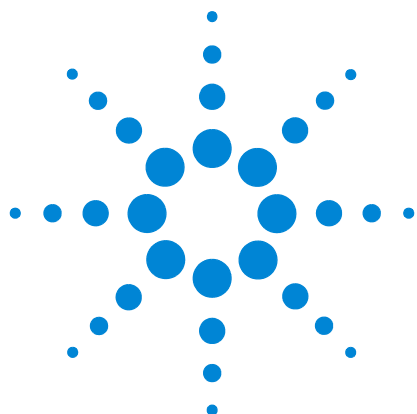




Détecteurs à chimiluminescence de soufre Agilent 8355 et d'azote Agilent 8255

Manuel d'utilisation



Agilent Technologies

Notices

© Agilent Technologies, Inc. 2015

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

Référence du manuel

G3488-93010

Edition

Troisième édition, Décembre 2015

Deuxième édition, Octobre 2015

Première édition, septembre 2015

Imprimé aux USA ou en Chine

Agilent Technologies, Inc.

2850 Centerville Road

Wilmington, DE 19808-1610 USA

安捷伦科技（上海）有限公司

上海市浦东新区外高桥保税区

英伦路 412 号

联系电话：（800）820 3278

Garantie

Les informations contenues dans ce document sont fournies en l'état et pourront faire l'objet de modifications sans préavis dans les éditions ultérieures. Dans les limites de la législation en vigueur, Agilent exclut en outre toute garantie, expresse ou implicite, concernant ce manuel et les informations qu'il contient, y compris, mais non exclusivement, les garanties de qualité marchande et d'adéquation à un usage particulier. Agilent ne saurait en aucun cas être tenu pour responsable des erreurs ou des dommages incidents ou consécutifs, liés à la fourniture, à l'utilisation ou à l'exactitude de ce document ou aux performances de tout produit Agilent auquel il se rapporte. Si Agilent et l'utilisateur ont passé un contrat écrit distinct, stipulant, pour le produit couvert par ce document, des conditions de garantie qui entrent en conflit avec les présentes conditions, les conditions de garantie du contrat distinct remplacent les conditions énoncées dans le présent document.

Signalisation de la sécurité

ATTENTION

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

AVERTISSEMENT

La mention **AVERTISSEMENT** signale un danger pour la sécurité de l'opérateur. Si la manœuvre ou la procédure correspondante n'est pas exécutée correctement, il peut y avoir un risque grave, voire mortel pour les personnes. En présence d'une mention **AVERTISSEMENT**, il convient de s'interrompre tant que les conditions indiquées n'ont pas été parfaitement comprises et satisfaites.

Sommaire

1 Mise en route

Manuels, informations, outils, et où les trouver	8
Manuels, outils et aide en ligne du CPG	8
Applications destinées aux utilisateurs	14
Formation	17
Aperçu des détecteurs SCD 8355 et NCD 8255	18
Aperçu de l'installation et de la mise en route initiale	22

2 Informations relatives à la sécurité et à la réglementation

Introduction	24
Consignes de sécurité importantes	25
De nombreuses pièces internes du détecteur présentent des tensions dangereuses	25
Les décharges électrostatiques peuvent endommager les circuits électroniques du CPG	26
De nombreuses pièces deviennent très chaudes	26
Consignes de sécurité relatives à l'hydrogène	26
Ozone	28
Environnements à teneur en oxygène	28
Symboles	29
Fusibles	30
Informations relatives à la sécurité et à la réglementation	31
Certification en matière d'émissions sonores pour l'Allemagne	32
Schalldruckpegel	32
Compatibilité électromagnétique	32
Utilisation prévue	34
Nettoyage	34
Recyclage du produit	34
Assistance technique	34

3 Description du système

Spécifications	36
Détecteur SCD 8355	36
Détecteur NCD 8255	36
Principe de fonctionnement	37
Détecteur SCD	37
Détecteur NCD	38
Description des principaux composants	39
Ensemble du brûleur	39
Générateur d'ozone	41
Cellule de réaction et tube photomultiplicateur (PMT)	42
Modules EPC	42
Pompe à vide	42
Piège de destruction de l'ozone	42
Filtre à huile coalesceur	42
Adaptateur FID (en option)	43
Refroidisseur du détecteur NCD	43

4 Fonctionnement

Introduction	46
Version intégrée	46
Paramètres de configuration	47
Paramètres et plages	47
Contrôle depuis le logiciel	48
Contrôle depuis le clavier du CPG	50
Identification du détecteur	50
Temps de stabilisation et de réponse du détecteur	51
Conditions normales d'utilisation	52
Réglage des conditions d'utilisation	53
Mise en marche du détecteur	54
Economie de ressources	55
Arrêt du détecteur	56
Configuration de la fonction Auto Flow Zero sur le CPG	57
Configuration du détecteur	58

5 Maintenance

Journalisation de la maintenance et fonction Early Maintenance Feedback (EMF)	62
Calendrier de maintenance	63
Suivi de la sensibilité du détecteur	64
Consommables et pièces de rechange	65
Vue éclatée des pièces du détecteur SCD	67
Vue éclatée des pièces du détecteur NCD	68
Méthode de maintenance du détecteur	69
Fixation de la colonne au détecteur	70
Remplacement du tube interne en céramique (détecteur SCD)	73
Remplacement du tube en quartz (détecteur NCD)	76
Contrôle du niveau d'huile de la pompe à vide	80
Ajout d'huile dans la pompe à vide	81
Changement d'huile de la pompe à vide	83
Remplacement du piège à ozone	85
Changement du filtre à vapeur d'huile	87
Nettoyage de l'extérieur du détecteur	88
Etalonnage des capteurs de débit et de pression	89
Mise à jour du microprogramme	90

6 Dépannage

Résolution des problèmes du détecteur	92
Tableau de dépannage	93
Voyant d'état	96
Messages du détecteur	97
Fuites	98
Fuites d'ozone	98
Fuites d'hydrogène	98
Fuites d'oxydant	99
Vérification de l'étanchéité pour l'hydrogène et l'oxydant	99
Problèmes d'alimentation électrique	100
Pas d'alimentation	100

Problèmes de génération d'ozone	101
Présence de coke	102
Contamination à l'hydrogène	103
Gaz contaminés	104

7 Vérification des performances

A propos de la vérification chromatographique	106
Préparation de la vérification chromatographique	107
Préparez des flacons d'échantillon	108
Vérification des performances du détecteur SCD	109
Vérification des performances du détecteur NCD	114



1

Mise en route

Manuels, informations, outils, et où les trouver	8
Aperçu des détecteurs SCD 8355 et NCD 8255	18
Aperçu de l'installation et de la mise en route initiale	22

Ce chapitre présente le détecteur à chimiluminescence de soufre (SCD) Agilent 8355 et le détecteur à chimiluminescence d'azote (NCD) Agilent 8255. Il indique en outre comment accéder à des informations utiles et des outils pratiques, tels que les manuels du CPG, des logiciels de calcul de débit, etc.



Manuels, informations, outils, et où les trouver

Ce manuel décrit le mode d'emploi du détecteur à chimiluminescence de soufre (SCD) Agilent 8355 et du détecteur à chimiluminescence d'azote (NCD) Agilent 8255, lorsqu'ils sont installés sur un chromatographe en phase gazeuse (CPG) Agilent 7890B. Il fournit également des conseils d'utilisation ainsi que des procédures de maintenance et de dépannage. Pour des instructions d'installation complètes, reportez-vous au *guide d'installation et de mise en route initiale* des détecteurs SCD Agilent 8355 et NCD 8255. Pour préparer le site d'installation d'un nouveau détecteur SCD ou NCD, reportez-vous au *guide de préparation du site* des détecteurs Agilent SCD 8355 et NCD 8255.

Agilent propose également d'autres manuels, des informations pour vous familiariser avec les appareils et des systèmes d'aide pour découvrir le CPG 7890B à votre rythme. Ayez à portée de main ces informations générales sur le CPG, car elles seront nécessaires pour l'installation et l'utilisation du détecteur. Les sections suivantes décrivent les ressources mentionnées ci-dessus et indiquent où les trouver.

Manuels, outils et aide en ligne du CPG

Agilent met à votre disposition plusieurs documents d'information qui expliquent comment installer, utiliser et assurer la maintenance et le dépannage du système CPG 7890B. Ces derniers se trouvent sur les DVD Agilent *GC and GC/MS User Manuals & Tools* fournis avec votre CPG.

Profitez d'une expérience utilisateur optimale en installant les manuels désirés dans la langue de votre choix. Installez les versions HTML et PDF.



Manuels disponibles

Tableau 1 Documents d'information du CPG 7890B

Document d'information	Contenu	Quand utiliser ce document
Mise en route	Présentation des manuels. Où trouver des informations. Comment installer les manuels. Présentation du CPG.	
Guide de sécurité	Fournit des informations sur la sécurité et la réglementation. Précautions d'emploi de l'hydrogène comme gaz vecteur (ou combustible). Précautions lors de la réalisation de tâches de maintenance.	• Avant l'installation, pour préparer une procédure d'installation sécurisée. • Avant la maintenance.
Guide de préparation du site du CPG, du CPG/SM et de l'ALS	Conditions requises : espace et poids de la paillasse de laboratoire, alimentation électrique, dissipation thermique, système d'évacuation, conditions de laboratoire (environnement local requis), pureté des gaz réactifs et autres gaz, alimentation en gaz, circuit de gaz (y compris les filtres, types de régulateurs et conduites nécessaires) et alimentation en refroidissement cryogénique (le cas échéant). Fournitures conseillées à acheter avant l'installation.	• Avant l'installation, pour préparer le site du laboratoire. • Avant l'installation, pour prendre connaissance des fournitures nécessaires à une correcte installation (gaz, kit de montage, purificateurs de gaz, régulateurs, conduites, raccords, pièces consommables, etc.). • A tout moment, pour consulter les exigences concernant les alimentations en gaz, les régulateurs, les fournitures de refroidissement cryogénique, les pressions d'alimentation, etc.
Installation et mise en route initiale	Comment installer le CPG sur la paillasse de laboratoire. Brochage des câbles.	• En cours d'installation.
Manuel d'utilisation	Fonctions courantes du clavier. Utilisation du clavier pour démarrer des analyses et des séquences. Utilisation du clavier lorsque connecté à un système de données Agilent. Présentation des méthodes et des séquences. Démarrage et extinction. Comment vérifier les performances du CPG suite à son installation. Economie d'énergie (mise en veille/sortie de veille). Fonction Early Maintenance Feedback. Configuration.	• Pour apprendre à réaliser les opérations communes (lancer une analyse, charger une méthode, réaliser une série d'échantillons). • Pour apprendre à utiliser le clavier du CPG en mode contrôle du système de données. • Avant une extinction courte ou longue. • Lors du démarrage du CPG suite à une période d'inactivité. • Dès que vous souhaitez vérifier les performances de l'instrument en les comparant aux normes d'usine. Par exemple suite à des procédures de maintenance. • Pour apprendre à configurer correctement les composants du CPG, particulièrement après leur installation.

Tableau 1 Documents d'information du CPG 7890B

Document d'information	Contenu	Quand utiliser ce document
Manuel d'utilisation avancée	Principe de fonctionnement et procédures pour un usage plus spécifique : programmation / informations détaillées sur les méthodes et les séquences / modes de pression et de débit de l'injecteur (colonne) / injecteur, détecteur, vanne, four et autres réglages / paramètres du signal de sortie.	- Lors du développement des méthodes. - Lors de l'exécution autonome du CPG (sans système de données). - Pour connaître en détail les paramètres.
Maintenance du CPG	Procédures de maintenance du CPG, y compris celles concernant toutes les options standard de l'injecteur et du détecteur. Informations sur les pièces de rechange. Instructions d'utilisation de la fonction Early Maintenance Feedback (EMF).	- Pour trouver une pièce de rechange ou un consommable. - Avant de réaliser toute opération de maintenance sur le CPG.
Dépannage	Procédures de résolution des problèmes du CPG. Symptômes et solutions pour résoudre les problèmes matériels, chromatographiques ou du CPG. Procédures pour déterminer si un problème est d'ordre matériel, logiciel, ou s'il est associé à d'autres facteurs (préparation d'échantillon, par exemple).	Lorsque vous essayez d'isoler la cause de problèmes de performances inattendus.
Formation au logiciel du CPG	Présentation de l'interface utilisateur du logiciel de contrôle du système de données du CPG. Introduction aux concepts de fonction EMF et de configuration, et d'autres nouvelles fonctions.	Pour localiser des paramètres dans l'interface utilisateur du système de données.
Aide du système de données	Rubriques et tâches associées à la création et la modification de méthodes pour le CPG.	Pour répondre aux questions concernant l'utilisation du logiciel commandant le CPG.

Langues disponibles

Les documents d'information sur le CPG Agilent 7890B sont disponibles en plusieurs langues. Le [Tableau 2](#) ci-dessous indique les manuels et langues disponibles dans chaque format (papier, Adobe PDF et HTML).

Tableau 2 Langues disponibles pour les manuels du CPG

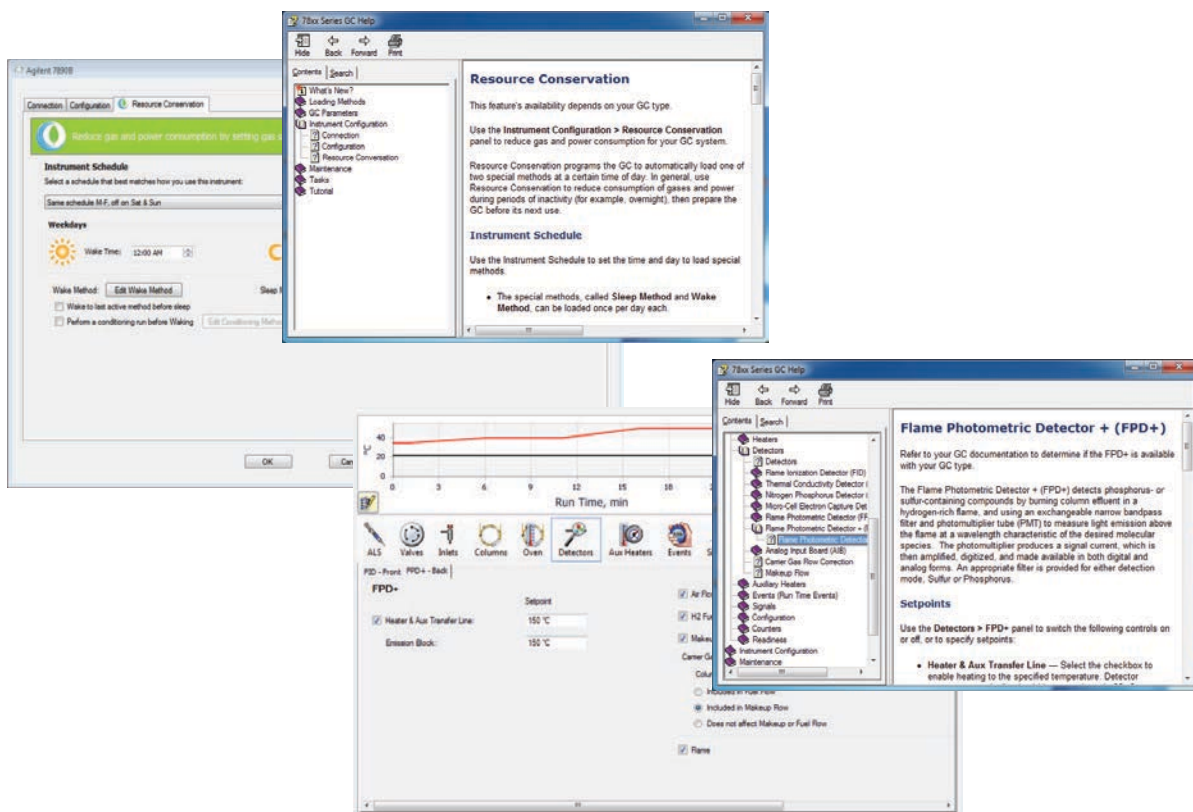
Manuel	Format									
		Espagnol	Anglais	Chinois	Français	Allemand	Italien	Japonais	Portugais (Brésil)	Russe
Mise en route	Papier	✓	✓				✓	✓		
	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Guide de sécurité	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Installation et mise en route initiale	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Guide de préparation du site du CPG, du CPG/SM et de l'ALS	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Maintenance du CPG	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Dépannage	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓

Tableau 2 Langues disponibles pour les manuels du CPG

Manuel	Format									
		Espagnol	Anglais	Chinois	Français	Allemand	Italien	Japonais	Portugais (Brésil)	Russe
Manuel d'utilisation	HTML	✓	✓				✓			
	PDF	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Manuel d'utilisation avancée	HTML	✓								
	PDF	✓								
Formation au logiciel	HTML	✓	✓				✓	✓	✓	

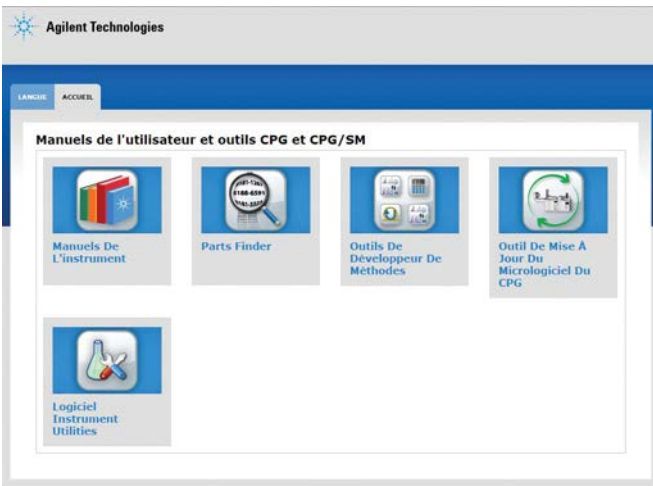
Aide en ligne

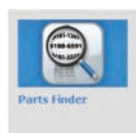
En plus des manuels de référence technique, votre système de données CPG comprend également une aide en ligne complète proposant des informations détaillées, les tâches courantes et des didacticiels vidéo sur l'utilisation du logiciel.



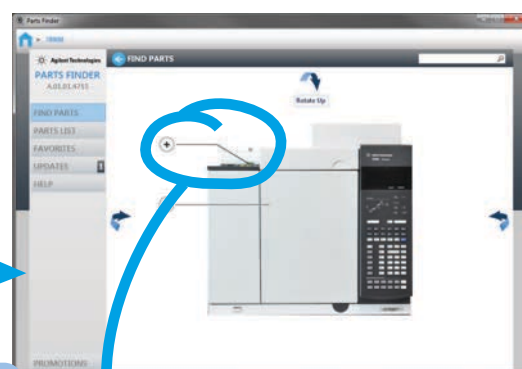
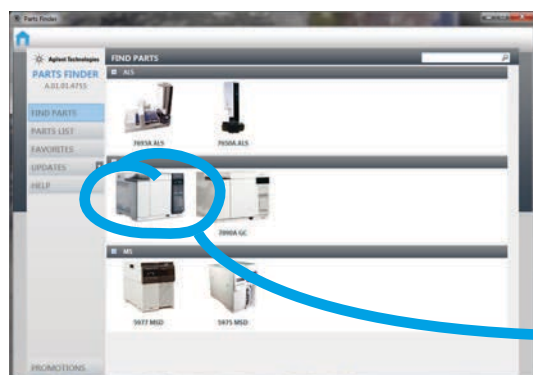
Applications destinées aux utilisateurs

En plus des manuels de référence technique, plusieurs applications destinées aux utilisateurs sont disponibles sur les DVD Agilent "GC and GC/MS User Manuals & Tools". Vous trouverez ci-après une liste des applications disponibles, telles que Parts Finder (pour se procurer des pièces de rechange), l'outil de mise à niveau du microprogramme du CPG et de nombreux outils pour le développement de méthodes.

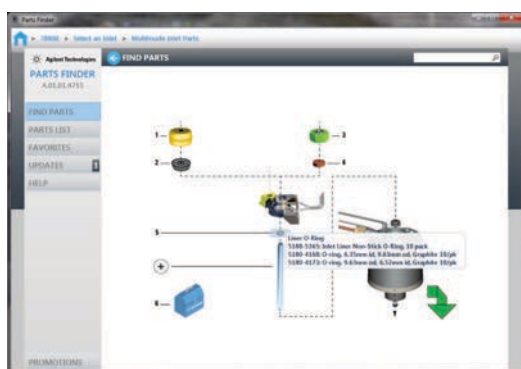
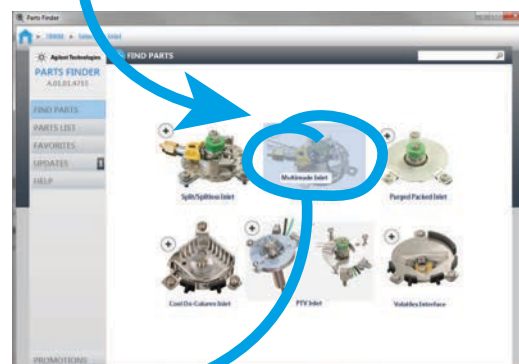




Installez Parts Finder pour trouver rapidement des pièces de rechange et des consommables en cliquant sur des illustrations de l'instrument.



Au lieu de feuilleter un catalogue ou un manuel, vous pouvez cliquer rapidement sur des photos et des illustrations pour isoler les composants intéressants de l'instrument (par exemple un type spécifique d'injecteur ou de détecteur, une source d'ions ou un porte-échantillons), puis naviguer visuellement jusqu'aux pièces dont vous avez besoin.



Non seulement Parts Finder vous fait gagner du temps lors de la commande de pièces mais encore, il se met lui-même à jour sur Internet. Vous avez ainsi toujours accès à la dernière liste de pièce pour vos instruments.

