injection) et Y (Injections par analyse).
- La durée totale approximative, en minutes, nécessaire pour effectuer une série d'injections multiples en fonction des paramètres entrés et du temps de cycle mécanique de l'échantillonneur ; comprend le délai entre deux injections, les temps de maintien avant et après les injections et les temporisations de viscosité.

Un exemple

Ces valeurs ont été utilisées pour un échantillon présentant une large gamme de points d'ébullition.

Paramètres généraux

Nom	Value (Valeur)
Echantillon	Hydrocarbures C ₁₀ à C ₄₄ dans l'hexane
Mode	Elimination de solvant
Insert de l'injecteur PTV	Garni de laine de verre
Volume d'injection	Une injection de 10.0 µL (seringue de 25 µL)
Vitesse d'injection	Rapide
Colonne	30 m x 320 µm x 0.25 µm HP5, p/n 19091J-413E
Débit de la colonne	Débit constant de 4 ml/min

Paramètres injecteur

Nom	Value (Valeur)	Nom	Value (Valeur)
Température initiale	40 °C	Vitesse 2 (désactivée)	
Temps initial	0,3 min	Pression	15,6 psig
Vitesse 1	720 °C/min	Pression de balayage	0,0 psig
Température finale 1	375 °C	Débit d'évent	100 ml/min
Temps final 1	5 min.	Fin de balayage	0,2 min
Vitesse 2	100 °C/min	Début de la purge	2,0 min
Température finale 2	250 °C	Débit de purge	50 ml/min
Temps final 2	0 min		

Paramètres four

Nom	Value (Valeur)
Température initiale	40 °C
Temps initial	2,5 min
Vitesse 1	25 °C/min
Température finale 1	320 °C
Temps final 1	10,0 min
Vitesse 2 (désactivée)	

Paramètres détecteur

Nom	Value (Valeur)
Détecteur	FID
Temp. détecteur	400 °C
Débit d'hydrogène	40 ml/min
Débit d'air	450 ml/min
Débit de gaz d'appoint (N ₂)	45 ml/min

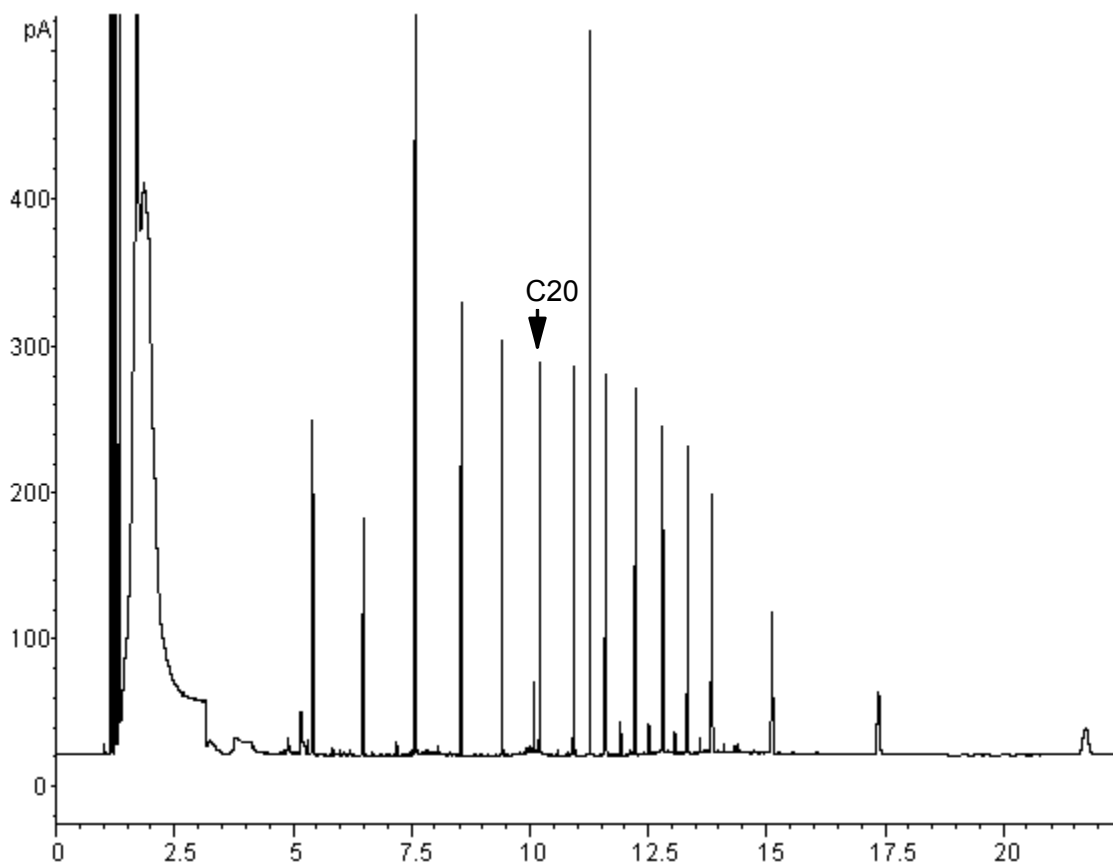


Figure 13. Chromatogramme d'une injection de 10 μ L

Les résultats présentés dans la [Figure 13](#) ont été comparés à une analyse sans division du même échantillon, qui devrait produire une récupération de 100 % de l'ensemble des analytes. Les données indiquaient que, dans ces conditions, les composés supérieurs à C₂₀ étaient intégralement récupérés et que la récupération était indépendante de la taille de l'injection ; les composants inférieurs à C₂₀ étaient partiellement évacués avec le solvant.

Ajustements possibles

Selon ce que vous essayez de réaliser, un certain nombre d'ajustements sont à votre disposition.

Pour éliminer plus de solvant :

- Augmentez les valeurs de Vent End, du temps initial dans l'injecteur et de Purge Start. Cela n'affectera pas les analytes qui sont quantitativement pris au piège, mais éliminera une plus grande partie du pic de solvant.
- Augmentez le débit d'évent pour balayer l'insert plus rapidement en utilisant le même temps. L'augmentation du débit d'évent élève la température de l'évent si elle est réglée sur 0. Cela envoie davantage de solvant sur la colonne.
- Elevez la température d'injection initiale afin de vaporiser davantage de solvant et d'en éliminer davantage également. Cette opération a également pour effet d'accroître la perte d'analytes volatils, car leur pression de vapeur augmente elle aussi.

Pour améliorer la récupération des analytes à point d'ébullition bas

- Réduisez la température de l'injecteur pour abaisser la pression de vapeur des analytes et les prendre au piège plus efficacement. Cela réduit également la pression de vapeur du solvant et il faudra plus de temps pour l'éliminer.
- Utilisez une garniture plus absorbante dans l'insert. Les matériaux tels que le Tenax permettent une récupération plus importante des analytes volatils mais risquent de ne pas libérer les composés dont le point d'ébullition est plus élevé. Il faut tenir compte de cet élément si vous souhaitez obtenir une quantification de ces pics à point d'ébullition élevé.
- Laissez davantage de solvant dans l'insert. Le solvant se comporte comme une pseudo-phase stationnaire et permet de conserver les analytes volatils. Il doit être équilibré par rapport à la tolérance au solvant du détecteur.

Exemple — suite

L'exemple d'injection simple présenté dans les dernières pages indique clairement qu'une injection de 10 µL ne surcharge pas l'insert garni de laine de verre. Cela signifie qu'il est possible d'effectuer de multiples injections de 10-µL.

Il a été décidé d'effectuer 10 injections par analyse, le volume de chaque injection étant de 10 µL. Cela augmenterait considérablement la sensibilité de l'analyse. Aucun ajustement n'a été fait pour améliorer la récupération des

éléments à point d'ébullition bas, car l'objectif de cette analyse était de détecter et de mesurer les composants à point d'ébullition élevé.

La ChemStation a estimé que 10 injections demanderaient en tout 1,3 minute. Les modifications chronologiques suivantes ont été effectuées :

Paramètre	Augmenté de	à
Temps d'injection initial	0,3 minute	1,6 minutes
Fin de balayage	0,2 minute	1,5 minutes
Début de la purge	2,0 minutes	3,0 minutes
Temps initial du four	2,5 minutes	3,0 minutes

Le résultat est présenté dans la [Figure 14](#).

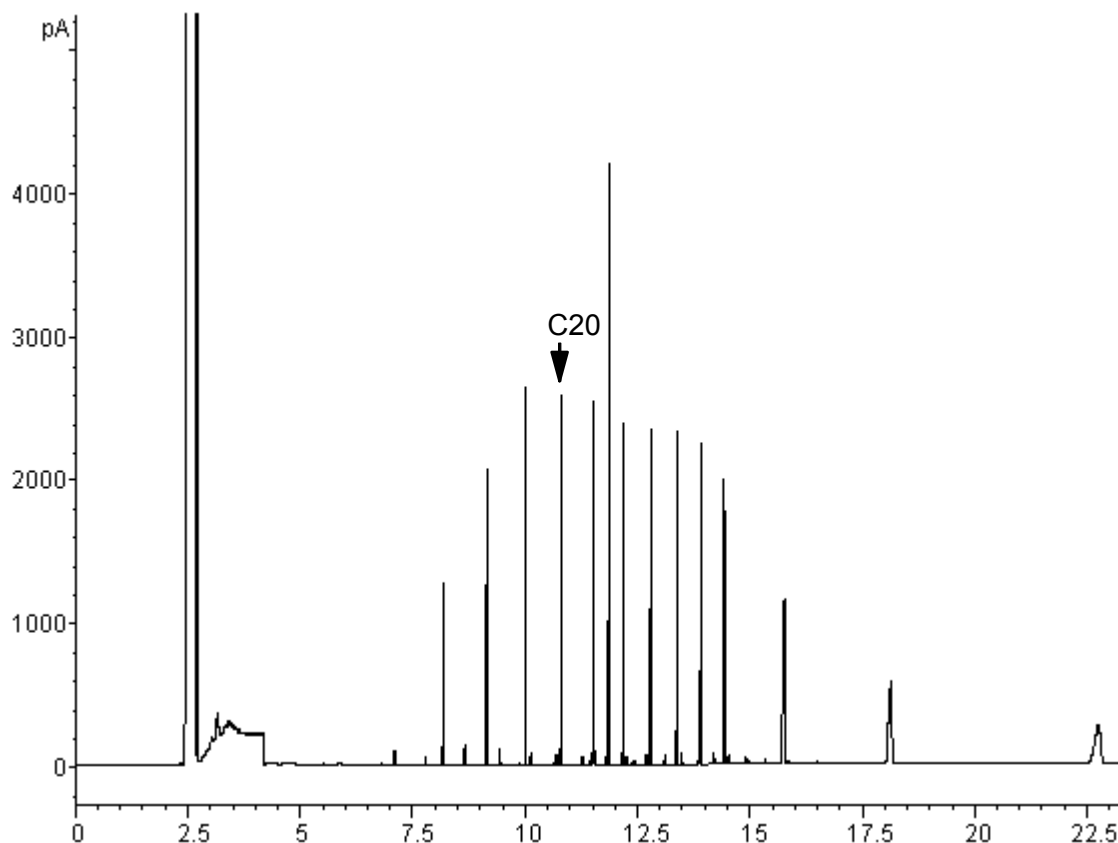


Figure 14. Chromatogramme d'injections de 10 µL

Injection à froid en tête de colonne

Utilisation de l'injecteur à froid en tête de colonne

Avertissement Ce type d'injection consiste à introduire l'échantillon liquide directement dans une colonne capillaire. Pour cela, l'injecteur et le four doivent être froids au moment de l'injection, au point d'ébullition du solvant ou à une température inférieure. Le fait que l'échantillon ne se vaporise pas immédiatement dans l'injecteur réduit les problèmes de discrimination et d'altération des échantillons. Si l'opération est effectuée correctement, l'injection à froid en tête de colonne offre également des résultats précis et exacts.

Vous pouvez utiliser l'injecteur en mode suivi de la température du four, dans lequel la température de l'injecteur suit celle du four de la colonne ; vous pouvez aussi programmer jusqu'à trois rampes de température. A cela s'ajoute une option de refroidissement cryogénique utilisant du CO₂ liquide pour atteindre des températures sub-ambiantes.

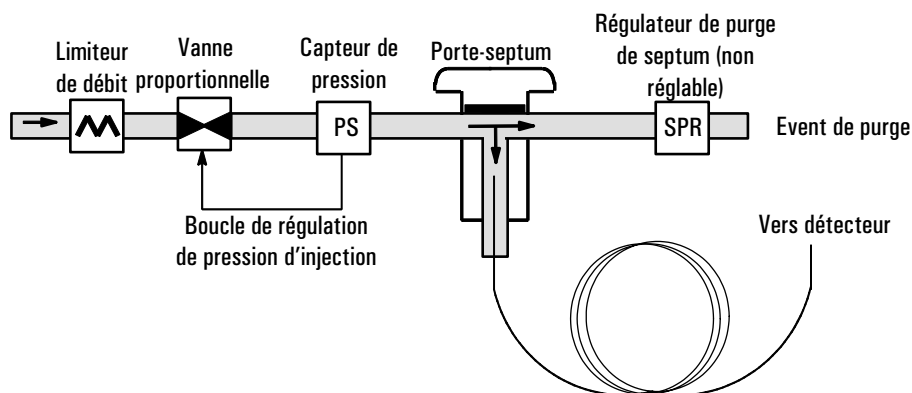


Figure 15. Injecteur capillaire à froid en tête de colonne avec EPC

Température d'injection

Fonctionnement cryogénique avec refroidissement rapide (en option)

Le "fonctionnement cryogénique avec refroidissement rapide" ou "Cryo. rapide" raccourcit la durée du cycle entre les analyses. Si vous disposez d'une vanne cryogénique au CO₂ et de la fonction Cryo. rapide, vous pouvez refroidir l'injecteur jusqu'à -17 °C en mode suivi de la température du four et jusqu'à -20 °C dans les modes de programmation de température.

Mode suivi de la température du four

En mode Suivi de la température du four, la température de l'injecteur reste supérieure de 3 °C à la température du four pendant toute la durée du programme du four. Vous ne pouvez pas entrer de point de consigne de températures : il est défini automatiquement. Si vous disposez de la fonction Cryo. rapide, l'injecteur suivra la température du four jusqu'à -17 °C ; sans la Cryo. rapide, la limite inférieure est définie par la température ambiante.

Mode programmation de la température

Dans ce mode, vous pouvez entrer jusqu'à trois rampes de température afin que l'injecteur et le four fonctionnent indépendamment.

A ces températures très basses du four, la température de l'injecteur doit être supérieure d'au moins 20 °C à celle du four. Cela sera largement suffisant pour la focalisation du solvant.

En cas de températures supérieures à la température ambiante, la température de l'injecteur doit toujours être supérieure d'au moins 3 °C à celle du four pour permettre un bon contrôle de la température de l'injecteur.

Le programme de température du four contrôle l'analyse. S'il est plus long que le programme de température de l'injecteur, ce dernier reste à sa température finale jusqu'à la fin du programme du four (et de l'analyse).

Plages de points de consigne

Le tableau ci-dessous répertorie les plages de points de consigne pour les paramètres de l'injecteur.

Température	Plage de points de consigne autorisée
Asservi au four	3 °C supérieure à la température du four jusqu'à 375 °C au maximum. Si vous disposez de la fonction Cryo. rapide, l'injecteur peut maintenir des températures allant jusqu'à -17° C, même si les points de consigne autorisés pour le four sont de -60 °C.
Programmation de température sans cryo. rapide	Température ambiante jusqu'à 375 °C
Programmation de température avec cryo. rapide	-20 °C jusqu'à 375 °C

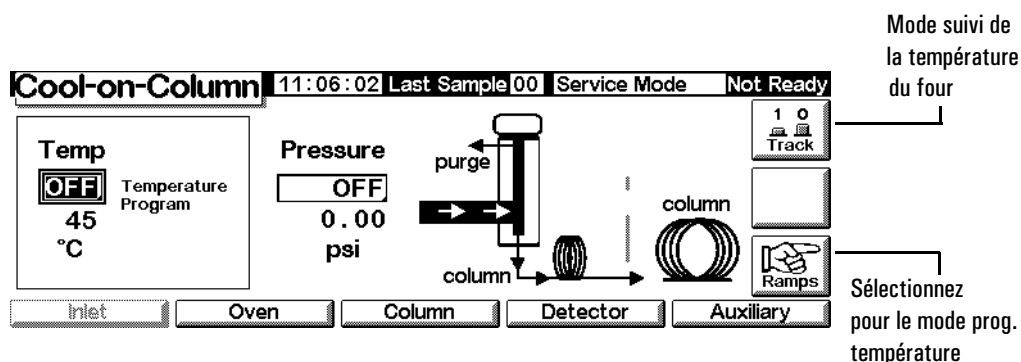
Utilisation de l'injecteur à froid en tête de colonne

Vérifiez qu'une colonne ainsi qu'un insert approprié et un écrou de septum ou une tour de refroidissement sont installés. Assurez-vous que vous utilisez une aiguille qui s'adapte à la colonne.

1. Vérifiez que la colonne, le gaz vecteur et le programme de débit ou de pression (s'il existe) sont configurés correctement. Consultez la section [Contrôle des débits et des pressions](#) page 35.

La pression peut être définie à partir de la colonne ou du tableau de l'injecteur. En mode débit constant ou rampe de débit, la pression est déterminée en fonction des besoins de débit. Il est préférable de définir uniquement le débit.

2. Appuyez sur Inlet.



3. Choisissez le mode de température
 - Appuyez sur **Track** pour utiliser le mode suivi de la température du four.
 - Appuyez sur **Ramps** pour définir les rampes de température. La programmation des rampes est similaire à celle des rampes du four. Consultez la section [Programmation de la température](#) page 156.
4. Entrez la température initiale (programmation de température uniquement).
5. Entrez la pression d'injecteur ou la valeur de débit souhaitée.
6. Injectez un échantillon.

Détecteur à conductivité thermique

Utilisation de l'hydrogène

Avertissement Si vous utilisez l'hydrogène (H₂) comme gaz vecteur ou comme gaz combustible, l'introduction d'hydrogène dans le four expose à un risque d'explosion. Avant d'ouvrir l'alimentation en hydrogène, assurez-vous que tous les branchements ont été effectués. Assurez-vous que les raccords d'entrée et de sortie de colonne sont soit connectés à une colonne, soit obturés quand l'instrument est alimenté en hydrogène.

Avertissement L'hydrogène est inflammable. Toute fuite d'hydrogène confinée dans un espace fermé peut entraîner des risques d'incendie ou d'explosion. Chaque fois que vous utilisez de l'hydrogène, vérifiez l'étanchéité des raccords, des canalisations et des vannes avant d'utiliser l'instrument. Avant toute intervention sur l'instrument, coupez toujours l'alimentation en hydrogène à la source.

Conditions d'utilisation

Le détecteur ne fonctionnera pas si :

- le filament est cassé ou en court-circuit ;
- le débit du gaz de référence est réglé à moins de 5 ml/min.

Paramètres du TCD

Utilisez le même gaz comme gaz de référence, comme gaz d'appoint et comme gaz vecteur. Configurez votre injecteur et votre détecteur en conséquence. Le [Tableau 19](#) indique le débit de gaz maximum.

