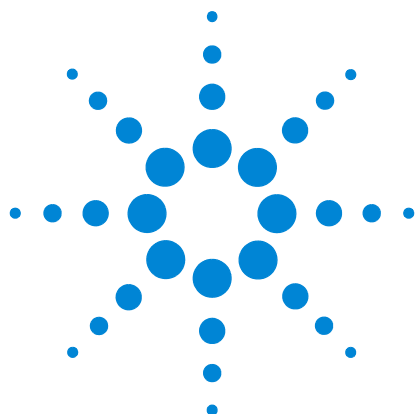




Détecteurs à chimiluminescence de soufre 8355 S et d'azote 8255 S Agilent

Manuel d'utilisation



Agilent Technologies

Notices

© Agilent Technologies, Inc. 2016

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

G3492-93001

Edition

Première édition, Mai 2016

Imprimée en États-Unis ou en Chine

Agilent Technologies, Inc.

2850 Centerville Road

Wilmington, DE 19808-1610 États-Unis

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
Informations relatives à la sécurité	8
Manuels, outils et aide en ligne du CPG	8
Applications destinées aux utilisateurs	10
Formation	13
Présentation de Détecteurs SCD 8355 S et NCD 8255 S	14
Aperçu de l'installation et de la mise en route initiale	18

2 Description du système

Spécifications	20
Détecteur SCD 8355 S	20
Détecteur NCD 8255 S	20
Calculs du SMD	21
Principe de fonctionnement	22
Détecteur SCD	22
Détecteur NCD	23
Description des principaux composants	24
Ensemble du brûleur	24
Générateur d'ozone	26
Cellule de réaction et tube photomultiplicateur (PMT)	27
Modules EPC	27
Pompe à vide	27
Piège de destruction de l'ozone	27
Filtre à huile coalesceur	27
Adaptateur FID (en option)	28
Refroidisseur du détecteur NCD	28

3 Utilisation du clavier

La touche Détecteur	30
La touche Status	31
La touche Info	32
Les touches générales d'entrée de données	33
Touches de stockage de méthodes	34
Pour charger une méthode	34

Pour enregistrer une méthode	35
Touche Service Mode	36
Les touches d'assistance	37
Configuration	37
Journaux de maintenance et des événements système	38

4 Fonctionnement

Introduction	40
Version autonome	40
Paramètres de configuration	41
Paramètres et plages	41
Temps de stabilisation et de réponse du détecteur	42
Conditions normales d'utilisation	43
Réglage des conditions d'utilisation	44
Mise en marche du détecteur	46
Arrêt du détecteur	47
Capteurs de débit et de pression	48
Capteurs de débit	48
Capteurs de pression	48
Configurez autoflow zero	48
Conditions pour la mise à zéro d'un capteur	49
Mise à zéro d'un capteur de débit ou de pression spécifique	49
Configuration automatique du détecteur	50
Sortie du signal	51
Types de signaux	52
Valeur	52
Signaux analogiques	52
Méthodes	54
Pour charger une méthode	54
Pour enregistrer une méthode	54
Economie de ressources	55
Calendrier	55
Méthodes Sleep	55
Configuration du détecteur pour l'économie des ressources	56

5 Maintenance

Calendrier de maintenance	62
Suivi de la sensibilité du détecteur	63
Consommables et pièces de rechange	64
Vue éclatée des pièces du détecteur SCD	66
Vue éclatée des pièces du détecteur NCD	67
Méthode de maintenance du détecteur	68
Fixation de la colonne au détecteur	69
Remplacement du tube interne en céramique (détecteur SCD)	72
Remplacement du tube en quartz (détecteur NCD)	75
Contrôle du niveau d'huile de la pompe à vide	79
Ajout d'huile dans la pompe à vide	80
Changement d'huile de la pompe à vide	82
Remplacement du piège à ozone	84
Changement du filtre à vapeur d'huile	85
Nettoyage de l'extérieur du détecteur	86
Etalonnage des capteurs de débit et de pression	87

6 Dépannage

Résolution des problèmes du détecteur	90
Tableau de dépannage	91
Voyant d'état	95
Messages du détecteur	96
Fuites	97
Fuites d'ozone	97
Fuites d'hydrogène	97
Fuites d'oxydant	98
vérification de l'étanchéité pour l'hydrogène et l'oxydant	98
Problèmes d'alimentation électrique	99
Pas d'alimentation	99
Problèmes de génération d'ozone	100
Présence de coke	101
Contamination à l'hydrogène	102

Gaz contaminés 103

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 116



1

Mise en route

Manuels, informations, outils, et où les trouver 8

Présentation de Détecteurs SCD 8355 S et NCD 8255 S 14

Aperçu de l'installation et de la mise en route initiale 18

Ce chapitre présente le détecteur à chimiluminescence de soufre (SCD) Agilent 8355 S et le détecteur à chimiluminescence d'azote (NCD) Agilent 8255 S. Il indique en outre comment accéder à des informations utiles et des outils pratiques, tels que les manuels du CPG, les 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 S et du détecteur à chimiluminescence d'azote (NCD) Agilent 8255 S. Il fournit également des conseils d'utilisation ainsi que des procédures de maintenance et de dépannage. Pour les instructions d'installation, voir “Aperçu de l'installation et de la mise en route initiale”, page 18.. Pour préparer le site d'installation d'un nouveau détecteur SCD ou NCD, reportez-vous au *guide de préparation du site* Agilent.

Agilent propose également d'autres manuels, des informations pour vous familiariser avec les appareils et des systèmes d'aide pour découvrir à votre rythme la gamme actuelle de CPG. 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.