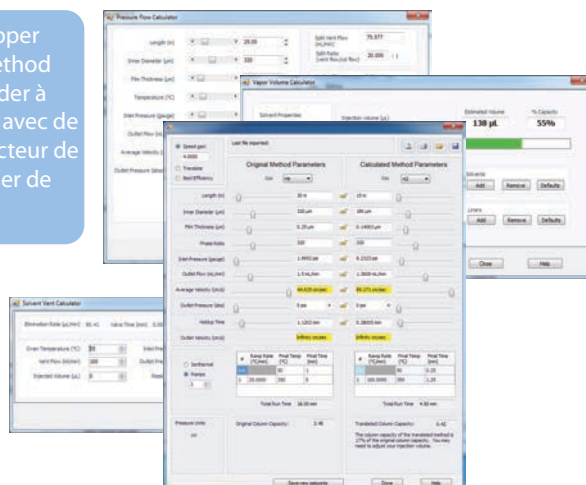
1 Mise en route



Installer l'outil de mise à niveau du microprogramme du CPG pour installer le dernier micrologiciel sur votre CPG et sur vos systèmes d'échantillonneurs.



Installer Method Developer Tools, de même que Method Translator, pour vous aider à convertir une méthode avec de l'hélium comme gaz vecteur de manière à pouvoir utiliser de l'hydrogène.



Formation



Agilent a élaboré des formations pour vous aider à utiliser votre CPG, à maximiser votre productivité et à tout savoir sur les superbes fonctions de votre nouveau système :

R1778A – Utilisation du CPG Agilent 7890 A/B et d'OpenLAB ChemStation

R1914A – Dépannage et maintenance du CPG Agilent 7890 A/B

R2255A – Utilisation du CPG série 7890 avec OpenLAB EZChrom

Pour plus d'informations sur la formation et les cours proposés, visitez le site <http://www.agilent.com/chem/education> ou contactez votre représentant local Agilent.

Aperçu des détecteurs SCD 8355 et NCD 8255

Les figures suivantes (Figure 1 à Figure 5) montrent les commandes, pièces et composants des détecteurs SCD 8355 et NCD 8255 impliqués lors de l'installation, l'utilisation et la maintenance de l'appareil.



Figure 1 Vue avant du détecteur (SCD et NCD)

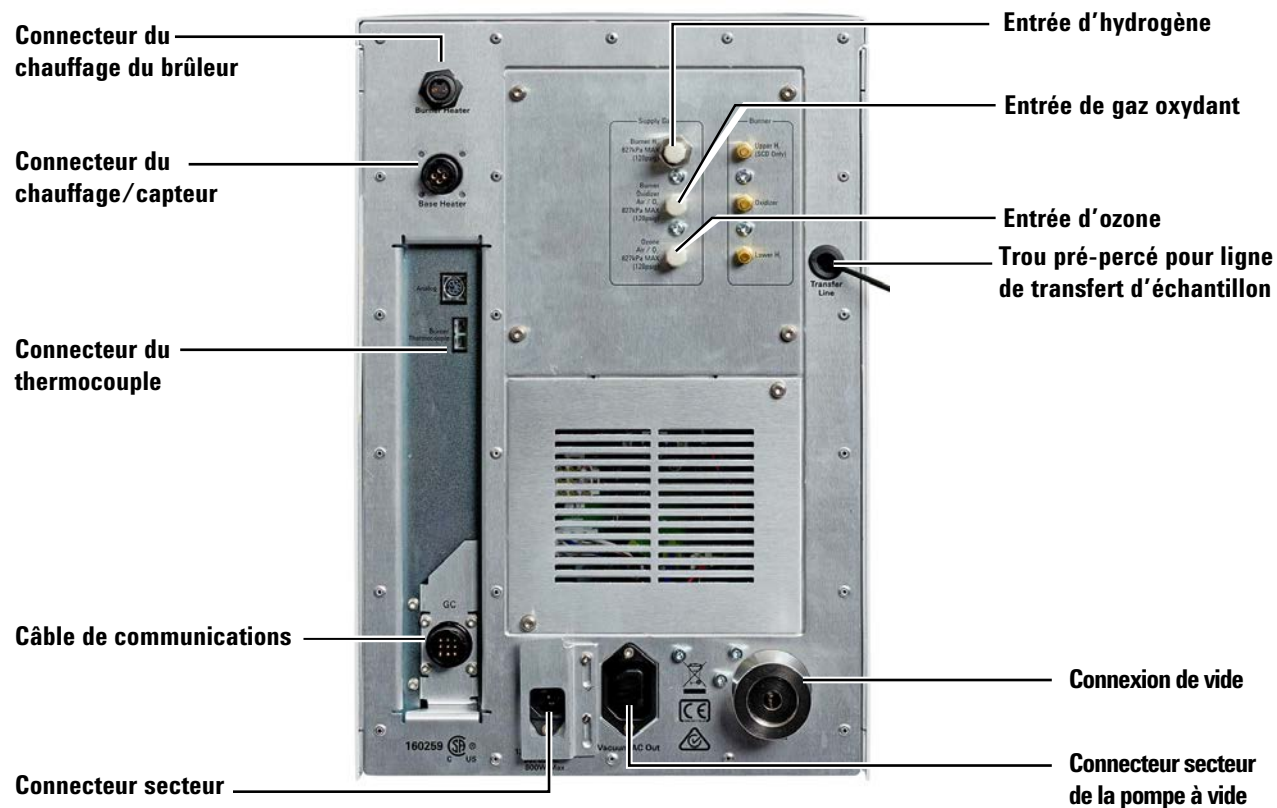


Figure 2 Vue arrière du détecteur

1 Mise en route

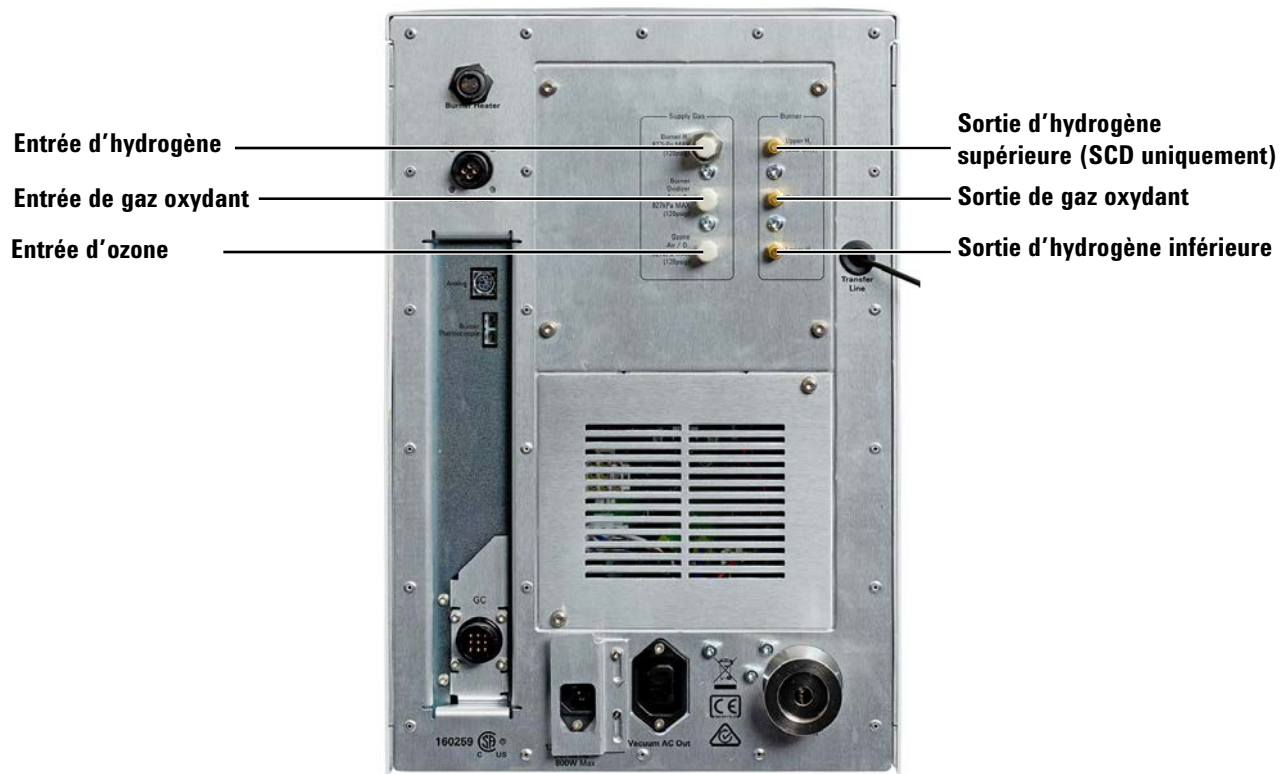


Figure 3 Raccordements de gaz du détecteur

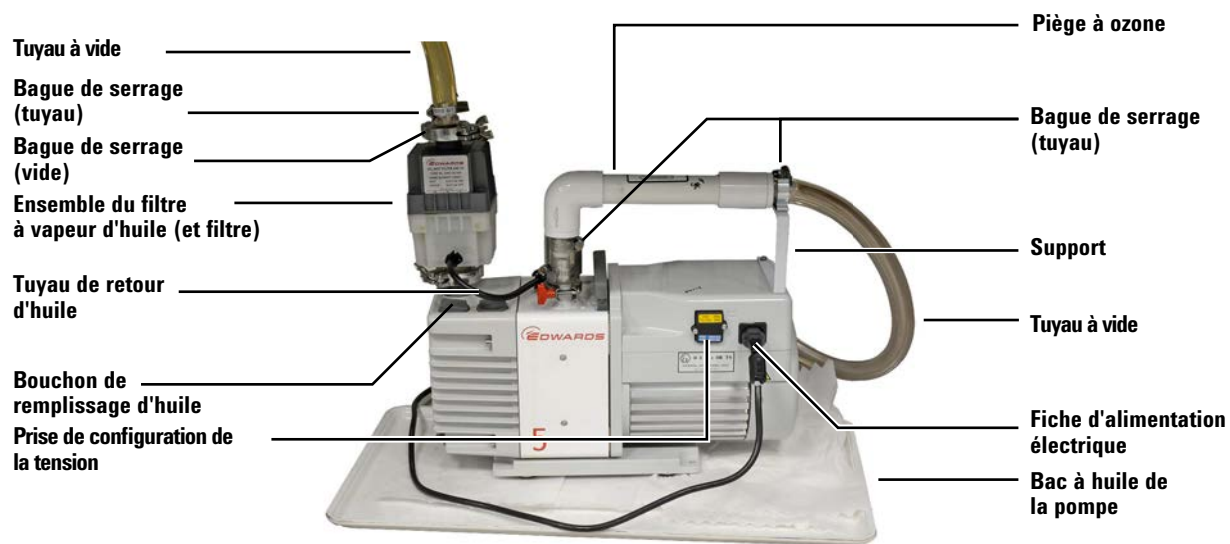


Figure 4 Pompe à vide RV5

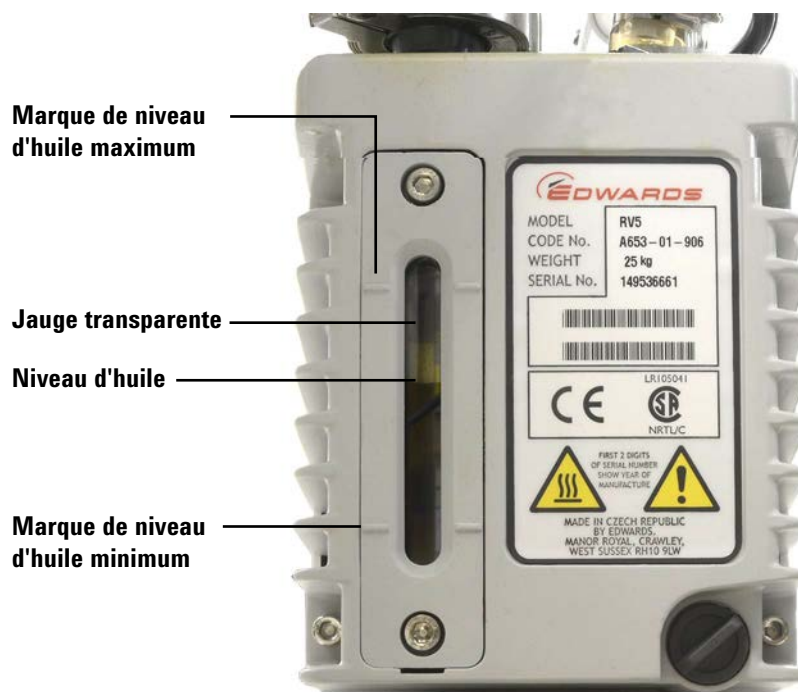
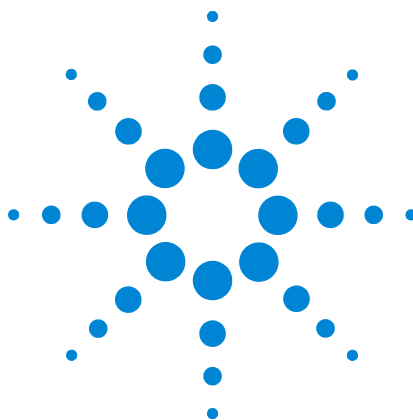


Figure 5 Jauge d'huile transparente de la pompe à vide RV5

Aperçu de l'installation et de la mise en route initiale

La section suivante offre un aperçu du processus d'installation du détecteur. Pour des instructions d'installation complètes, reportez-vous au *guide d'installation et de mise en route initiale*.

- 1** Si ce n'est déjà fait, installez le CPG et le système de données Agilent. (Si un autre détecteur est déjà installé, vérifiez ses performances.)
- 2** Placez le détecteur sur la paillasse. Retirez les bouchons de protection.
- 3** Préparez le CPG. Laissez-le refroidir, puis éteignez et débranchez le cordon d'alimentation. Retirez les capots.
- 4** Préparez l'emplacement de montage du détecteur.
- 5** Déballiez la pompe à vide. Retirez les obturateurs. Installez le filtre à huile coalesceur et le lest.
- 6** Installez la pompe à vide.
- 7** Vérifiez la configuration d'alimentation.
- 8** Installez l'ensemble du brûleur.
- 9** Connectez les gaz d'alimentation.
- 10** Connectez les gaz du détecteur.
- 11** Connectez les câbles et fils du détecteur.
- 12** Connectez les câbles au CPG et au détecteur.
- 13** Branchez.
- 14** Mettez la colonne en place.
- 15** Installez les capots du CPG.
- 16** Allumez le CPG et le détecteur.
- 17** Configurez le détecteur.
- 18** Créez une méthode de vérification et vérifiez les performances.



2 Informations relatives à la sécurité et à la réglementation

Introduction	24
Consignes de sécurité importantes	25
Symboles	29
Fusibles	30
Informations relatives à la sécurité et à la réglementation	31
Utilisation prévue	34
Nettoyage	34
Recyclage du produit	34
Assistance technique	34

Ce chapitre fournit des informations importantes relatives à la sécurité et à la réglementation concernant l'installation et l'utilisation des détecteurs Agilent SCD 8355 et Agilent NCD 8255. Veuillez à lire attentivement et bien comprendre ces informations avant d'utiliser le détecteur.



Introduction

Le présent manuel vous guide à travers les procédures d'utilisation, de maintenance et de dépannage des détecteurs Agilent SCD 8355 et Agilent NCD 8255. Ces détecteurs sont généralement installés sur le chromatographe en phase gazeuse (CPG) par un personnel agréé par Agilent. Pour connaître les instructions d'installation du détecteur SCD ou NCD, reportez-vous au *guide d'installation*.

En plus des informations du présent document, reportez-vous également aux consignes de sécurité fournies avec votre CPG. Les manuels des CPG Agilent se trouvent sur les DVD Agilent Technologies *GC and GC/MS User Manuals & Tools*.

Consignes de sécurité importantes

Plusieurs mesures de précaution doivent être prises lors de l'utilisation du détecteur SCD 8355 ou NCD 8255.

De nombreuses pièces internes du détecteur présentent des tensions dangereuses

Lorsque le CPG ou le détecteur est branché sur le secteur, les points suivants sont soumis à des tensions potentiellement dangereuses, même si les interrupteurs sont en position d'arrêt :

- Câblage entre le cordon d'alimentation du détecteur et l'alimentation secteur
- Alimentation secteur
- Câblage entre l'alimentation secteur et l'interrupteur

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

- Toutes les cartes électroniques
- Les fils et câbles internes connectés à ces cartes

Notez que le CPG alimente à la fois les cartes électroniques du détecteur et les modules EPC.

Les décharges électrostatiques peuvent endommager les circuits électroniques du CPG

Les décharges électrostatiques peuvent endommager les cartes à circuit imprimé du détecteur. Ne les touchez pas, sauf en cas de nécessité absolue. Pour manipuler une carte, portez un bracelet antistatique mis à la terre et tenez la carte par les bords uniquement. Veillez à porter un bracelet antistatique relié à la terre pour retirer le capot droit du CPG ou les capots gauche ou droit du détecteur.

De nombreuses pièces deviennent très chaudes

De nombreuses pièces du détecteur fonctionnent à des températures très élevées pouvant provoquer de graves brûlures. En voici une liste non exhaustive :

- Brûleur à plasma double
- Interface du détecteur reliée au CPG, y compris la connexion de la colonne

Avant toute intervention sur ces pièces, laissez-les toujours refroidir jusqu'à température ambiante. Pour intervenir sur des pièces à haute température, utilisez une clé et portez des gants anti-chaleur. Dans la mesure du possible, refroidissez la pièce concernée avant de commencer l'intervention.

Consignes de sécurité relatives à l'hydrogène

L'hydrogène est utilisé en tant que combustible pour produire une flamme à l'intérieur du détecteur.

AVERTISSEMENT

L'utilisation d'hydrogène (H₂) en tant que combustible présente un risque d'explosion en cas de fuite dans le four du CPG. Veillez par conséquent à ne pas activer l'alimentation en hydrogène tant que tous les raccordements n'ont pas été correctement effectués et assurez-vous que les raccords de colonne côté détecteur sont reliés à une colonne ou obturés lorsque le détecteur est alimenté en hydrogène. L'hydrogène est hautement inflammable. Toute fuite d'hydrogène confinée dans un espace fermé peut entraîner des risques d'incendie ou d'explosion. A chaque utilisation d'hydrogène, vérifiez l'étanchéité des raccords, des canalisations et des vannes avant de vous servir de l'instrument. Avant toute intervention sur l'instrument, coupez toujours l'alimentation en hydrogène à la source.

L'hydrogène est couramment utilisé comme gaz vecteur dans les CPG. Il présente un risque d'explosion et possède d'autres caractéristiques dangereuses.

- L'hydrogène est combustible sur une large plage de concentrations. A la pression atmosphérique, il est combustible pour une concentration volumique comprise entre 4 % et 74,2 %.
- De tous les gaz, l'hydrogène est celui qui présente la plus grande vitesse de combustion.
- L'hydrogène possède une très faible énergie d'inflammation.
- En cas de détente brutale dans l'atmosphère, l'hydrogène peut s'enflammer spontanément sous l'effet d'une étincelle électrostatique.
- La flamme de l'hydrogène est peu lumineuse et peut passer inaperçue sous un bon éclairage ambiant.

Arrêt de l'alimentation en hydrogène

Le gaz hydrogène est utilisé en tant que combustible pour les détecteurs SCD et NCD.

Lors de l'utilisation du détecteur avec un CPG Agilent 7890B ou 7890A+, le CPG surveille les débits d'hydrogène. Si un débit est interrompu faute d'avoir atteint le débit ou la pression définie et que ce débit soit configuré pour utiliser de l'hydrogène, le CPG présume qu'une fuite s'est produite et déclenche un arrêt d'urgence de l'alimentation en hydrogène.

Si le CPG active le mode d'arrêt d'urgence de l'alimentation en hydrogène, les répercussions sur le détecteur sont les suivantes :

- Les zones chauffées du détecteur sont éteintes.
- Les débits d'hydrogène du détecteur sont désactivés.
- Le générateur d'ozone est désactivé.
- La pompe à vide reste activée.

Pour revenir à la normale, éliminez la cause de l'arrêt (vanne fermée au niveau d'une bouteille, forte fuite, etc.). Eteignez l'instrument et le détecteur, puis rallumez-les.

AVERTISSEMENT

Le CPG ne détecte pas toujours les fuites de gaz au niveau du détecteur. Il est donc crucial de connecter une colonne sur les raccords de colonne ou d'obturer ces derniers. Les débits de H₂ doivent être configurés pour l'utilisation d'hydrogène, de manière que le CPG adapte son fonctionnement à ce gaz.

Mesure des débits d'hydrogène

AVERTISSEMENT

N'effectuez jamais de mesure sur de l'hydrogène mélangé à de l'air ou à de l'oxygène. Il pourrait se former un mélange explosif, auquel l'allumeur automatique risquerait de mettre le feu. Pour écarter ce danger : 1. Désactivez l'allumeur automatique avant de commencer. 2. Mesurez toujours les gaz séparément.

Lors de la mesure des débits de gaz d'un détecteur utilisant de l'hydrogène pour la flamme du détecteur ou comme gaz vecteur du CPG, traitez séparément les débits d'hydrogène. Ne laissez jamais pénétrer d'air tandis que le débitmètre contient de l'hydrogène.

Ozone

AVERTISSEMENT

L'ozone est un gaz dangereux à fort pouvoir oxydant. Les expositions à l'ozone doivent donc être réduites au minimum en utilisant l'instrument dans une zone correctement ventilée et en évacuant les gaz d'échappement de la pompe à vide à travers une hotte aspirante. Le générateur d'ozone devrait être éteint lorsque l'instrument n'est pas utilisé.

Environnements à teneur en oxygène

AVERTISSEMENT

Les environnements riches en oxygène peuvent favoriser la combustion, voire provoquer une combustion spontanée dans des conditions de haute pression et haute exposition à la contamination. Utilisez uniquement des composants compatibles avec l'oxygène et assurez-vous qu'ils ont été correctement traités pour une utilisation avec de l'oxygène pur.

Symboles

Les avertissements figurant dans le manuel ou inscrits sur l'instrument doivent être respectés pendant toutes les phases d'utilisation, d'entretien et de réparation de celui-ci. Le non-respect de ces précautions constitue un manquement aux normes de sécurité et à l'utilisation prévue de l'instrument. La société Agilent Technologies décline toute responsabilité en cas d'inobservation de ces consignes.

Se référer aux documents annexes pour plus d'informations.



Surface chaude.



Risque d'électrocution.