Utilisez le [Tableau 18](#) pour sélectionner les températures et les débits pour le TCD. La [Figure 16](#) et la [Figure 17](#) permettent de déterminer les pressions de source minimales.

Tableau 18. Débits et températures recommandés

Type de gaz	Plage de débits
Gaz vecteur (hydrogène, hélium, azote)	Colonne remplie : 10–60 ml/min Colonne capillaire : 1–5 ml/min
Référence (même type de gaz que le gaz vecteur)	15–60 ml/min Voir Figure 16 pour sélectionner une valeur
Gaz d'appoint pour capillaire (même type de gaz que le gaz vecteur)	Colonne remplie : 2–3 ml/min Colonne capillaire : 5–15 ml/min

Température du détecteur
Si < 150 °C, le filament ne peut pas être activé.
La température du détecteur doit être supérieure de 30 °C à 50 °C à la plus haute température de rampe du four.

Tableau 19. Débits de gaz maximum

Gaz	Débit maximal, ml/min	
	Gaz de référence	Gaz d'appoint
Azote	100	12
Hélium	100	12
Hydrogène	100	12
Argon	100	12

Utilisez la [Figure 16](#) pour choisir une valeur pour le débit du gaz vecteur de référence pour les colonnes capillaires et remplies. Tout rapport dans la limite de $\pm 0,25$ de celui du graphique, convient. Par exemple, pour une colonne combinée et un gaz d'appoint de 30 ml/min, le débit du gaz de référence devrait être de 1,5 à 2 fois plus élevé, soit 45 à 60 ml/min.

En cas d'utilisation de colonnes remplies, nous recommandons un faible débit de gaz d'appoint (2 à 3 ml/min) pour obtenir la meilleure forme de pic.

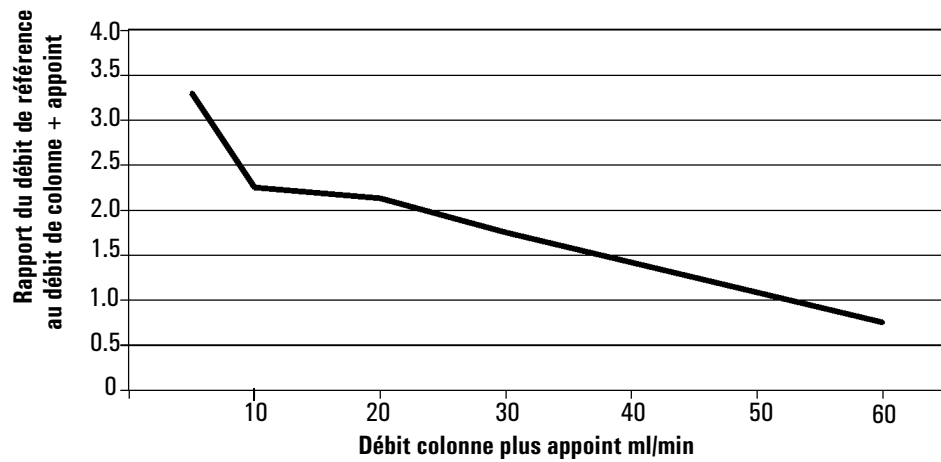
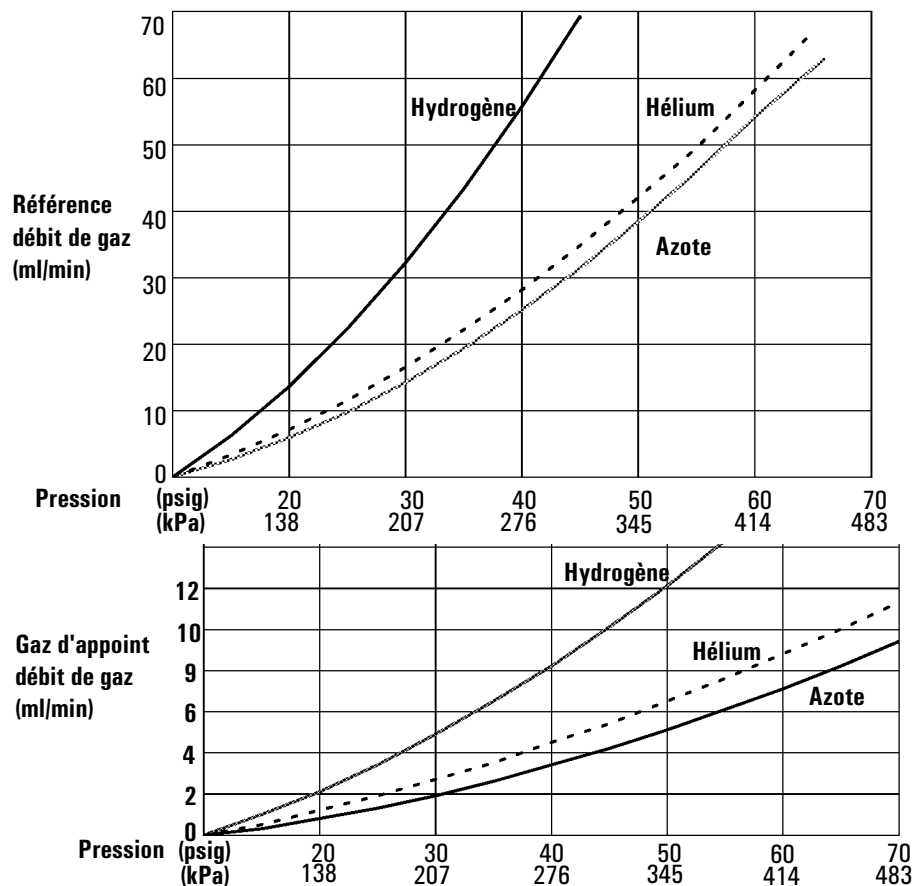


Figure 16. Sélection du débit de gaz de référence



* Les pressions tiennent compte de la chute de pression dans le module de régulation des gaz.

Figure 17. Relations pression/débit types du gaz vecteur, d'appoint et de référence à 25 °C et à une pression atmosphérique de 1

Gaz d'appoint

Le gaz d'appoint pénètre dans le détecteur près de l'extrémité de la colonne. Il accélère le passage de l'échantillon pour que la séparation réalisée par la colonne ne soit pas perdue à l'occasion d'une recombinaison dans le détecteur. Le gaz d'appoint n'est pas nécessaire pour les colonnes remplies.

Si la colonne capillaire est *non définie (not configured)*, le débit du gaz d'appoint est constant. Voir [Configuration de la colonne](#) page 38 pour la manière de définir une colonne.

Si la colonne capillaire est *définie (configured)*, vous avez le choix entre deux modes de gaz d'appoint.

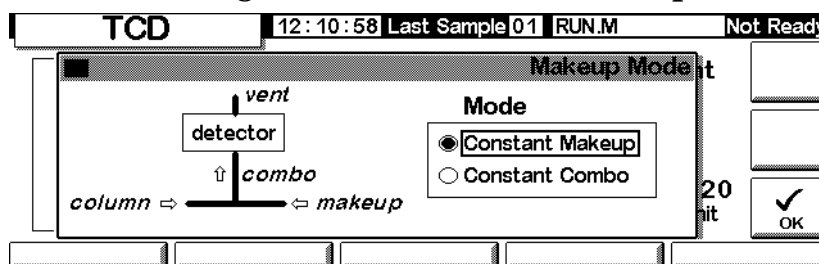
Pour sélectionner le mode de gaz d'appoint

Le mode Constant Makeup donne un débit constant de gaz d'appoint vers le détecteur.

Le mode Constant Combo donne un débit variable de gaz d'appoint vers le détecteur. Lorsque le débit de la colonne change, le débit d'appoint change également de façon à assurer un débit combiné constant vers le détecteur.

Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Detector / More / Makeup Mode / Enter



Sélectionnez un mode de gaz d'appoint et appuyez sur OK.

Status / Settings / Detector

TCD					12:11:20 Last Sample 01 RUN.M+	Not Ready
Temp 300 300 °C	Reference 30.0 30.0 mL/min	Constant Makeup 2.0 2.0 mL/min	Gas ☒ He ☐ H2 ☐ N2	Filament ON	Output 12.20 25uV /unit	1 0 Filament More
Inlet	Oven	Column	Detector	Auxiliary		

Débit de gaz d'appoint

Pour définir le débit de gaz d'appoint

L'écran propre au détecteur reflète maintenant le mode de gaz d'appoint que vous avez choisi. Entrez soit le débit Constant Makeup, soit le débit Constant Combo.

Polarité

Lorsque l'on tente de doser l'hélium et l'hydrogène en utilisant l'azote ou l'argon comme gaz vecteur, on obtient des pics négatifs. Certains CPG peuvent intégrer des pics négatifs mais il vaut mieux inverser cette partie du signal et traiter les pics positifs résultants.

La version du signal est généralement réalisée au moyen d'un événement dans la table de chronoprogrammation (voir [Tableau d'analyse](#) page 58), mais cette opération peut être effectuée manuellement comme indiqué ci-après.

Pour inverser le signal du détecteur

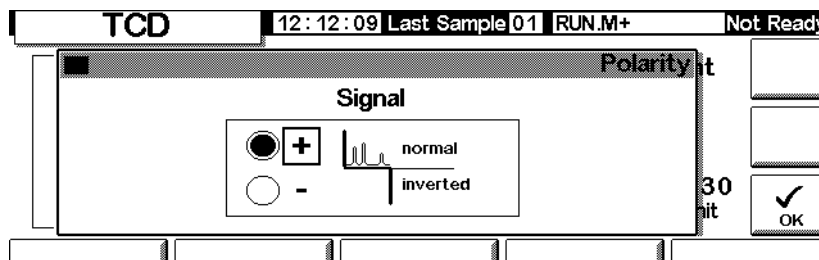
1. Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Detector / More / Polarity

TCD					12:12:02 Last Sample 01 RUN.M+	Not Ready
Temp 300 300 °C	Reference 30.0 30.0 mL/min	Constant Makeup 2.0 2.0 mL/min	Gas ☒ H ☐ H ☐ N	Filament ON	1 0 Filament	More
Inlet	Oven	Column	Detector	Auxiliary		

2. Appuyez sur Enter pour afficher l'écran suivant :

Status / Settings / Detector / More / Polarity / Enter



3. Sélectionnez normal ou inverted (signal normal ou inversé).

Recherche d'hydrogène

L'hydrogène est le seul élément dont la conductivité thermique est supérieure à celle de l'hélium, et de petites quantités d'hydrogène (< 20 %) dans l'hélium à des températures modérées ont une conductivité thermique inférieure à celle de l'une ou l'autre des composantes prises isolément. Si vous utilisez l'hélium comme gaz vecteur, un pic d'hydrogène peut apparaître comme un pic positif, négatif ou divisé.

Il existe deux solutions à ce problème :

- Utiliser de l'azote ou de l'argon comme gaz vecteur. Cela supprime les problèmes inhérents à l'utilisation de l'hélium comme gaz vecteur mais réduit la sensibilité vis-à-vis des éléments autres que l'hydrogène.
- Faire fonctionner le détecteur à une température plus élevée (de 200 °C à 300 °C).

Pour déterminer une température de fonctionnement convenable pour le détecteur, analysez une gamme connue de concentrations d'hydrogène, en augmentant la température du détecteur jusqu'à ce que le pic d'hydrogène ait une forme normale et soit toujours orienté dans le même sens (négatif par rapport à la réponse pour l'air ou le propane) pour toutes les concentrations.

Comme les pics d'hydrogène sont négatifs, vous devez utiliser l'inversion du signal à des instants appropriés de l'analyse.

Sélection du signal

Plusieurs types de signaux peuvent être sélectionnés comme signal de sortie. Le type de signal sélectionné est disponible sur le connecteur SIG du panneau arrière et peut être traité par un intégrateur, un enregistreur graphique ou un

autre appareil externe. Le signal sélectionné est également disponible sous forme numérique sur le connecteur RS-232 et sur la carte de communication LAN optionnelle.

Pour sélectionner le signal de sortie

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Detector / More / Signal

TCD 12:12:43 Last Sample 01 RUN.M+ Not Ready

Temp 300 300 °C

Reference 30.0 30.0 mL/min

Constant Makeup 2.0 2.0 mL/min

Gas ☒ H ☐ H ☐ N

Filament ON

1 Polarity

2 Makeup Mode

3 Signal

4 Analog Output

Inlet Oven Column Detector Auxiliary

2. Appuyez sur Enter pour afficher l'écran suivant :

Status / Settings / Detector / More / Signal / Enter

TCD 13:34:16 Last Sample 00 Default+ Not Ready

Signal

☒ Detector

☐ Column Comp

☐ Detector-Column Comp

☐ Test Chromatogram

☐ Other

Zero 0.0

Signal 0.00

PW 0.01 min 20 Hz

ZERO

OK

3. Sélectionnez l'un des quatre signaux de la liste.
 - *Detector* — le signal brut produit par le détecteur.
 - *Column Comp* — le profil de compensation de colonne enregistré pour ce détecteur.
 - *Detector - Column Comp* — le résultat de la soustraction du profil de compensation de colonne du signal de détecteur.
 - *Test Chromatogram* — un chromatogramme de test stocké dans l'instrument. Il permet de tester d'une façon reproductible un appareil de traitement de signal externe.

D'autres types de signaux peuvent être sélectionnés à l'aide de la ChemStation ou de Certy Chemical.

Pour mettre le signal à zéro

- Entrez une valeur dans le champ Zero. Cette valeur sera soustraite de toutes les futures valeurs de signal.
- OU
- Laissez le champ Zero vide, puis appuyez sur la touche Zero. Le CPG enregistre la valeur actuelle du signal et la soustrait de toutes les valeurs futures du signal.

Fenêtre de largeur de pic

Cette fenêtre affiche la vitesse de données du signal numérique.

Sortie analogique

Pour mettre un signal à l'échelle afin de l'adapter à un enregistreur graphique :

- Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Detector / More / Analog Output

The screenshot shows the 'Status / Settings / Detector / More / Analog Output' screen. The top status bar displays 'TCD', '12:13:17', 'Last Sample 01', 'RUN.M+', and 'Not Ready'. The main area contains several fields: 'Temp' (300.0 °C), 'Reference' (30.0 mL/min), 'Constant Makeup' (2.0 mL/min), 'Gas' (H2), and 'Filament' (ON). A menu is open over the 'Analog Output' option, showing '1 Polarity', '2 Makeup Mode', '3 Signal', and '4 Analog Output'. At the bottom, there are buttons for 'Inlet', 'Oven', 'Column', 'Detector', and 'Auxiliary'.

- Appuyez sur Enter pour afficher l'écran suivant :

Status / Settings / Detector / More / Analog Output / Enter

The screenshot shows the 'Status / Settings / Detector / More / Analog Output / Enter' screen. It features a table with three columns: 'Output', 'Attn', and 'Range'. The 'Output' column has two rows: '0-1mV' and '0-1V, 0-10V'. The 'Attn' column has two rows: '0' and '0'. The 'Range' column has two rows: '0' and '0'. To the right of the table, there is a checkbox for 'Fast Peaks' and a note 'Not For TCD'.

3. Entrez les valeurs appropriées pour votre signal de sortie. La plage et l'atténuation sont des échelles binaires (puissance 2). Un changement d'une unité dans l'une ou l'autre direction modifie le signal d'un facteur de 2.
 - *Range (plage)* met à l'échelle le signal disponible sur les trois sorties analogiques.
 - *Attenuation* ne met à l'échelle que la sortie 0–1 mV.

La fonction Fast Peaks n'est pas disponible sur le TCD.

Utilisation du TCD

Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Detector

TCD		12:14:16 Last Sample 01 RUN.M+		Not Ready	
Temp ☐ OFF 300 °C	Reference ☐ OFF 0.4 mL/min	Constant Makeup 2.0 2.0 mL/min	Gas ☒ He ☐ H2 ☐ N2	Filament OFF	☐ 1 ☐ 0 Filament
			Signal 0.00 25uV /unit	More	
Inlet	Oven	Column	Detector	Auxiliary	

1. Définissez la température du détecteur (voir [Débits et températures recommandés](#) page 129). Evitez les températures supérieures à la température maximale admissible de la colonne car une partie de la colonne se trouve à l'intérieur du détecteur.
2. Entrez une valeur pour le débit de gaz de référence (voir [Figure 16](#) pour la sélection du débit de gaz de référence).
3. Vérifiez que le type de gaz d'appoint est le même que celui qui arrive effectivement sur votre instrument.
 - Si votre colonne capillaire n'est *pas configurée*, entrez un débit de gaz d'appoint constant.
 - Si votre colonne capillaire est *configurée*, sélectionnez un mode et un débit de gaz d'appoint (voir [Gaz d'appoint](#) page 131).
 - Si vous utilisez une colonne remplie, coupez le gaz d'appoint ou diminuez-le jusqu'à un débit de 2–3 ml/min.
4. Mettez le filament sous tension. Laissez le détecteur se stabiliser thermiquement pendant environ 30 minutes.

5. Le cas échéant, utilisez l'inversion du signal (voir [Polarité](#) page 132) pour inverser les pics négatifs. Lorsqu'un échantillon contient des composants produisant des pics positifs et négatifs, utilisez les événements du tableau d'analyse pour activer et désactiver l'inversion du signal pendant l'analyse.

Détecteur à ionisation de flamme

Utilisation de l'hydrogène

Avertissement Si vous utilisez l'hydrogène (H₂) comme gaz vecteur ou comme gaz combustible, l'introduction d'hydrogène dans le four expose à un risque d'explosion. Avant d'ouvrir l'alimentation en hydrogène, assurez-vous que tous les branchements ont été effectués. Assurez-vous que les raccords d'entrée et de sortie de colonne sont soit connectés à une colonne, soit obturés quand l'instrument est alimenté en hydrogène.

Avertissement L'hydrogène est inflammable. Toute fuite d'hydrogène confinée dans un espace fermé peut entraîner des risques d'incendie ou d'explosion. Chaque fois que vous utilisez de l'hydrogène, vérifiez l'étanchéité des raccords, des canalisations et des vannes avant d'utiliser l'instrument. Avant toute intervention sur l'instrument, coupez toujours l'alimentation en hydrogène à la source.

Remarques relatives à l'utilisation du détecteur

Le détecteur ne fonctionnera pas si :

- le débit d'air ou d'hydrogène est Off ou 0,0 ;
- la flamme ne s'allume pas.

Arrêt de sécurité détecteur

Si le CPG coupe un gaz de détecteur à cause d'une panne d'allumage ou autre, il arrête également toutes les fonctions du détecteur, à l'exception de l'élément de chauffage et du débit de gaz d'appoint.

Buses

Votre détecteur est livré avec une buse pour colonne capillaire. Vous devez changer la buse si vous faites des analyses de distillation simulée, à haute température ou en colonne remplie. Reportez-vous au [Tableau 20](#).