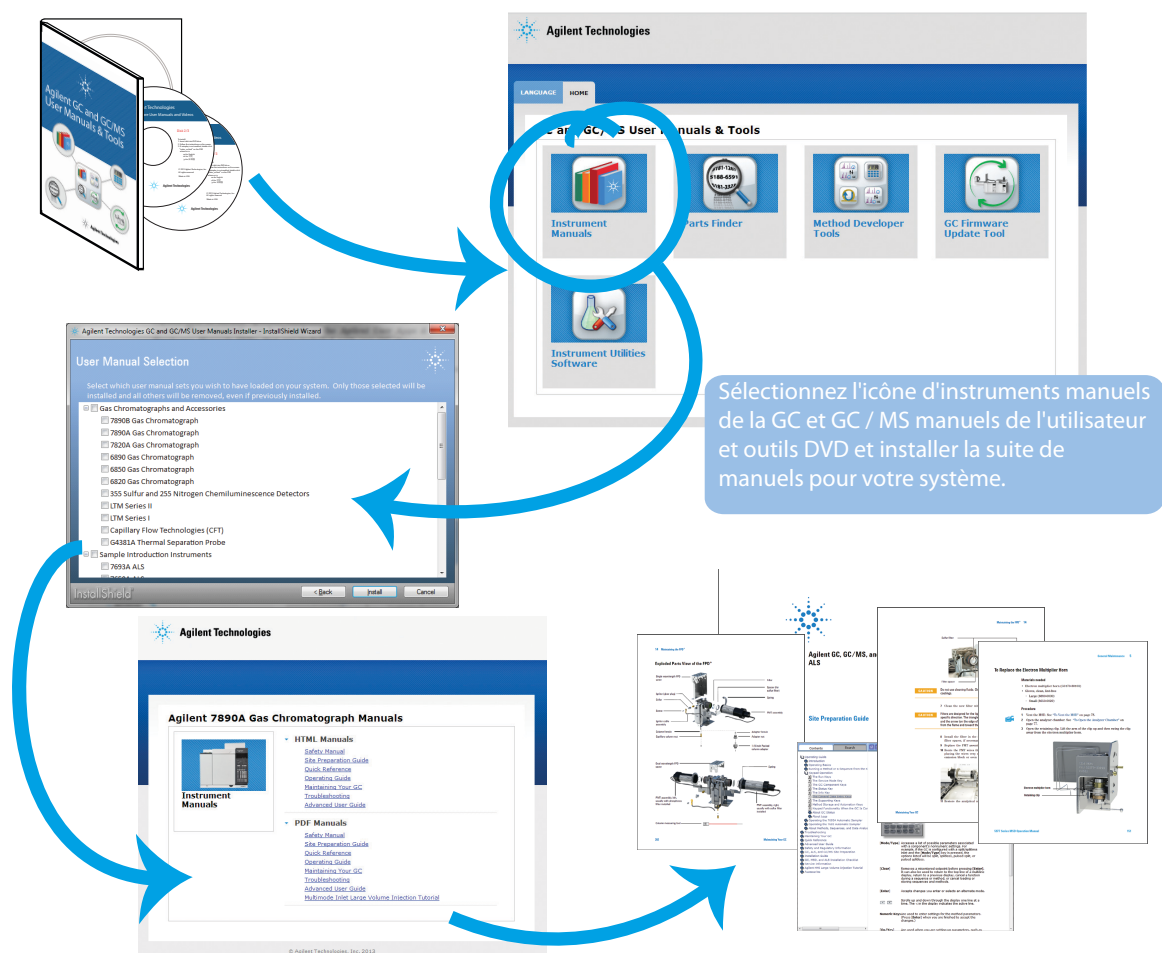
Informations relatives à la sécurité

Avant de poursuivre, lisez attentivement les informations de sécurité et de réglementation décrites dans le *manuel d'information sur la sécurité et la réglementation Agilent pour les détecteurs de chimiluminescence 8355, 8355 et 8255 S, 8255 S*.

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 de sa gamme actuelle de CPG. Ces derniers se trouvent sur les DVD *GC and GC/MS User Manuals & Tools* fournis avec votre CPG.

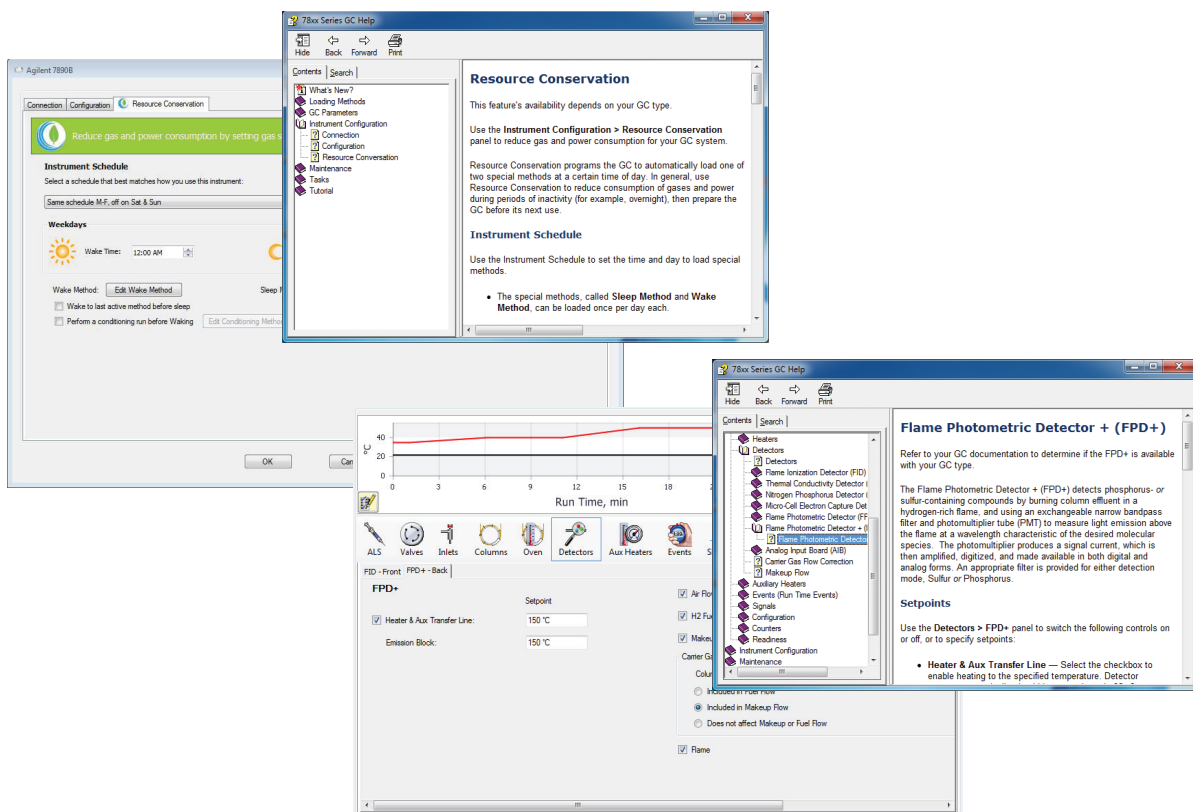
Profitez d'une expérience utilisateur optimale en installant les manuels désirés dans la langue de votre choix. Installez les versions HTML et PDF.