Indique un terminal conducteur de protection.



Risque d'explosion.



Risque de décharge électrostatique.



Danger. Reportez-vous aux manuels d'utilisation Agilent pour en savoir plus sur l'élément indiqué.



Ce produit électrique/électronique ne doit pas être éliminé avec les déchets ménagers.



Fusibles

Pour fonctionner correctement, les détecteurs SCD 8355 et NCD 8255 requièrent des fusibles **dont la manipulation doit exclusivement être confiée à des techniciens dûment formés par Agilent.**

AVERTISSEMENT

Pour éviter tout risque d'incendie, remplacez toujours les fusibles par d'autres de même type et de même calibre.

AVERTISSEMENT

Risque d'électrocution. Déconnectez l'instrument de la source d'alimentation secteur avant de remplacer des fusibles.

Tableau 3 Fusibles de la carte d'alimentation secteur

Désignation du fusible	Tension secteur	Type et calibre du fusible
F1/F2	Toutes	15 A, 250 VCA, conforme CEI, type F (sans retardement), corps en céramique
F6/F5	Toutes	0,75 A, 250 VCA, conforme CEI, type F (sans retardement), corps en verre
F4/F3	Toutes	10 A, 250 VCA, conforme CEI, type F (sans retardement), corps en verre

Informations relatives à la sécurité et à la réglementation

Cet instrument a été conçu et testé conformément à la norme CEI 61010-1 "Règles de sécurité pour appareils électriques de mesurage, de régulation et de laboratoire", et fourni conformément aux conditions de sécurité applicables. Les instructions fournissent des informations et des avertissements à prendre en compte pour utiliser l'instrument et procéder à sa maintenance en toute sécurité.

Reportez-vous au guide de sécurité du CPG 7890B, disponible sur le DVD "GC and GC/MS User Manuals & Tools", pour des informations générales relatives à la sécurité et à la réglementation du CPG 7890B. Les sections ci-dessous fournissent des informations spécifiques aux détecteurs SCD 8355 et NCD 8255.

Les détecteurs Agilent SCD 8355 et NCD 8255 sont conformes aux normes de sécurité suivantes :

- CSA (Canadian Standards Association, Association canadienne de normalisation) : C22.2 n° 61010-1
- CSA/NRTL (Nationally Recognized Test Laboratory, Laboratoire d'essai certifié au Canada) : ANSI/UL 61010-1
- CEI (Commission électrotechnique internationale) : 61010-1, 61010-2-010
- EN (norme européenne) : 61010-1

Cet instrument présente les spécifications suivantes : sécurité de classe I, pollution de degré 2 et catégorie d'installation II. Il doit être relié à une source d'alimentation secteur équipée d'une borne de terre de protection intégrée au cordon d'alimentation. Toute interruption du conducteur de protection, à l'intérieur ou à l'extérieur de l'appareil, peut rendre ce dernier dangereux. Toute interruption intentionnelle est interdite.

Si l'instrument est utilisé d'une manière autre que celle spécifiée par Agilent, la protection fournie par l'instrument n'est plus garantie.

Les détecteurs Agilent SCD 8355 et NCD 8255 respectent la réglementation suivante concernant la compatibilité électromagnétique (CEM) et les interférences de radiofréquences (RFI) :

- CISPR 11/EN 55011 : groupe 1, classe A
- CEI/EN 61326



Cet appareil ISM est conforme à la norme canadienne ICES-001.
Cet appareil ISM est conforme à la norme NMB-001 du Canada.



Les détecteurs Agilent SCD 8355 et NCD 8255 sont conçus et fabriqués selon un système d'assurance qualité certifié ISO 9001. Déclaration de conformité disponible.



Instructions de mise au rebut des déchets d'équipement dans l'Union européenne : Ce symbole, apposé sur l'équipement ou l'emballage, indique que ce produit ne doit pas être mis au rebut avec d'autres déchets. Pour mettre vos déchets d'équipement au rebut, il vous incombe de les confier à un organisme de collecte agréé assurant le recyclage des déchets d'équipement électrique et électronique. Les dispositifs de collecte et de traitement sélectifs des déchets d'équipement visent à préserver les ressources naturelles et à garantir un recyclage respectueux de la santé comme de l'environnement. Pour obtenir une liste de centres de collecte autorisés à recycler les déchets d'équipement, contactez le service municipal compétent ou le revendeur du produit.

Certification en matière d'émissions sonores pour l'Allemagne

Pression acoustique $L_p < 68$ dB(A) pour les opérateurs et
 $L_p < 72$ dB(A) pour les personnes aux alentours, conformément aux normes DIN-EN 27779 (essai de type).

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel $L_p < 68$ dB(A) Operator and $L_p < 72$ dB(A) Bystander nach DIN-EN 27779 (Typprüfung).

Compatibilité électromagnétique

Cet appareil est conforme à la norme CISPR 11. Son utilisation est soumise aux deux conditions suivantes :

- L'instrument ne peut pas produire d'interférences dangereuses.
- L'instrument supporte les interférences, y compris celles pouvant engendrer un mauvais fonctionnement.

Si cet équipement produit une interférence avec la réception de la radio ou de la télévision, ce qui se démontre facilement en

éteignant puis en rallumant l'instrument, essayez d'y remédier de la manière suivante :

- 1 Déplacez le récepteur ou son antenne.
- 2 Eloignez l'instrument du récepteur radio ou du téléviseur.
- 3 Branchez l'instrument sur une prise de courant différente, afin de séparer ses circuits électriques et ceux du récepteur radio ou du téléviseur.
- 4 Vérifiez que tous les périphériques sont également certifiés.
- 5 Vérifiez que des câbles de raccordement appropriés sont utilisés pour connecter l'instrument et les périphériques.
- 6 Consultez le distributeur, Agilent Technologies ou un technicien qualifié pour obtenir de l'aide.
- 7 Des modifications non expressément approuvées par Agilent Technologies pourraient rendre l'utilisation de l'instrument non conforme à la législation.

Utilisation prévue

Les produits Agilent ne peuvent être utilisés que de la manière décrite dans les guides pour utilisateurs des produits Agilent. Toute autre utilisation peut entraîner un endommagement du produit ou des blessures. Agilent ne peut être tenu responsable de dommages causés entièrement ou en partie par une utilisation inappropriée des produits, des modifications non autorisées, des ajustements ou des modifications du produit, le non respect des procédures décrites dans les guides pour utilisateurs ou l'utilisation des produits en violation de lois, règles ou réglementations applicables.

Nettoyage

Pour nettoyer l'instrument, débranchez-le de son alimentation électrique et essuyez-le au moyen d'un tissu humide, non pelucheux.

Recyclage du produit



Pour recycler l'instrument, contactez l'agence commerciale Agilent la plus proche.

Assistance technique

Cet instrument est livré avec des instructions sur son fonctionnement, sa maintenance régulière et son dépannage. Pour plus d'informations sur l'assistance technique, visitez les pages de l'assistance technique sur le site Agilent à l'adresse <http://www.agilent.com> ou contactez votre représentant local Agilent. Pour savoir comment nous contacter, visitez le site Agilent à l'adresse : <http://www.chem.agilent.com/en-US/Contact-US/Pages/ContactUs.aspx>.



3

Description du système

Spécifications	36
Principe de fonctionnement	37
Description des principaux composants	39

Ce chapitre présente les spécifications de performances normales et explique le principe de fonctionnement des détecteurs SCD 8355 et NCD 8255.



Spécifications

Cette section présente les spécifications publiées d'un nouveau détecteur, lorsque ce dernier est installé sur un nouveau CPG Agilent 7890B et utilisé dans un environnement de laboratoire normal.

Détecteur SCD 8355

Spécification	
Seuil minimal de détection normal (SMD)	< 0,5 pg (S)/s (2x bruit ASTM d'un système de données Agilent)
Linéarité	> 10^4
Sélectivité	> 2×10^7 (réponse S/réponse C ²)
Précision* et stabilité	< 2 % de RSD sur 2 heures < 5 % de RSD sur 24 heures
Temps normal pour atteindre 800 °C depuis la temp. ambiante	10 min

* Généralement basée sur une analyse toutes les 30 minutes, les analyses étant collectées sur une période de 24 heures. Par exemple, pour une période de 24 heures on obtiendra environ 48 analyses répétées.

Détecteur NCD 8255

Spécification	
Seuil minimal de détection normal	< 3 pg (N)/s (2x bruit ASTM d'un système de données Agilent)
Linéarité	> 10^4
Sélectivité	> 2×10^7 (réponse N/réponse C)
Reproductibilité de la surface	< 1,5 % de RSD sur 8 heures < 2 % de RSD sur 18 heures
Temps normal pour atteindre 800 °C depuis la temp. ambiante	10 min

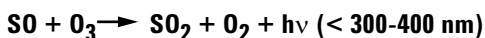
Principe de fonctionnement

Les détecteurs à chimiluminescence Agilent 8255 et 8355 détectent les molécules cibles en les transformant chimiquement en plusieurs étapes en une espèce excitée qui émet de la lumière. La lumière émise est convertie en signal électrique par un tube photomultiplicateur (PMT). Pour chaque détecteur, des échantillons sont soumis à une ou plusieurs réactions préliminaires par contact avec un gaz oxydant (air pour le détecteur SCD, oxygène pour le détecteur NCD) et de l'azote dans une zone de réaction très chaude (brûleur) à une pression réduite pour former du monoxyde de soufre (SO) ou du monoxyde d'azote (NO), en plus d'autres produits comme de l'eau (H₂O) et du dioxyde de carbone (CO₂). Les produits de la réaction passent ensuite par une cellule de réaction dans un module individuel du détecteur. A l'intérieur de cette cellule, ils sont mélangés à de l'ozone (O₃) produit à partir d'oxygène à l'aide d'un générateur d'ozone. L'O₃ réagit avec le SO ou le NO pour générer respectivement du dioxyde de soufre (SO₂^{*}) et du dioxyde d'azote (NO₂^{*}). Cette cellule de réaction fonctionne à une pression d'environ 4 à 7 torrs. Ces espèces à haute énergie retournent à leur état normal par chimiluminescence. La lumière émise est filtrée, puis détectée par un tube PMT. Le signal électrique produit est proportionnel à la quantité de SO₂^{*} ou de NO₂^{*} formée dans la cellule de réaction. L'échantillon quitte la cellule de réaction, passe à travers un piège de destruction de l'ozone, puis à travers une pompe à vide avant d'être évacué.

Détecteur SCD

Le détecteur SCD utilise la chimiluminescence (réaction produisant de la lumière) obtenue de la réaction de l'ozone avec le monoxyde de soufre (SO) résultant de la combustion de l'analyte :

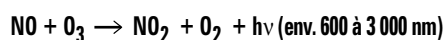
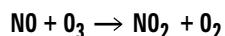
Composé soufré (analyte) → SO + H₂O + autres produits



La pression différentielle produite par une pompe à vide transfère les produits de combustion vers une cellule de réaction, où un surplus d'ozone est ajouté. La lumière (hν) produite par la réaction qui s'ensuit est filtrée optiquement et détectée à l'aide d'un tube photomultiplicateur sensible au bleu, et le signal est amplifié en vue de son affichage ou sa sortie sur un système de données.

Détecteur NCD

Le détecteur NCD utilise la chimiluminescence de l'ozone avec le monoxyde d'azote (NO) résultant de la combustion. La réaction entre le monoxyde d'azote et l'ozone forme du dioxyde d'azote excité électroniquement. Le dioxyde d'azote excité émet de la lumière (réaction de chimiluminescence) dans la zone rouge et infrarouge du spectre. La lumière émise est directement proportionnelle à la quantité d'azote présent dans l'échantillon :



La lumière ($h\nu$) émise par la réaction chimique est filtrée optiquement et détectée par un tube PMT. Un refroidisseur se charge de refroidir le tube PMT afin de réduire le bruit thermique et faciliter la mesure de la lumière infrarouge. Le signal du tube PMT est amplifié en vue de son affichage ou sa sortie sur un système de données.

Description des principaux composants

Ensemble du brûleur

L'ensemble du brûleur est installé en haut du CPG dans un logement du détecteur, et il contient la connexion à la colonne.

Dans le cas du détecteur SCD, le brûleur a deux zones chauffées, l'une à la base et l'autre située plus haut dans l'ensemble. Au niveau de la base du brûleur, l'effluent de colonne est mélangé au débit inférieur d'hydrogène et à de l'air à une haute température. La flamme d'hydrogène qui en résulte brûle l'effluent. Les composants en faible concentration brûlent pour former les produits de combustion habituels, notamment du SO_2 pour les composés à base de soufre. Les produits sont entraînés vers le haut à travers un tube en céramique où, à une température encore plus élevée, le débit supérieur d'hydrogène est mélangé aux produits de combustion, convertissant ainsi le SO_2 en SO .

La [Figure 6](#) montre le circuit des débits de l'ensemble du brûleur du détecteur SCD.

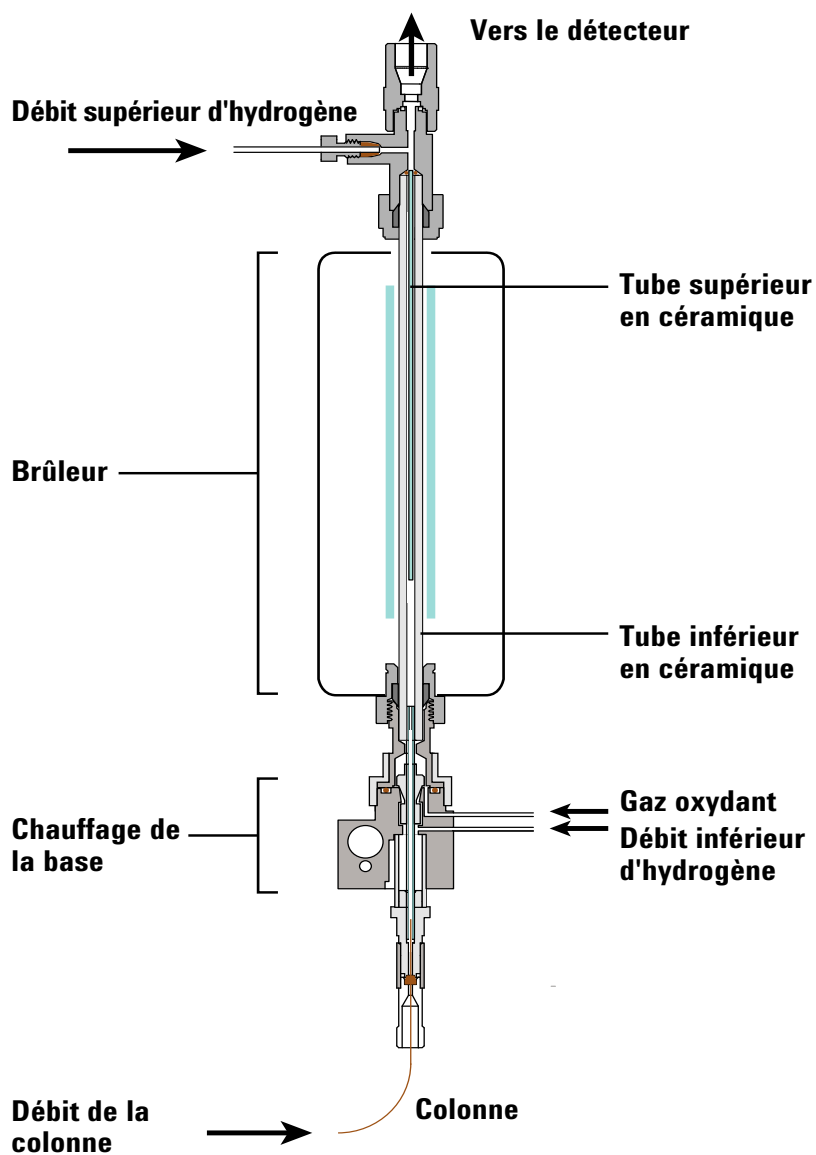


Figure 6 Débits du détecteur SCD

Dans le cas du détecteur NCD, le brûleur a deux zones chauffées, l'une à la base et l'autre située plus haut dans l'ensemble. Au niveau de la base du brûleur, l'effluent de colonne est mélangé à de l'hydrogène et à de l'air à une haute température. La flamme d'hydrogène qui en résulte brûle l'effluent. Les composants en faible concentration brûlent pour former les produits de combustion habituels, notamment du NO_2 pour les composés à base d'azote. Les produits sont entraînés vers le haut à travers un tube en quartz et un catalyseur, où une température élevée convertit le NO_2 en NO .

La **Figure 7** montre le circuit des débits de l'ensemble du brûleur du détecteur NCD.

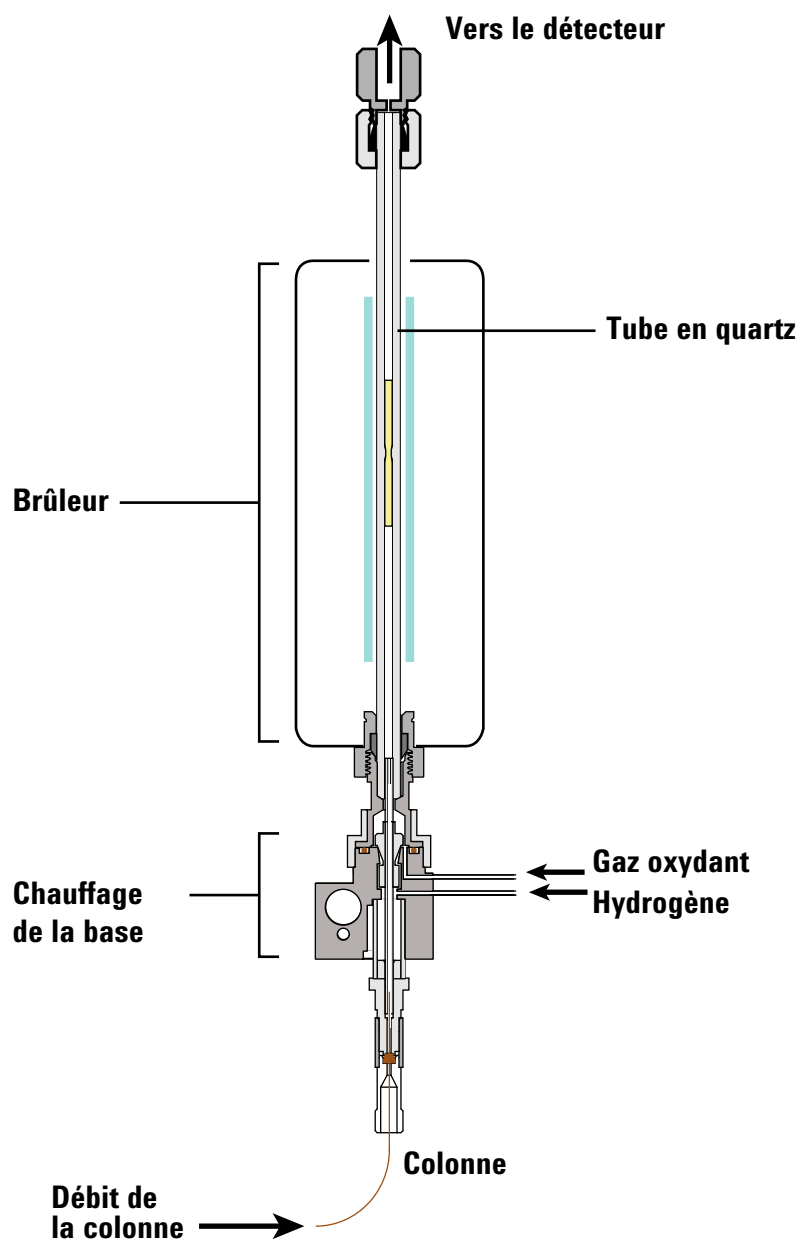


Figure 7 Débits du détecteur NCD

Générateur d'ozone

Le générateur d'ozone fournit de l'ozone qui réagit en présence de SO ou de NO dans la cellule de réaction pour générer respectivement du SO_2^* et du NO_2^* . Ces espèces à haute énergie retournent à leur état normal par chimiluminescence.

Cellule de réaction et tube photomultiplicateur (PMT)

Le générateur d'ozone décharge de l'ozone dans la cellule de réaction. Cet ozone réagit avec du SO ou du NO pour générer respectivement du SO₂* et du NO₂*). Lorsque les espèces retournent à leur état normal à travers le processus de chimiluminescence, le tube photomultiplicateur produit un courant proportionnel à l'intensité de la lumière émise. Un filtre passe-bande est utilisé pour optimiser la détection de soufre ou d'azote par le détecteur.

Modules EPC

Le détecteur contrôle les débits d'hydrogène, de gaz oxydant (air ou oxygène) et d'alimentation en ozone à l'aide de deux modules de contrôle de pression électroniques.

Pompe à vide

Une pompe à vide rotative et étanche à l'huile à deux étages fournit une pression de fonctionnement comprise entre 3 et 10 torrs à l'intérieur de la cellule de réaction. Ce vide permet de transférer les gaz de combustion du brûleur vers la cellule de réaction, mais également de transférer l'ozone du générateur d'ozone vers la cellule de réaction. La pompe à vide réduit en outre l'inhibition collisionnelle non radiative des espèces émettrices dans la cellule de réaction.

Piège de destruction de l'ozone

Un piège chimique situé entre le système d'évacuation du détecteur et la pompe à vide détruit l'ozone et le convertit en oxygène diatomique. L'ozone non converti réduit en effet la durée de vie de la pompe.

Filtre à huile coalesceur

La pompe à vide rotative et étanche à l'huile utilise un lest de gaz partiellement ouvert pour favoriser l'élimination de l'eau produite dans le brûleur et transférée vers la pompe. En raison du lest de gaz ouvert et des débits relativement élevés de gaz, l'huile vaporisée dans la pompe risque de s'échapper à travers le système d'évacuation de la pompe. Pour minimiser la perte d'huile, la pompe inclut un filtre à huile coalesceur sur le système d'évacuation de la pompe afin de retenir l'huile vaporisée et la réacheminer vers le réservoir d'huile de la pompe à vide.