Tableau 20. Buses pour FID

Type de buse	Référence	d.i. de la buse
Capillaire	19244-80560	0,29 mm (0,011 pouce)
Remplie	18710-20119	0,47 mm (0,018 pouce)
Garnie grand diamètre (wide-bore) <i>(convient pour les applications avec forte perte de phase stationnaire)</i>	18789-80070	0,030 pouce
Haute température <i>(pour distillation simulée)</i>	19244-80620	0,47 mm (0,018 pouce)

Electromètre

L'électromètre amplifie le courant résultant de la combustion d'échantillon. Vous n'avez pas à y toucher pendant l'utilisation du FID. Vous ne devez arrêter l'électromètre que pour nettoyer le détecteur. Sinon, laissez-le en marche.

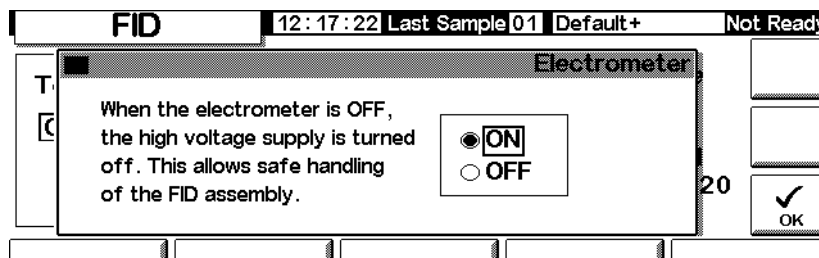
Attention

N'arrêtez pas l'électromètre pendant une analyse. Cela supprimerait le signal du détecteur.

Pour activer ou désactiver l'électromètre

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Detector / More / Electrometer / Enter



2. Activez (ON) ou désactivez (OFF) l'électromètre à l'aide des touches directionnelles. Appuyez sur OK.

Gaz d'appoint

Le gaz d'appoint pénètre dans le détecteur près de l'extrémité de la colonne. Il accélère le passage de l'échantillon pour que la séparation réalisée par la colonne ne soit pas perdue à l'occasion d'une recombinaison dans le détecteur.

Mode de gaz d'appoint

Si la colonne n'est *pas configurée*, le débit de gaz d'appoint est constant (voir [Configuration de la colonne](#) page 38 pour la manière de configurer une colonne).

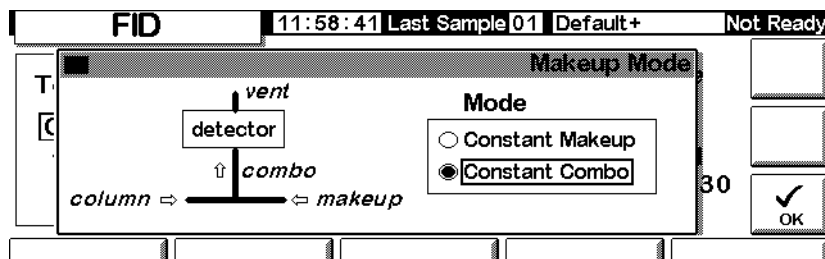
Si la colonne est *configurée*, vous avez le choix entre deux modes de gaz d'appoint.

- Le mode **Const Makeup** donne un débit constant de gaz d'appoint vers le détecteur.
- Le mode **Constant Combo** donne un débit variable de gaz d'appoint vers le détecteur. Lorsque le débit de la colonne change, le débit d'appoint change également de façon à assurer un débit combiné constant vers le détecteur.

Pour sélectionner un mode de gaz d'appoint

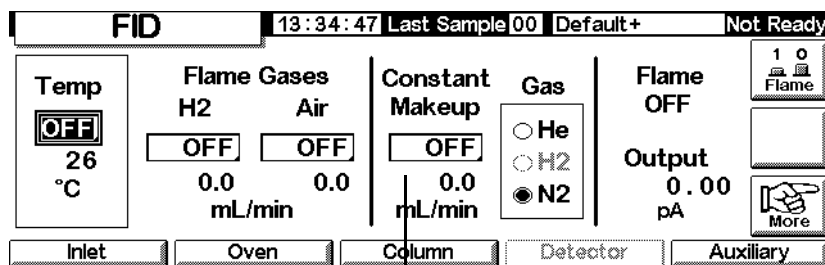
1. Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Detector / More / Makeup Mode / Enter



2. Sélectionnez soit Constant Makeup soit Constant Combo. Appuyez sur OK pour revenir à l'écran du FID.

Status / Settings / Detector



Valeur de débit

3. Entrez la valeur de débit et appuyez sur enter.
4. Appuyez sur Esc pour revenir à l'écran précédent.

Pour définir le débit de gaz d'appoint

L'écran propre au détecteur reflète maintenant le mode de gaz d'appoint que vous avez choisi. Entrez soit le débit Constant Makeup, soit le débit Constant Combo.

Sélection du signal

Plusieurs types de signaux peuvent être sélectionnés comme signal de sortie. Le type de signal sélectionné est disponible sur le connecteur SIG du panneau arrière et peut être traité par un intégrateur, un enregistreur graphique ou un autre appareil externe. Le signal sélectionné est également disponible sous forme numérique sur le connecteur RS-232 et sur la carte de communication LAN optionnelle.

Pour sélectionner le signal de sortie

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Detector / More / Signal / Enter

Signal	
☐ Detector	Zero OFF
☐ Column Comp	Signal 0.00
☐ Detector-Column Comp	PW 0.01 min 20 Hz
☒ Test Chromatogram	
☐ Other 10	

2. Sélectionnez l'un des quatre signaux de la liste.
 - *Detector* — le signal produit par le détecteur.
 - *Column Comp* — le profil de compensation de colonne enregistré pour ce détecteur (voir [Compensation de colonne](#) page 160).
 - *Detector - Column Comp* — le résultat de la soustraction du profil de compensation de colonne du signal de détecteur.
 - *Test Chromatogram* — un chromatogramme de test stocké dans l'instrument. Il permet de tester d'une façon reproductible un appareil de traitement de signal externe.

Signal type peut être modifié à l'aide de la ChemStation ou du système Certy.

3. Appuyez sur OK.

Pour mettre le signal à zéro

- Entrez une valeur dans le champ Zero. Cette valeur sera soustraite de toutes les futures valeurs de signal. Cliquez ensuite sur OK.
- OU
- Laissez le champ Zero vide, puis appuyez sur la touche Zero. Le CPG enregistre la valeur actuelle du signal et la soustrait de toutes les valeurs futures du signal. Cliquez ensuite sur OK.

Fenêtre de largeur de pic

Cette fenêtre affiche la vitesse de données du signal numérique.

Sortie analogique

Pour mettre un signal à l'échelle avant de le transmettre à un enregistreur graphique.

Pour régler le signal de sortie

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Detector / More / Analog Output / Enter

Analog Output			
Output	Attn	Range	
0-1mV	0	0	☐ Fast Peaks
0-1V, 0-10V	0		Not For TCD

2. Entrez les valeurs appropriées pour votre signal de sortie. Range et Attenuation sont des échelles binaires (puissance 2). Un changement d'une unité dans l'une ou l'autre direction modifie le signal d'un facteur de 2.
 - *Range (gamme ou dynamique)* met à l'échelle le signal disponible sur les trois sorties analogiques.
 - *Attenuation* ne met à l'échelle que la sortie 0-1 mV.
3. Sélectionnez la fonction Fast Peaks, le cas échéant. La fonction Fast Peaks permet la détection de pics ne mesurant que 0,004 minute, alors que la largeur minimum à la vitesse standard est de 0,01 minute. Pour utiliser la fonction Fast Peaks, votre intégrateur doit être suffisamment rapide (doté d'une largeur de bande d'au moins 15 Hz) pour traiter les données provenant du CPG.
4. Appuyez sur OK.

Rallumage automatique — Décalage avec flamme allumée

Lit Offset est la différence attendue entre le signal de sortie du FID avec la flamme allumée et le signal de sortie avec la flamme éteinte. Si le signal de sortie est inférieur à cette valeur, le FID suppose que la flamme est éteinte et tente de la rallumer à plusieurs reprises. Si le signal de sortie n'augmente pas d'au moins la valeur du Lit Offset, le détecteur arrête toutes les fonctions, à l'exception de la température et du débit de gaz d'appoint.

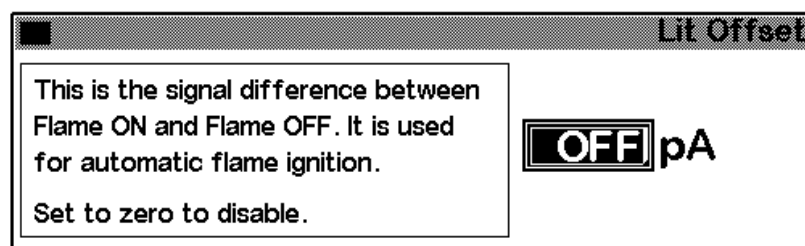
La valeur par défaut de **Lit Offset** est de 2,0 picoampères. Cette valeur convient pour tous les gaz et systèmes, sauf s'ils sont très propres. Vous pouvez changer ce point de consigne si :

- votre détecteur tente un rallumage alors que la flamme est encore allumée, produisant ainsi une fermeture ;
- votre détecteur ne tente pas de rallumage quand la flamme est éteinte.

Pour régler Lit Offset (décalage flamme allumée)

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Detector / More / Lit Offset / Enter



2. Réglez la valeur comme indiquée ci-dessus. Si vous entrez une valeur de zéro, le contenu de cette case passe à **Off**. Appuyez sur **OK**.

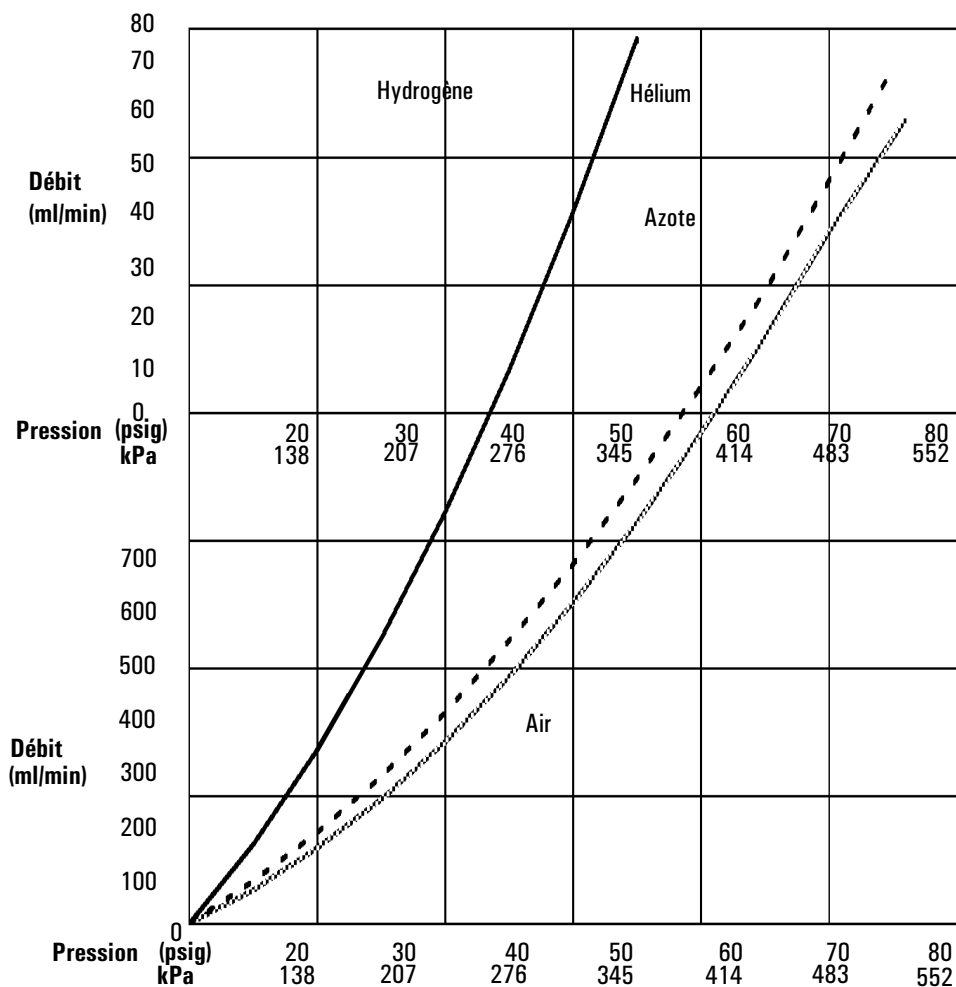
Paramètres du FID

Pour choisir les débits, utilisez les informations du [Tableau 21](#). Choisissez une pression de source minimale à partir de la [Figure 18](#).

Tableau 21. Débits recommandés

Type de gaz	Plage de débits ml/min ²	Débit conseillé ml/min ²
Gaz vecteur (hydrogène, hélium, azote)	Colonnes capillaires : 1 à 5 Colonnes remplies : 10 à 60	
Gaz de détecteur		
Hydrogène	24 à 60*	40
Air	200 à 600*	450
Colonne plus appoint capillaire Recommandé : azote Possible : hélium	10 à 60	50

* Le rapport hydrogène/air doit être compris entre 8 % et 12 % pour maintenir la flamme allumée.



* Les pressions tiennent compte de la chute de pression dans le module de régulation des gaz.

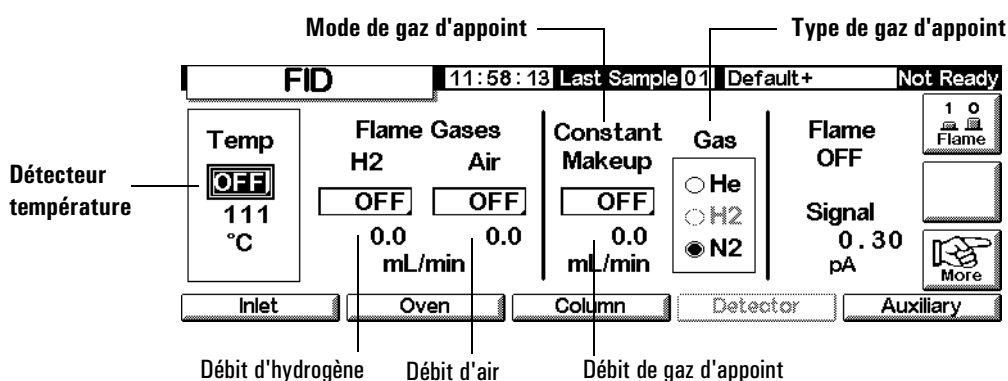
Figure 18. Relations pression/débit de gaz vecteur typiques d'un détecteur à ionisation de flamme à 25 °C et 1 atmosphère

Utilisation du FID

Avertissement Avant d'ouvrir l'air ou l'hydrogène, vérifiez qu'une colonne est installée ou que le raccord de colonne du FID est bouché. Si vous laissez de l'air et de l'hydrogène pénétrer dans le four, vous risquez une explosion.

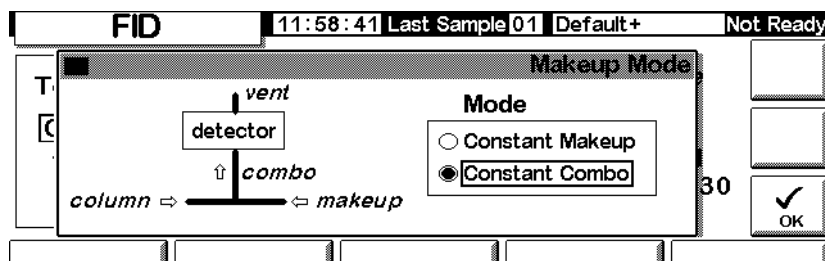
1. Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Detector



2. Réglez la température du détecteur. La température doit être supérieure à 150 °C pour que la flamme s'allume et supérieure d'environ 20 °C à la plus haute température du four.
3. Entrez des valeurs pour les débits d'hydrogène et d'air.
4. Vérifiez que le type de gaz d'appoint est le même que celui qui arrive effectivement sur votre instrument.
 - Si votre colonne capillaire n'est *pas configurée*, entrez un débit de gaz d'appoint. Seul un débit constant est disponible dans ce cas. Voir [Configuration de la colonne](#) page 38 pour la manière de définir une colonne.
 - Si votre colonne capillaire est *configurée*, appuyez sur More, sélectionnez Makeup Mode et appuyez sur Enter pour afficher l'écran suivant.
 - Si vous utilisez une colonne *remplie*, coupez le gaz d'appoint.

Status / Settings / Detector / More / Makeup Mode / Enter



5. Sélectionnez un mode de gaz d'appoint. Appuyez sur OK pour revenir à l'écran précédent. Entrez un débit de gaz d'appoint ou combiné.
6. Appuyez sur la touche Flame pour ouvrir l'air et l'hydrogène et déclencher le processus d'allumage. Après l'allumage, le signal augmente de 5 à 20 pA. Vérifiez que la flamme est allumée en tenant une surface froide et brillante (miroir ou clé chromée) au-dessus de la sortie du collecteur. Une condensation uniforme indique que la flamme est allumée.

Micro-détecteur à capture d'électrons

Informations générales

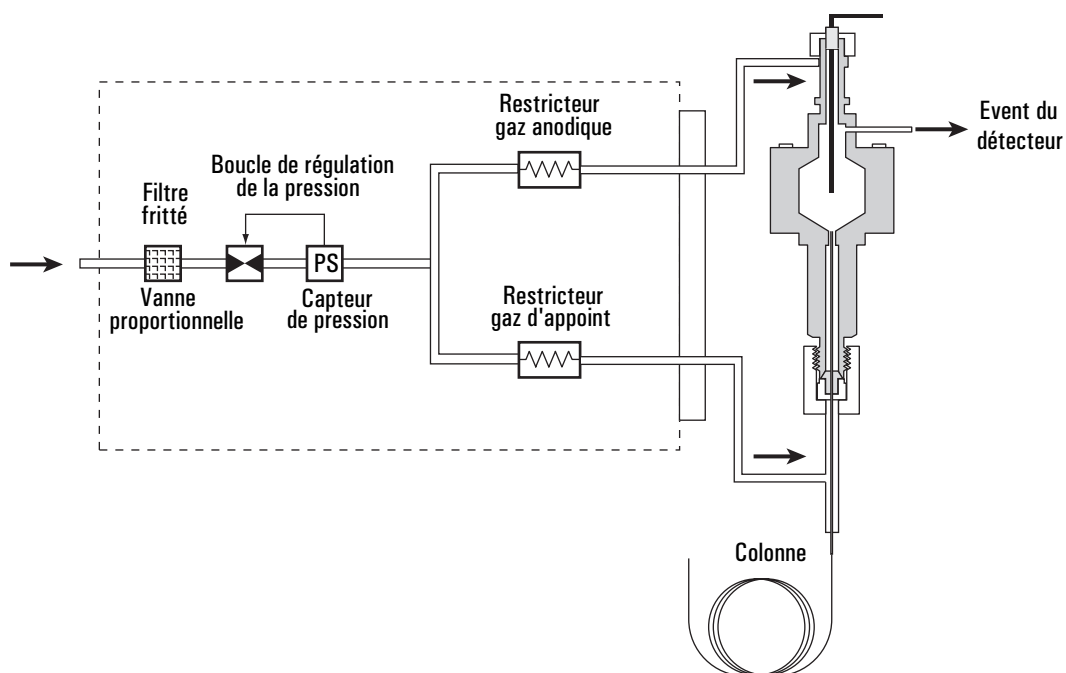


Figure 19. Régulation des gaz du µECD

Linéarité

Le facteur de réponse du µECD contre la courbe de concentration est linéaire pour quatre ordres de magnitude ou plus (plage dynamique linéaire = 10^4 ou supérieure) pour une vaste gamme de composés. Vous devriez néanmoins effectuer une courbe d'étalonnage de vos échantillons pour connaître les limites de la plage linéaire en ce qui concerne vos matériaux.