Aide en ligne

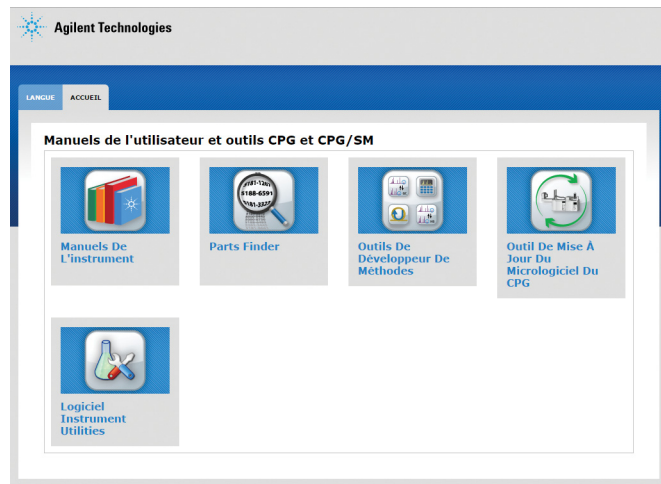
En plus des manuels de référence technique, votre système de données CPG comprend également une aide en ligne complète proposant des informations détaillées, les tâches courantes et des didacticiels vidéo sur l'utilisation du logiciel.

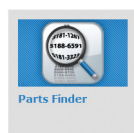
1 Mise en route



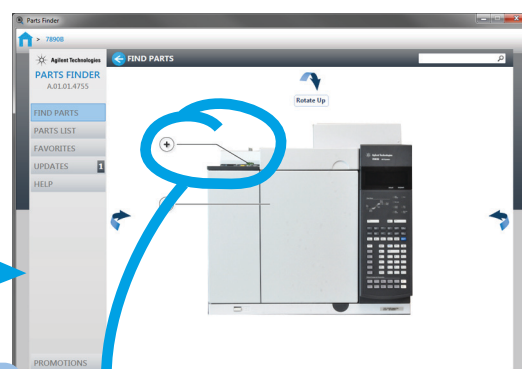
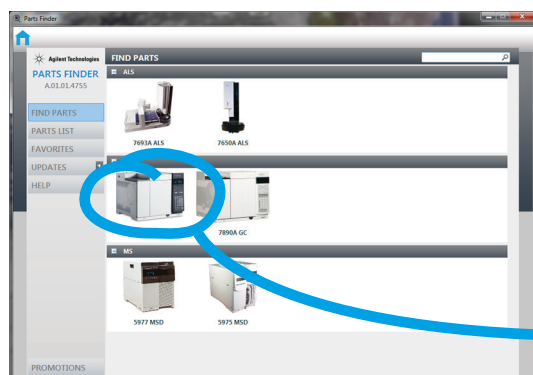
Applications destinées aux utilisateurs

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.

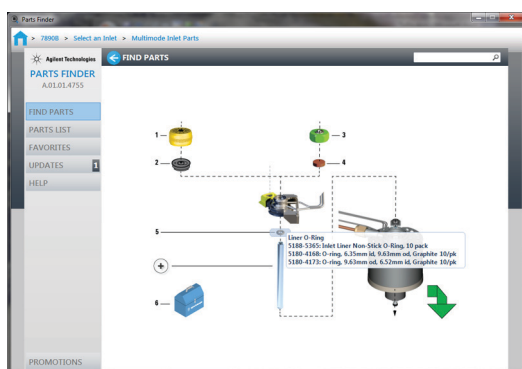
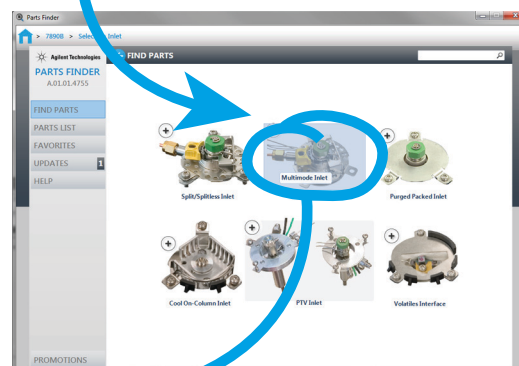




Installez Parts Finder pour trouver rapidement des pièces de rechange et des consommables en cliquant sur des illustrations de l'instrument.



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



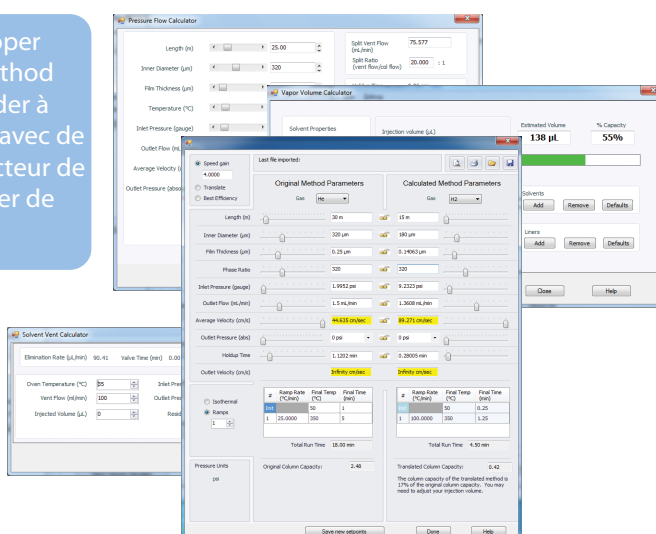
GC Firmware Update Tool

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.



Method Developer Tools

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 :

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.