Adaptateur FID (en option)

Le brûleur d'un détecteur SCD est généralement monté sur le four du CPG directement en tant que détecteur autonome. Mais certaines applications requièrent également la détection simultanée d'hydrocarbures à l'aide d'une seule colonne sans division. C'est pourquoi Agilent propose en option un adaptateur pour détecteur à ionisation de flamme (FID) qui permet de monter l'ensemble du brûleur sur un détecteur FID pour la collecte simultanée de chromatogrammes FID et SCD. En utilisant uniquement un détecteur SCD, 100 % de l'effluent de colonne passe par le brûleur en direction du détecteur. Avec une détection simultanée, environ 10 % des gaz d'échappement du détecteur FID sont entraînés vers le brûleur à travers un restricteur, ce qui réduit la sensibilité du détecteur SCD à environ 1/10 du signal observé avec un simple brûleur de détecteur SCD.

Refroidisseur du détecteur NCD

Le détecteur NCD utilise un refroidisseur Peltier pour baisser la température du tube PMT, et ainsi réduire le bruit. Ce refroidisseur se charge de refroidir le tube PMT jusqu'à température ambiante. Des températures ambiantes de laboratoire plus élevées peuvent entraîner des températures plus élevées du tube PMT. Des fluctuations de la température ambiante peuvent provoquer des fluctuations de la température du tube PMT.

Etant donné que le bruit et la réponse déterminent le seuil minimal de détection, l'efficacité du refroidisseur peut influencer ce seuil. En fonction de la température ambiante, le refroidisseur peut ne pas être capable de maintenir une température suffisamment basse dans le tube PMT, ce qui augmentera le bruit du détecteur XCD et, par voie de conséquence, le seuil minimal de détection.

Etant donné que l'efficacité du refroidisseur dépend de la température ambiante à l'intérieur du détecteur et du laboratoire, le réglage défini pour le refroidisseur n'a pas d'impact sur la disponibilité du détecteur. Une analyse CPG peut être lancée même si le refroidisseur n'a pas refroidi celui-ci à la température de réglage définie.

3 Description du système



4 Fonctionnement

Introduction	46
Paramètres de configuration	47
Temps de stabilisation et de réponse du détecteur	51
Conditions normales d'utilisation	52
Réglage des conditions d'utilisation	53
Mise en marche du détecteur	54
Economie de ressources	55
Arrêt du détecteur	56
Configuration de la fonction Auto Flow Zero sur le CPG	58
Configuration du détecteur	59

Ce chapitre décrit le mode d'emploi des détecteurs SCD 8355 et NCD 8255. Il part du principe que l'opérateur est familiarisé avec le système de données (le cas échéant) ainsi qu'avec le clavier et l'écran d'affichage du panneau avant du CPG. Pour plus d'informations, reportez-vous à l'aide en ligne sur le système de données et à la documentation de l'instrument disponible sur les DVD Agilent *GC and GC/MS User Manuals and Tools*.



Introduction

Version intégrée

En cas d'installation sur un CPG Agilent 7890B ou 7890A+, programmez et utilisez les détecteurs SCD et NCD comme vous le feriez avec tout autre détecteur sur le CPG. Pour ceux qui emploient le système de données Agilent, utilisez le pilote de CPG intégré pour accéder aux paramètres d'utilisation. Pour ceux qui utilisent uniquement le CPG, accédez à ces paramètres via le panneau avant et le clavier du CPG. Les informations et paramètres fournis par le pilote et saisis à l'aide du clavier du CPG sont les suivants :

- Paramètres de configuration des températures, des débits et des types de gaz
- Intégration de séquences
- Stockage de méthodes
- Paramètres de la fonction Early Maintenance Feedback (EMF), paramètres de débit de données, enregistrement des erreurs, journalisation de la maintenance et informations d'état

Paramètres de configuration

Cette section répertorie les plages de paramètres pour les détecteurs SCD et NCD. Les réglages disponibles fournissent une vaste plage adaptée à une grande variété d'applications ainsi qu'au développement de méthodes. Voir "[Réglage des conditions d'utilisation](#)", page 53 pour voir des détails importants concernant les relations entre les réglages.

Paramètres et plages

Le tableau ci-dessous indique les paramètres disponibles pour le détecteur.

Tableau 4 Paramètres et plages des détecteurs SCD 8355 et NCD 8255 NCD

Paramètre	Plage, SCD	Plage, FID-SCD	Plage, NCD
Méthode			
Température de la base	125 à 400 °C	125 à 400 °C	125 à 400 °C
Température du brûleur	100 à 1000 °C	100 à 1000 °C	100 à 1000 °C
Température du refroidisseur (détecteur NCD uniquement) *	Activée/ Désactivée	Activée/ Désactivée	Activée/ Désactivée
Débit inférieur d'hydrogène	5 à 25 ml/min	—	1 à 25 ml/min
Débit supérieur d'hydrogène (SCD uniquement)	25 à 100 ml/min	25 à 100 ml/min	—
Débit de gaz oxydant	25 à 150 ml/min	5 à 100 ml/min	4 à 80 ml/min
Débit du générateur d'O ₃	Activée/ Désactivée	Activée/ Désactivée	Activée/ Désactivée
Haute tension du générateur d'O ₃	Activée/ Désactivée	Activée/ Désactivée	Activée/ Désactivée
Pompe à vide	Activée/ Désactivée	Activée/ Désactivée	Activée/ Désactivée
Configuration			
Type de gaz oxydant	Air	Air	Oxygène
Type de gaz du générateur d'O ₃	Oxygène	Oxygène	Oxygène
Ignorer la disponibilité	Voir le <i>manuel d'utilisation</i> du CPG.		
Signal	XCD. Voir le <i>manuel d'utilisation avancée</i> du CPG.		

* Le fonctionnement du refroidisseur (pour le refroidissement du tube PMT) dépend de la température ambiante actuelle du détecteur. La température réelle du refroidisseur n'a pas d'impact sur la disponibilité du détecteur. Voir "[Refroidisseur du détecteur NCD](#)", page 43.

Notez que la tension PMT est réglée sur 800 V.

Contrôle depuis le logiciel

Si vous utilisez un système de données Agilent, initiez une session en ligne et changez les paramètres d'acquisition de l'instrument pour modifier les paramètres de méthode. Sélectionnez le détecteur approprié dans l'éditeur de méthode, généralement sous **Détecteurs > Détecteur avant** (ou encore **Détecteur arrière** ou **Détecteur aux.**, selon votre configuration). Reportez-vous à la [Figure 8](#), la [Figure 9](#) et le [Tableau 5](#).

SCD		
	Setpoint	Actual
☒ Base Temperature:	280 °C	280 °C
☒ Burner Temperature:	800 °C	800 °C
☒ Upper H2 Flow:	38 mL/min	38 mL/min
☒ Lower H2 Flow:	8 mL/min	8 mL/min
☒ Oxidizer Flow (Air):	50 mL/min	50 mL/min
☒ O3 Generator Flow		46.4 mL/min
☒ O3 Generator Power		
☒ Vacuum Pump		
Burner Pressure:		363.2 Torr
Reaction Cell Pressure:		4.2 Torr
Signal Output:		681.9 pA
SCD Subtract from Signal: ☐ (Nothing) ☐ Column Compensation Curve #1 ☒ Column Compensation Curve #2		

Figure 8 Exemple de paramètres SCD dans un système de données

NCD		Setpoint	Actual
☒	Base Temperature:	280 °C	280 °C
☒	Burner Temperature:	450 °C	450 °C
☒	Chiller Temperature		-10 °C
☒	H2 Flow:	3 mL/min	3 mL/min
☒	Oxidizer Flow (O2):	10 mL/min	10 mL/min
☒	O3 Generator Flow		35.9 mL/min
☒	O3 Generator Power		
☒	Vacuum Pump		
	Burner Pressure:		110.1 Torr
	Reaction Cell Pressure:		1.7 Torr
	Signal Output:		52.8 pA

NCD
 Subtract from Signal:
☐ (Nothing)
☐ Column Compensation Curve #1
☒ Column Compensation Curve #2

Figure 9 Exemple de paramètres NCD dans un système de données

Pour une configuration en tandem (ex. configuration FID-SCD avant), le FID sera le détecteur avant, et le XCD, le détecteur auxiliaire.

Pour accéder aux paramètres de configuration à travers le logiciel de contrôle d'un système de données, sélectionnez **Configuration > Modules**. Reportez-vous à l'exemple de la [Figure 10](#).

Front Detector	
SCD	
Oxidizer Gas	Air
O3 Generator Gas	O2
Back Detector	
NCD	
Oxidizer Gas	O2
O3 Generator Gas	O2

Figure 10 Exemple de paramètres de configuration SCD et NCD

Reportez-vous à la section “[Configuration du détecteur](#)”, page 59 pour plus d'informations.

Contrôle depuis le clavier du CPG

Pour accéder aux paramètres de méthode d'un détecteur SCD ou NCD, appuyez sur la touche **[Front Det] Dét avt**, **[Back Det] Dét arr** ou **[Aux Det #] Dét aux #** (configuration FID-XCD en tandem uniquement). Reportez-vous au [Tableau 5](#).

Pour activer la tension PMT, appuyez sur **[Config]**, puis sur la touche correspondant au détecteur (**[Front Det] Dét avt**, **[Back Det] Dét arr** ou **[Aux Det #] Dét aux #**). La tension PMT peut être activée ou désactivée. Le tube PMT fonctionne à une tension constante (800 V).

Identification du détecteur

Le [Tableau 5](#) indique les configurations types d'un détecteur XCD.

Tableau 5 Connexions aux faisceaux de fils du CPG

Installation du XCD	Quel détecteur est le XCD ?
XCD avant	Avant
XCD arrière	Arrière
FID-XCD avant simple (FID-XCD en tandem avant)	Avant : FID avant Détecteur aux. 2 : XCD
FID-XCD arrière simple (FID-XCD en tandem arrière)	Arrière : FID arrière Détecteur aux. 2 : XCD
Double FID-XCD avant et FID-XCD arrière (FID-XCD en double tandem)	Avant : FID avant Détecteur aux. 1 : XCD avant Arrière : FID arrière Détecteur aux. 2 : XCD arrière

Temps de stabilisation et de réponse du détecteur

Le temps nécessaire pour la stabilisation du système varie en fonction de l'application, de la propreté du système, de la présence de sites actifs et d'autres facteurs.

- Lors du démarrage d'un système existant, patientez au moins 10 minutes avant d'utiliser le système pour collecter des données.
- Un nouveau brûleur ou un nouveau jeu de tubes en céramique peut nécessiter jusqu'à 24 heures de mise en condition. Réglez le détecteur en respectant les conditions d'utilisation indiquées et surveillez la ligne de base jusqu'à ce qu'elle soit suffisamment stable pour votre application.

Conditions normales d'utilisation

Le [Tableau 6](#) indique les conditions de base recommandées avec les méthodes SCD et NCD. Ces conditions devraient donner des résultats acceptables pour une grande variété d'applications. Veuillez toutefois à adapter ces conditions selon les besoins afin d'optimiser les performances de votre application spécifique.

Tableau 6 Conditions normales d'utilisation (détecteurs SCD et NCD)

Paramètre	SCD	NCD
Température de la base (°C)	250	250
Température du brûleur (°C)	800	900
Température du refroidisseur	N/A	Activée
Débit supérieur de H ₂ (ml/min)	40	N/A
Débit inférieur de H ₂ (ml/min)	10	3
Débit de gaz oxydant (ml/min)	50 (air)	8 (oxygène)
Débit du générateur d'O ₃ , ml/min	Activée	Activée
Haute tension du générateur d'O ₃	Activée	Activée
Pompe à vide	Activée	Activée
Pression du brûleur (torrs), lecture type	< 425 torrs	< 120 torrs
Pression du réacteur (torrs), lecture seule	Devrait être inférieure à 7 torrs	Devrait être inférieure à 5 torrs

Les méthodes de vérification des détecteurs SCD et NCD fournissent également des exemples de paramètres pour assurer un bon équilibre entre seuil de détection approprié, sélectivité correcte et durée de vie raisonnable des tubes en céramique. Quelle que soit la méthode XCD employée :

- Assurez-vous toujours que du gaz oxydant circule à travers le brûleur.
- Le microprogramme empêchera l'hydrogène de pénétrer dans le brûleur tant qu'il n'y aura pas de gaz oxydant pour protéger le système.

Lors de la mise en marche et de l'arrêt, allumez toujours en premier la pompe et éteignez-la en dernier afin d'éviter tout dommage ou toute contamination.

Réglage des conditions d'utilisation

Tableau 4 à la page 47 répertorie la plage des valeurs pour chaque paramètre, limitée par le microprogramme du CG. Pour offrir une flexibilité durant le développement de la méthode pour une application particulière, la plage est plus vaste que nécessaire pour la plupart des applications.

Les débits d'hydrogène dans le détecteur SCD nécessitent cependant une attention particulière. Des débits d'hydrogène très élevés (limites tant supérieures qu'inférieures) par rapport au débit du gaz oxydant peuvent entraîner des dommages irréversibles des tubes céramiques. Il est possible que cet état ne soit pas récupérable. Voir “[Contamination à l'hydrogène](#)”, page 102.

Débit inférieur d'hydrogène du détecteur SCD : un débit très élevé peut endommager les tubes en céramique.

Débit inférieur d'hydrogène du détecteur NCD : le détecteur NCD peut fonctionner sans débit d'hydrogène, bien que cela ne soit pas recommandé. La flamme de plasma/d'hydrogène peut aider à brûler du solvant et des molécules lourdes. Si un détecteur NCD fonctionne sans débit d'hydrogène, raccordez les conduites de 1/16 pouces pour le débit inférieur d'hydrogène à l'alimentation en oxygène. Sinon, l'hydrogène résiduel dans les conduites continuera à se diffuser dans le brûleur et affectera la stabilité.

- 1 Déconnectez la ligne **Débit inférieur de H2** de l'arrière du détecteur et dévissez le raccord du détecteur.
- 2 Installez un raccord en T Swagelok de 1/16 de pouce dans la sortie de **Gaz oxydant** du corps du détecteur.
- 3 Connectez les conduites de **Gaz oxydant** et de **Débit inférieur de H2** au raccord en T.

Il vous faudra généralement adapter les conditions de base recommandées afin de créer une méthode optimisée pour votre application spécifique. Pour optimiser les paramètres de méthode SCD ou NCD, tenez compte des points suivants :

- Un taux hydrogène/oxydant supérieur peut donner une réponse supérieure dans un premier temps, mais la réponse diminuera ensuite en raison de l'accumulation de contaminants, tels que la suie ou d'autres espèces actives, qui réduisent la réponse du détecteur.
- L'utilisation du brûleur à de hautes températures peut écourter la durée de vie du chauffage, du thermocouple et des matériaux d'étanchéité.

En règle générale, lorsque vous modifiez un paramètre, patientez suffisamment pour permettre au système de retrouver son équilibre. Surveillez la ligne de base jusqu'à ce qu'elle se stabilise sur sa nouvelle valeur.

Mise en marche du détecteur

Le mode de démarrage du détecteur dépend de si vous avez créé ou non une méthode pour le détecteur.

Si une méthode valide existe déjà : après avoir utilisé le détecteur SCD/NCD (il existe au moins une méthode valide), démarrez ce dernier en chargeant la méthode correspondante. Une fois chargée la méthode, le CPG activera la pompe à vide et les débits de gaz oxydant, ainsi que tous les autres paramètres, à l'exception du débit d'hydrogène. Le CPG surveillera les niveaux de température et n'activera pas le débit d'hydrogène tant que la température de la base n'aura pas atteint 150 °C et que le brûleur n'aura pas atteint 200 °C. C'est seulement lorsque le détecteur aura atteint ces seuils minimaux de température que le CPG activera le débit d'hydrogène.

Lors de la mise en marche initiale ou si aucun paramètre de méthode n'a été défini pour le détecteur SCD ou NCD, démarrez le détecteur en procédant comme suit :

- 1 Accédez aux paramètres de méthode.
 - Sur le panneau avant du CPG, appuyez sur **[Front Det] Dét avt**, **[Back Det] Dét arr** ou **[Aux Det #] Dét aux #**.
 - Dans le système de données, sélectionnez le détecteur approprié dans l'éditeur de méthode.
- 2 Activez la pompe à vide.
- 3 Réglez le débit de gaz oxydant et activez-le.
- 4 Patientez 1 à 2 minutes, le temps que la pompe à vide purge le système à l'aide du gaz oxydant.
- 5 Réglez la température de la base et activez-la.
- 6 Réglez la température du brûleur et activez-la.
- 7 Pour le détecteur NCD uniquement : réglez la température du refroidisseur et activez-la.
- 8 Réglez le débit d'hydrogène et activez-le.
- 9 Réglez le débit d'alimentation en ozone et activez-le.
- 10 Activez la haute tension de l'alimentation en ozone.

Le CPG surveillera les niveaux de température et n'activera pas le débit d'hydrogène tant que la température de la base n'aura pas atteint 150 °C et que le brûleur n'aura pas atteint 200 °C. C'est seulement lorsque le détecteur aura atteint ces seuils minimaux de température que le CPG activera le débit d'hydrogène.

Si nécessaire, activez également la tension PMT. Reportez-vous à la section “[Configuration du détecteur](#)”, page 59.

Economie de ressources

Pour économiser les ressources durant les périodes d'inactivité (la nuit ou le week-end, par exemple), utilisez les fonctions d'économie de ressources du CPG 7890B pour charger une méthode de mise en veille. (Reportez-vous au *manuel d'utilisation* du CPG pour plus d'informations sur l'utilisation de méthodes de mise en veille et de sortie de veille.)

Une méthode de mise en veille pour un détecteur SCD ou NCD permet de :

- Désactivez tous les débits d'hydrogène.
- Maintenez une température de base de 125 °C pour prévenir la condensati
- Maintenez une température du brûleur de 200 °C minimum pour prévenir la condensation
- Réglez une température du four de 30 °C pour minimiser le ressuage de la colonne

Une méthode de mise en veille peut également :

- Activez le mode économie du gaz pour réduire le débit dans la colonne
- Désactivez le générateur d'ozone et le débit de l'alimentation en ozone
- Désactiver le refroidisseur (détecteur NCD uniquement)
- Désactivez la pompe à vide si le gaz vecteur et le four sont désactivés. (Si le gaz vecteur est activé, ne désactivez pas la pompe à vide. Si la pompe à vide est désactivée, tout débit de gaz vecteur pourra entraîner un arrêt du débit.)

Il est conseillé de ne pas désactiver le débit de gaz oxydant si la pompe à vide est activée.

Arrêt du détecteur

Pour arrêter le détecteur pendant une période prolongée ou pour effectuer des opérations de maintenance sur le CPG ou le détecteur, éteignez le détecteur en procédant comme suit :

- 1 Accédez aux paramètres de méthode.
 - Sur le panneau avant du CPG, appuyez sur **[Front Det] Dét avt**, **[Back Det] Dét arr** ou **[Aux Det #] Dét aux #**.
 - Dans le système de données, sélectionnez le détecteur approprié dans l'éditeur de méthode.
- 2 Désactivez la haute tension de l'alimentation en ozone.
- 3 Désactivez le débit de l'alimentation en ozone.
- 4 Désactivez le débit d'hydrogène.
- 5 Pour le détecteur NCD uniquement : Désactivez le refroidisseur.
- 6 Désactivez le chauffage du brûleur.
- 7 Désactivez le chauffage de la base.

REMARQUE

Durant l'arrêt du détecteur, le CPG maintiendra la pompe à vide et le débit de gaz oxydant activés jusqu'à ce qu'environ 100 ml de gaz oxydant ait purgé le système après la désactivation du débit d'hydrogène. Cette opération évite la contamination résiduelle due à l'humidité.

- 8 Désactivez le débit de gaz oxydant.
- 9 Désactivez la pompe à vide.
- 10 Eteignez le détecteur.
- 11 Si vous arrêtez le CPG, éteignez-le aussi.

AVERTISSEMENT

Risque de brûlure. De nombreuses pièces du CPG peuvent devenir très chaudes. Pour les opérations de maintenance sur le CPG ou le détecteur, veillez à bien éteindre toutes les zones chauffées et patientez jusqu'à ce qu'elles aient atteint une température de manipulation adéquate avant d'éteindre le CPG.

Vous pouvez également créer une méthode désactivant tous les composants du détecteur et charger cette méthode pour éteindre le détecteur.

Configuration de la fonction Auto Flow Zero sur le CPG

Agilent conseille d'activer la fonction de mise à zéro automatique des capteurs de débit sur le CPG afin de réduire la dérive. Reportez-vous au *manuel d'utilisation* du CPG pour plus d'informations.

- 1 Sur le clavier du CPG, appuyez sur **[Options]**.
- 2 Faites défiler jusqu'à **Etalonnage** et appuyez sur **[Enter] Entrée**.
- 3 Sélectionnez le détecteur approprié dans la liste (avant, arrière, aux. 1 ou aux. 2) et appuyez sur **[Enter] Entrée**.
- 4 Faites défiler jusqu'à **Mise à zéro auto (débit inf. H2)** et appuyez sur **[On/Yes] On/Oui**. (Pour désactiver la fonction de mise à zéro automatique, appuyez sur **[Off/No] Off/Non**).
- 5 Pour le détecteur SCD, répétez ces étapes en sélectionnant **Mise à zéro auto (débit sup. H2)**.

Configuration du détecteur

Avec un détecteur SCD ou NCD, les types de gaz sont généralement configurés une fois. Le détecteur SCD utilise de l'oxygène pour l'alimentation en ozone et de l'air pour le gaz oxydant, tandis que le détecteur NCD utilise de l'oxygène pour les deux.

Pour configurer les types de gaz avec un détecteur SCD ou NCD à l'aide du clavier du CPG :

- 1 Sur le clavier du CPG, appuyez sur les touches appropriées pour accéder au détecteur, par exemple [**Config**] [**Front Det**] **Dét avt.**
- 2 Faites défiler jusqu'à **Gaz oxydant** et appuyez sur [**Mode/Type**].
- 3 Faites défiler jusqu'au type de gaz correct, à savoir **Air** (SCD) ou **Oxygène** (NCD) et appuyez sur [**Enter**] **Entrée**.

Si vous utilisez le logiciel de contrôle d'un système de données, vous pouvez définir les types de gaz à travers le système de données.