Gaz de détecteur

Le μ ECD utilise l'azote ou l'argon/méthane en tant que gaz d'appoint et gaz anodique.

En raison de la sensibilité élevée du détecteur, les gaz vecteur et d'appoint doivent être secs et sans oxygène. Des pièges d'humidité, de substances chimiques et d'oxygène en bon état doivent être installés sur les lignes d'alimentation en gaz vecteur et en gaz d'appoint.

Température

Pour éviter les traînées de pics et maintenir la cellule propre, la température du détecteur doit être plus élevée que la température la plus haute utilisée par le four — le point de consigne doit être basé sur la température d'élution du dernier composé. Si vous utilisez des températures excessivement élevées, vos résultats ne seront pas nécessairement améliorés et vous risquez d'augmenter la décomposition de l'échantillon et de la colonne.

Electromètre

La configuration du détecteur contient une consigne activée/désactivée pour l'électromètre. Maintenez l'électromètre activé pendant toute la durée de fonctionnement de votre détecteur.

Sortie analogique

Si vous avez l'intention d'utiliser la sortie analogique du μ ECD, vous devez définir la plage de sortie sur 10, comme suit :

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Detector / More / Analog Output / Enter

The screenshot shows the 'Microcell ECD' status bar at the top with '16:53:40', 'Last Sample 00', 'DEF_GC.M', and 'Ready'. Below this is the 'Analog Output' settings screen. It features a table with three columns: 'Output', 'Attn', and 'Range'. The 'Output' column has two rows: '0-1mV' and '0-1V, 0-10V'. The 'Attn' column has two rows: '0' and '0'. The 'Range' column has two rows: '0' and '10'. To the right of the table is a checkbox labeled 'Fast Peaks' which is unchecked, and the text 'Not For TCD'. Below the table is a large 'OK' button with a checkmark.

Output	Attn	Range
0-1mV	0	0
0-1V, 0-10V	0	10

Fast Peaks ☐
Not For TCD

OK

2. Entrez les valeurs appropriées pour votre signal de sortie. Range et Attenuation sont des échelles binaires (puissance 2). Un changement d'une unité dans l'une ou l'autre direction modifie le signal d'un facteur de 2.
 - *Range* (valeur : 10) met à l'échelle les trois sorties analogiques
 - *Attenuation* ne met à l'échelle que la sortie 0-1 mV.
3. Sélectionnez la fonction Fast Peaks, le cas échéant. La fonction Fast Peaks permet la détection de pics ne mesurant que 0,004 minute, alors que la largeur minimum à la vitesse standard est de 0,01 minute. Pour utiliser la fonction Fast Peaks, votre intégrateur doit être suffisamment rapide (doté d'une largeur de bande d'au moins 15 Hz) pour traiter les données provenant du CPG.
4. Appuyez sur OK.

Utilisation du détecteur

Pour choisir les températures et les débits, utilisez les informations du [Tableau 1](#). La pression maximum de source ne doit pas dépasser 100 psi. Utilisez la pression de source maximum pour obtenir le débit maximum de gaz d'appoint.

Tableau1. Paramètres d'utilisation

Gaz	Plage de débits recommandée
Gaz vecteur	
Colonnes remplies (azote ou argon-méthane)	30 à 60 ml/min
Colonnes capillaires (hydrogène, azote ou argon-méthane)	0,1 à 20 ml/min, selon le diamètre
Gaz d'appoint pour capillaire (azote ou argon-méthane)	10 à 150 ml/min (30 à 60 ml/min en général)
Température	
250 °C à 400 °C	
En général, réglez la température du détecteur à 25 °C au-dessus de la température la plus élevée de la rampe du four.	

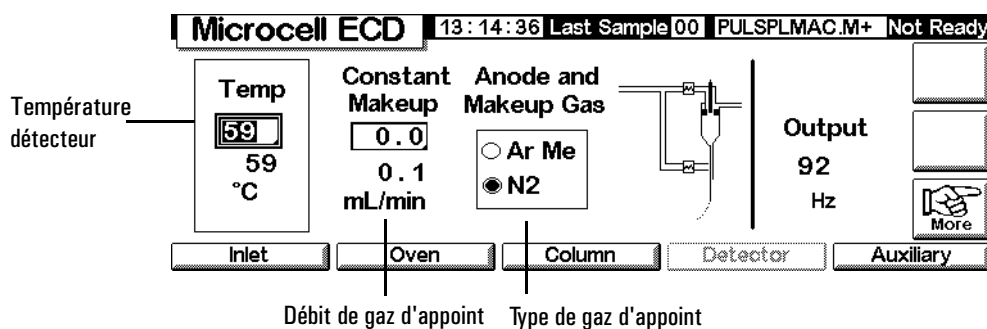
Remarques

- Si le type de gaz vecteur est différent du type de gaz d'appoint, le débit du gaz d'appoint doit être au moins trois fois supérieur au débit du gaz vecteur.
- Il est possible d'augmenter la sensibilité du μ ECD en réduisant le débit du gaz d'appoint.
- Il est possible d'augmenter la vitesse chromatographique du μ ECD (pour les pics rapides) en augmentant le débit du gaz d'appoint.

Vérifiez que les gaz de votre détecteur sont connectés, qu'une colonne est correctement installée et que le système ne présente aucune fuite. Réglez la température du four ainsi que la température et le débit de l'injecteur. Assurez-vous que le type de gaz vecteur est le même que celui qui a été raccordé à votre CPG.

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Detector



2. Réglez la température du détecteur. Pour maintenir les cellules du μ ECD propres, cette température doit être supérieure à celle du four.

Attention

Le système électronique du détecteur dépend de la configuration correcte des gaz.

3. Vérifiez que le type de gaz d'appoint est le même que celui qui arrive effectivement sur votre instrument. Le cas échéant, modifiez le type de gaz.
4. Entrez une valeur pour le gaz d'appoint.

Si vous utilisez des colonnes remplies, coupez le gaz d'appoint.

Si votre colonne capillaire est *configurée*, sélectionnez un nouveau mode de débit, si vous le souhaitez, puis définissez le débit de gaz d'appoint ou le débit combiné.

Si la colonne capillaire est *non configurée (not configured)*, seul le débit du gaz d'appoint est disponible. Entrez un débit de gaz d'appoint.

Four à colonne

Caractéristiques du four

- Plage de température de 5 °C au-dessus de l'ambiante à 350 °C
Avec cryo CO₂ : -20 °C à 350 °C
- Programmation de température - jusqu'à six rampes avec sept plateaux
- Temps d'analyse maximum -999,99 minutes
- Vitesse de rampes de température - de 0 à 120 °C/min
- Le four contient un injecteur, deux détecteurs et une colonne.

Sécurité du four

Arrêt de sécurité manuel

L'ouverture de la porte du four coupe l'alimentation de l'élément de chauffage du four, du ventilateur et de la vanne cryogénique (si elle est installée) mais maintient les points de consigne en mémoire. Le fonctionnement normal du four est rétabli aussitôt la porte refermée.

Arrêt de sécurité automatique

Si le four ne peut atteindre ou maintenir une température de consigne en fonctionnement normal, le CPG coupe le ventilateur et l'élément de chauffage, fait clignoter l'avis d'arrêt de sécurité sur l'écran Status et affiche un message.

Les causes peuvent être les suivantes :

- Les volets d'aération du four ne fonctionnent pas.
- Le ventilateur, l'élément de chauffage ou la sonde de température du four ne fonctionnent pas correctement.
- Il y a un problème électronique.

Lorsqu'un arrêt de sécurité automatique survient, le four reste arrêté jusqu'à ce qu'il soit remis en marche à l'aide du module de commande (**Status / Settings / Oven**). Il peut être nécessaire de mettre l'instrument hors tension, puis sous tension.

Le four s'éteint automatiquement lorsque la porte est ouverte.

Paramétrage du four

Pour configurer le four :

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Setup / Oven Setup

Oven Setup		13:08:42	Last Sample 01	DEF_GC.M+	Not Ready
Equib Time	Cryo Type CO2				
0.00 min	☐ Oven Cryo	☐ Quick Cryo Cool			
Max Temp	Cryo Timeout	Ambient Temp			
350 °C	120 min	☒ Cryo Fault	25 °C		

2. Entrez des valeurs pour Equib Time et Max Temp.
 - *Equib Time* — Temps nécessaire pour que la température du four atteigne la température de consigne ± 1 °C. Le CPG attend le temps spécifié avant de déclarer le four prêt.
 - *Max Temp* — La température maximum autorisée pour le four. La plupart des colonnes et de nombreux accessoires ont des limites de température spécifiques. Lorsque vous configurez Max Temp, vous devez tenir compte de ces limites.
3. Si une vanne cryogénique est installée et que vous voulez l'utiliser, sélectionnez Enable Oven Cryo. Entrez des valeurs pour Cryo ambient temp et Cryo Timeout.

Attention

Si vous utilisez le refroidissement cryogénique, vous devez aussi utiliser le support de colonne d'extrémité pour éviter l'apparition de points froids dans la colonne.

Si le refroidissement cryogénique n'est pas nécessaire ou que vous ne disposez pas de liquide de refroidissement cryogénique, ne sélectionnez pas cette option.

Si vous le faites, une régulation correcte de la température du four sera impossible, notamment aux températures proches de l'ambiante.

- *Cryo ambient temp* — Température ambiante du laboratoire. Ce point de consigne détermine la température à laquelle le refroidissement cryogénique est activé. Pour un fonctionnement cryogénique normal, la

température est Cryo ambient temp + 25 °C. Pour un refroidissement cryogénique rapide (Quick Cryo Cool), la température est Cryo ambient temp + 45 °C.

- *Cryo Timeout* — Le four s'arrête lorsqu'une analyse ne débute pas dans un délai spécifié (10 à 120 minutes) après le point d'équilibre du four. Cette fonction peut être désactivée. Nous conseillons de l'activer pour conserver du réfrigérant à la fin d'une méthode ou si l'automatisation échoue.
4. Si l'option est disponible, activez ou désactivez Cryo Fault et Quick Cryo Cool.
- *Cryo Fault* — Arrête le four s'il n'a pas atteint la température de consigne au bout de 16 minutes de fonctionnement cryogénique continu.
 - *Quick Cryo Cool* — Cette fonction est distincte de la fonction Enable Oven Cryo. Quick Cryo Cool fait que le four se refroidit plus vite après une analyse. Cette fonction est utile lorsqu'on veut maximiser le débit d'échantillon ; toutefois, elle utilise plus de réfrigérant. Quick Cryo Cool se désactive peu de temps après que le four ait atteint sa température de consigne et Enable Oven Cryo prend le relais, si besoin est.

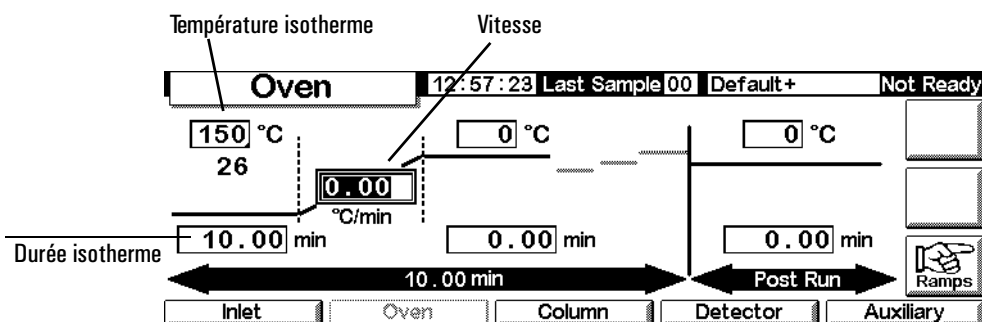
Création d'une analyse isotherme

Une analyse est dite isotherme quand le four est maintenu à une température constante. Pour créer une analyse isotherme, réglez la vitesse de programmation (°C/min) à zéro.

Pour établir un programme de four isotherme

Affichez l'écran suivant :

Status / Settings



1. Entrez la température du four pour l'analyse dans le champ Température isotherme (°C). Appuyez sur **Enter**.
2. Dans le champ Durée isotherme (min), entrez le temps (en minutes) pendant lequel le four doit rester à la température isotherme. Ce temps est la durée de l'analyse (999,99 minutes maximum). Appuyez sur **Enter**.
3. Réglez la vitesse (°C/min) à 0.00. Appuyez sur **Enter**. Le programme isotherme est prêt.
4. Si vous voulez éliminer les composés à haut point d'ébullition de la colonne, entrez une température et un temps de post-analyse.

Programmation de la température

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

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

La vitesse de variation de température la plus grande que vous pouvez obtenir dépend de nombreux facteurs, notamment la température ambiante, la température de l'injecteur et du détecteur, la quantité de matériel à l'intérieur du four (colonnes, vannes, etc.), et du fait qu'il s'agit ou non de la première analyse de la journée. Le [Tableau 22](#) indique les valeurs les plus courantes.

Tableau 22. Vitesses de rampe du four*

Plage de température (°C)	Vitesse de rampe maximum (°C/min)
50 à 75	120
75 à 115	95
115 à 175	65
175 à 300	45
300 à 350	35

* Ces vitesses correspondent au GC standard. Pour le GC rapide, la vitesse de rampe maximum est environ trois fois plus rapide.

Si le refroidissement cryogénique du four est installé, les vitesses de rampe les plus élevées ne pourront pas être atteintes.

Programme de température à une seule rampe

Un programme de température à une seule rampe (voir [Figure 20](#)) élève la température initiale du four à une température finale spécifiée, à une vitesse spécifiée, et maintient la température finale pendant une durée déterminée.

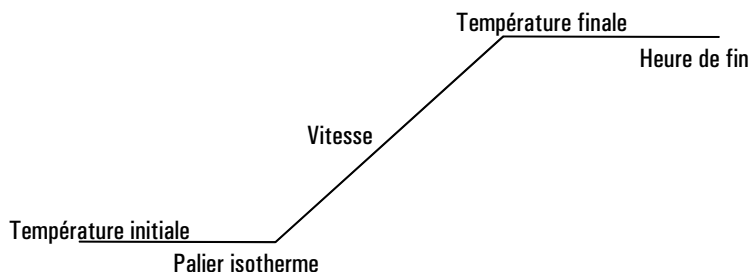


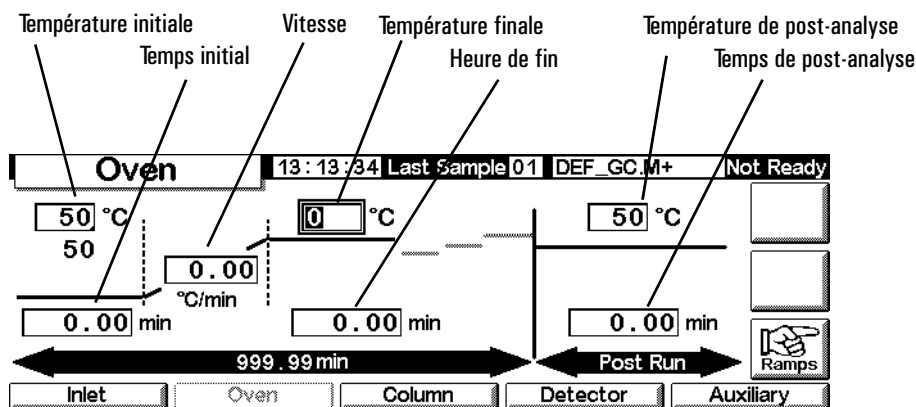
Figure 20. Programme à une seule rampe

Pour créer un programme à une seule rampe

Dans l'exemple de l'écran suivant, la température initiale de 50 °C est maintenue pendant 2 minutes, puis la température est portée à 150 °C à la vitesse de 10 °C/minute et est maintenue à ce niveau pendant 5 minutes.

1. Affichez l'écran suivant :

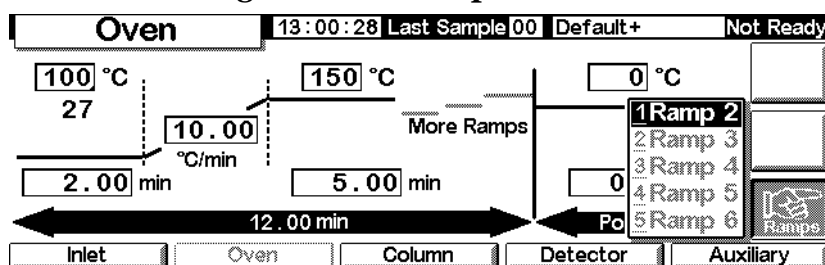
Status / Settings / Oven



2. Entrez les conditions de départ — Température initiale (50 °C) et temps initial (2 min).
3. Entrez la vitesse d'augmentation de la température du four (10 °C/min).
4. Entrez la température finale et le temps final (150 °C pendant 5 min).

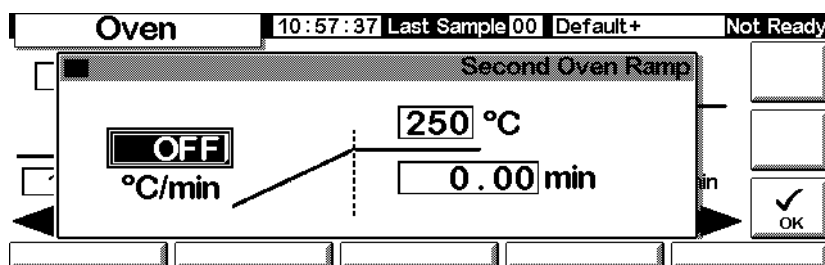
5. Si vous voulez nettoyer la colonne avant le refroidissement à la température de départ, entrez une température et un temps de post-analyse.
6. Si vous êtes sûr que le programme le plus récent ne comportait qu'une seule rampe, vous pouvez passer les opérations suivantes. Si vous n'en êtes pas sûr, continuez en appuyant sur Ramps.

Status / Settings / Oven / Ramps



7. Sélectionnez Ramp 2 et appuyez sur Enter.

Status / Settings / Oven / Ramps / Ramp 2



8. Pour que le programme ne comporte qu'une seule rampe, réglez la valeur °C/min sur OFF (0 °C), puis appuyez sur OK. Le programme se termine lorsqu'il rencontre une vitesse égale à OFF.

Création de programmes de température à plusieurs rampes

Un programme de température à plusieurs rampes (voir [Figure 21](#)) élève la température initiale du four à une température finale spécifiée mais avec différentes vitesses, différentes durées et différentes températures intermédiaires. Vous pouvez programmer plusieurs rampes pour des *diminutions* de température aussi bien que pour des augmentations de température.