Présentation de Détecteurs SCD 8355 S et NCD 8255 S

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

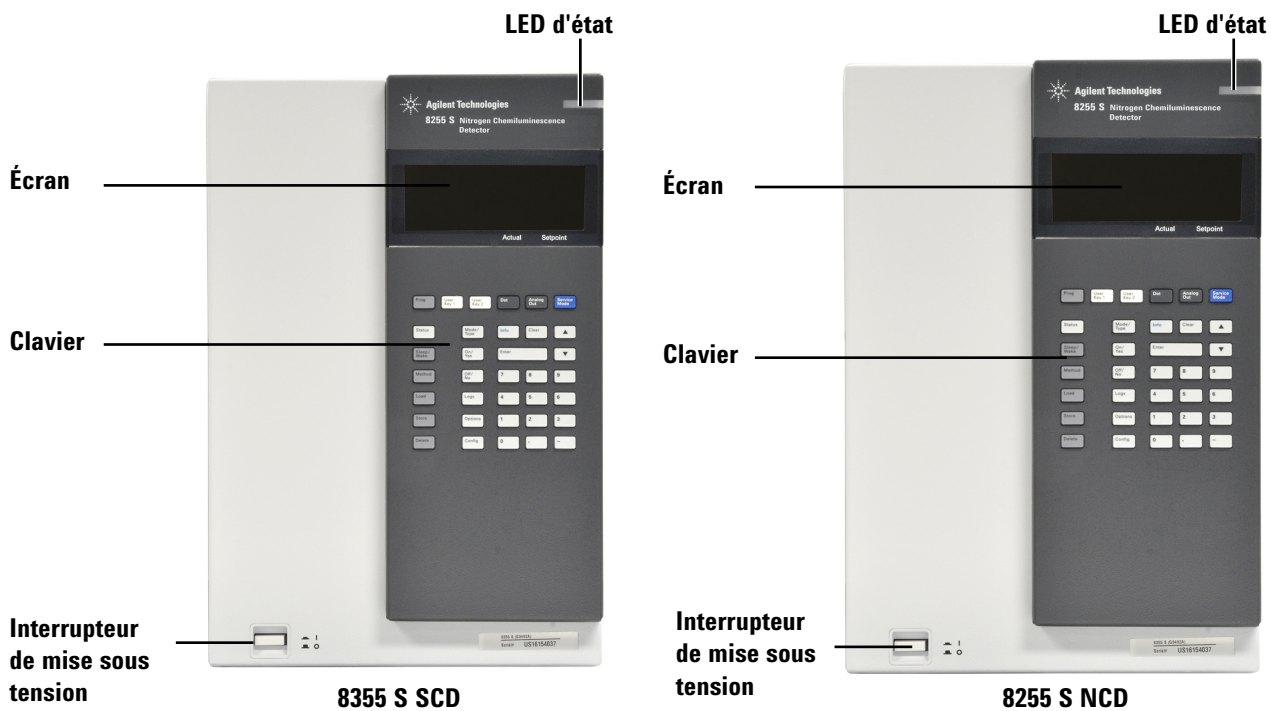


Figure 1 Vue avant des détecteurs seuls (SCD et NCD)