- 1 Dans le système de données en question, accédez à l'interface utilisateur des paramètres du CPG. Par exemple, dans Agilent OpenLAB, sélectionnez **Accueil > Méthode > Paramétrage instrument > Configuration > Modules**.
- 2 Sélectionnez les types de gaz requis pour la méthode.

The screenshot shows a configuration window with two sections: 'Front Detector SCD' and 'Back Detector NCD'. Each section has two dropdown menus: 'Oxidizer Gas' and 'O3 Generator Gas'. For the Front Detector, 'Oxidizer Gas' is set to 'Air' and 'O3 Generator Gas' is set to 'O2'. For the Back Detector, both 'Oxidizer Gas' and 'O3 Generator Gas' are set to 'O2'.

Detector Type	Oxidizer Gas	O3 Generator Gas
Front Detector SCD	Air	O2
Back Detector NCD	O2	O2

Figure 11 Exemple de paramètres de configuration SCD et NCD

- 3 Cliquez sur **OK** et enregistrez les modifications apportées à la méthode.

La tension PMT peut uniquement être activée ou désactivée depuis le panneau avant du CPG. Pour activer ou désactiver la tension PMT :

- 1 Sur le clavier du CPG, appuyez sur les touches appropriées pour accéder au détecteur, par exemple **[Config][Front Det] Dét avt** pour un détecteur XCD monté à l'avant, ou **[Config][Back Det] Dét arr** pour un détecteur XCD monté à l'arrière.
- 2 Faites défiler jusqu'à **Tension PMT**.
- 3 Appuyez sur **[On/Yes] On/Oui** pour activer la tension, ou sur **[Off/No] Off/Non** pour la désactiver. Appuyez sur **[Enter] Entrée**.



5 Maintenance

Journalisation de la maintenance et fonction Early Maintenance Feedback (EMF)	62
Calendrier de maintenance	63
Suivi de la sensibilité du détecteur	64
Consommables et pièces de rechange	65
Vue éclatée des pièces du détecteur SCD	67
Vue éclatée des pièces du détecteur NCD	68
Méthode de maintenance du détecteur	69
Fixation de la colonne au détecteur	70
Remplacement du tube interne en céramique (détecteur SCD)	73
Remplacement du tube en quartz (détecteur NCD)	76
Contrôle du niveau d'huile de la pompe à vide	80
Ajout d'huile dans la pompe à vide	81
Changement d'huile de la pompe à vide	83
Remplacement du piège à ozone	85
Changement du filtre à vapeur d'huile	86
Nettoyage de l'extérieur du détecteur	87
Etalonnage des capteurs de débit et de pression	88
Mise à jour du microprogramme	89

Ce chapitre décrit les procédures de maintenance régulière à suivre pour garantir le bon fonctionnement des détecteurs SCD et NCD.



Journalisation de la maintenance et fonction Early Maintenance Feedback (EMF)

Si vous employez le détecteur avec un CPG Agilent 7890B, utilisez la fonction Early Maintenance Feedback (EMF) pour effectuer le suivi de la maintenance régulière. La fonction EMF est accessible depuis le panneau avant du CPG et depuis tout système de données Agilent. Elle peut vous aider à changer les filtres et l'huile afin d'éviter tout problème de contamination.

Le CPG Agilent 7890B fournit les compteurs suivants pour les détecteurs SCD et NCD ainsi que pour la pompe à vide :

Composant	Pièce avec un compteur	Type de compteur	Valeur par défaut
Détecteur	Détecteur	Nombre d'injections	
	Tube externe (SCD uniquement)	Nombre d'injections	
	Tube interne (SCD uniquement)	Nombre d'injections	
	Tube en quartz (NCD uniquement)	Nombre d'injections	
	Filtres à gaz	Echéance (jours)	
Pompe à vide	Huile de la pompe	Echéance (jours)	3 mois
	Filtre à vapeur d'huile	Echéance (jours)	

Si vous n'utilisez pas la fonction EMF du CPG, tenez à jour un journal de maintenance pour effectuer le suivi des éléments suivants :

- Dates des opérations de maintenance et type de maintenance réalisée
- Changements opérationnels pouvant affecter les performances, tels que la modification de paramètres de température et de débit d'hydrogène
- Pressions durant l'application normale de méthodes
- Signal de fond (différence entre l'activation et la désactivation de l'ozone)

Calendrier de maintenance

Afin de maintenir les performances optimales des détecteurs Agilent SCD 8355 et NCD 8255, remplacez régulièrement le piège à ozone, le filtre à huile coalesceur et l'huile de la pompe à vide. Reportez-vous au [Tableau 7](#) pour connaître la durée de vie normale de chaque pièce.

Tableau 7 Calendrier de maintenance recommandé pour la pompe à vide Edwards RV5

Composant	Durée de vie [*]
Piège chimique (convertit l'O ₃ en O ₂)	Env. 6 mois
Filtre à huile coalesceur	Env. 3 mois
Filtre anti-odeur d'huile	Env. 3 mois, si nécessaire
Huile de la pompe [†]	Env. 3 mois
Niveau d'huile	A vérifier chaque semaine

^{*} La durée de vie est basée sur la durée totale (comptabilisée) de fonctionnement du détecteur avec le brûleur et le générateur d'ozone activés.

[†] Vous pouvez vous procurer de l'huile pour la pompe chez un fournisseur ou directement auprès d'Agilent : huile de moteur synthétique à multiviscosité SAE 10W-30, telle que MOBIL 1 ou AMSOIL.

Suivi de la sensibilité du détecteur

En plus d'utiliser les fonctions EMF du CPG et du détecteur, effectuez également le suivi de la sensibilité du détecteur. La sensibilité reflète les caractéristiques de performances d'un système donné, et une sensibilité réduite peut être un indice qu'une maintenance régulière du détecteur est nécessaire. La sensibilité est généralement calculée comme suit :

$$\text{Sensibilité} = \frac{\text{surface des pics}}{\text{quantité}}$$

Calculez un seuil minimal de détection (SMD) à partir de la formule suivante :

$$\text{SMD} = \frac{2 \times \text{bruit}}{\text{sensibilité}}$$

où le bruit correspond au bruit ASTM indiqué par le système de données Agilent.

Consommables et pièces de rechange

Consultez le catalogue des consommables et fournitures Agilent pour en obtenir une liste plus complète, ou rendez-vous sur le site Web d'Agilent pour accéder aux informations les plus récentes (www.agilent.com/chem/supplies).

Tableau 8 Consommables et pièces pour les détecteurs SCD et NCD

Description/quantité	Référence
Pièces du détecteur	
Petit tube interne en céramique (SCD)	G6602-45005
Tube en quartz (NCD)	G6600-80063
Ferrule droite en graphite 1/4 de pouce, 10/paquet pour le tube externe en céramique du SCD et le tube en quartz du NCD	0100-1324
Outil d'installation de colonne	G3488-81302
Echantillon test de chimiluminescence de soufre	
Echantillon test de chimiluminescence d'azote	
Pièces de la pompe à vide	
Pompe RV5 – 230 V – Inland	G6600-64042
Bac pour pompe RV5	G1946-00034
Kit de maintenance préventive (PM), pompe à huile RV5	G6600-67007
Filtre à vapeur d'huile pour pompe RV5, pour détecteurs SCD/NCD	G6600-80043
Filtre à huile coalesceur de rechange, pompe RV5	G6600-80044
Filtre à odeurs de rechange	G6600-80045
Piège de destruction de l'ozone	G6600-85000
Tuyau de retour d'huile pour pompe RV5	3162-1057
Huile synthétique Mobil 1	G6600-85001
Bague de serrage NW 20/25 (pour filtre à vapeur d'huile)	0100-0549
Bague de serrage NW 20/25 (pour tuyau d'évacuation)	0100-1398
Outils	
Entonnoir	9301-6461
Clé Allen 5 mm	8710-1838
Tournevis plat	8710-1020
Gants résistants aux produits chimiques et non pelucheux	9300-1751

Tableau 9 Filtres pour détecteurs SCD et NCD

Description/quantité	Référence
Filtre Gas Clean, soufre (filtre le soufre et l'humidité)	CP17989
Kit de filtration Gas Clean SCD, pour les détecteurs de chimiluminescence de soufre	CP17990

Tableau 10 Ecrous, ferrules et matériel pour les colonnes capillaires

DI de la colonne (mm)	Description	Utilisation type	Référence/quantité
.53	Ferrule, graphite, DI de 1 mm	Colonnes capillaires de 0,53 mm	5080-8773 (10/paquet)
	Ferrule, graphite, DI de 0,8 mm	Colonnes capillaires de 0,53 mm	500-2118 (10/paquet)
	Ecrou de colonne, serrage à la main (pour colonnes de 0,53 mm)	Branchement de la colonne à l'injecteur ou au détecteur	5020-8293
.45	Ferrule, graphite, DI de 0,8 mm	Colonnes capillaires de 0,45 mm	500-2118 (10/paquet)
.32	Ferrule, graphite, DI de 0,5 mm	Colonnes capillaires de 0,1 mm, 0,2 mm, 0,25 mm et 0,32 mm	5080-8853 (10/paquet)
	Ecrou de colonne, serrage à la main (pour colonnes de 0,100 à 0,320 mm)	Branchement de la colonne à l'injecteur ou au détecteur	5020-8292
0,1 à 0,25	Ferrule, graphite, DI de 0,4 mm	Colonnes capillaires de 0,1 mm, 0,2 mm, 0,25 mm et 0,32 mm	500-2114 (10/paquet)
	Ecrou de colonne, serrage à la main (pour colonnes de 0,100 à 0,320 mm)	Branchement de la colonne à l'injecteur ou au détecteur	5020-8292
Tous	Ferrule, pleine	Essais	5181-3308 (10/paquet)
	Ecrou aveugle pour colonne capillaire	Essais avec toute ferrule	5020-8294
	Ecrou de colonne, universel	Branchement de la colonne à l'injecteur ou au détecteur	5181-8830 (2/paquet)
	Coupe-colonne, lame en céramique	Découpe de colonne capillaire	5181-8836 (4/paquet)
	Kit d'outils de ferrule	Installation de ferrule	440-1000

Vue éclatée des pièces du détecteur SCD

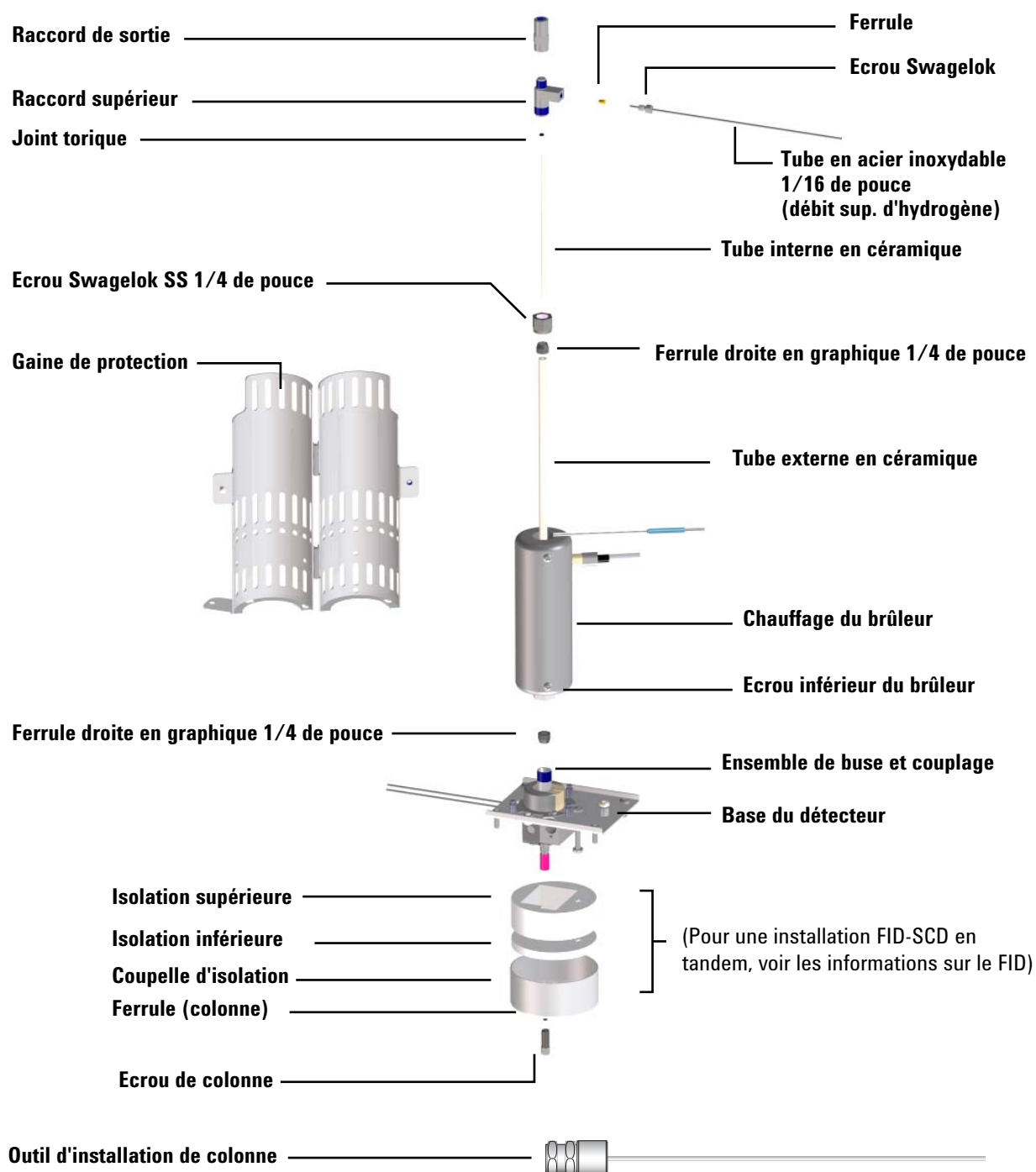


Figure 12 Vue éclatée des pièces du détecteur SCD

Vue éclatée des pièces du détecteur NCD

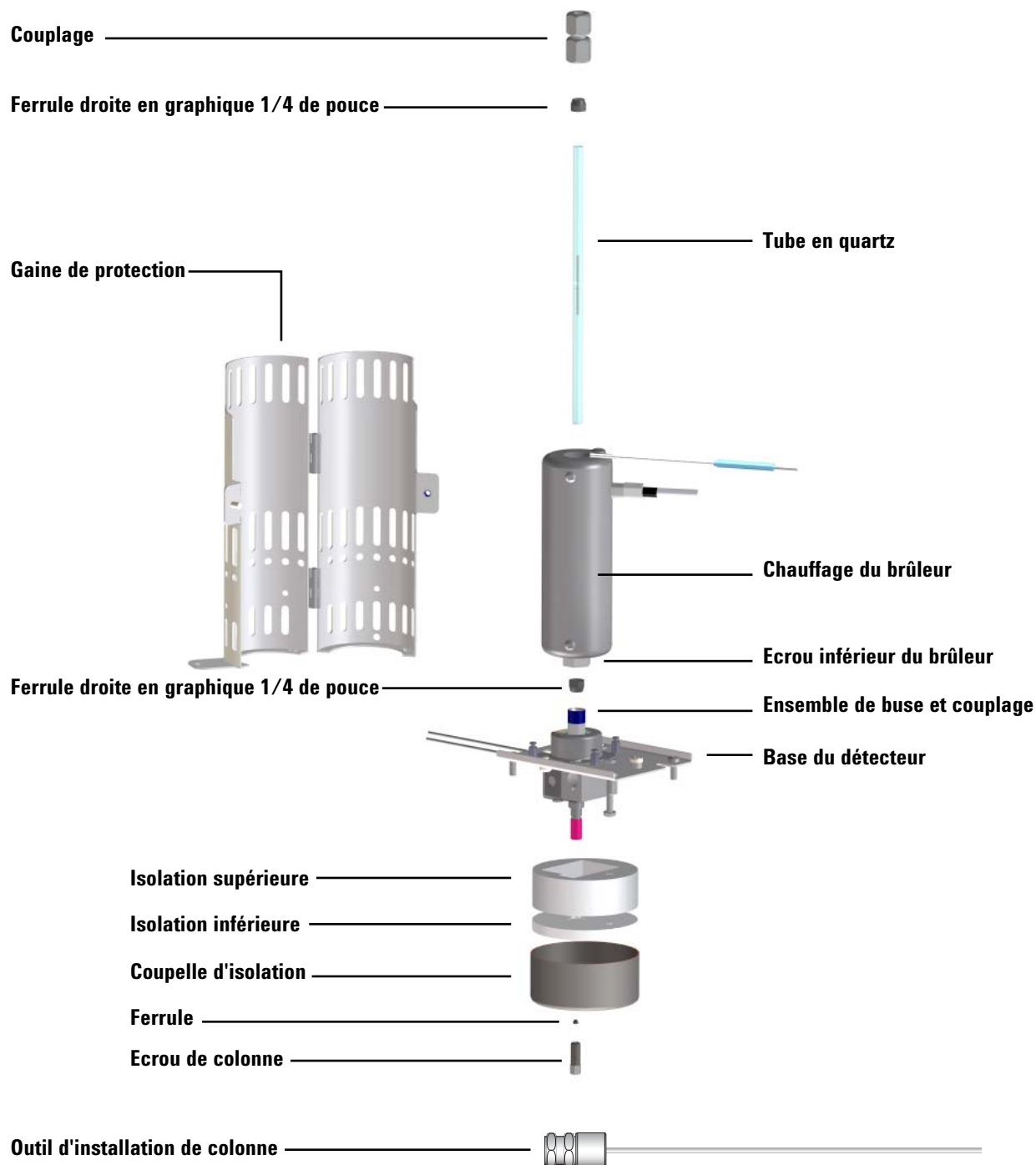


Figure 13 Vue éclatée des pièces du détecteur NCD

Méthode de maintenance du détecteur

Il est recommandé de créer une méthode de maintenance pour le CPG préparant le détecteur et le CPG lui-même aux opérations de maintenance. Chargez cette méthode avant d'effectuer toute tâche de maintenance.

Une méthode de maintenance pour le détecteur SCD devrait permettre de :

- 1 Éteindre le chauffage et le brûleur pour les laisser refroidir.
- 2 Désactivez tous les débits d'hydrogène.
- 3 Laisser le gaz oxydant et l'alimentation en ozone activés.
- 4 Désactivez le générateur d'ozone.
- 5 Laisser la pompe à vide activée
- 6 Laisser le débit du gaz vecteur (hélium) activé
- 7 Réglez le four sur 30 °C pour réduire au minimum le ressuage de la colonne.
- 8 Refroidir toute autre pièce du CPG (four, injecteur, etc.), si nécessaire

Une méthode de maintenance pour le détecteur NCD devrait permettre de :

- 1 Éteindre le chauffage et le brûleur pour les laisser refroidir.
- 2 Désactiver le débit d'hydrogène
- 3 Laisser le gaz oxydant et l'alimentation en ozone activés.
- 4 Désactivez le générateur d'ozone.
- 5 Laisser la pompe à vide activée
- 6 Laisser le débit du gaz vecteur (hélium) activé
- 7 Réglez le four sur 30 °C pour réduire au minimum le ressuage de la colonne.
- 8 Refroidir toute autre pièce du CPG (four, injecteur, etc.), si nécessaire

Laissez les zones chauffées pour refroidir à < 40 °C pour une manipulation sûre.

Fixation de la colonne au détecteur

REMARQUE

Cette procédure décrit comment fixer une colonne directement à un détecteur XCD. Pour une installation FID-XCD en tandem, installez la colonne dans le détecteur FID, comme indiqué dans les instructions de ce dernier. Consultez le manuel d'utilisation du CPG.

1 Réunissez le matériel suivant (voir la section “[Consommables et pièces pour les détecteurs SCD et NCD](#)”, page 65) :

- Outil d'installation de colonne pour les détecteurs SCD/NCD (G3488-81302)
- Colonne
- Ferrule (pour colonne)
- Ecrou de colonne
- Coupe-colonne
- Clé à fourche de 1/4 de pouce
- Septum
- Isopropanol
- Chiffon
- Gants non pelucheux.
- Loupe

AVERTISSEMENT

Le four, l'injecteur ou le détecteur peuvent devenir très chauds et provoquer de graves brûlures. Si le four, l'injecteur ou le détecteur sont chauds, portez des gants thermorésistants pour protéger vos mains.

AVERTISSEMENT

Portez des lunettes de sécurité pour vous protéger les yeux des particules projetées lorsque vous manipulez, coupez ou installez des colonnes capillaires en verre ou en silice fondue. Manipulez ces colonnes avec précaution pour éviter les blessures dues à des perforations.

ATTENTION

Portez des gants propres et non pelucheux pour éviter toute contamination des pièces par de la poussière ou des doigts gras.

- 2 Préparez le détecteur en vue de sa maintenance.
 - a Chargez la procédure de maintenance du CPG et attendez que celui-ci soit prêt. (Voir “[Méthode de maintenance du détecteur](#)”, page 69.) Attendez jusqu'à ce que les inserts, le four, les détecteurs, la boîte de vanne, l'assemblage du brûleur et la base du détecteur refroidissent jusqu'à une température permettant la manipulation ($< 40\text{ }^{\circ}\text{C}$).
 - b Désactivez tous les débits d'hydrogène. (Laisser le gaz oxydant et l'alimentation en ozone activés.)
 - c Désactivez le générateur d'ozone.

AVERTISSEMENT

L'hydrogène est un gaz hautement inflammable. Désactivez tous les débits d'hydrogène du détecteur (et de la colonne) avant d'effectuer des opérations de maintenance sur le détecteur.

- 3 Placez un septum, un écrou de colonne capillaire et une ferrule sur la colonne.