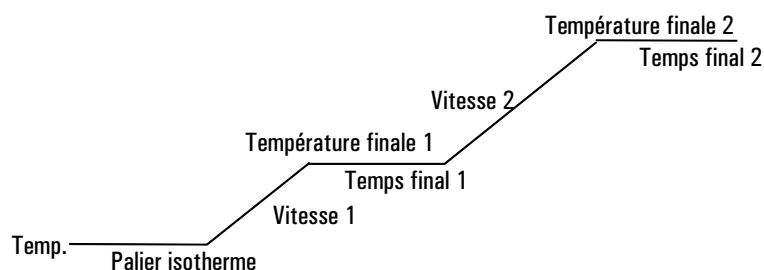


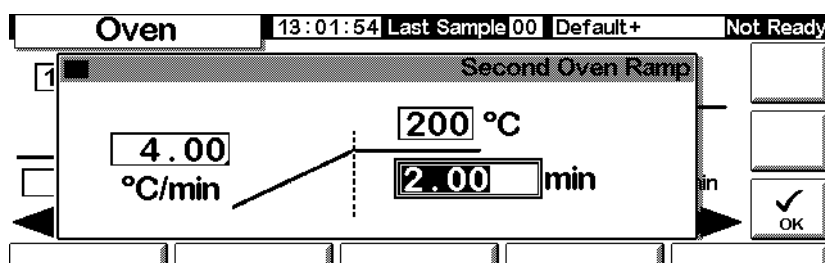
Figure 21. Programme à plusieurs rampes

Pour créer un programme à plusieurs rampes

L'exemple présenté dans la section précédente, la température initiale de 50 °C est maintenue pendant 2 minutes, puis la température est portée à 150 °C à la vitesse de 10 °C/min et est maintenue à ce niveau pendant 5 minutes. Elle poursuit ensuite son évolution dans cette section avec une deuxième rampe en augmentant à une vitesse de 4 °C/min jusqu'à 200 °C avant d'être maintenue à ce niveau pendant 2 minutes.

1. Définissez la première rampe de température, comme indiqué précédemment.
2. Lors de la définition de la rampe 2, entrez 4 dans le champ °C/min, 200 dans le champ °C et 2 dans le champ min.

Status / Settings / Oven / Ramps / Ramp 2



3. Appuyez sur OK pour revenir à l'écran précédent.
4. Si vous êtes certain que le programme le plus récent ne comportait que deux rampes, vous pouvez sauter les étapes suivantes. Si vous n'en êtes pas sûr, continuez en appuyant sur Ramps. Sélectionnez Ramp 3 et appuyez sur Enter.
5. Réglez la valeur °C/min à OFF, puis appuyez sur OK. Le programme se termine lorsqu'il rencontre une vitesse égale à OFF.
6. Ajoutez d'autres rampes (jusqu'à six) en procédant de la même façon.

Compensation de colonne

Si la programmation de la température améliore la forme des pics, elle donne une ligne de base montante qui rend l'intégration difficile. Cela ne constitue généralement pas un problème avec un catharomètre, en raison de sa faible sensibilité, mais peut être très gênant avec un détecteur à ionisation de flamme.

La compensation de colonne est obtenue en effectuant une analyse à blanc (une analyse sans injection d'échantillon). Le profil obtenu est soustrait des analyses réelles ultérieures afin d'éliminer l'élévation de la ligne de base. La [Figure 22](#) illustre ce concept.

Toutes les conditions analytiques *doivent* être les mêmes dans l'analyse de compensation et dans l'analyse réelle : même détecteur, même colonne, même température et même débit de gaz.

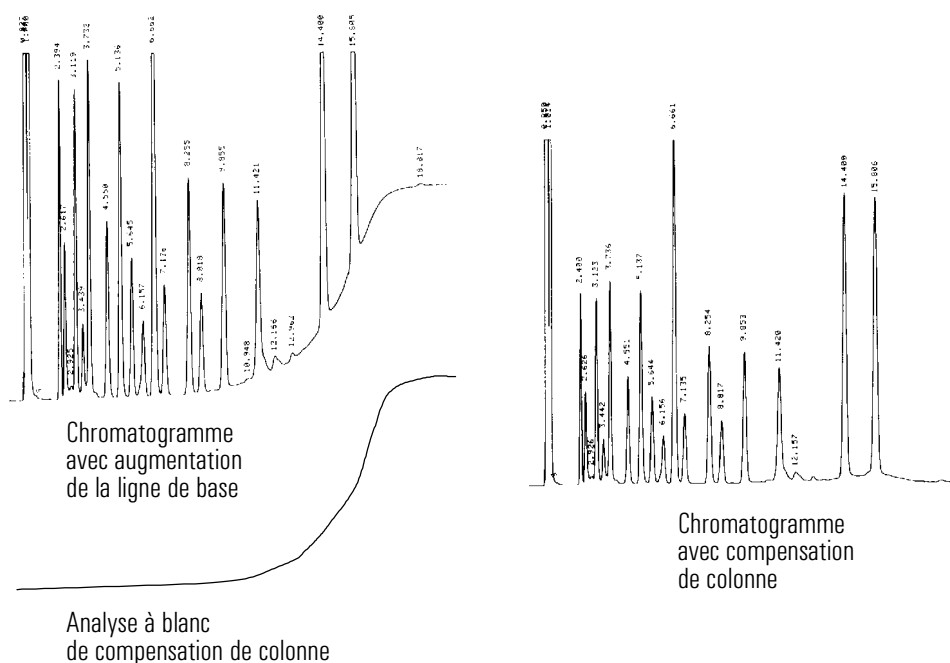


Figure 22. Compensation de colonne

Pour créer un profil de compensation de colonne

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Setup

Setup		13:03:47	Last Sample 00	Default+	Not Ready
Last Profile Time: --:--:-- Date: ----- No Data		Column Compensation Status Inactive			
		Column Compensation Source ☒ detector ☐ undefined			
Inlet Setup	Oven Setup	Column Setup	Automation	Configure	

2. Chargez la méthode pour laquelle le profil d'analyse à blanc doit être créé.
Appuyez sur COMP.

Le CPG attend que l'équilibre soit atteint, effectue une analyse à blanc (sans injection d'échantillon) et enregistre les données en tant que profil de compensation de colonne.

Pour appliquer le profil de compensation de colonne

Affichez l'écran suivant. Il est susceptible de varier selon le détecteur dont vous disposez.

Status / Settings / Detector / More / Signal / Enter

FID		13:18:40	Last Sample 01	DEF_GC.M+	Not Ready
☐ Detector ☐ Column Comp ☐ Detector-Column Comp ☒ Test Chromatogram ☐ Other 10		Zero OFF Signal 0.00 PW 0.01 min 20 Hz		 	

1. Sélectionnez Detector - Column Comp et appuyez sur OK.
2. Le signal de sortie est maintenant égal au signal de sortie du détecteur moins le profil de compensation de colonne enregistré.

Détecteur à photométrie de flamme (DPF)

Utilisation de l'hydrogène

Avertissement Si vous utilisez l'hydrogène (H_2) comme gaz vecteur ou comme gaz combustible, l'introduction d'hydrogène dans le four expose à un risque d'explosion. Avant d'ouvrir l'alimentation en hydrogène, assurez-vous que tous les branchements ont été effectués. Assurez-vous que les raccords d'entrée et de sortie de colonne sont soit connectés à une colonne, soit obturés quand l'instrument est alimenté en hydrogène.

Avertissement L'hydrogène est inflammable. Toute fuite d'hydrogène confinée dans un espace fermé peut entraîner des risques d'incendie ou d'explosion. Chaque fois que vous utilisez de l'hydrogène, vérifiez l'étanchéité des raccords, des canalisations et des vannes avant d'utiliser l'instrument. Avant toute intervention sur l'instrument, coupez toujours l'alimentation en hydrogène à la source.

Informations générales

L'échantillon brûle dans une flamme riche en hydrogène, où certaines espèces sont réduites et excitées. Le débit de gaz déplace les espèces excitées vers une zone d'émission plus fraîche au-dessus de la flamme où elles réduisent et émettent de la lumière. Un filtre passe-bande étroit sélectionne la lumière unique à une espèce, tandis qu'un écran empêche les émissions de carbone intense d'atteindre le tube multiplicateur.

La lumière frappe une surface photosensible du tube multiplicateur où un photon lumineux libère un électron. Cet électron est amplifié à l'intérieur du tube multiplicateur pour parvenir à un gain global pouvant atteindre un million.

Le courant provenant du tube multiplicateur est amplifié et numérisé par la carte électronique du DPF. Le signal est disponible soit sous forme de signal numérique sur la sortie communications, soit sous forme de signal de tension sur la sortie analogique.

Le DPF ne doit pas être stocké à des températures supérieures à 50 °C, selon les spécifications du fabricant d'origine en matière de PMT.

Linéarité

Plusieurs mécanismes produisent une émission de soufre. L'espèce excitée est diatomique, de sorte que l'intensité de l'émission est environ proportionnelle au carré de la concentration atomique du soufre.

L'espèce excitée en mode Phosphore est monoatomique, ce qui entraîne une relation linéaire entre l'intensité de l'émission et la concentration atomique.

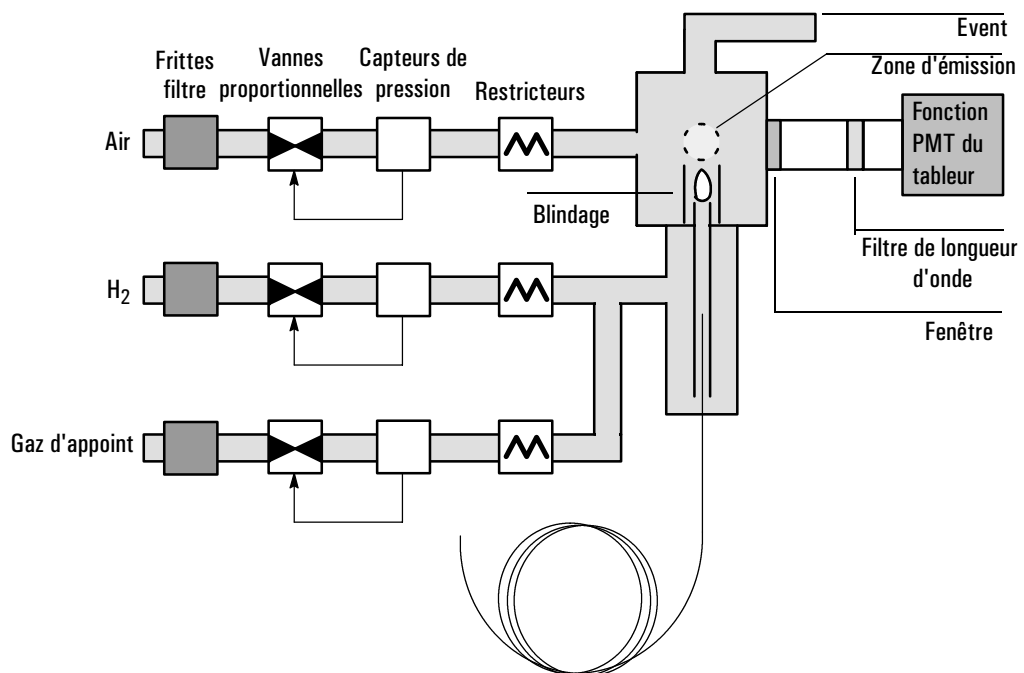


Figure 23. Schéma d'un détecteur à photométrie de flamme

Utilisation de Lit offset (décalage avec flamme allumée)

Le décalage avec flamme allumée (Lit Offset) est la différence attendue entre le signal de sortie du DPF avec la flamme allumée et le signal de sortie avec la flamme éteinte. Il permet de déterminer si une tentative d'allumage a abouti et de détecter les extinctions de flamme.

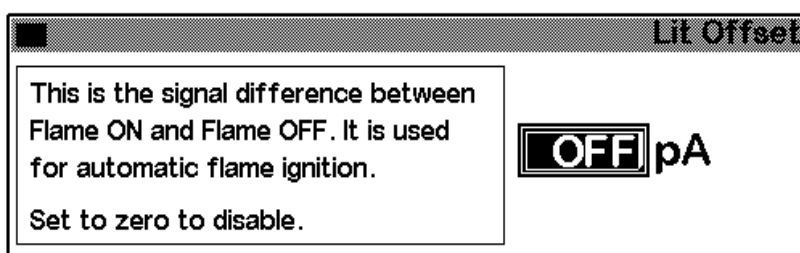
Si la sortie avec flamme allumée moins la sortie avec flamme éteinte est supérieure à la valeur Lit offset, la flamme est considérée comme allumée.

La valeur par défaut de `Lit offset` est de 2,0 picoampères. C'est une bonne valeur de travail pour tous les gaz et systèmes, sauf s'ils sont très propres. Vous souhaitez peut-être modifier cette consigne si :

- Votre détecteur tente un rallumage alors que la flamme est encore allumée, produisant ainsi une fermeture.
- Votre détecteur ne tente pas de rallumage quand la flamme est éteinte.

Modification de la consigne de décalage avec flamme allumée

1. Appuyez sur `More` et sélectionnez `Lit Offset`.



3. Entrez un nombre. La valeur par défaut est 2,0 pA. Entrez 0 pour désactiver la fonction de rallumage automatique. La plage de points de consigne est 0 à 99,9 pA.
4. Appuyez sur `OK`.

Allumage de la flamme

Lorsque vous utilisez l'une des méthodes d'allumage de la flamme illustrées page suivante, le DPF effectue automatiquement la séquence suivante :

1. Coupe l'arrivée de tous les gaz du détecteur : air, hydrogène, gaz d'appoint. Le gaz vecteur reste activé.
2. Règle le débit d'air sur 200 ml/min.
3. Allume le fil d'allumage.
4. Fait passer le débit d'hydrogène de 10 à 70 ml/min.
5. Redéfinit le débit d'air sur la consigne de débit d'air.
6. Redéfinit le débit d'hydrogène sur la consigne de débit d'hydrogène.
7. Active le gaz d'appoint.

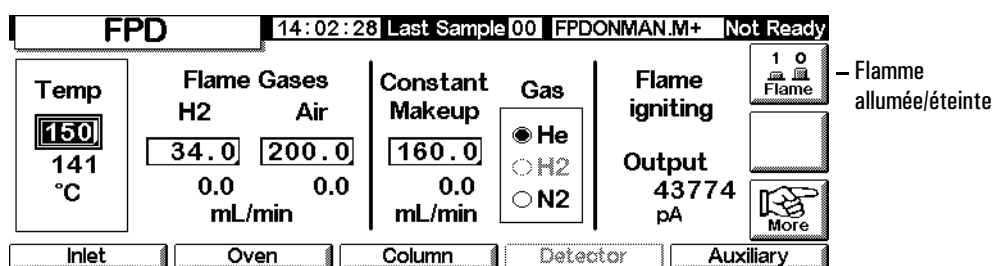
8. Compare le changement de signal à la valeur `lit offset`. Si la valeur de remplacement est supérieure à `lit offset`, il considère la flamme comme allumée. Si elle est inférieure, il considère la flamme comme éteinte.

Pour que ce processus fonctionne, la pression d'air vers le module de régulation des gaz doit être suffisante pour assurer un débit de 200 ml/min. Nous recommandons une pression d'alimentation de 90 psi.

Allumage manuel

Pour lancer la séquence d'allumage de la flamme, affichez l'écran suivant et appuyez sur Flame.

Status / Settings / Detector



Allumage automatique

Si la sortie DPF avec flamme allumée donne une valeur inférieure à la sortie avec flamme éteinte plus la valeur `Lit offset`, on considère que la flamme est éteinte. Le DPF exécute la séquence d'allumage pour rallumer la flamme. En cas d'échec, il répète cette séquence. Si la deuxième tentative échoue également, le détecteur coupe toutes les fonctions à l'exception de la température et du débit de gaz d'appoint.

Utilisation de l'électromètre

La configuration du détecteur contient une consigne d'activation/désactivation de l'électromètre. Il n'est pas nécessaire d'activer ou de désactiver l'électromètre sauf si vous procédez à une opération de maintenance.

Tableau 23. Paramètres de l'électromètre

Paramétrage	Description
Marche	La haute tension et les circuits de traitement des signaux sont activés. Si le tube multiplicateur est exposé à la lumière ambiante alors que l'électromètre est allumé, le tube sera détruit.
Off (Désactivé)	La haute tension et les circuits de traitement des signaux sont désactivés. Dans cette situation, vous pouvez exposer sans risque le tube multiplicateur à la lumière ambiante.

Attention

Eteignez toujours l'électromètre avant de déballer le tube multiplicateur afin d'éviter de détruire le tube.

Sélection du signal

Plusieurs types de signaux peuvent être sélectionnés comme signal de sortie. Le type de signal sélectionné est disponible sur le connecteur SIG du panneau arrière et peut être traité par un intégrateur, un enregistreur graphique ou un autre appareil externe. Le signal sélectionné est également disponible sous forme numérique sur le connecteur RS-232 et sur la carte de communication LAN optionnelle.

Pour sélectionner le signal de sortie

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Detector / More / Signal / Enter

The screenshot shows a menu titled "Signal". On the left side, there are five radio button options: "Detector" (which is selected), "Column Comp", "Detector-Column Comp", "Test Chromatogram" (also selected), and "Other 10". On the right side, there are three settings: "Zero" is set to "OFF", "Signal" is set to "0.00", and "PW" is set to "0.01 min" and "20 Hz".

2. Sélectionnez l'un des cinq signaux de la liste.

- *Detector* — le signal produit par le détecteur.
- *Column Comp* — le profil de compensation de colonne enregistré pour ce détecteur (voir [Compensation de colonne](#) page 160).
- *Detector - Column Comp* — le résultat de la soustraction du profil de compensation de colonne du signal de détecteur.
- *Test Chromatogram* — un chromatogramme de test stocké dans l'instrument. Il fournit un signal reproductible permettant de tester l'appareil de traitement de signal externe.
- *Autre* — ChemStation ou Cericity Chemical définit le signal.

3. Appuyez sur OK.

Pour mettre le signal à zéro

- Entrez une valeur dans le champ *Zero*. Cette valeur sera soustraite de toutes les futures valeurs de signal. Cliquez ensuite sur OK.

OU

- Laissez le champ *Zero* vide, puis appuyez sur la touche *Zero*. Le CPG enregistre la valeur actuelle du signal et la soustrait de toutes les valeurs futures du signal. Cliquez ensuite sur OK.

Fenêtre de largeur de pic

Cette fenêtre affiche la vitesse de données du signal numérique.

Vitesses de transmission des données

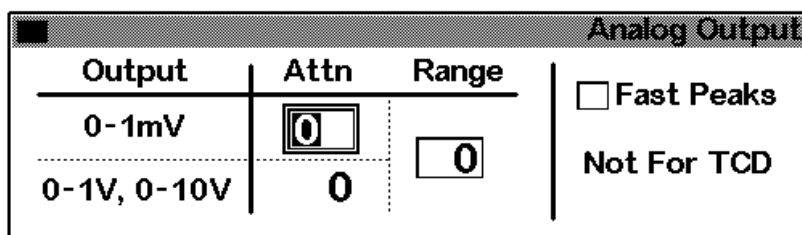
La sortie analogique du DPF peut être présentée à deux vitesses. La vitesse rapide permet une largeur minimale de pic de 0,004 minute, alors que la vitesse standard autorise des largeurs de pic de 0,01 minute.