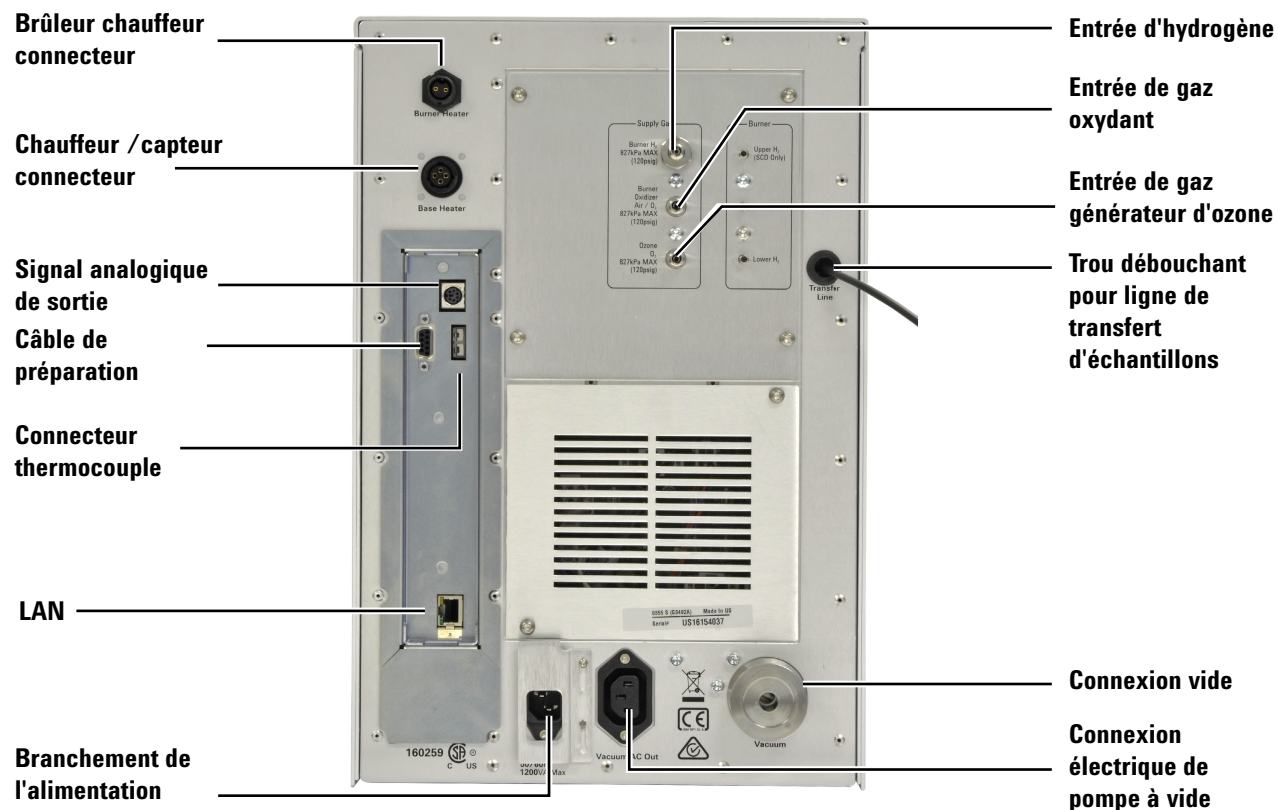


Figure 2 Vue arrière des détecteurs seuls

1 Mise en route

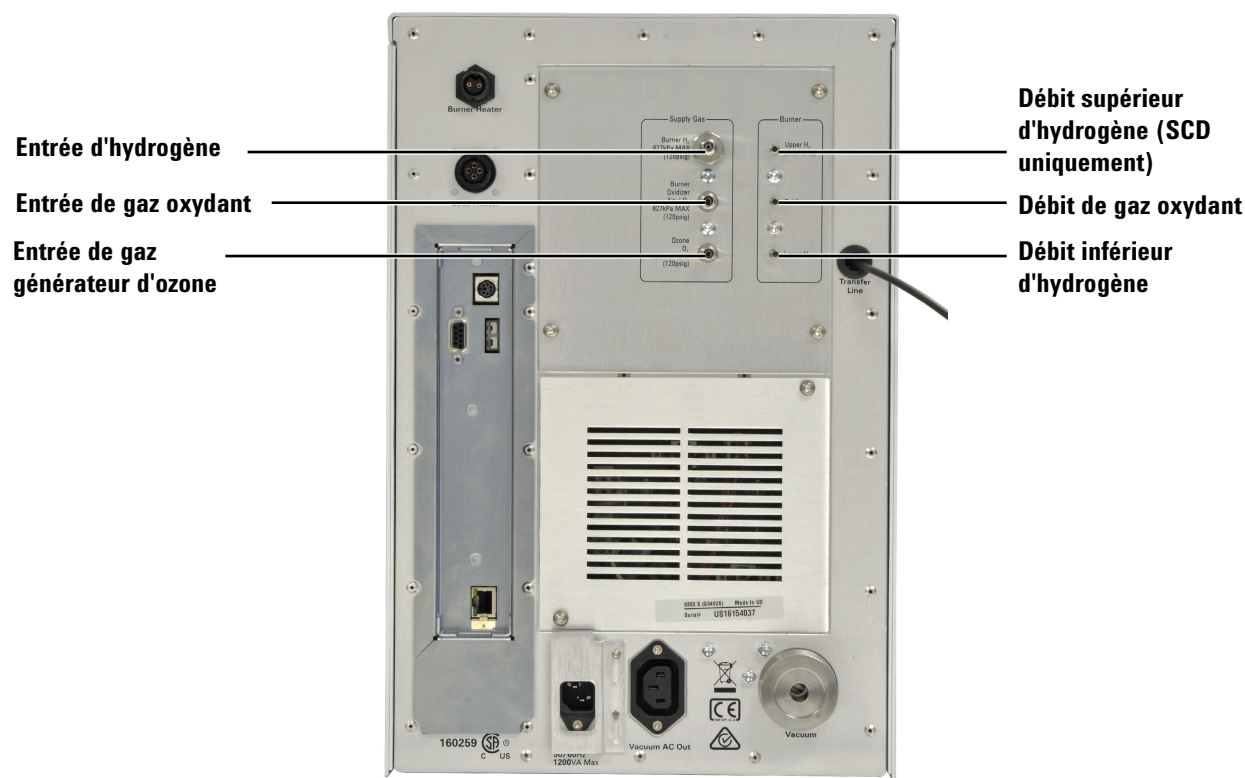


Figure 3 Raccordements de gaz des détecteurs seuls

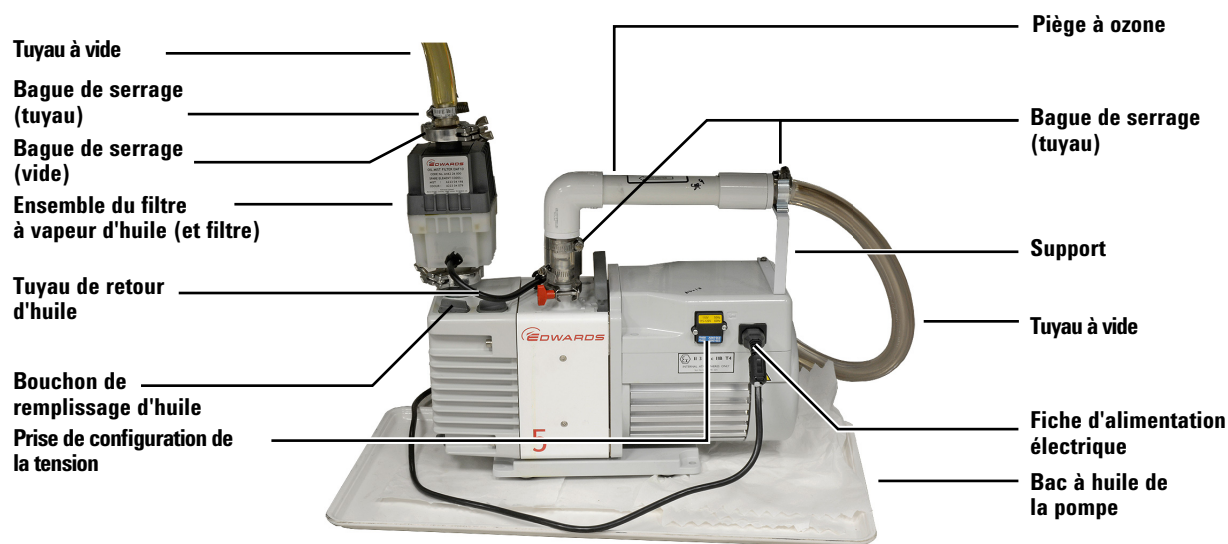


Figure 4 Pompe à vide RV5

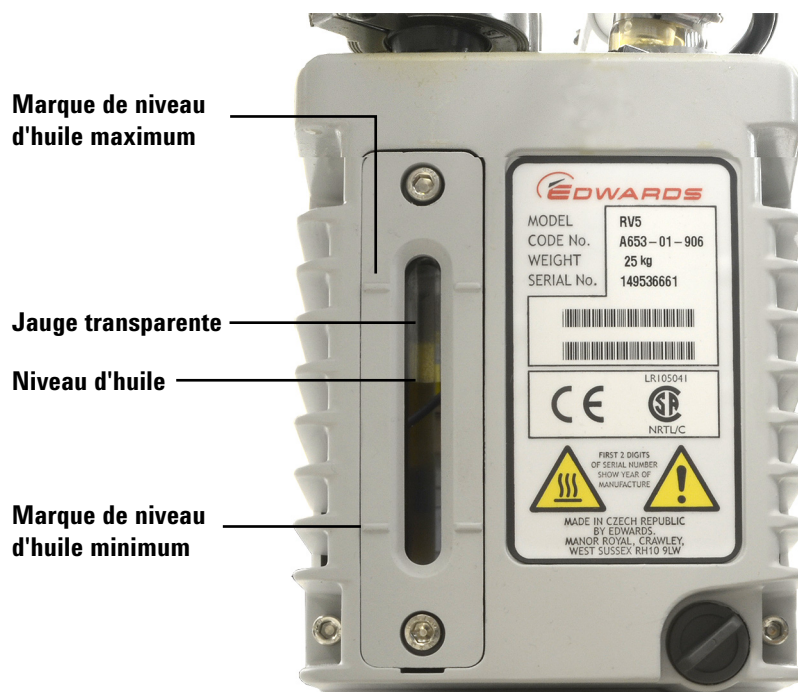
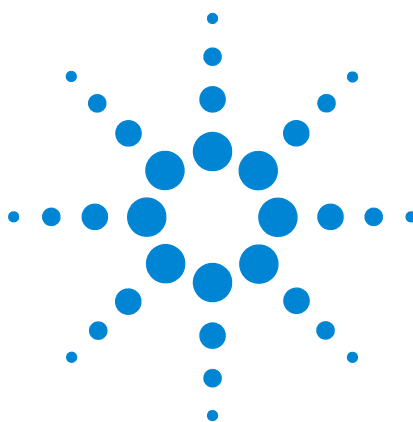