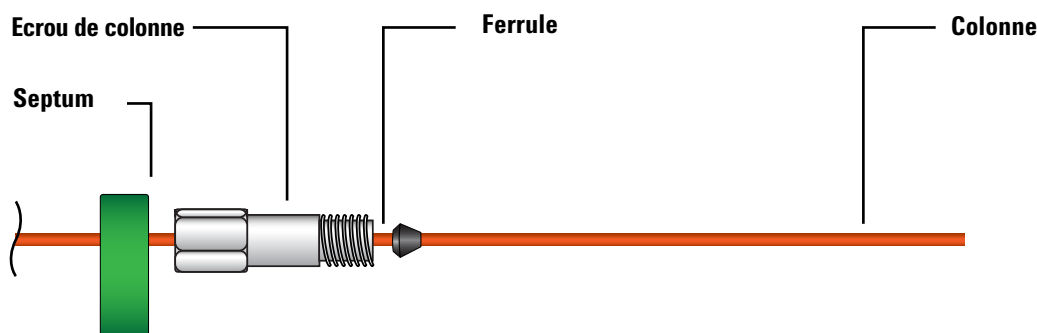


Figure 14 Placer un septum, un écrou de colonne et une ferrule sur la colonne

- 4 Insérez l'extrémité de la colonne dans l'instrument de mesure pour colonne de manière à ce que l'extrémité dépasse de l'instrument.

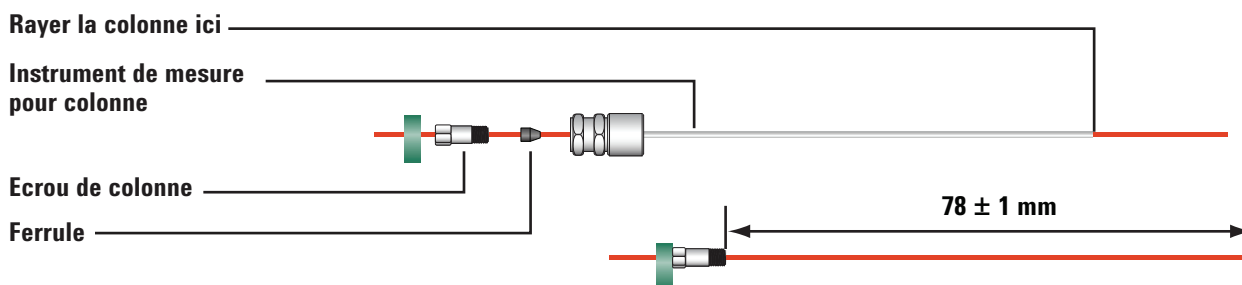
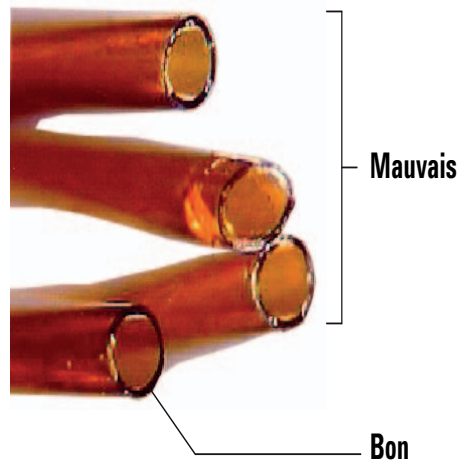


Figure 15 Régler la longueur de la colonne et serrer la ferrule à l'aide de l'instrument de mesure pour colonne

- 5** Serrez l'écrou de colonne dans l'instrument de mesure pour colonne jusqu'à ce que l'écrou serre bien la colonne. Serrez l'écrou de 1/8 à 1/4 de tour supplémentaire à l'aide de deux clés. Ajustez le septum contre la base de l'écrou de colonne.
- 6** Utilisez un coupe-colonne à 45° pour rayer la colonne.
- 7** Brisez l'extrémité de la colonne. La colonne peut dépasser de l'extrémité de l'instrument d'environ 1 mm. Inspectez l'extrémité à l'aide d'une loupe pour vérifier l'absence de bavures et la netteté de la cassure.



- 8** Retirez de l'instrument la colonne, l'écrou et la ferrule emboutie.
- 9** Essuyez les parois de la colonne à l'aide d'un chiffon imbibé d'isopropanol afin d'éliminer les marques de doigt et la poussière.
- 10** Enfilez avec précaution la colonne emboutie dans le raccord du détecteur. Vissez l'écrou de colonne à la main, puis serrez de 1/8 de tour supplémentaire à l'aide d'une clé.

Remplacement du tube interne en céramique (détecteur SCD)

Pour remplacer le tube interne en céramique :

AVERTISSEMENT

Le four, les injecteurs et les détecteurs peuvent devenir très chauds et provoquer de graves brûlures. Refroidissez ces éléments à une température de manipulation adéquate avant de commencer.

ATTENTION

Portez des gants propres et non pelucheux pour éviter toute contamination des pièces par de la poussière ou des doigts gras.

ATTENTION

La plupart des étapes de cette procédure requièrent l'utilisation de deux clés : l'une pour maintenir le brûleur en place et l'autre pour desserrer une pièce. Utilisez toujours deux clés afin d'éviter de tordre ou déformer l'ensemble du brûleur.

1 Munissez-vous des éléments suivants :

- Deux clés à fourche de 7/16 de pouce
- Une clé à fourche de 3/8 de pouce
- Un nouveau joint torique
- Un nouveau tube en céramique
- Des pinces brucelles
- Un bouchon pour ligne de transfert de 1/8 pouce
- Un tournevis Torx T20

2 Préparez le détecteur en vue de sa maintenance.

- a Chargez la procédure de maintenance du CPG et attendez que celui-ci soit prêt. (Voir “[Méthode de maintenance du détecteur](#)”, page 69.) Attendez jusqu'à ce que les inserts, le four, les détecteurs, la boîte de vanne, l'assemblage du brûleur et la base du détecteur refroidissent jusqu'à une température permettant la manipulation (< 40 °C).
- b Désactivez tous les débits d'hydrogène. (Laisser le gaz oxydant et l'alimentation en ozone activés.)
- c Désactivez le générateur d'ozone.

AVERTISSEMENT

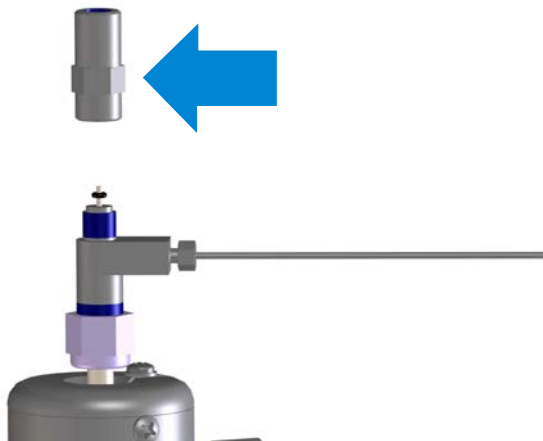
L'hydrogène est un gaz hautement inflammable. Désactivez tous les débits d'hydrogène du détecteur (et de la colonne) avant d'effectuer des opérations de maintenance sur le détecteur.

- 3 Déconnectez la ligne de transfert et fermez rapidement l'extrémité ouverte à l'aide du bouchon de 1/8 de pouce. Utilisez une clé de 3/8 de pouce sur la ligne de transfert et une clé de 7/16 de pouce sur le raccord supérieur pour maintenir bien en place l'ensemble du brûleur.
- 4 A l'aide de deux clés de 7/16 de pouce, retirez le raccord de sortie du raccord supérieur.
- 5 Si l'ancien joint torique est resté collé à la partie inférieure du raccord de sortie, utilisez des pinces brucelles ou un outil similaire pour le décoller doucement du raccord.
- 6 Retirez l'ancien tube interne en céramique.
- 7 Placez un nouveau joint torique à l'extrémité du nouveau tube interne en céramique et enfitez-le d'environ 7 mm sur le tube. (Cette distance n'est qu'une indication approximative.)



- 8 Insérez doucement le tube et le montage du joint torique dans le brûleur jusqu'à ce qu'il repose sur le joint.

- 9** Orientez le raccord de sortie de manière à ce que la partie hexagonale se trouve du côté du raccord supérieur (comme indiqué sur la figure suivante) et montez-le sur le tube en céramique. Les positions du joint torique et du tube en céramique s'ajusteront automatiquement lors du serrage du raccord de sortie. Serrez jusqu'à un bon maintien en place (serrage à la main). Ne serrez pas trop fort.



- 10** Remontez la ligne de transfert sur le raccord de sortie. Serrez jusqu'à un bon maintien en place (serrage à la main). Ne serrez pas trop fort.
- 11** Rétablissez les débits de gaz du détecteur.
- 12** Vérifiez qu'il n'y a aucune fuite au niveau du raccord supérieur d'hydrogène. Solutionnez tout problème de fuite, le cas échéant.
- 13** Rétablissez les autres conditions d'utilisation du détecteur.
- 14** Réinitialisez le compteur EMF.

Remplacement du tube en quartz (détecteur NCD)

Pour remplacer le tube en quartz du détecteur NCD :

AVERTISSEMENT

Le four, les injecteurs et les détecteurs peuvent devenir très chauds et provoquer de graves brûlures. Refroidissez ces éléments à une température de manipulation adéquate avant de commencer.

ATTENTION

Portez des gants propres et non pelucheux pour éviter toute contamination des pièces par de la poussière ou des doigts gras.

ATTENTION

La plupart des étapes de cette procédure requièrent l'utilisation de deux clés : l'une pour maintenir le brûleur en place et l'autre pour desserrer une pièce. Utilisez toujours deux clés afin d'éviter de tordre ou déformer l'ensemble du brûleur.

1 Munissez-vous des éléments suivants :

- Deux clés à fourche de 7/16 de pouce
- Une clé à fourche de 3/8 de pouce
- Une clé à fourche de 5/8 de pouce
- Un nouveau tube en quartz
- Des pinces brucelles
- Un bouchon pour ligne de transfert de 1/8 pouce
- Un tournevis Torx T20
- Un outil denté ou similaire pour le retrait de la ferrule en graphite
- 2 nouvelles ferrules en graphique

2 Préparez le détecteur en vue de sa maintenance.

- a** Chargez la procédure de maintenance du CPG et attendez que celui-ci soit prêt. (Voir "[Méthode de maintenance du détecteur](#)", page 69.) Attendez jusqu'à ce que les inserts, le four, les détecteurs, la boîte de vanne, l'assemblage du brûleur et la base du détecteur refroidissent jusqu'à une température permettant la manipulation (< 40 °C).
- b** Désactivez tous les débits d'hydrogène. (Laisser le gaz oxydant et l'alimentation en ozone activés.)
- c** Désactivez le générateur d'ozone.

AVERTISSEMENT

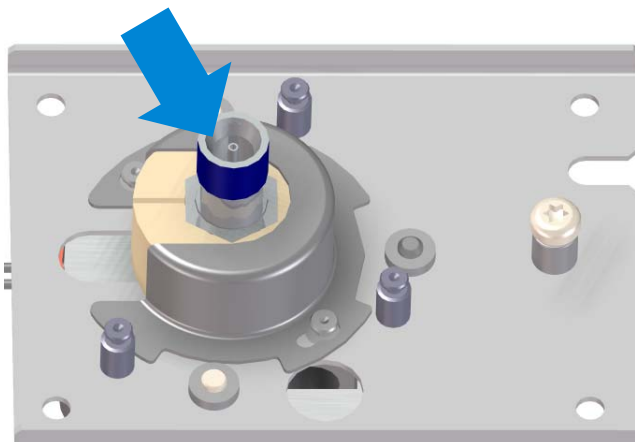
L'hydrogène est un gaz hautement inflammable. Désactivez tous les débits d'hydrogène du détecteur (et de la colonne) avant d'effectuer des opérations de maintenance sur le détecteur.

- 3 Retirez la gaine de protection. Retirez les deux vis Torx T20, tournez la gaine dans le sens inverse des aiguilles d'une montre pour la retirer des tiges de montage, puis dégagez-la en la soulevant. Conservez la gaine de protection et les vis pour un usage ultérieur.
- 4 Déconnectez la ligne de transfert et fermez rapidement l'extrémité ouverte à l'aide du bouchon de 1/8 de pouce. Utilisez une clé de 3/8 de pouce sur la ligne de transfert et une clé de 7/16 de pouce sur le raccord supérieur pour maintenir bien en place l'ensemble du brûleur.
- 5 A l'aide de deux clés de 7/16 de pouce, retirez le raccord de sortie de l'écrou en haut du tube en quartz.
- 6 Faites doucement glisser l'écrou et sa ferrule vers le haut et retirez-les du tube en quartz.

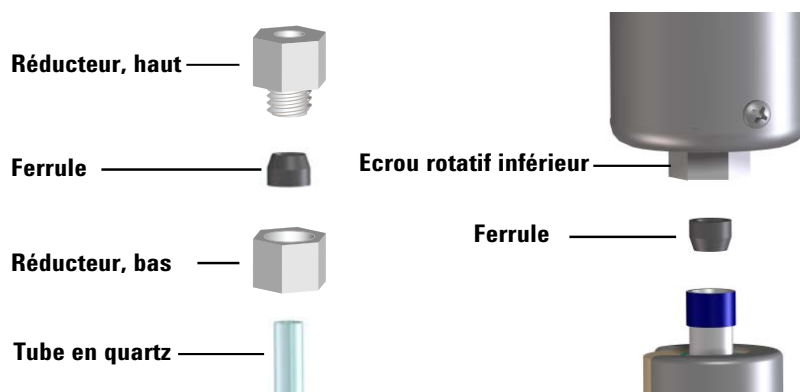
ATTENTION

Les tubes en quartz sont fragiles et peuvent s'ébrécher ou se fissurer. Manipulez-les toujours avec précaution afin de ne pas les endommager.

- 7 A l'aide des clés de 5/8 et 9/16 de pouce, retirez l'ensemble du brûleur et le tube du couplage dans l'ensemble de la base du détecteur.
- 8 Inspectez la zone autour de la buse dans le couplage. Si vous observez des bris de tube, retirez-les avec des pinces brucelles ou un outil similaire.



- 9 Tirez doucement le tube en quartz vers le haut à travers l'ensemble du brûleur pour le retirer. La ferrule en graphite doit demeurer dans le raccord rotatif de la base du brûleur.
- 10 Utilisez un outil denté ou similaire pour retirer la ferrule en graphite usagée de l'écrou rotatif dans la base du brûleur.
- 11 Utilisez deux clés pour désassembler le réducteur, puis retirez la ferrule usagée.
- 12 Installez de nouvelles ferrules en graphite. Dans les deux cas, l'extrémité conique de la ferrule doit se trouver sur le côté opposé au brûleur.



- 13 Remontez le réducteur. Serrez avec deux clés pour obtenir un ajustement serré.
- 14 Faites glisser le nouveau tube en quartz à travers l'ensemble du brûleur jusqu'à ce qu'il dépasse d'environ 1 cm de la base. (Cette distance n'est qu'une indication approximative. La position du tube s'ajustera automatiquement lorsque vous serrerez l'écrou inférieur sur le couplage.)

ATTENTION

Lors du serrage de ferrules en graphite sur un tube en quartz, serrez simplement jusqu'à un bon maintien en place. Un serrage trop fort risque d'endommager les ferrules ou les tubes en quartz.

- 15 Posez doucement l'ensemble du brûleur sur la base du détecteur et enfitez l'écrou à la main sur l'ensemble de la base du détecteur. Serrez à la main, puis à l'aide d'une clé jusqu'à un bon maintien en place. Ne serrez pas trop fort.
- 16 Placez l'écrou et la ferrule sur l'extrémité ouverte du tube en quartz de manière à ce que l'extrémité ouverte de l'écrou soit orientée vers le haut.
- 17 Montez l'écrou sur le raccord de sortie et serrez-le à l'aide de deux clés jusqu'à un bon maintien en place.

- 18 Remontez la ligne de transfert sur le raccord de sortie. Serrez jusqu'à un bon maintien en place (serrage à la main). Ne serrez pas trop fort.
- 19 Remettez en place la gaine de protection.
- 20 Rétablissez les conditions d'utilisation du détecteur.
- 21 Réinitialisez le compteur EMF.

Contrôle du niveau d'huile de la pompe à vide

ATTENTION

Veillez à ne jamais ajouter ni changer l'huile de la pompe primaire lorsque celle-ci est en fonctionnement.

Vérifiez le niveau et la couleur de l'huile de la pompe chaque semaine.

- 1 Vérifiez le niveau d'huile à travers la fenêtre de la pompe primaire. Il doit se trouver entre les limites Max. et Min.

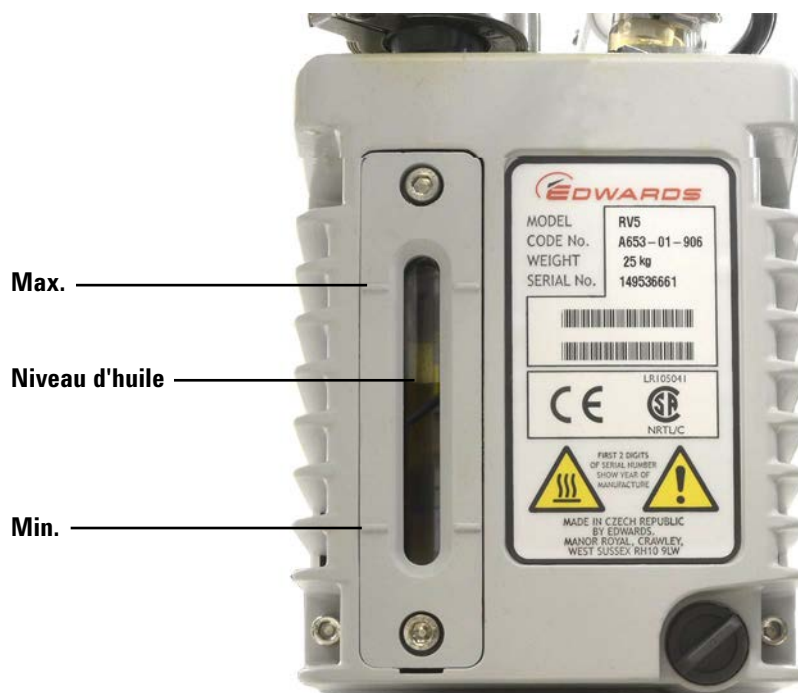


Figure 16 Vérification du niveau d'huile

- 2 Vérifiez que l'huile de la pompe est de couleur claire et qu'elle ne contient pratiquement aucune particule en suspension. Si l'huile est de couleur sombre ou contient beaucoup de particules en suspension, changez-la.
- 3 Inscrivez cette opération de maintenance dans le journal de maintenance. Si nécessaire, réinitialisez le compteur EMF.

Ajout d'huile dans la pompe à vide

Ajoutez de l'huile dans la pompe si le niveau est insuffisant.

Matériel nécessaire

- Entonnoir (9301-6461)
- Clé Allen 5 mm (8710-1838)
- Gants résistants aux produits chimiques et non pelucheux (9300-1751)
- Huile synthétique Mobil 1 (G6600-85001)
- Lunettes de protection

AVERTISSEMENT

N'ajoutez jamais d'huile dans la pompe lorsque celle-ci est en fonctionnement.

AVERTISSEMENT

Le bouchon de remplissage et la pompe peuvent devenir très chauds. Assurez-vous qu'ils ont bien refroidi avant de les toucher.

ATTENTION

Utilisez de l'huile synthétique 10W30, telle que Mobil 1. L'utilisation d'un autre type d'huile pourrait réduire considérablement la durée de vie de la pompe et annuler sa garantie.

Procédure

- 1 Arrêtez le détecteur et patientez jusqu'à ce que la pompe s'arrête à son tour. Reportez-vous à la section "[Arrêt du détecteur](#)", page 56.
- 2 Eteignez le détecteur et retirez le cordon d'alimentation au niveau de la pompe.

- 3** Retirez le bouchon de remplissage de la pompe à vide.



- 4** Versez la nouvelle huile jusqu'à ce qu'elle atteigne pratiquement le niveau maximal indiqué sur la fenêtre de niveau, mais sans le dépasser. Reportez-vous à la [Figure 16](#), page 80.
- 5** Remettez le bouchon de remplissage en place.
- 6** Nettoyez tout surplus d'huile sous la pompe et aux alentours.
- 7** Rebranchez le cordon d'alimentation de la pompe.
- 8** Allumez le détecteur et rétablissez les conditions d'utilisation. Reportez-vous à la section "[Mise en marche du détecteur](#)", page 54.
- 9** Inscrivez cette opération de maintenance dans le journal de maintenance. Si nécessaire, réinitialisez le compteur EMF.

Changement d'huile de la pompe à vide

Changez l'huile de la pompe tous les trois mois ou plus souvent si l'huile est sombre ou trouble.

Matériel nécessaire

- Récupérateur d'huile usée
- Entonnoir (9301-6461), clé Allen 5 mm (8710-1838)
- Gants résistants aux produits chimiques et non pelucheux (9300-1751)
- Huile synthétique Mobil 1 (G6600-85001)
- Lunettes de protection
- Grand tournevis plat (8710-1029)

AVERTISSEMENT

N'ajoutez jamais d'huile dans la pompe lorsque celle-ci est en fonctionnement.

AVERTISSEMENT

Le bouchon de remplissage et la pompe peuvent devenir très chauds. Assurez-vous qu'ils ont bien refroidi avant de les toucher.

AVERTISSEMENT

Évitez tout contact avec l'huile. Les résidus de certains échantillons sont toxiques. Procédez à la mise au rebut correcte de l'huile.

ATTENTION

Utilisez de l'huile synthétique 10W30, telle que Mobil 1. L'utilisation d'un autre type d'huile pourrait réduire considérablement la durée de vie de la pompe et annuler sa garantie.

Procédure

- 1 Arrêtez le détecteur et patientez jusqu'à ce que la pompe s'arrête à son tour. Reportez-vous à la section "[Arrêt du détecteur](#)", page 56.
- 2 Eteignez le détecteur et retirez le cordon d'alimentation au niveau de la pompe.

- 3** Placez un récupérateur d'huile sous le bouchon de vidange de la pompe à vide.