Utilisation des pics rapides

Si vous utilisez la fonction *fast peaks*, votre intégrateur doit être suffisamment rapide pour traiter les données provenant du CPG. Il est recommandé d'utiliser une largeur de bande d'au moins 15 Hz sur l'intégrateur.

Pour utiliser les pics rapides :

1. Appuyez sur More et sélectionnez Analog output.



2. Sélectionnez Fast Peaks.

La fonction Fast Peaks ne s'applique pas à la sortie numérique.

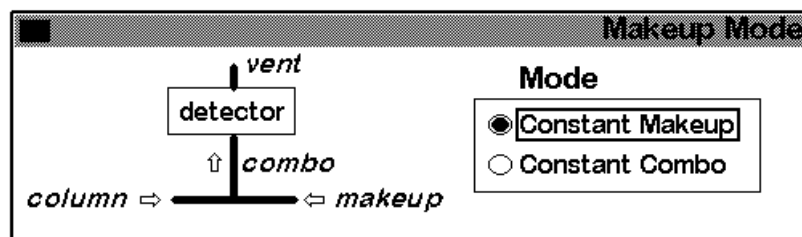
Pour sélectionner le mode de gaz d'appoint

Le mode Constant Makeup donne un débit constant de gaz d'appoint vers le détecteur.

Le mode Constant Combo donne un débit variable de gaz d'appoint vers le détecteur. A mesure que le débit de colonne change, le débit de gaz d'appoint s'adapte pour fournir un débit combiné constant au détecteur.

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Detector / More / Makeup Mode / Enter



2. Sélectionnez un mode de gaz d'appoint et appuyez sur OK.

Utilisation du détecteur

Configuration de l'élément de chauffage

Le module de chauffage du DPF possède une zone chauffée pour le corps du détecteur.

Paramètres du DPF

Le [Tableau 24](#) indique les débits correspondant à la flamme de DPF de sensibilité maximale, riche en hydrogène et pauvre en oxygène. Il est difficile d'allumer la flamme avec de tels débits, en particulier en mode Soufre. L'hélium, utilisé comme gaz vecteur ou gaz d'appoint, peut refroidir les gaz du détecteur sous la température d'allumage. Nous recommandons d'utiliser de l'azote de préférence à l'hélium.

Tableau 24. Température et débit recommandés

	Débits en mode Soufre ml/min	Débits en mode Phosphore ml/min
Gaz vecteur (hydrogène, hélium, azote, argon)		
Colonnes remplies	10 à 60	10 à 60
Colonnes capillaires	1 à 5	1 à 5
Gaz de détecteur		
Hydrogène	50	150
Air	60	110
Gaz vecteur + gaz d'appoint	60	60
Pression d'alimentation		
Pression d'alimentation en air : au moins 90 psi pour la séquence d'allumage. Toutes les autres : adéquate pour obtenir les débits souhaités.		
Température du détecteur		
Sous 120 °C, la flamme ne s'allume pas.		
Réglez la température à environ 25 °C au-dessus de la température la plus élevée du four : la limite est 250 °C.		
Décalage avec flamme allumée		
Si la sortie du détecteur (avec flamme allumée) moins la sortie (avec flamme éteinte) donne un résultat inférieur à cette valeur, le DBF tente de rallumer la flamme à deux reprises. Si le signal de sortie n'augmente pas d'au moins cette valeur, le détecteur s'arrête.		
Le paramètre recommandé est 2,0 pA. Un paramètre de 0 ou Off désactive l'allumage automatique.		

Si la flamme ne s'allume pas avec les débits indiqués en mode Soufre, passez aux valeurs correspondant au mode Phosphore. Une fois la flamme allumée, réduisez progressivement les débits pour revenir vers les valeurs du mode Soufre. Une certaine expérimentation est nécessaire pour trouver les débits adéquats pour votre détecteur particulier.

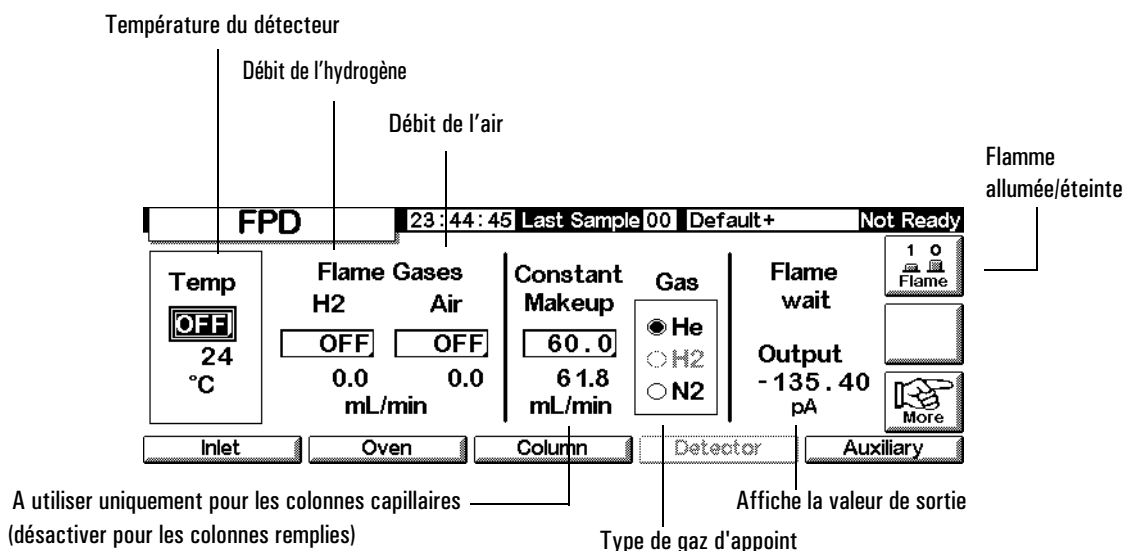
Utilisation du DPF

Vérifiez que tous les gaz du détecteur sont connectés, qu'une colonne est installée et que le système ne présente pas de fuite. Vérifiez la température du four, la température de l'injecteur et le débit de la colonne.

Avertissement Avant d'ouvrir l'air ou l'hydrogène, vérifiez qu'une colonne est installée ou que le raccord de colonne du DPF est bouché. Si vous laissez de l'air et de l'hydrogène pénétrer dans le four, vous risquez une explosion.

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Detector



2. Réglez la température du détecteur. La température doit être supérieure à 120 °C pour que la flamme s'allume.
3. Entrez le débit d'hydrogène.
4. Entrez le débit d'air.
5. Si vous utilisez des *colonnes remplies*, coupez le gaz d'appoint et passez à l'étape 8.

6. Si vous utilisez des *colonnes capillaires* :
 - a. Si votre colonne capillaire est *configurée*, sélectionnez un nouveau mode de débit, si vous le souhaitez, puis définissez le débit de gaz d'appoint ou le débit combiné. Consultez la section [Pour sélectionner le mode de gaz d'appoint](#) page 168.
 - b. Si votre colonne capillaire n'est *pas configurée*, entrez un débit de gaz d'appoint. Seul le débit constant est disponible.
 - c. Vérifiez que le type de gaz d'appoint est le même que celui arrivant sur votre instrument. Le cas échéant, modifiez le type de gaz.
7. Appuyez sur **Flame**. Cela active l'arrivée d'air et d'hydrogène et lance la séquence d'allumage. A l'allumage, le signal augmente. Les niveaux types sont de 4 à 40 pA en mode Soufre, de 10 à 70 pA en mode Phosphore. Vérifiez que la flamme est allumée en tenant une surface froide et brillante (miroir ou clé chromée) au-dessus de la sortie de l'évent. Une condensation uniforme indique que la flamme est allumée.
8. Appuyez sur **OK**.

Vannes

Le chromatographe en phase gazeuse série 6850 est doté d'au moins une vanne d'échantillonnage de gaz ou de liquide dans un boîtier situé au-dessus du four. Il est possible de piloter une vanne de sélection de débit (vanne multiposition) montée à l'extérieur du CPG.

Les vannes peuvent être pilotées :

- automatiquement, à l'aide d'une séquence de vanne (voir [Pour entrer les paramètres de vanne](#) page 56) ;
- manuellement (voir [Pilotage manuel des vannes](#) page 176) ;
- à l'aide d'événements du tableau d'analyse. Principalement utilisé dans le cas des vannes de commutation (voir [Événements de vanne](#) page 60) ;
- à l'aide d'événements d'un tableau de chronoprogrammation. Pour que des analyses puissent être effectuées en votre absence (voir [Tableau de chronoprogrammation](#) page 61).

Types de vannes

Il existe quatre types de vannes :

- *vanne d'échantillonnage de gaz* — vanne à deux positions (chargement et injection). En position chargement, un flux de gaz externe (jusqu'à 300 psi) passe par une boucle d'échantillonnage et est évacué. En position injection, la boucle d'échantillonnage remplie bascule dans le flux de gaz vecteur. Les boucles d'échantillonnage existent en différentes tailles.
- *vannes d'échantillonnage de liquide* — semblables à la vanne d'échantillonnage de gaz, elles s'en distinguent physiquement. Elles peuvent échantillonner des gaz liquéfiés à des pressions atteignant 300 psi et sont disponibles avec une capacité de 0,5 µL ou de 1 µL.
- *vannes de commutation* — vannes servant à inverser le débit de colonne, à sélectionner une colonne ainsi qu'à d'autres usages, selon leur mode de raccordement.
- *vanne multiposition (vanne de sélection de débit)* — fournie par l'utilisateur. Une vanne multiposition sélectionne un flux d'échantillon parmi plusieurs pour l'aiguiller vers une vanne d'échantillonnage. Reportez-vous à la section [Vanne multiposition avec vanne d'échantillonnage](#) page 175 pour voir l'illustration de cette combinaison.

Configuration des vannes

Pour configurer le CPG pour des vannes

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Setup / Automation

Automation		14:12:13	Last Sample 00	Default+	Not Ready
Injector Turret Size 8 samples 	Valve 1 ☒ Sample ☐ Switching ☐ none	Valve 2 ☒ Multiposition ☐ Switching ☐ none	 		
Injector	Sample Valve	Multi Valve	Auto Prep Run		

2. Sélectionnez un type pour Valve 1 et pour Valve 2.

Vannes d'échantillonnage

Raccordement

Il existe deux moyens pour raccorder une vanne d'échantillonnage :

- insérée entre un module de commande de débit d'injection et l'injecteur. L'échantillon traverse l'injecteur vers l'extrémité de la colonne ;
- insérée entre un module de commande d'injecteur garni avec purge et l'extrémité de la colonne (un injecteur avec ou sans division ne pourra être utilisé). L'échantillon contourne l'injecteur.

Avec cette disposition et une colonne non configurée, vous ne pouvez définir que les modes de débit pour la colonne. Le point de consigne et les lectures du débit sont celles qui étaient attendues.

Si la colonne est configurée, le CPG corrige les points de consignation et les lectures de débit de la colonne en fonction du débit de purge de septum. Sans injecteur, cette valeur est nulle. Le débit réel de la colonne est *inférieur* de 1 à 2 ml/min au point de consignation indiqué dans les modes de débit. En modes de pression, le débit total est le débit réel de la colonne.

Pour configurer une vanne d'échantillonnage

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Setup / Automation / Sample Valve

Sample Valve		14:13:53	Last Sample 00	Default+	Not Ready
Load Time	0.5 min	Sample Loop Volume		5.000	
		Inject Time	0.5 min		

2. Entrez le temps de chargement (Load time) en minutes.
3. Vous pouvez entrer le volume de la boucle d'échantillonnage (Sample Loop Volume). Cette information n'a aucun effet sur la vanne.
4. Entrez le temps d'injection (Inject time) en minutes.
5. Appuyez sur Esc pour enregistrer les valeurs et retourner à l'écran précédent.

Cycle de vanne d'échantillonnage

1. La vanne d'échantillonnage passe en position chargement. Load min commence. La vanne n'est pas prête.

Load state (Position chargement) — C'est la position de repos entre chaque analyse. La boucle est balayée par un flux d'échantillon, soit en continu par branchement direct, soit à l'aide d'une seringue à gaz ou à liquide. La colonne est alimentée en gaz vecteur.

2. Load min se termine. La vanne passe à l'état prêt.
3. Si tout est prêt, le CPG passe à l'état prêt.
4. L'utilisateur charge la boucle d'échantillonnage (s'il n'y a pas de flux d'échantillon raccordé à la vanne) et appuie sur Start.
5. La vanne d'échantillonnage passe en position injection. Inject min commence. L'analyse commence.

Inject state (position injection) — C'est la position active. La boucle remplie est insérée dans le flux de gaz vecteur. L'échantillon est injecté dans la colonne. L'analyse commence automatiquement. A la fin d'Inject min, la vanne revient en position chargement.

6. Inject min se termine. Retour à l'étape 1.

Vanne multiposition avec vanne d'échantillonnage

Si une vanne d'échantillonnage et une vanne multiposition sont configurées, le CPG suppose que la vanne multiposition (Valve 2) alimentera la vanne d'échantillonnage (Valve 1).

Plusieurs fabricants proposent des vannes multiposition qui peuvent être pilotées par le CPG 6850. Si une vanne est configurée en tant que vanne multiposition et possède une sortie en position DCB reliée au CPG, il est possible de sélectionner directement la position de la vanne.

Le CPG lit la position actuelle de la vanne à partir de l'information DCB. Si la position désirée est différente, il actionne la commande de la vanne (fermeture de contacts, ouverture de contacts) et vérifie de nouveau la position. Le processus se répète jusqu'à ce que la vanne atteigne la bonne position. Si la vanne ne bouge pas, bouge trop lentement ou n'indique pas qu'elle est dans la bonne position finale, une erreur se produit.

Pour configurer une vanne multiposition

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Setup / Automation / Multi Valve

Multi Valve 14:14:20 Last Sample 00 Default+ Not Ready

Switching Time 2.0 sec

BCD

Position ??

Polarity

☐ Normal

☒ Invert

2. Entrez un temps de commutation (Switching Time) en secondes. Les échantillons visqueux peuvent nécessiter des temps plus longs. Le temps par défaut est de 1,0 seconde.
3. Sélectionnez le code DCB Normal ou Invert (les 1 deviennent des 0 et les 0 deviennent des 1). Cela permet de tenir compte des différences de convention de codage entre les fabricants de vannes. La valeur par défaut est Normal.

Pilotage manuel des vannes

Lorsqu'on développe une méthode mettant en oeuvre des vannes, il peut être nécessaire de piloter les vannes manuellement.

Pour actionner une vanne manuellement

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Automation / Valves

Valves		14:14:53	Last Sample 00	Default+	Not Ready
Valve 1	Valve 2	ACTION			
OFF	OFF				
☐ Toggle Switching Valve	☐ Toggle Switching Valve	RESET			
☐ Toggle Sampling Valve	Multiposition Valve				
Load ➡ Inject	Current ?? Next 0				

Ce CPG comporte une vanne d'échantillonnage (Valve 1) et une vanne multiposition (Valve 2).

2. Sélectionnez les vannes à piloter et le sens des manoeuvres. Appuyez sur ACTION pour effectuer les modifications. Appuyez sur RESET pour effacer l'écran sans effectuer aucune action.

Les vannes d'échantillonnage et les vannes de commutation alternent entre leurs deux positions possibles. Dans le cas d'une vanne multiposition, vous pouvez entrer la position désirée (1 à 16) dans le champ Next. Si la touche ACTION est actionnée, la vanne avancera jusqu'à cette position si le capteur BCD est connecté (ce qui n'est pas le cas de cet exemple) et que le circuit de pilotage externe est câblé correctement.

Réglage de la température des boîtiers de vannes

Le boîtier de vannes contient un bloc chauffé pouvant recevoir une vanne. La température est déterminée par l'élément de chauffage auxiliaire.

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Settings / Auxiliary

Auxiliary 14:15:15 Last Sample 00 Default+ Not Ready

Temperature
OFF °C
25

Inlet Oven Column Detector Auxiliary

2. Entrez la température désirée (la plage s'étend de 10 °C à 200 °C). Appuyez sur Esc pour fermer l'écran.

Mode Service (entretien)

Ecran Service

Cet écran affiche le journal d'analyse. Ce journal est une liste détaillée des erreurs survenues pendant l'analyse la plus récente. Il est effacé au début de chaque analyse.

Status / Service

The screenshot shows the 'Service' screen. At the top is a status bar with the following text: 'Service', '15:48:35', 'Cur Sample 16', 'Default+', and 'Ready'. Below the status bar is a message box that says 'This Run Log is reset at the beginning of each run.'. Below the message box is a table with three columns: 'Item', 'Detail', and 'Time'. The table is currently empty. To the right of the table is a vertical scroll bar. Below the table are five buttons: 'Log Book', 'Diagnostics', 'Calibration', 'Maintenance', and 'Update'. To the right of these buttons is a 'Service' button with a wrench icon, and below it is an 'EXIT Service' button.

Pour passer en mode entretien

Appuyez sur **Service**. La méthode active est mise en mémoire et la méthode SERVICE est chargée.

Pour sortir du mode entretien

Appuyez sur **EXIT Service**. La méthode active précédemment mise en mémoire est chargée.

Journal

Le CPG tient un journal des derniers événements significatifs qui se sont produits. On trouve parmi ces événements les arrêts de l'appareil, les défaillances, les mises à jour de microprogrammes, le résultat des tests de fuite. Pour afficher le journal, activez cet écran.

Status / Service / Log Book

Log Book		14:25:15	Last Sample 00	DEF_M	Not Ready
25 entries shown		Exceptions Log		27 total entries	
Code	Date	Time	Description		
502	14 Jun 00	14:24:35	Syringe serviced	+	Show Last 50
502	14 Jun 00	14:24:34	Syringe serviced	-	Show Last 100
500	14 Jun 00	14:20:03	Septum changed		
500	14 Jun 00	14:19:56	Septum changed		Show Last 250
500	14 Jun 00	14:19:54	Septum changed	+	
Save Logbook					

Normalement, les 25 événements les plus récents sont affichés. Vous pouvez également observer les 50, 100 ou 250 événements les plus récents.

Pour enregistrer le journal complet (jusqu'à 1024 entrées) dans un fichier texte sur une carte PC, appuyez sur **Save Logbook** (voir aussi [Utilisation de cartes PC](#) page 30).

Diagnostics

Pour visualiser les diagnostics

Affichez l'écran suivant :

Status / Service / Diagnostics

Diagnostics		12:11:04	Last Sample 00	Service Mo	Not Ready
GC Serial Number		US00000000			
Atmospheric Pressure		15.254	psi		
GC Start Runs	9				
GC Uptime	5 days	7 hrs	6 mins	7 secs	since last GC memory reset
		Inlet Test	Detector Test	Keyboard Test	

Le test du détecteur n'est possible que si vous utilisez un FID (détecteur à ionisation de flamme).

La pression atmosphérique affichée est la valeur mesurée par l'instrument et est utilisée dans tous les calculs.

Deux tests d'injecteurs sont disponibles : le test d'étanchéité et le test de l'orifice de division.

Test d'étanchéité (Tous injecteurs)

Le test d'étanchéité pressurise l'injecteur et vérifie la diminution de la pression avec le temps. Le test doit être effectué après un entretien courant de l'injecteur et dans les conditions normales d'utilisation (température). Si le test échoue, vérifiez l'étanchéité de tous les raccords.