Figure 5 Jauge d'huile transparente de la pompe à vide RV5

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

La section suivante offre un aperçu du processus d'installation du détecteur. L'installation et l'entretien du détecteur doivent être effectués uniquement par des personnes spécialement formées par Agilent.

- 1** Placez le détecteur sur un banc . Retirez les bouchons de protection.
- 2** Préparez l'emplacement de montage du détecteur.
- 3** Déballez la pompe à vide. Retirez les obturateurs. Installez le filtre à huile coalesceur et le lest.
- 4** Installez la pompe à vide.
- 5** Préparez le détecteur.
- 6** Refroidissez le four, l'injecteur et les autres zones chauffées du CPG à une température permettant d'agir en toute sécurité (< 40 °C). Mettez le CPG hors tension.
- 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** Mettez le détecteur sous tension.
- 16** Configurez le détecteur.
- 17** Créez une méthode de vérification et vérifiez les performances.



2 Description du système

Spécifications	20
Principe de fonctionnement	22
Description des principaux composants	24

Ce chapitre présente les spécifications de performances normales et explique le principe de fonctionnement pour Détecteurs SCD 8355 S et NCD 8255 S.



Spécifications

Cette section présente les spécifications publiées d'un nouveau détecteur lorsque ce dernier est installé sur un nouveau CPG et utilisé dans un environnement de laboratoire normal. Les spécifications s'appliquent à l'échantillon de commande Agilent.

Détecteur SCD 8355 S

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 S

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 2 heures < 2 % de RSD sur 18 heures
Temps normal pour atteindre 900 °C depuis la temp. ambiante	10 min

Calculs du SMD

Les spécifications du SMD sont définies en utilisant la norme de vérification d'Agilent pour SCD ou NCD.

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.

Principe de fonctionnement

Les détecteurs à chimiluminescence SCD et NCD 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 Torr. 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 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 :

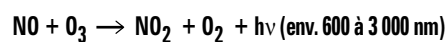
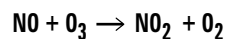
Composé soufré (analyte) → SO + H₂O + autres produits

SO + O₃ → SO₂ + O₂ + hν (< 300-400 nm)

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 .

Figure 6 montre le circuit des débits de l'ensemble du brûleur du détecteur SCD.

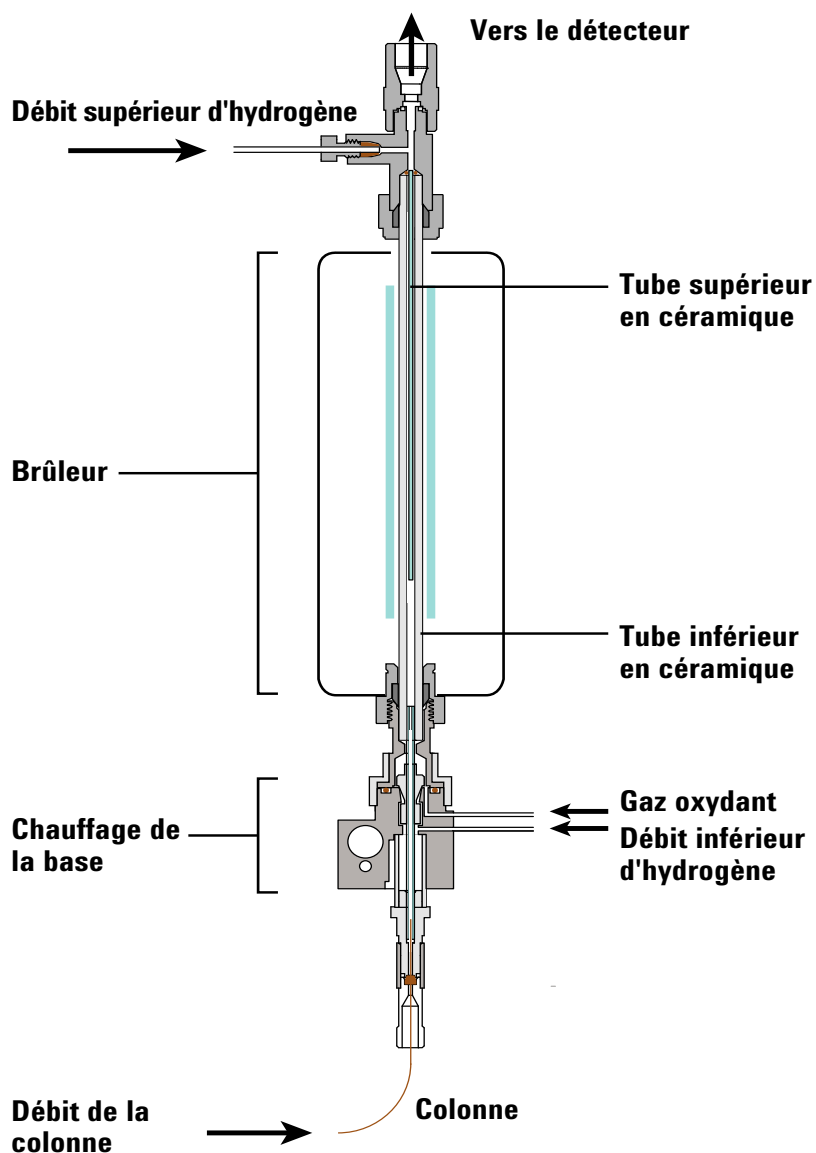


Figure 6 Débits du détecteur SCD

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 .