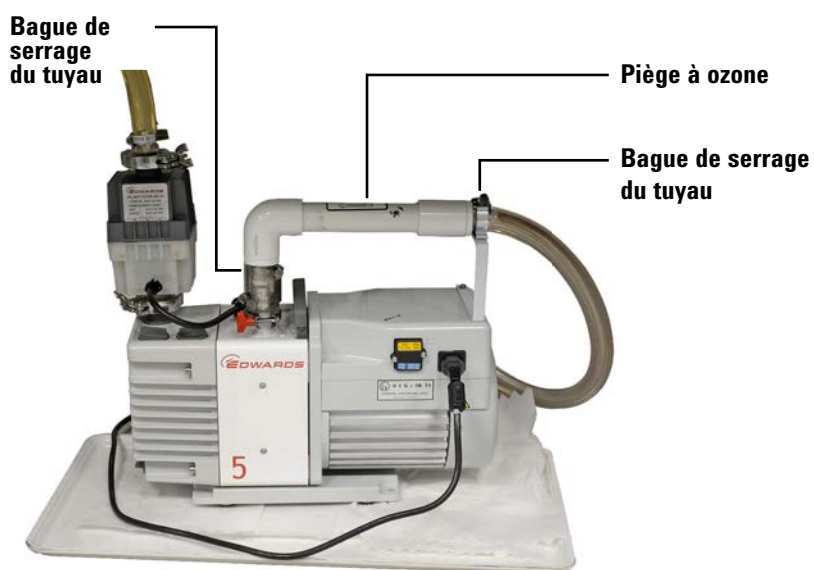


- 4** Retirez le bouchon de remplissage, puis le bouchon de vidange. Assurez-vous de bien vider toute l'huile en levant le côté moteur de la pompe.
- 5** Remettez le bouchon de vidange en place.
- 6** Versez la nouvelle huile jusqu'à ce qu'elle atteigne pratiquement le niveau maximal indiqué sur la fenêtre de niveau, mais sans le dépasser. Reportez-vous à la [Figure 16](#), page 80.
- 7** Remettez le bouchon de remplissage en place.
- 8** Nettoyez tout surplus d'huile sous la pompe et aux alentours.
- 9** Rebranchez le cordon d'alimentation de la pompe.
- 10** Allumez le détecteur et rétablissez les conditions d'utilisation. Reportez-vous à la section "[Mise en marche du détecteur](#)", page 54.
- 11** Inscrivez cette opération de maintenance dans le journal de maintenance. Si nécessaire, réinitialisez le compteur EMF.
- 12** Patientez 30 minutes, puis vérifiez que la pompe ne présente aucune fuite. Effectuez une deuxième vérification au bout de 24 heures.

Remplacement du piège à ozone

Pour remplacer le piège à ozone :

- 1 Chargez une méthode pour refroidir le détecteur, éteindre le chauffage et désactiver le débit d'hydrogène :
 - Eteindre le chauffage et laisser refroidir le brûleur
 - Laisser le débit de gaz oxydant activé
 - Désactiver le débit d'hydrogène
 - Désactiver la pompe à vide
 - Réglez le four du CPG sur 30 °C (ou éteignez-le) pour réduire au minimum le ressuage de la colonne.
 - Laissez le débit du gaz vecteur (hélium) activé.
- 2 Laissez refroidir la pompe à vide jusqu'à une température de manipulation adéquate.
- 3 Retirez l'ensemble du piège et le tuyau à vide du support.
- 4 Desserrez les deux bagues de serrage du tuyau qui maintiennent en place l'ancien piège à ozone.



- 5 Retirez le piège du tuyau d'entrée de la pompe. (Si nécessaire, desserrez la bague de serrage à l'entrée de la pompe.)
- 6 Soulevez l'ancien piège du support et retirez le tuyau à vide du détecteur du raccord fileté de l'ancien piège.
- 7 Mettez en place le nouveau piège. Assurez-vous que la flèche indiquant le sens du débit sur le nouveau piège est orientée vers le raccord d'entrée. (L'articulation du piège doit se

trouver le plus près possible de l'entrée de la pompe.) Si vous avez retiré le tuyau de connexion (court) de l'entrée de la pompe, remettez-le en place.

Changement du filtre à vapeur d'huile

Le filtre à vapeur d'huile de la pompe RV5 est composé de deux éléments : un filtre anti-odeur à charbon et l'élément de filtre à huile coalesceur. Pour remplacer les filtres, démontez l'ensemble du filtre à vapeur d'huile à l'aide de la longue clé hexagonale de 4 mm fournie. Le filtre anti-odeur à charbon (plus petit) se trouve en haut de l'élément de filtre à huile coalesceur (plus grand). Bien qu'il soit recommandé de remplacer l'élément de filtre à huile coalesceur après 90 jours d'utilisation continue, le remplacement du filtre anti-odeur à charbon est quant à lui facultatif. Après le remplacement des filtres, remontez l'ensemble du filtre et fixez-le à la bride de la pompe. Réinitialisez le compteur EMF.

Nettoyage de l'extérieur du détecteur

AVERTISSEMENT

Risque de brûlure. L'ensemble du brûleur peut devenir très chaud et provoquer de graves brûlures. Attendez qu'il ait refroidi à une température de manipulation adéquate ($< 40^{\circ}\text{C}$) avant de le toucher.

AVERTISSEMENT

Risque d'électrocution. Avant de nettoyer le détecteur, éteignez-le et débranchez le cordon d'alimentation.

Avant de nettoyer le détecteur, arrêtez-le, éteignez-le et débranchez le cordon d'alimentation. Nettoyez le détecteur avec un chiffon **humidifié** avec de l'eau. Ne vaporisez pas de liquides directement sur le détecteur. Séchez-le avec un chiffon doux et propre. Evitez de faire pénétrer des produits de nettoyage à l'intérieur du détecteur ou du CPG, car ils pourraient endommager les composants électroniques des deux appareils.

N'utilisez pas de produits de nettoyage sur l'ensemble du brûleur afin d'éviter tout risque d'accident avec le brûleur.

Étalonnage des capteurs de débit et de pression

Les détecteurs SCD 8355 et NCD 8255 utilisent des modules de contrôle de pression électroniques. En règle générale, activez la fonction de mise à zéro automatique des capteurs de débit sur le CPG 7890B. Aucun étalonnage n'est en principe nécessaire, mais les capteurs de débit et de pression peuvent toutefois être mis à zéro manuellement si nécessaire. Reportez-vous au *manuel d'utilisation* du CPG pour plus d'informations.

Mise à jour du microprogramme

Le microprogramme du CPG contrôle le détecteur. Toute mise à jour du détecteur sera effectuée à travers le microprogramme du CPG. Reportez-vous à l'outil de mise à jour du microprogramme du CPG sur les DVD Agilent *GC and GC/MS User Manuals & Tools* ou téléchargez l'outil depuis les pages d'assistance du CPG sur le site Web d'Agilent.



6 Dépannage

Résolution des problèmes du détecteur	92
Tableau de dépannage	93
Voyant d'état	96
Messages du détecteur	97
Recherche de fuites	98
Problèmes d'alimentation électrique	99
Problèmes de génération d'ozone	100
Présence de coke	101
Contamination à l'hydrogène	102
Gaz contaminés	103

Ce chapitre décrit comment procéder au dépannage et résoudre les problèmes les plus courants qui peuvent survenir lors de l'utilisation d'un détecteur SCD ou NCD Agilent.



Résolution des problèmes du détecteur

Il est important d'avoir de bonnes connaissances de base du détecteur afin de pouvoir identifier et résoudre plus facilement les éventuels problèmes. Repassez les notions de base du détecteur fournies dans la section [“Principe de fonctionnement”](#), page 37. Notez par ailleurs que cette section vise à résoudre les problèmes d'un détecteur ayant fonctionné normalement jusque-là. Si vous cherchez à optimiser une nouvelle application du détecteur, reportez-vous à la section [“Réglage des conditions d'utilisation”](#), page 53 pour des recommandations sur la personnalisation des paramètres de méthode dans le but d'obtenir de meilleurs résultats.

De nombreux symptômes peuvent être liés à plus d'un problème ou à une technique chromatographique déficiente. L'analyse des composés soufrés ou azotés a toujours été très difficile à réaliser en raison de la réactivité et l'instabilité inhérentes des composants en soi. Il arrive souvent que des problèmes attribués dans un premier temps au détecteur soient en réalité dus à une technique chromatographique déficiente ou à d'autres défaillances du système (fuite au niveau du raccord de l'injecteur de la colonne, par exemple). C'est pourquoi la première étape à réaliser en cas de dépannage consiste à identifier le problème sur le CPG (injection, injecteur ou colonne), sur l'ensemble du brûleur ou sur le détecteur (générateur d'ozone, pompe à vide, tube photomultiplicateur ou composants électroniques). Lors de l'identification d'un problème dans un système qui a fonctionné correctement jusque-là, il est recommandé de commencer par rétablir les conditions normales d'utilisation par défaut. La réponse obtenue dans ces conditions peut aider à déterminer si les paramètres de méthode sont la cause du problème ou non.

Il est également conseillé d'utiliser le journal de maintenance du CPG et les fonctions Early Maintenance Feedback (EMF) pour le détecteur. Cette fonction vous aide à maintenir le détecteur en bon état de marche afin d'éviter tout éventuel problème. Pour plus d'informations, reportez-vous au *manuel d'utilisation* du CPG.

Tenez également à jour un journal de maintenance pour effectuer le suivi des lectures de pression du détecteur et du signal de fond (différence entre l'activation et la désactivation de l'ozone). Des variations de ces valeurs au fil du temps peuvent être un indice que des opérations de maintenance sont nécessaires.

Le [Tableau 11](#) de la section suivante décrit les problèmes les plus courants, leurs causes les plus probables et les mesures correctives à apporter.

Tableau de dépannage

Tableau 11 Résolution des problèmes du détecteur

Problème	Cause possible	Diagnostic	Mesure corrective
Problèmes du détecteur			
Pas de réponse	Pas d'ozone	Aucune ou faible différence au niveau du signal de sortie entre l'activation et la désactivation de l'ozone.	Voir "Pas d'ozone" .
Pas d'ozone	Transformateur haute tension et/ou générateur d'ozone inopérant.	Aucune différence au niveau du signal de sortie entre l'activation et la désactivation de l'ozone, même avec un débit normal à travers le générateur d'ozone.	Contactez le service après-vente d'Agilent.
	Obstruction au niveau de l'alimentation en ozone de la cellule du réacteur.		Contactez le service après-vente d'Agilent.
Pas de réponse	Tube en céramique ou en quartz cassé.		Remplacez le tube en céramique. Voir "Remplacement du tube interne en céramique (détecteur SCD)" , page 73 ou "Remplacement du tube en quartz (détecteur NCD)" , page 76.
Réponse faible	Débits d'hydrogène et de gaz oxydant inappropriés.	Vérifiez les débits.	Ajustez les débits.
	Fuite au niveau du détecteur.		Vérifiez que le détecteur n'a pas de fuite et réparez-la, le cas échéant. Voir "Fuites" , page 98.
	Tubes en céramique ou en quartz contaminés.	Si aucune fuite n'est détectée, inspectez le tube en céramique. La contamination peut être due à un ressuage de la colonne, à des échantillons contenant des complexes métalliques volatiles ou à d'importantes injections d'hydrocarbures laissant des résidus de coke.	Remplacez le tube en céramique. Voir "Remplacement du tube interne en céramique (détecteur SCD)" , page 73 ou "Remplacement du tube en quartz (détecteur NCD)" , page 76.

Tableau 11 Résolution des problèmes du détecteur

Problème	Cause possible	Diagnostic	Mesure corrective
Dérive de la ligne de base	Contamination de l'un des gaz du détecteur.	Vérifiez la différence au niveau du signal de sortie entre l'activation et la désactivation de l'ozone.	Vérifiez les pièges d'alimentation en ligne et remplacez-les. Changez les gaz du détecteur.
	Fuite au niveau des conduites de gaz oxydant.		Vérifiez que le détecteur n'a pas de fuite et réparez-la, le cas échéant. Voir "Fuites" , page 98.
	Fuite au niveau des conduites d'alimentation en hydrogène.		Vérifiez que le détecteur n'a pas de fuite et réparez-la, le cas échéant. Voir "Fuites" , page 98.
Traînées de pics avec réponse non équimolaire	Grave contamination des gaz du détecteur.	Signal de fond élevé par rapport à la désactivation de l'ozone.	Vérifiez les pièges d'alimentation en ligne et remplacez-les. Changez les gaz du détecteur.
Traînées de pics	Mauvaise connexion de la colonne.	Vérifiez la position de la colonne au niveau de l'injecteur et de la sortie. Recherchez des indices de décoloration de colonne au niveau du raccord du détecteur, indice que la colonne se trouve dans une zone de combustion.	Réinstallez la colonne. Voir "Fixation de la colonne au détecteur" , page 70.
	Tubes fissurés.	Vérifiez les plages de pression et de vide. Inspectez les colonnes et les ferrules.	Remplacez le tube en céramique. Voir "Remplacement du tube interne en céramique (détecteur SCD)" , page 73 ou "Remplacement du tube en quartz (détecteur NCD)" , page 76.
Arrêt thermique du détecteur	Thermocouple ouvert.		Contactez le service après-vente d'Agilent.
Pression du brûleur trop élevée.	Tube externe en céramique ou tube en quartz fissuré. Fuite ou déconnexion de la conduite de gaz oxydant ou d'hydrogène en acier inoxydable de 1/16 de pouce.		Remplacez le tube en céramique. Voir "Remplacement du tube interne en céramique (détecteur SCD)" , page 73 ou "Remplacement du tube en quartz (détecteur NCD)" , page 76. Vérifiez le branchement. Vérifiez que la conduite n'a pas de fuite. Contactez le service après-vente d'Agilent si la conduite est fissurée.

Tableau 11 Résolution des problèmes du détecteur

Problème	Cause possible	Diagnostic	Mesure corrective
	Fuite au niveau du brûleur.		Vérifiez que le détecteur n'a pas de fuite et réparez-la, le cas échéant. Voir “Fuites”, page 98.
Pression du brûleur plus faible que prévu et réponse faible	Tube interne en céramique fissuré.		Voir “Remplacement du tube interne en céramique (détecteur SCD)”, page 73.

Tableau 12 Résolution des problèmes de la pompe

Problème	Cause possible	Diagnostic	Mesure corrective
Problèmes de la pompe à vide			
La pompe ne démarre pas	Pompe éteinte ou cordon d'alimentation débranché.		Allumez la pompe (interrupteur d'alimentation). Vérifiez le branchement du cordon d'alimentation.
Les fusibles grillent au démarrage	Huile émulsionnée.	Vérifiez l'état de l'huile.	Changez l'huile de la pompe et branchez cette dernière sur le secteur pour effectuer un test de 10-15 minutes. Contactez Agilent pour remplacer les fusibles grillés.
Eau dans la pompe	Filtre coalesceur fissuré.	Huile jaune laiteuse observable à travers la fenêtre de la pompe.	Changez le filtre coalesceur et l'huile de la pompe.
Haute pression de la cellule de réaction	Piège de destruction de l'ozone bouché.	Retirez le piège de destruction de l'ozone du tuyau à vide et vérifiez si les lectures de pression sont à présent normales.	Changez le piège chimique.
	Brûleur déconnecté de la cellule de réaction.	Vérifiez les branchements.	
	Pompe à vide défectueuse.		Remplacez la pompe à vide.
Son typique de perte d'huile (gargouillis)	Lest ouvert.	Baisse du niveau d'huile.	Réinitialisez le lest. Voir les sections relatives à la pompe.
Haut niveau d'huile dans le filtre coalesceur	Restricteur de retour d'huile branché.	Pas de mouvement d'huile visible dans le tuyau de retour.	Changez le filtre et nettoyez le restricteur.

Voyant d'état

Utilisez le voyant d'état pour connaître rapidement l'état et la disponibilité du détecteur. Le voyant change de couleur en fonction de l'état actuel du détecteur.

- **Vert** : indique que le chauffage, le refroidisseur (détecteur NCD), la pompe à vide et le générateur d'ozone sont correctement alimentés en électricité. Notez que le CPG alimente les composants électroniques du détecteur indépendamment de l'alimentation contrôlée par l'interrupteur situé à l'avant du détecteur.
- **Jaune** : indique que le détecteur n'est pas prêt à fonctionner. L'appareil est sous tension, mais tous les paramètres n'ont pas atteint les réglages définis en vue de son utilisation. Un message d'avertissement (ou autre) peut être émis. Contrôlez l'écran d'affichage du CPG.
- **Rouge** : indique une erreur ou un autre problème grave. Un message d'erreur (ou autre) peut être émis. Contrôlez l'écran d'affichage du CPG. Le détecteur ne pourra pas être utilisé tant que le problème n'aura pas été résolu.

Messages du détecteur

Vérifiez la présence d'éventuels messages concernant l'état du détecteur sur l'écran d'affichage du CPG. Le CPG affiche les messages d'erreur et d'état au cours de l'utilisation de l'appareil. Les messages d'erreur et de maintenance sont également enregistrés dans les fichiers journaux du CPG. Reportez-vous aux manuels d'utilisation des CPG pour plus d'informations.

Fuites

Fuites d'ozone

AVERTISSEMENT

L'ozone est un gaz dangereux à fort pouvoir oxydant. Les expositions à l'ozone doivent donc être réduites au minimum en utilisant l'instrument dans une zone correctement ventilée et en évacuant les gaz d'échappement de la pompe à vide à travers une hotte aspirante. Le générateur d'ozone devrait être éteint lorsque l'instrument n'est pas utilisé.

Si vous suspectez une fuite d'ozone, arrêtez le détecteur. N'ouvrez pas l'unité centrale du détecteur. Contactez le service après-vente d'Agilent.

Fuites d'hydrogène

AVERTISSEMENT

N'effectuez jamais de mesure sur de l'hydrogène mélangé à de l'air ou à de l'oxygène. Il pourrait se former un mélange explosif, auquel la température élevée du brûleur risquerait de mettre le feu. Pour écarter ce danger : 1. Refroidissez le brûleur avant de commencer. 2. Mesurez toujours les gaz séparément.

Vérifiez que les connexions externes ne présentent pas de fuite. Voir [“Vérification de l'étanchéité pour l'hydrogène et l'oxydant”](#), page 99. Vérifiez les connexions d'alimentation de l'unité centrale du détecteur, ainsi qu'entre l'unité centrale du détecteur et l'ensemble du brûleur. Si vous suspectez une fuite à l'intérieur de l'unité centrale du détecteur, contactez le service après-vente Agilent. N'ouvrez pas l'unité centrale du détecteur.

Fuites d'oxydant

AVERTISSEMENT

Les environnements riches en oxygène peuvent favoriser la combustion, voire provoquer une combustion spontanée dans des conditions de haute pression et haute exposition à la contamination. Utilisez uniquement des composants compatibles avec l'oxygène et assurez-vous qu'ils ont été correctement traités pour une utilisation avec de l'oxygène pur.

Vérifiez les connexions d'alimentation en oxydant de l'unité centrale du détecteur, ainsi qu'entre l'unité centrale du détecteur et l'ensemble du brûleur. Voir [“Vérification de l'étanchéité pour l'hydrogène et l'oxydant”](#), page 99. Si vous suspectez une fuite à l'intérieur de l'unité centrale du détecteur, contactez le service après-vente Agilent. N'ouvrez pas l'unité centrale du détecteur.

Vérification de l'étanchéité pour l'hydrogène et l'oxydant

Pour vérifier l'étanchéité des voies de flux d'hydrogène ou d'oxydant, procédez comme suit :

- 1 Vérifiez que les connexions externes ne présentent pas de fuite. Colmatez les fuites (serrez ou refaites les connexions de la manière appropriée).
- 2 Si vous suspectez une fuite, établissez les conditions de sortie de débit typiques (voir [Tableau 14](#) à la page 110 pour le détecteur SCD ou [Tableau 15](#) à la page 115 pour le détecteur NCD).
- 3 Maintenez ces conditions pendant plusieurs minutes. Si le détecteur ne peut pas maintenir ces débits, contactez le service après-vente Agilent.
- 4 Si le détecteur a pu maintenir les débits, désactivez tous les débits de gaz avec le clavier du CPG ou avec le logiciel de contrôle.
- 5 Surveillez la valeur de la pression sur l'écran du CPG. Appuyez sur [**Front Det**] (ou [**Back Det**] ou [**MS/Aux Det**]). Pendant le fonctionnement de la pompe à vide, la pression de la cellule de réaction devrait tomber à environ 0 (zéro). La pression du brûleur devrait tomber à une valeur nettement plus basse que la pression de fonctionnement typique. Ce processus prendra du temps en raison de la configuration interne de l'ensemble du brûleur. Si la pression du brûleur reste élevée ou normale, contactez le service après-vente Agilent.

Problèmes d'alimentation électrique

Si vous devez résoudre des problèmes d'alimentation électrique sur un détecteur SCD ou NCD, rappelez-vous que l'alimentation des composants électroniques du détecteur et des modules de régulation est fournie par le CPG et contrôlée par l'interrupteur d'alimentation du CPG. L'alimentation du chauffage des détecteurs SCD/NCD, du refroidisseur du détecteur NCD, de la pompe à vide et du générateur d'ozone est fournie par l'unité du détecteur et contrôlée par l'interrupteur d'alimentation du détecteur lui-même.

Pas d'alimentation

Si le détecteur ne semble pas être alimenté en électricité (si la pompe à vide ne fonctionne pas et le chauffage ne se met pas en marche), procédez comme suit :

- Vérifiez que l'interrupteur d'alimentation est en position de marche.
- Vérifiez que le cordon d'alimentation est correctement branché.
- Vérifiez l'alimentation secteur du bâtiment.

Si le cordon d'alimentation est correctement branché et que le circuit du bâtiment auquel est relié le détecteur fonctionne normalement, contactez Agilent.

Problèmes de génération d'ozone

Avant de résoudre tout problème de génération d'ozone, vérifiez d'abord que les autres composants du système fonctionnent correctement. Assurez-vous par exemple, vérifiez l'étanchéité dans les connexions externes du détecteur, vérifiez que la pompe à vide fonctionne normalement, que l'injecteur et l'ALS fonctionnent aussi normalement, etc.

Pour résoudre des problèmes de génération d'ozone, procédez comme suit :

- 1 Sur l'écran d'affichage du CPG, observez le signal de sortie du détecteur.
- 2 Laissez la pompe à vide et l'alimentation en ozone activées.
- 3 Désactivez le générateur d'ozone.
- 4 Observez le signal de sortie du détecteur.
- 5 Activez le générateur d'ozone et vérifiez à nouveau le signal de sortie du détecteur.