Les résultats des tests de fuite sont saisis dans le journal.

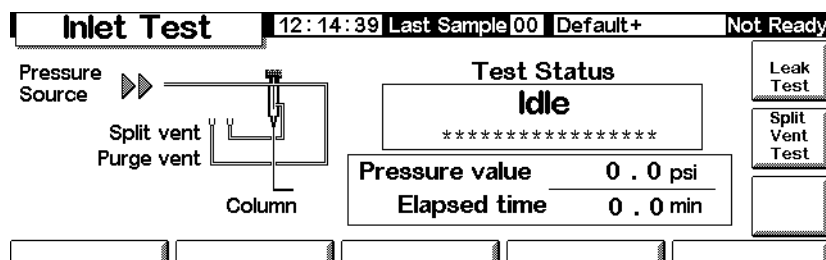
Tableau 25. Pièces pour le test d'étanchéité

Elément	Référence
Ecrou en laiton 1/8 pouce	5180-4103
Bague en Vespel/graphite 1/8"	0100-1372
Ecrou de colonne	5181-8830
Bague en Vespel/graphite	5020-8294

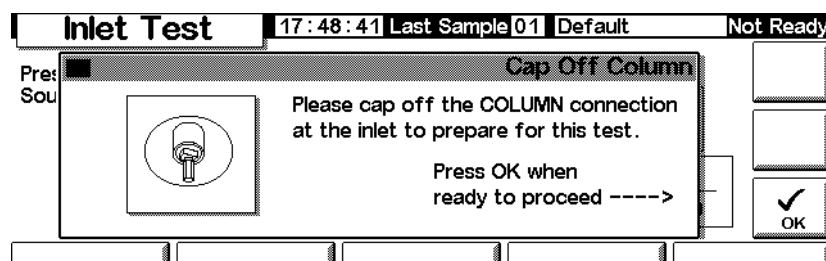
Exécution du test d'étanchéité :

1. Affichez l'écran suivant : Il peut varier selon l'injecteur dont vous disposez.

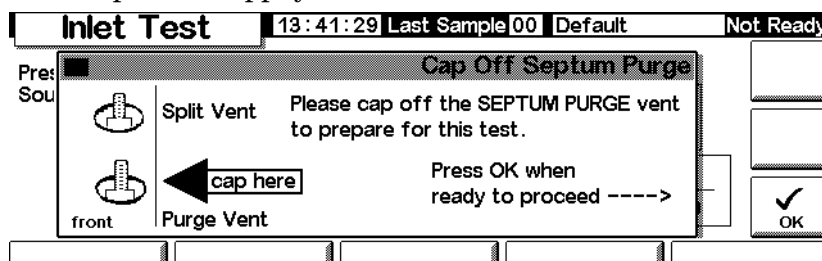
Status / Service / Diagnostics / Inlet Test



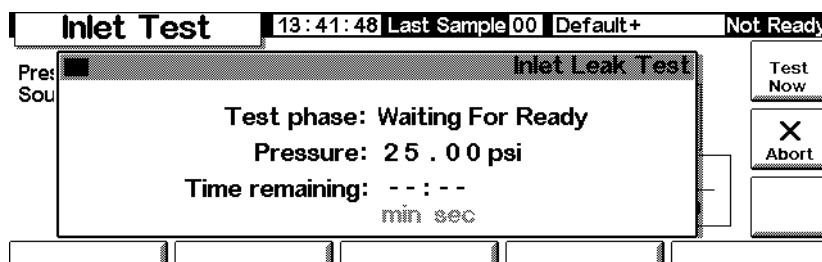
2. Appuyez sur la touche Leak Test.
3. Le cas échéant, retirez la colonne. Bouchez le raccord de colonne avec un écrou de colonne et une bague non trouée (pour les colonnes capillaires) ou avec un bouchon Vespel® (si vous utilisez des colonnes remplies). Appuyez sur OK.



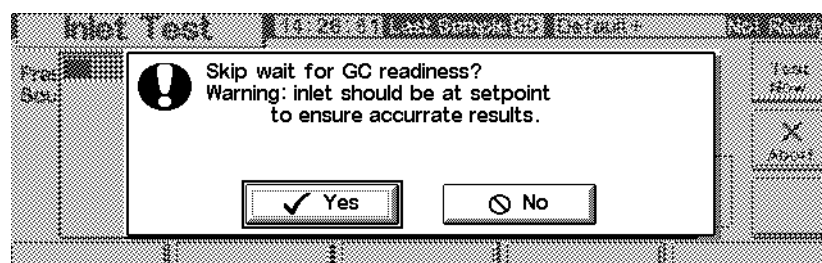
4. Bouchez l'évent de purge du septum avec un bouchon Swagelok® 1/8 pouce et appuyez sur OK.



5. Une fois que vous avez bouché l'évent de purge du septum, l'écran de test d'étanchéité apparaît (après un éventuel délai) :

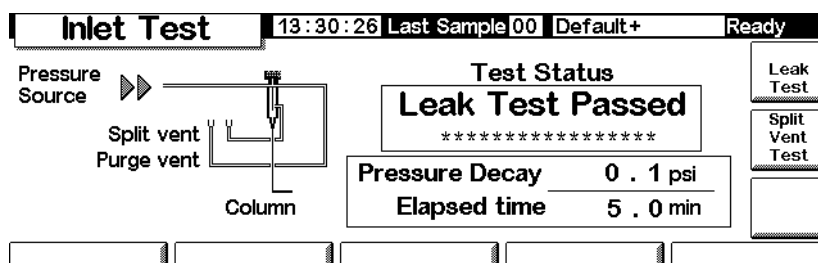


Lorsque le CPG a atteint ses conditions d'utilisation, le test démarre automatiquement. Normalement, vous attendrez que le test démarre. Si vous souhaitez démarrer le test sans attendre que l'injecteur atteigne sa température d'utilisation, appuyez sur **Test Now**.



Si vous sélectionnez **Yes**, le test commence immédiatement. Ce didacticiel vous prendra environ 5 minutes.

6. Lorsque le test est terminé, le résultat est affiché.



Les résultats possibles sont :

- *Passed* — Aucune fuite à la température d'utilisation
- *Failed* — Vérification des fuites sur tous les raccords. Consultez les informations d'utilisation de votre CPG pour obtenir plus de détails.
- *Override* — Le test est réussi, mais il a démarré à l'aide de la touche **Test Now** avant que l'injecteur n'atteigne sa température d'utilisation. Tel qu'il a été testé, l'injecteur ne présente pas de fuite, mais cela ne signifie pas qu'il n'en présente pas à sa température d'utilisation.

7. Chargez à nouveau la méthode à partir du début de cette procédure.
8. Retirez les bouchons, installez à nouveau la colonne et configurez-la comme il se doit puis réinitialisez la pression et la valeur minimale.

Test de l'orifice de division (injecteur avec/sans division seulement)

Le test de l'orifice de division vérifie que l'insert et l'orifice de division de l'injecteur ne sont pas bouchés. Avec le temps, la condensation de l'échantillon peut obturer l'insert d'injection de l'orifice de division. Si le test échoue, la cause la plus probable est l'orifice de division, l'insert d'injection ou le joint plaqué or. Pour des informations plus détaillées, consultez le manuel d'information de l'utilisateur Agilent 6850.

Les résultats des tests de fuite de division sont saisis dans le journal.

Tableau 26. Pièces pour le test de l'orifice de division

Élément	Référence
Ecrou de colonne	5181-8830
Bague en Vespel/graphite	5020-8294

Exécution du test de l'orifice de division

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Service / Diagnostics / Inlet Test

Inlet Test		12:14:39	Last Sample 00	Default+	Not Ready
Pressure Source		Test Status Idle *****		Leak Test	Split Vent Test
		Pressure value 0.0 psi Elapsed time 0.0 min			

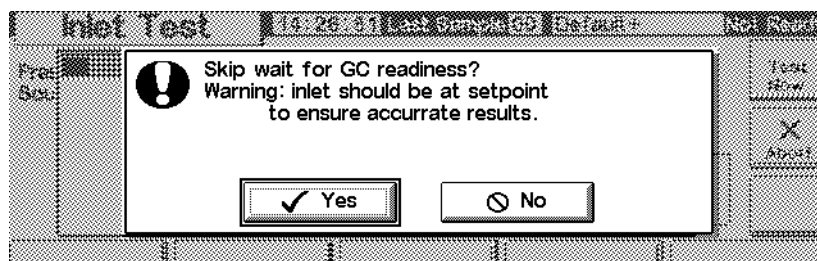
2. Appuyez sur Split Vent Test.
3. Suivez les instructions affichées.

Inlet Test		17:48:41	Last Sample 01	Default	Not Ready
Pre: Sou	Cap Off Column Please cap off the COLUMN connection at the inlet to prepare for this test. Press OK when ready to proceed ---->			OK	

4. Après l'obturation de l'orifice de purge de septum, l'écran de test d'étanchéité apparaît :

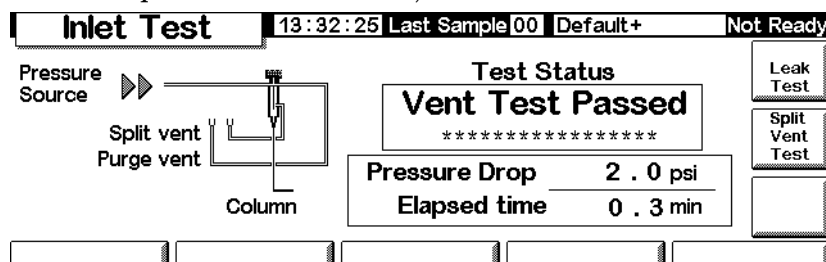
Inlet Test		13:42:23	Last Sample 00	Default+	Not Ready
Pre: Sou	Split Vent Test Test Phase: Waiting For Flow Pressure: 0.00 psi Flow: 358.6 ml/min Time remaining: --:-- min sec			Test Now	Abort

Lorsque le CPG a atteint ses conditions d'utilisation, le test démarre automatiquement. Normalement, vous attendrez que le test démarre. Si vous souhaitez démarrer le test sans attendre que l'injecteur atteigne sa température d'utilisation, appuyez sur **Test Now**.



Si vous sélectionnez **Yes**, le test commence immédiatement.

5. Lorsque le test est terminé, le résultat est affiché.



Les résultats possibles sont :

- *Passed* — Aucune fuite à la température d'utilisation
- *Failed* — Vérification des fuites sur tous les raccords. Consultez les informations d'utilisation de votre CPG pour obtenir plus de détails.
- *Override* — Le test est réussi, mais il a démarré à l'aide de la touche **Test Now** avant que l'injecteur n'atteigne sa température d'utilisation. Tel qu'il a été testé, l'injecteur ne présente pas de fuite, mais cela ne signifie pas qu'il n'en présente pas à sa température d'utilisation.

Test de la buse

Le test de la buse du FID doit être effectué lorsque la flamme ne s'allume pas ou lorsqu'elle se rallume de manière intempestive pendant une analyse. Le test vérifie que la buse n'est pas obstruée. Si le test échoue, remplacez ou nettoyez la buse. Pour une information plus détaillée, consultez le manuel d'information de l'utilisateur Agilent 6850.

Les résultats des tests de la buse sont saisis dans le journal.

Pour être sûr de la validité des résultats, réalisez le test dans les conditions d'utilisation.

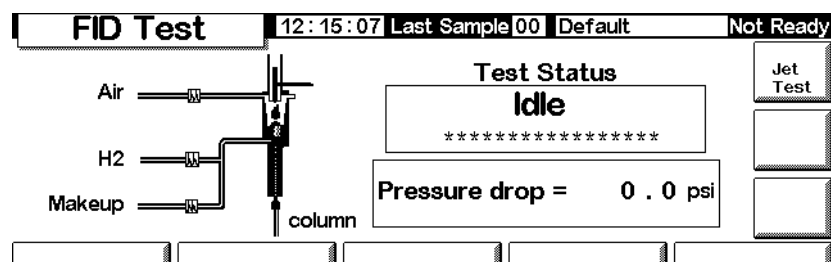
Tableau 27. Pièces pour le test de la buse

Élément	Référence
Ecrou de colonne	5181-8830
Bague en Vespel/graphite	5020-8294

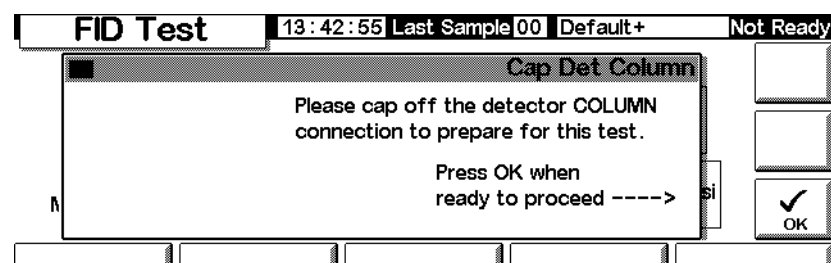
Exécution du test du détecteur

1. Affichez l'écran suivant :

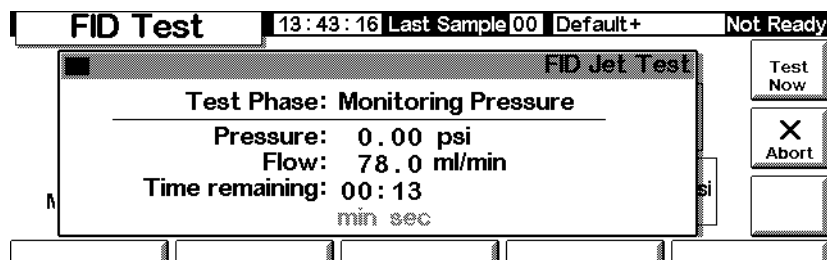
Status / Service / Diagnostics / Detector Test



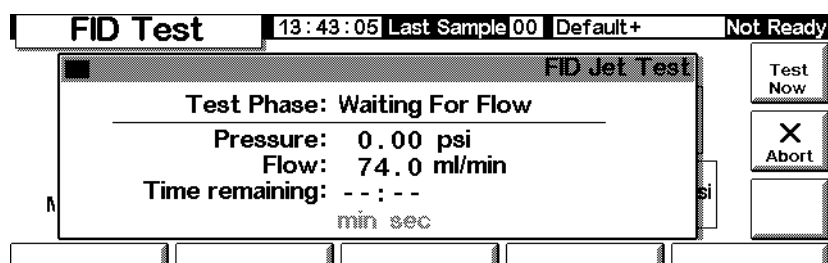
2. Appuyez sur Jet Test et suivez les instructions affichées.



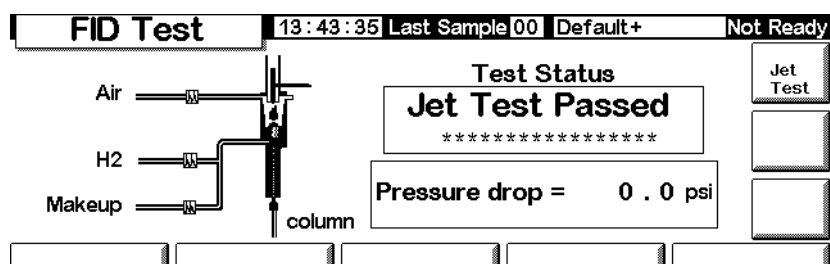
3. Après l'obturation du raccord de colonne du détecteur, l'écran de test de la buse FID apparaît :



Lorsque le CPG a atteint ses conditions d'utilisation, le test démarre automatiquement. Normalement, vous attendrez que le test démarre. Si vous souhaitez démarrer le test sans attendre que le détecteur atteigne sa température d'utilisation, appuyez sur **Test Now**, puis sélectionnez **Yes** pour commencer le test immédiatement.



4. Lorsque le test est terminé, le résultat est affiché.



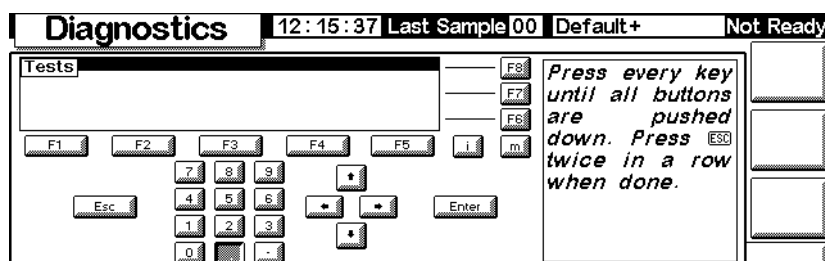
Les résultats possibles sont :

- *Passed* — La buse est suffisamment propre
- *Failed* — Nettoyez ou remplacez la buse
- *Override* — Le test est réussi, mais il a démarré à l'aide de la touche **Test Now** avant que l'injecteur n'atteigne sa température d'utilisation. Telle qu'elle a été testée, la buse est acceptable, mais elle peut ne pas être correcte à sa température d'utilisation.

Exécution du test du clavier

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Service / Keyboard Test



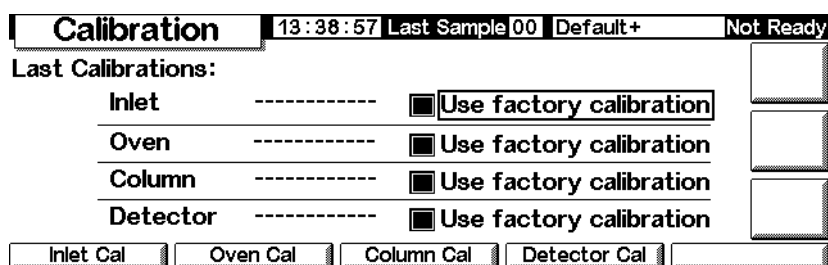
2. Appuyez sur chaque touche du module de commande. Sa représentation sur l'écran doit virer au gris.

Étalonnage

Pour visualiser l'état d'étalonnage

Affichez l'écran suivant. Les dates des réétalonnages qui se sont substitués aux étalonnages usine originels sont indiquées.

Status / Service / Calibration



Pour rétablir les étalonnages usine

Sur l'écran ci-dessus, sélectionnez une ou plusieurs options et appuyez sur Enter.

Capteurs de débit et de pression

Les pentes (sensibilité) de ces capteurs sont très stables mais le décalage du zéro doit être vérifié périodiquement.

Le module d'injection avec/sans division utilise un capteur de débit.

Sélectionnez la fonction Enable Auto Flow Zero (voir [Pour mettre à zéro les capteurs de l'injecteur](#) page 188) pour mettre automatiquement à zéro ce capteur après chaque analyse.

Tous les modules de régulation de gaz utilisent des capteurs de pression. Ces capteurs doivent être mis à zéro manuellement. Le [Tableau 28](#) précise les intervalles de mise à zéro recommandés.