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

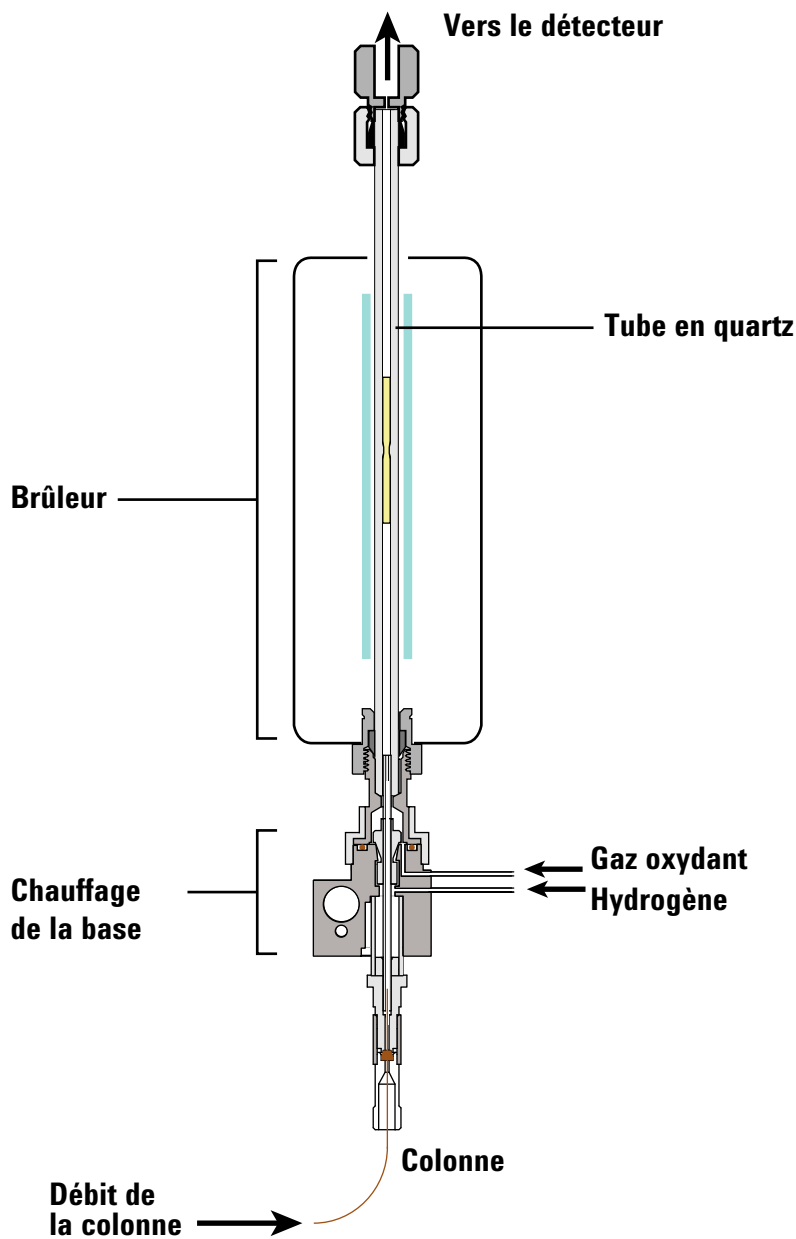


Figure 7 Débits du détecteur NCD

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 NO_2^* . Ces espèces à haute énergie retournent à leur état normal par chimiluminescence.

Le détecteur régule la pression d'alimentation en ozone gazeux pour maintenir un débit fixe à partir du générateur d'ozone.

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 SO_2^* et NO_2^* . 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 Torr 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

Utilisation du clavier

La touche Détecteur	30
La touche Status	31
La touche Info	32
Les touches générales d'entrée de données	33
Touches de stockage de méthodes	34
Touche Service Mode	36
Les touches d'assistance	37

La présente section décrit le fonctionnement de base du clavier Agilent Détecteurs SCD 8355 S et NCD 8255 S.



La touche Détecteur

Ces touches sont utilisées pour régler la température, la pression, les flux, ainsi que d'autres paramètres opérationnels de méthode pour le détecteur.

Pour afficher les paramètres actuels, appuyez sur [**Det**] ou [**Analog Out**]. Il est possible d'obtenir plus de trois lignes d'information. Les touches de défilement permettent d'afficher des lignes supplémentaires si nécessaire.

Pour modifier les paramètres, faites défiler les lignes jusqu'à celle qui vous intéresse, saisissez la modification, puis appuyez sur [**Enter**].

Pour obtenir une aide contextuelle, appuyez sur [**Info**]. Par exemple, si vous appuyez sur [**Info**] sur une entrée de consigne, l'aide affichée ressemblera à : Entrez une valeur comprise entre 0 et 350.

[Det]	Cette touche vérifie les conditions de fonctionnement du détecteur.
[Analog Out]	Cette touche vérifie l'atténuation de la plage et le décalage du zéro.



La touche Status

Cette touche affiche les informations telles que **Ready**, **Not ready** et **Fault**.

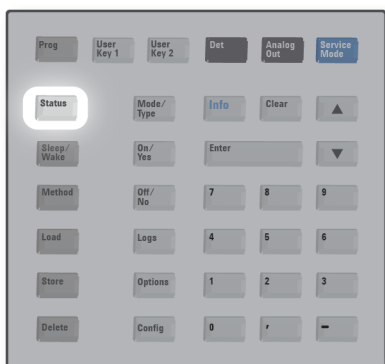
L'ordre dans lequel les éléments sont affichés dans la fenêtre de défilement correspondant à [**Status**] peut être modifié. Vous pouvez, par exemple, afficher les éléments que vous vérifiez le plus souvent sur les trois premières lignes : vous n'aurez plus à faire défiler les lignes pour y accéder. Pour modifier l'ordre de l'affichage de **Status**, procédez comme suit :

Appuyez sur [**Config**]. Faites défiler jusqu'à **Status** et appuyez sur [**Enter**].

Faites défiler les lignes jusqu'à la consigne que vous souhaitez voir apparaître en premier, puis appuyez sur [**Enter**]. Cette consigne apparaîtra désormais sur la première ligne.