Un détecteur fonctionnant correctement devrait afficher une différence au niveau du signal de fond entre l'activation et la désactivation de l'alimentation en ozone. Si aucun changement n'est observé, contactez le service après-vente d'Agilent.

Présence de coke

La contamination suite à l'utilisation de certaines matrices d'échantillons peut réduire la sensibilité. Des huiles brutes contenant des complexes métalliques volatiles peuvent par exemple contaminer les tubes en céramique. De plus, la combustion incomplète de certains composés à base d'hydrocarbures laisse des résidus de coke sur les tubes en céramique. Ces résidus peuvent être éliminés du brûleur en réduisant le débit d'hydrogène.

Contamination à l'hydrogène

La contamination à l'hydrogène des tubes en céramique du détecteur SCD peut survenir lorsque le débit relatif du gaz oxydant est nettement inférieur au débit d'hydrogène. Que cet état résulte de réglages de méthode inappropriés ou d'un problème de débit de gaz oxydant, il se traduira par une réponse très faible, voire inexistante. Si vous soupçonnez une contamination à l'hydrogène :

- Vérifiez qu'il n'y a pas d'interruption de débit et remédiez-y le cas échéant.
- Vérifiez qu'il n'y a pas de restrictions dans la conduite d'alimentation en gaz oxydant menant à l'ensemble du brûleur.
- Chargez la méthode de vérification ou toute autre méthode utilisant des débits relatifs plus équilibrés. Si la réponse ne redevient pas normale, remplacez les tubes en céramique.

Si la réponse ne redevient pas normale, remplacez les tubes en céramique interne. Si la réponse ne redevient toujours pas normale, remplacez le tube en céramique externe. Ces derniers ne pouvant pas être remis en état.

Gaz contaminés

Agilent recommande l'utilisation de gaz propres conformes aux conditions requises indiquées dans la section *Guide de préparation du site*. Par ailleurs, Agilent conseille vivement d'utiliser des pièces de haute qualité afin de réduire au maximum le risque de contamination. L'utilisation de gaz propres est essentielle pour garantir des performances optimales. Dans le cas contraire, du soufre et d'autres agents contaminants des gaz pourraient s'accumuler dans la colonne et ressuer au fil du temps, ce qui désensibiliserait les tubes en céramique et provoquerait des lignes de base élevées.

L'humidité dans le circuit d'alimentation du générateur d'ozone peut favoriser la formation d'acides pouvant endommager ou détruire le générateur d'ozone et d'autres composants du détecteur. Agilent conseille vivement d'utiliser un piège à humidité de haute qualité, tel que le système de filtres Gas Clean avec un piège à humidité, pour l'alimentation en ozone. Reportez-vous à la section [“Consommables et pièces de rechange”](#), page 65.



7

Vérification des performances

A propos de la vérification chromatographique	106
Préparation de la vérification chromatographique	107
Vérification des performances du détecteur SCD	109
Vérification des performances du détecteur NCD	114

Ce chapitre décrit comment vérifier que le détecteur fonctionne correctement.



A propos de la vérification chromatographique

Les essais décrits dans cette section confirment de manière générale que le CPG et le détecteur présentent des performances comparables à celles constatées en usine. Toutefois, lorsque les détecteurs et les autres pièces du CPG vieillissent, les performances du détecteur peuvent être altérées. Les résultats présentés ici représentent les résultats typiques pour des conditions de fonctionnement normales et ne sont pas des spécifications.

Les essais reposent sur les prérequis suivants :

- Utilisation d'un échantillonneur automatique de liquide. Si un tel appareil n'est pas disponible, utilisez une seringue manuelle adéquate en lieu et place de la seringue répertoriée.
- Dans la plupart des cas, utilisation d'une seringue de 10 µl. Une seringue de 5 µl constitue toutefois une alternative acceptable.
- Utilisation des septa et autres matériels (manchons, adaptateurs, etc.) décrits. Les performances peuvent changer en cas d'utilisation d'autres matériels.

Préparation de la vérification chromatographique

En raison des variations de performances chromatographiques associées aux différents consommables, Agilent recommande fortement l'utilisation des pièces répertoriées dans cette section pour tous les essais de vérification. Agilent recommande également l'installation de nouveaux consommables lorsque la qualité des consommables installées est inconnue. L'installation d'un nouveau manchon et septum assure par exemple que les résultats ne seront pas altérés par des contaminations.

Lorsque le CPG est livré depuis l'usine, ces consommables sont neufs et ne doivent pas être remplacés.

REMARQUE

Sur un CPG neuf, vérifiez le manchon d'injecteur installé. Le manchon fourni avec l'injecteur peut être différent de celui recommandé pour la vérification.

- 1 Vérifiez les indicateurs/dates mentionnés sur les pièges d'alimentation en gaz. Remplacez les pièges saturés.
- 2 Installez les nouveaux consommables de l'injecteur et préparez la bonne seringue d'injection (et aiguille le cas échéant).

Tableau 13 Pièces recommandées pour la vérification par type d'injecteur

Pièce recommandée pour la vérification	Référence
Injecteur avec/sans division	
Seringue, 10 µl	5181-1267
Joint torique	5188-5365
Septum	5183-4757
Manchon	5190-2295
Joint d'injecteur plaqué or, avec rondelle	5188-5367
Injecteur multimode	
Seringue, 10 µl	5181-1267
Joint torique	5188-5365
Septum	5183-4757
Manchon	5190-2295

Tableau 13 Pièces recommandées pour la vérification par type d'injecteur

Pièce recommandée pour la vérification	Référence
Injecteur Cool On-Column	
Septum	5183-4758
Ecrou de septum	19245-80521
Seringue, 5µL On-Column	5182-0836
Aiguille de 0,32 mm pour seringue de 5µL	5182-0831
ALS 7693A : Emplacement du support d'aiguille, COC	G4513-40529
ALS 7683B : Assemblage de support d'aiguille pour injections 0,25/0,32 mm	G2913-60977
Insert, silice fondue, DI de 0,32 mm	19245-20525

Préparez des flacons d'échantillon

La vérification de la performance nécessite une injection de 1 µL. Les standards de vérification pour les détecteurs SCD et NCD comprennent 3 ampoules.

AVERTISSEMENT

Concernant les standards de vérification, respectez toujours les précautions de manipulation recommandées sur l'emballage.

- 1 Ouvrez la boîte d'échantillons.
- 2 Cassez l'extrémité d'une ampoule de l'échantillon de vérification.
- 3 Transvasez le contenu dans un flacon d'échantillon d'ALS de 2 ml et fermez le flacon.

Vérification des performances du détecteur SCD

1 Munissez-vous des éléments suivants :

- Colonne d'évaluation, DB-1 30 m × 0,32 mm × 1 µm (référence 123-1033)
- Echantillon d'évaluation (vérification) des performances SCD (5190-7003) : $0,7 \pm 0,002$ mg/l de disulfure de diéthyle et $1 \pm 0,003$ mg/l de tert-butyldisulfure dans de l'isooctane.
- Isooctane de qualité chromatographique
- Bouteilles de 4 ml de solvant et de déchet ou équivalents pour injecteur automatique
- Flacons d'échantillon de 2 ml ou équivalents pour l'échantillon
- Matériel d'injecteur et d'injection (voir la section "[Préparation de la vérification chromatographique](#)", page 107)

2 Vérifiez les éléments suivants :

- Gaz de qualité chromatographique raccordés et configurés : hélium comme gaz vecteur, air comme gaz oxydant et alimentation en ozone.
- La date d'utilisation du piège à humidité de l'alimentation en ozone et des autres pièges n'a pas encore expiré.
- Flacons pour déchet vides chargés dans la tourelle d'échantillonnage.
- Flacon de solvant de 4 ml avec capsule de diffusion remplie d'isooctane et insérée dans la position d'injection du solvant A.
- Flacon de solvant de 4 ml avec capsule de diffusion remplie d'isooctane et insérée dans la position d'injection du solvant B.

3 Remplacez les consommables (manchon, septum, pièges, seringue etc.) tels que requis pour la vérification. Reportez-vous à la section "[Préparation de la vérification chromatographique](#)", page 107.

4 Mettez la colonne d'évaluation en place. (voir la procédure correspondante dans votre *manuel de maintenance du CPG*)

- Dégazez la colonne d'évaluation pendant au moins 30 minutes à 180 °C. (voir la procédure correspondante dans votre *manuel de maintenance du CPG*)
- Configurez la colonne.

5 Vérifiez le résultat en sortie de la ligne de base du détecteur. Le résultat en sortie doit être inférieur à 150 pA et

relativement stable, avec un système bien stabilisé où le four de la colonne affiche 50 °C.

Un brûleur neuf (ou un brûleur doté d'un tube en céramique neuf) peut avoir une ligne de base très élevée après le premier allumage. Dans ce cas, la ligne de base doit diminuer progressivement, en fonction de la propreté du brûleur. Le bruit diminuera également fortement au fil du temps. Pour un système bien stabilisé, le bruit mesuré par Agilent OpenLAB CDS doit être d'environ 5 unités d'affichage ou moins.

La vérification peut être poursuivie tant que la ligne de base n'est pas complètement stable.

- 6 Créez ou chargez une méthode avec les valeurs de paramètres indiquées dans le [Tableau 14](#).

Tableau 14 Conditions de vérification du détecteur SCD

Colonne et échantillon	
Type	DB-1, 30 m × 0,32 mm × 1 µm (123-1033)
Echantillon	Vérification SCD 5190-7003
Débit de la colonne	3,5 ml/min (hélium)
Mode de la colonne	Débit constant
Injecteur avec/sans division	
Température	250 °C
Mode	Sans division
Débit de purge	80 ml/min
Temps de purge	0,7 min
Purge du septum	3 ml/min
Economiseur de gaz	Fermé
Injecteur multimode	
Mode	Sans division
Température injecteur	250 °C
Temps de purge	0,7 min
Débit de purge	80 ml/min
Purge du septum	3 ml/min
Economiseur de gaz	Fermé

Tableau 14 Conditions de vérification du détecteur SCD

Injecteur Cool On-Column	
Température	Suivi de four
Purge du septum	15 ml/min
Détecteur	
Température de la base	280 °C
Température du brûleur	800 °C
Débit supérieur de H ₂	38 ml/min
Débit inférieur de H ₂	8 ml/min
Débit de gaz oxydant	50 ml/min (air)
Générateur d'O ₃	Activé
Débit du générateur d'O ₃	Activé
Pompe à vide	Activé
Paramètres du tandem FID-SCD	
Temp. FID	350 °C
Débit d'hydrogène du FID	35 ml/min
Débit d'air du FID	500 ml/min
Débit d'appoint de N ₂ du FID	20 ml/min
Débit de gaz oxydant du SCD	0
Débit supérieur de H ₂ du SCD	40 ml/min
Débit inférieur de H ₂	Pas valable pour FID-SCD
Four	
Temp. initiale	50 °C
Durée initiale	3,0 min
Taux 1	25 °C/min
Temp. rampe 1	160 °C
Temps de maintien rampe 1	2 min
Temp. post-analyse	50 °C
Paramètres ALS (si installé)	
Rinçages d'échantillon	2
Pompages d'échantillon	6
Volume de rinçage de l'échantillon	8 µL (maximum)
Volume d'injection	1 µL

Tableau 14 Conditions de vérification du détecteur SCD

Capacité de la seringue	10 µL
Rinçages avant injection solvant A	0
Rinçages après injection solvant A	3
Volume rinçage solvant A	8 µL (maximum)
Rinçages avant injection solvant B	0
Rinçages après injection solvant B	3
Volume de rinçage solvant B	8 µL (maximum)
Mode d'injection (7693A)	Normal
Volume d'air entre niveaux (7693A)	0
Retard de viscosité	0
Vitesse d'aspiration du rinçage au solvant (7693A)	150
Vitesse d'injection du rinçage au solvant (7693A)	1500
Vitesse d'aspiration du rinçage d'échantillon (7693A)	150
Vitesse d'injection du rinçage d'échantillon (7693A)	1500
Vitesse d'injection (7693A)	3000
Vitesse du piston (7683)	Rapide, pour tous les injecteurs hors COC.
Délai d'inactivité avant injection	0
Délai d'inactivité après injection	0
Injection manuelle	
Volume d'injection	1 µl
Système de données	
Taux de données	5 Hz (détecteur avant, SCD)

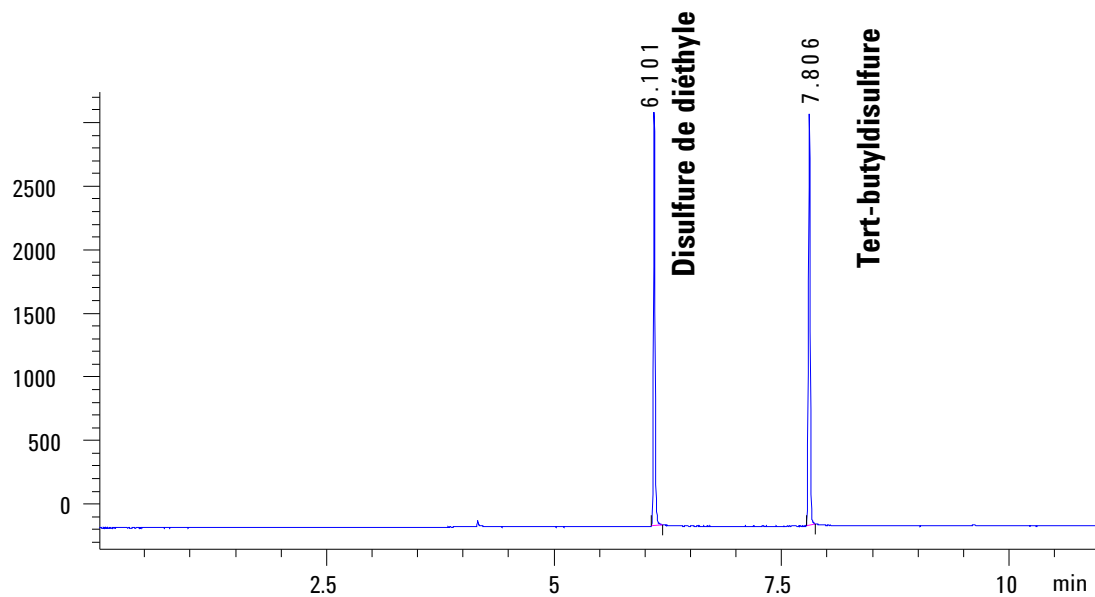
- 7 En cas d'utilisation d'un système de données, préparez ce dernier afin qu'il procède à une analyse en utilisant la méthode de vérification chargée. Assurez-vous que le système de données créera un chromatogramme. Si vous n'utilisez pas de système de données, créez une séquence à un échantillon à l'aide du clavier du CPG.
- 8 Démarrez l'analyse. Si vous procédez à une injection à l'aide d'un échantillonneur automatique, démarrez l'essai en utilisant le système de données ou en appuyant sur **[Start]**

Démarrer sur le CPG. En cas d'injection manuelle (avec ou sans système de données) :

- a** Appuyez sur **[Prep Run] Pré-analyse** pour préparer l'injecteur à l'injection sans division.
- b** Lorsque le CPG est prêt, injectez 1 µL de l'échantillon de vérification, puis appuyez sur **[Start] Démarrer** sur le CPG.

Le chromatogramme ci-après illustre les résultats typiques d'un détecteur neuf équipé de nouveaux consommables. Notez que la réponse pour une installation FID-SCD en tandem correspondra à environ 1/10 de la réponse affichée dans cet exemple en raison de la quantité réduite d'échantillon arrivant au détecteur SCD.

SCD1 A, Front Signal (C:\CHEM32\2\DATA\XCD-DATA-FEB2015\SCD\EXAMPLE.D)



Vérification des performances du détecteur NCD

- 1 Munissez-vous des éléments suivants :
 - Colonne d'évaluation, HP-5 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (référence 19091J-413)
 - Echantillon d'évaluation (vérification) des performances NCD (5190-7002) : $10 \pm 0,1$ mg/l de 3-méthylindole, $14,1 \pm 0,1$ mg/l de 9-méthylcarbazole et $9,51 \pm 0,05$ mg/l de nitrobenzène dans de l'isooctane.
 - Isooctane de qualité chromatographique
 - Bouteilles de 4 ml de solvant et de déchet ou équivalents pour injecteur automatique
 - Flacons d'échantillon de 2 ml ou équivalents pour l'échantillon
 - Matériel d'injecteur et d'injection (voir la section "[Préparation de la vérification chromatographique](#)", page 107)
- 2 Vérifiez les éléments suivants :
 - Gaz de qualité chromatographique raccordés et configurés : hélium comme gaz vecteur, oxygène comme gaz oxydant et alimentation en ozone.
 - La date d'utilisation du piège à humidité de l'alimentation en ozone et des autres pièges n'a pas encore expiré.
 - Flacons pour déchet vides chargés dans la tourelle d'échantillonnage.
 - Flacon de solvant de 4 ml avec capsule de diffusion remplie d'isooctane et insérée dans la position d'injection du solvant A.
 - Flacon de solvant de 4 ml avec capsule de diffusion remplie d'isooctane et insérée dans la position d'injection du solvant B.
- 3 Remplacez les consommables (manchon, septum, pièges, seringue etc.) tels que requis pour la vérification. Reportez-vous à la section "[Préparation de la vérification chromatographique](#)", page 107.
- 4 Mettez la colonne d'évaluation en place. (voir la procédure correspondante dans votre *manuel de maintenance du CPG*)
 - Dégazez la colonne d'évaluation pendant au moins 30 minutes à 270 °C. (voir la procédure correspondante dans votre *manuel de maintenance du CPG*)
 - Configurez la colonne.
- 5 Vérifiez le résultat en sortie de la ligne de base du détecteur. Le résultat en sortie doit être inférieur à 150 pA et

relativement stable, avec un système bien stabilisé où le four de la colonne affiche 50 °C. (Une ligne de base négative peut être acceptable.)

Un brûleur neuf (ou un brûleur doté d'un tube en quartz neuf) peut avoir une ligne de base très élevée après le premier allumage. Dans ce cas, la ligne de base doit diminuer progressivement, en fonction de la propreté du brûleur. Le bruit diminuera également fortement au fil du temps. Pour un système bien stabilisé, le bruit mesuré par Agilent OpenLAB CDS doit être d'environ 4 unités d'affichage ou moins.

La vérification peut être poursuivie tant que la ligne de base n'est pas complètement stable.

- 6 Créez ou chargez une méthode avec les valeurs de paramètres indiquées dans le [Tableau 15](#).

Tableau 15 Conditions de vérification du détecteur NCD

Colonne et échantillon	
Type	HP-5, 30 m × 0,32 mm × 0,25 µm (19091J-413)
Echantillon	Vérification NCD 5190-7002
Débit de la colonne	2,2 ml/min
Mode de la colonne	Débit constant
Injecteur avec/sans division	
Température	250 °C
Mode	Sans division
Débit de purge	80 ml/min
Temps de purge	0,8 min
Purge du septum	3 ml/min
Economiseur de gaz	Fermé
Injecteur multimode	
Mode	Sans division
Température injecteur	250 °C
Durée initiale	0 min
Temps de purge	0,8 min
Débit de purge	80 ml/min
Purge du septum	3 ml/min

Tableau 15 Conditions de vérification du détecteur NCD

Economiseur de gaz	Fermé
Injecteur Cool On-Column	
Température	Suivi de four
Purge du septum	15 ml/min
Détecteur	
Température de la base	280 °C
Température du brûleur	900 °C
Température du refroidisseur	Activé
Débit de H ₂	3 ml/min
Débit de gaz oxydant	8 ml/min (oxygène)
Générateur d'O ₃	Activé
Débit du générateur d'O ₃	Activé
Pompe à vide	Activé
Four	
Temp. initiale	50 °C
Durée initiale	3,0 min
Taux 1	25 °C/min
Temp. rampe 1	250 °C
Temps de maintien rampe 1	2 min
Temp. post-analyse	50 °C
Paramètres ALS (si installé)	
Rinçages d'échantillon	2
Pompages d'échantillon	6
Volume de rinçage de l'échantillon	8 µL (maximum)
Volume d'injection	1 µL
Capacité de la seringue	10 µL
Rinçages avant injection solvant A	0
Rinçages après injection solvant A	3
Volume rinçage solvant A	8 µL (maximum)
Rinçages avant injection solvant B	0
Rinçages après injection solvant B	3
Volume de rinçage solvant B	8 µL (maximum)

Tableau 15 Conditions de vérification du détecteur NCD

Mode d'injection (7693A)	Normal
Volume d'air entre niveaux (7693A)	0
Retard de viscosité	0
Vitesse d'aspiration du rinçage au solvant (7693A)	150
Vitesse d'injection du rinçage au solvant (7693A)	1500
Vitesse d'aspiration du rinçage d'échantillon (7693A)	150
Vitesse d'injection du rinçage d'échantillon (7693A)	1500
Vitesse d'injection (7693A)	3000
Vitesse du piston (7683)	Rapide, pour tous les injecteurs hors COC.
Délai d'inactivité avant injection	0
Délai d'inactivité après injection	0
Injection manuelle	
Volume d'injection	1 µl
Système de données	
Taux de données	5 Hz (détecteur avant, NCD)

- 7 En cas d'utilisation d'un système de données, préparez ce dernier afin qu'il procède à une analyse en utilisant la méthode de vérification chargée. Assurez-vous que le système de données créera un chromatogramme. Si vous n'utilisez pas de système de données, créez une séquence à un échantillon à l'aide du clavier du CPG.
- 8 Démarrez l'analyse. Si vous procédez à une injection à l'aide d'un échantillonneur automatique, démarrez l'essai en utilisant le système de données ou en appuyant sur **[Start] Démarrer** sur le CPG. En cas d'injection manuelle (avec ou sans système de données) :
 - a Appuyez sur **[Prep Run] Pré-analyse** pour préparer l'injecteur à l'injection sans division.
 - b Lorsque le CPG est prêt, injectez 1 µL de l'échantillon de vérification, puis appuyez sur **[Start] Démarrer** sur le CPG.



Agilent Technologies

Le chromatogramme ci-après illustre les résultats typiques d'un détecteur neuf équipé de nouveaux consommables.