Tableau 28. Intervalles de mise à zéro des capteurs de débit et de pression

Type de capteur	Taille de la colonne	Fréquence de mise à zéro
Débit	Tous	Utilisez Enable Auto Flow Zero
Pression	Colonnes capillaires de faible diamètre (d.i. 320 μ m ou moins)	Tous les 12 mois
	Colonnes capillaires de grand diamètre (d.i. > 320 μ m)	Au bout de 3 mois, au bout de 6 mois, puis tous les 12 mois
	Colonnes remplies	Tous les 12 mois

Pour mettre à zéro les capteurs de l'injecteur

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Service / Calibration / Inlet Cal

The screenshot shows the 'Calibration' screen with the following details:

- Top bar: Calibration | 12:17:32 Last Sample 00 Default+ | Not Ready
- Section: Inlet Calibration
- Option: ☒ Enable Auto Flow Zero
- Pressure section:

Pressure	Zero
0.00	0.00
psi	
- Flow section:

Flow	Zero
0.0	0.00
mL/min	
- Buttons on the right: ZERO FLOW, ZERO PRESS, OK (with a checkmark icon).

2. Sélectionnez Enable Auto Flow Zero pour remettre automatiquement le capteur à zéro à la fin de chaque analyse.
3. *Pour mettre le capteur de débit à zéro manuellement*, appuyez sur ZERO FLOW. Le débit d'injection sera momentanément interrompu. Le processus prend environ 2 secondes.

4. *Pour mettre le capteur de pression à zéro*, coupez le gaz vecteur à la source. Déconnectez les raccords du tuyau d'arrivée de gaz pour vous assurer qu'il n'y a pas de pression dans le tuyau. Appuyez sur ZERO PRESS.
5. Rétablir le débit normal de gaz vecteur.

Pour étalonner les capteurs de l'injecteur

1. Établissez une pression connue (70 à 100 psig ou 480 à 690 kPa) ou un débit connu (500 à 1000 ml/min) au niveau de l'injecteur.
2. Entrez la pression connue ou le débit connu dans le champ approprié de l'écran.
3. Appuyez sur Enter pour réétalonner le capteur.

Pour réétalonner la sonde de température du four

1. Fixez un thermocouple sur le support de colonne comme sur l'illustration. C'est la position utilisée en usine. Veillez à ce que le thermocouple soit suspendu dans l'air et ne touche rien dans le four.

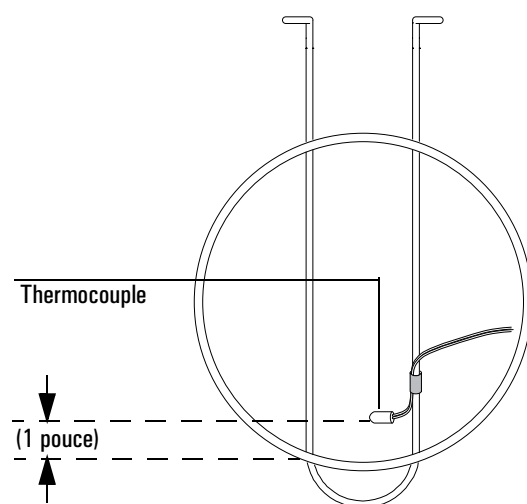


Figure 24. Thermocouple et support de colonne

2. Réglez la température du four à une valeur que vous utilisez couramment. Laissez le four se stabiliser à cette température pendant au moins 5 minutes.
3. Retranchez la température réelle (mesurée par le thermocouple) de la température indiquée par l'instrument afin d'obtenir la Correction.
4. Affichez l'écran suivant et entrez la valeur de Correction.

Status / Service / Calibration / Oven Cal

Calibration	12:19:44	Last Sample 00	Default+	Not Ready
Las	Oven Calibration			
Instrument Reading 26.33 °C				
Correction 0.00 °C				
				OK

5. Appuyez sur OK.

Pour étalonner une colonne

Si une ou plusieurs des dimensions de la colonne sont inconnues et difficiles à mesurer, utilisez cette fonction pour obtenir une estimation de la donnée manquante.

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Service / Calibration / Column Cal

Calibration	12:20:17	Last Sample 00	Default+	Not Ready
Las	Column Calibration			
☒ not calibrated ☐ cal length ☐ cal diameter ☐ cal length & diameter				
Measured Flow 0.0 mL/min		Unretained Peak 0.000 min		
Calculated length 30.00 meters		Calculated diameter 320 µm		
				OK

- Montez la colonne dans le four. Etablissez un débit de gaz vecteur.
- A gauche de l'écran, choisissez la (les) dimension(s) que vous devez estimer.
 - Pour estimer la longueur de colonne *ou* le diamètre, vous devez entrer *soit* le débit mesuré pour la colonne, *soit* le temps d'élution de l'air (pic non retenu).
 - Pour estimer à la fois la longueur et le diamètre, vous devez entrer le débit mesuré de la colonne *et* le temps d'élution de l'air (pic non retenu).
- Pour déterminer le débit mesuré : il s'agit du débit qui sort de la colonne. Il peut être mesuré à la sortie du détecteur. (Il faut couper complètement les gaz du détecteur.) Un capteur de débit électronique est préférable, mais vous pouvez aussi utiliser un débitmètre à bulle et un chronomètre. Effectuez plusieurs mesures et calculez la moyenne des résultats. Vous devez convertir les mesures pour les conditions normales de température et de pression.

5. Pour déterminer le temps d'élution de l'air : il s'agit du temps en minutes entre l'injection et l'apparition au niveau du détecteur d'un pic qui n'interagit pas avec la colonne.
6. Entrez les données dans les champs appropriés et appuyez sur Enter à chaque fois. L'instrument calcule et affiche les dimensions de la colonne.
7. Appuyez sur OK pour fermer l'écran.

Pour mettre à zéro les débits du détecteur

1. Affichez l'écran suivant :

Status / Service / Calibration / Detector Cal

Calibration		13:39:06		Last Sample 00		Default+		Not Ready	
FID Gas Calibrations									
H2 Fuel		Oxidizer (utility)		Makeup					
Reading	Zero	Reading	Zero	Reading	Zero				
0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0				
mL/min		mL/min		mL/min					
						ZERO FUEL ZERO UTILITY ZERO MAKEUP			

2. Les gaz étant ouverts, appuyez sur chacune des touches ZERO. Laissez assez de temps s'écouler entre chaque action (au moins 10 secondes).

Maintenance

Le CPG 6850 comporte une fonction appelée maintenance prédictive (EMF), que vous pouvez utiliser pour suivre l'usage de l'injecteur de septum, de l'insert d'injecteur, de la colonne et de la seringue. En définissant une limite d'utilisation de ces éléments, l'instrument peut vous avertir lorsque le moment est venu de les changer ou d'effectuer une opération de maintenance. Par exemple, le CPG peut vous inviter à changer le septum après 200 injections.

La maintenance prédictive fonctionne en suivant le nombre d'injections automatiques qui ont eu lieu depuis la dernière fois que vous avez changé ou effectué une maintenance de chaque élément.

Elle ne compte pas les injections manuelles. Vous pouvez définir une limite supérieure pour un élément — par exemple, le septum — et lorsque cette limite du nombre d'injections sera atteinte, un message de “demande de maintenance” apparaîtra sur le panneau avant du CPG.

Ce message n'a pas d'influence sur la disponibilité du CPG ; il s'affiche à titre d'information seulement. Vous pouvez encore utiliser le CPG normalement. Chaque élément fait l'objet d'une surveillance EMF indépendante qui s'activera également de manière indépendante.

Utilisation de la maintenance prédictive

Pour utiliser la maintenance prédictive, affichez cet écran.

Status / Service / Maintenance

Maintenance	14:19:16	Last Sample 00	DEF_M	Ready
Septum	0%	 Runs remaining before Early Maintenance Feedback	START SERVICE	
Liner	0%			
Syringe	0%			
Column	0%			
Service Limits				

Chacun des éléments pouvant être suivi est affiché, avec une indication du pourcentage de durée de vie restant. Par exemple, nous allons définir la limite d'utilisation du septum.

1. Appuyez sur Service Limits.

Service Limits	14:19:31	Last Sample 00	DEF_M	Ready
# of Injections before service				
Septum	OFF	Syringe	<input checked="" type="text" value="OFF"/>	
Liner	OFF	Column	OFF	

2. Sélectionnez le champ Septum, puis utilisez le clavier pour saisir une valeur. Dans cet exemple, nous l'utiliserons pour 200 injections.

Service Limits	14:20:09	Last Sample 00	DEF_M	Ready
# of Injections before service				
Septum	200	Syringe	OFF	
Liner	<input checked="" type="text" value="OFF"/>	Column	OFF	

3. Retournez à l'écran précédent. Notez que la barre d'état du septum indique 100 % et que le nombre d'injections restant est de 200.

Maintenance		14:20:27	Last Sample 00	DEF_M	Ready
Septum	100%	200	 Runs remaining before Early Maintenance Feedback		START SERVICE
Liner	0%				
Syringe	0%				
Column	0%				
Service Limits					

Le CPG suivra maintenant l'usage du septum.

Réinitialisation des limites de maintenance

Lorsque la limite de maintenance d'un élément est atteinte, un message d'avertissement apparaît sur l'écran du CPG et sur le module de commande. Pour effacer le message, vous devez soit désactiver la fonction EMF pour cet élément, soit réinitialiser le compteur.

Réinitialisez le compteur comme suit.

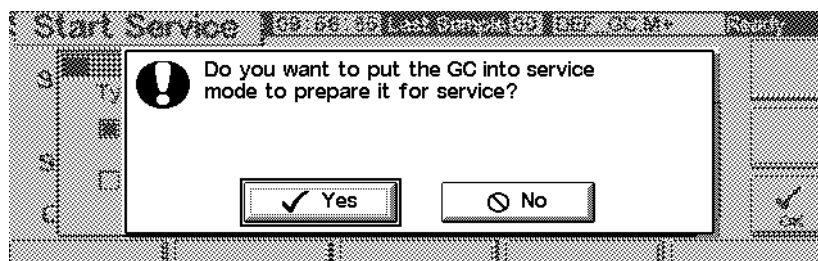
1. Attendez qu'il n'y ait plus d'analyse ou de séquence en cours et lorsque vous serez prêt à remplacer ou à effectuer la maintenance de (des) élément(s), affichez l'écran suivant :

Status / Service / Maintenance / Start Service

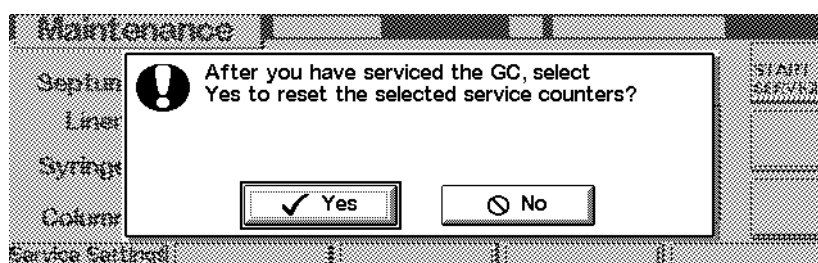
Start Service		09:56:11	Last Sample 00	DEF_GC.M+	Ready
Type of service: ☒ change inlet septum		☐ service column	☐ change syringe		
☐ change inlet liner		☐ change syringe			
					OK

2. Sélectionnez le (les) élément(s) dont vous souhaitez effectuer la maintenance et appuyez sur OK.

3. L'écran suivant apparaît. Choisissez **Yes** ou **No**.



- **Yes** — le CPG chargera pour vous la méthode SERVICE de sorte que l'injecteur et le four soient refroidis afin de pouvoir être manipulés en toute sécurité (voir le CD-ROM *6850 GC Information* (Informations sur le CPG 6850) pour de plus amples informations sur la préparation d'une méthode SERVICE correcte).
 - **No** — ne charge pas la méthode SERVICE. Par exemple, il n'est normalement pas nécessaire de refroidir le CPG pour assurer la maintenance de la seringue. Si vous devez manipuler des pièces chaudes, prenez toutes les précautions possibles afin de ne pas vous brûler.
4. L'écran suivant apparaît. Lorsque vous avez effectué la maintenance de(s) élément(s), appuyez sur **Yes** pour réinitialiser les compteurs que vous avez sélectionnés précédemment. Si vous appuyez sur **No** (par exemple, si vous n'avez effectué aucun changement), les compteurs ne seront pas réinitialisés et le(s) message(s) d'avertissement demeureront.



Détermination des limites de maintenance

Les limites de maintenance à employer pour le septum, la seringue, l'insert d'injecteur et la colonne dépendent de l'usage que vous en faites. Adoptez les limites qui vous demanderont de remplacer ou d'assurer la maintenance des pièces avant que vous ne constatiez une dégradation des performances due à un septum ou une seringue qui fuit, une contamination due à un poinçonnage du septum, etc.

Mise à jour des fonctions

Afin de lire les numéros de modèle et de série et la version du microprogramme effectifs du CPG, de l'injecteur et du module de commande, affichez cet écran.

Status / Service / Update

Update		14:17:45	Last Sample 00	DEF_M	Not Ready
	GC	Control Mod	Injector		
Model Number	6850	G2629A	G2880		
Serial Number	US00000628	DE85100001	PP00000104		
Mfg Date	30 Jul 99	-----	-----		
FW Revision	A.03.00	A.03.00	A.09.21		
FW Build Date	25 May 00	13 Jun 00	-----		
GC Update		Injector Update	Mod Update		

Nous vous recommandons de noter ces informations en lieu sûr afin qu'elles soient disponibles si vous devez appeler le service de maintenance Agilent.

Pour une mise à jour de microprogramme, contactez le service après-vente Agilent. Pour toute mise à jour de microprogramme, il vous faut un module de commande et une carte PC contenant les fichiers de mise à jour.

Ne mettez pas à jour le microprogramme pendant une analyse.

Mise à jour du microprogramme du CPG

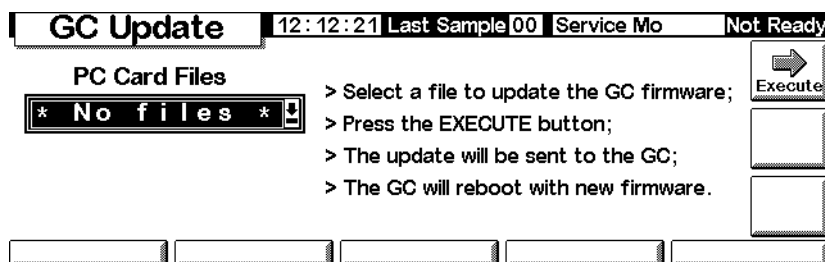
Lorsque vous mettez à jour le microprogramme du CPG, toutes les méthodes et informations d'adressage LAN local enregistrées sont perdues. Avant de commencer la mise à jour :

- Enregistrez toutes vos méthodes CPG afin de les ressaisir, ou enregistrez-les sur une carte PC à l'aide du module de commande. (Voir [Pour copier une méthode du CPG sur une carte PC](#) page 31.)
- Si vous utilisez le contrôle d'adressage LAN local (voir [Paramètres d'adresse IP](#) page 18), affichez l'écran Status / Service / LAN Comm et notez les informations de communications par le LAN afin de les ressaisir.

Pour mettre à jour le microprogramme du CPG :

1. Déconnectez le module de commande du CPG.
2. Introduisez la carte PC avec le microprogramme du CPG dans le module de commande et connectez le module au CPG.
3. Affichez l'écran suivant :

Status / Service / Update / GC Update



4. Sélectionnez le fichier de mise à jour du CPG et appuyez sur Execute.

Attention

N'éteignez pas le CPG, ne débranchez pas son cordon secteur et ne déconnectez pas le module de commande du CPG avant que la mise à jour soit terminée ou annulée. Vous risquez de détruire les programmes du module de commande et de rendre le CPG inutilisable.

5. Lorsque l'écran de confirmation apparaît, répondez :
 - Yes pour charger le nouveau microprogramme du CPG. Cela prend environ 10 minutes.
 - No pour annuler le chargement du microprogramme. Le microprogramme existant est conservé.
6. A la fin du chargement, le CPG redémarre avec le nouveau microprogramme.
7. Restaurez vos informations de méthodes et d'adressage LAN local (le cas échéant).

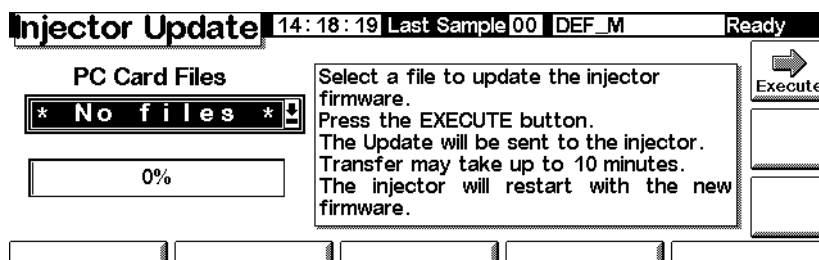
Mise à jour du microprogramme de l'injecteur

La version A.03.00 ou supérieure du microprogramme du module de commande est nécessaire pour mettre à jour le microprogramme de l'injecteur. Si vous ne disposez pas de cette version, contactez Agilent.

1. Déconnectez le module de commande du CPG.
2. Introduisez la carte PC avec le microprogramme du CPG dans le module de commande et connectez le module au CPG.

3. Affichez l'écran suivant :

Status / Service / Update / Injector Update



4. Sélectionnez le fichier de mise à jour de l'injecteur et appuyez sur Execute.

Attention

N'éteignez pas le CPG, ne débranchez pas son cordon secteur et ne déconnectez pas le module de commande du CPG avant que la mise à jour soit terminée ou annulée. Vous risquez de détruire les programmes du module de commande et de rendre l'injecteur inutilisable.

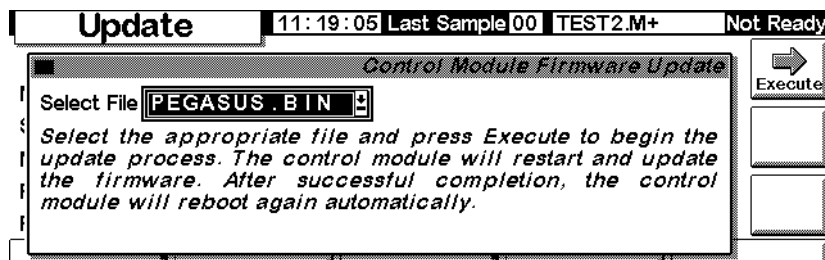
5. Lorsque l'écran de confirmation apparaît, répondez :
- Yes pour charger le nouveau microprogramme de l'injecteur. Cela prend environ 2 minutes.
 - No pour annuler le chargement du microprogramme. Le microprogramme existant est conservé.
6. A la fin du chargement, l'injecteur redémarre avec le nouveau microprogramme.

Mise à jour du microprogramme du module de commande

1. Déconnectez le module de commande du CPG.
2. Introduisez la carte PC avec le microprogramme du CPG dans le module de commande et connectez le module au CPG.

3. Affichez l'écran suivant :

Status / Service / Update / Mod Update



4. Sélectionnez le fichier de mise à jour du module de commande et appuyez sur Execute.

Attention

Ne déconnectez pas le module de commande du CPG avant que la mise à jour soit terminée ou annulée. Vous risquez de détruire les programmes du module de commande et de rendre celui-ci inutilisable.

5. Lorsque l'écran de confirmation apparaît, répondez :
- Yes pour charger le nouveau microprogramme du module de commande. Cela prend environ 2 minutes.
 - No pour annuler le chargement du microprogramme. Le microprogramme existant est conservé.
6. A la fin du chargement, le module de commande redémarre avec le nouveau microprogramme.