Faites défiler les lignes jusqu'à la consigne que vous souhaitez voir apparaître en second, puis appuyez sur [**Enter**]. Cette consigne sera désormais le deuxième élément de la liste.

Répétez l'opération jusqu'à ce que les éléments soient dans l'ordre souhaité.



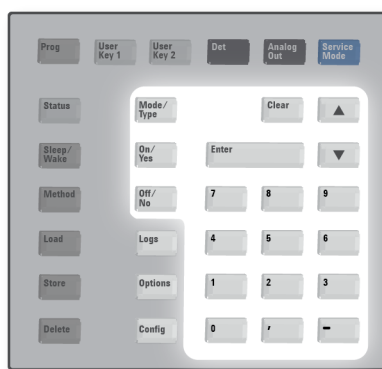
La touche Info

Cette touche fournit de l'aide sur le paramètre actuellement affiché. Dans d'autres cas, [**Info**], affichera des définitions ou des actions à effectuer.



Les touches générales d'entrée de données

[Mode/Type]	Cette touche affiche la liste des paramètres possibles associés aux réglages non numériques d'un composant.
[Clear]	Cette touche permet d'annuler la saisie d'une consigne erronée avant l'appui sur [Enter] . Elle permet également de revenir à la première ligne d'un affichage à plusieurs lignes, de revenir à l'affichage précédent, d'annuler une fonction pendant une méthode, ou encore d'annuler le chargement ou l'enregistrement de méthodes.
[Enter]	Cette touche permet de valider les modifications entrées ou de sélectionner un autre mode.
 	Ces touches permettent de faire défiler l'affichage vers le haut ou vers le bas, une ligne à la fois. Le symbole < à l'affichage indique la ligne active.
Touches numériques	Ces touches sont utilisées pour saisir des valeurs pour les paramètres de la méthode. (Appuyez sur [Enter] lorsque vous avez terminé pour prendre en compte les modifications.)
[On/Yes] [Off/No]	Ces touches sont utilisées pour définir les paramètres, tels que mettre en route la pompe ou la haute tension.



Touches de stockage de méthodes

Ces touches servent à charger et à enregistrer des méthodes localement sur votre détecteur. Elles ne permettent pas l'accès à des méthodes stockées sur le système de données Agilent.

[Load]	Ces touches sont utilisées conjointement pour charger et enregistrer des méthodes sur votre détecteur.
[Method]	
[Store]	Par exemple, pour charger une méthode, appuyez sur [Load] [Method] et sélectionnez-la dans la liste des méthodes enregistrées dans le CPG.
[Delete]	Cette touche permet d'effacer des méthodes.
[Sleep/Wake]	Le détecteur enregistre un horaire, basé sur l'horloge de bord, ainsi que deux méthodes spécifiques nommées SLEEP et WAKE. Voir " Economie de ressources ", page 55 pour des informations complémentaires.



Pour charger une méthode

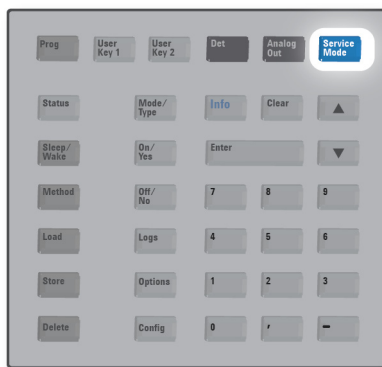
- 1 Appuyez sur **[Load]**.
- 2 Appuyez sur **[Method]**.
- 3 Saisissez le numéro de la méthode à charger.
- 4 Appuyez sur **[On/Yes]** afin de charger la méthode et de remplacer la méthode active. Ou appuyez sur **[Off/No]** pour revenir à la liste des méthodes enregistrées sans charger la méthode.

Pour enregistrer une méthode

- 1 Vérifiez que les paramètres corrects sont réglés.
- 2 Appuyez sur [**Method**].
- 3 Faites défiler jusqu'à la méthode à enregistrer, puis appuyez sur [**Enter**].
- 4 Appuyez sur [**On/Yes**] afin d'enregistrer la méthode et de remplacer la méthode active. Ou appuyez sur [**On/Yes**] pour revenir à la liste des méthodes enregistrées sans enregistrer la méthode.

Touche Service Mode

Cette touche est utilisée pour configurer la fonction Early Maintenance Feedback et accéder aux contrôles de fuite des injecteurs pour les types d'injecteur sélectionnés. Cette touche permet d'accéder aux paramètres destinés au personnel du service après-vente. Étant donné que ces paramètres avancés peuvent causer des problèmes si mal utilisés, veuillez éviter de les utiliser, sauf si on vous indique expressément comment les utiliser. Cette touche est utilisée pour accéder aux fonctions et aux paramètres d'entretien, aux comptoirs de service et aux diagnostics pour le CPG.



Pour visualiser le débit d'ozone, appuyez sur [**Service Mode**]. Faites défiler jusqu'à **Diagnostics**, appuyez sur [**Enter**], puis sélectionnez **Diag 03 Generator**.

Les touches d'assistance

Trois journaux sont accessibles depuis le clavier : le journal d'analyse, le journal de maintenance et le journal des événements système.

[Logs] Cette touche permet d'accéder au journal de maintenance et au journal des événements système. Les informations contenues dans ces journaux peuvent aider à appliquer les normes de bonnes pratiques de laboratoire.

[Options] Cette touche permet d'accéder aux options de configuration des paramètres de l'instrument pour l'étalonnage, les communications, ainsi qu'à l'écran. Faites défiler les lignes jusqu'à la ligne qui vous intéresse et appuyez sur **[Enter]** pour accéder aux entrées correspondantes.

[Config] Cette touche permet d'accéder aux paramètres de configuration et de temps du détecteur.

[Prog] Ces touches sont utilisées pour programmer une série de séquences de touche pour des opérations spécifiques.
[User Key1] Appuyez sur **[Prog]** **[User Key 1]** ou **[Prog]** **[User Key 2]** pour enregistrer jusqu'à 21 séquences de touches comme macro.
[User Key2]



Configuration

Ignore Ready=

Pour ignorer l'état d'alerte d'un élément, appuyez sur **[Config]** et faites défiler la liste jusqu'à **Detector** puis appuyez sur **[Enter]**. Faites défiler la liste jusqu'à **Ignore Ready** et appuyez sur **[On/Yes]** pour configurer cette condition sur **True**.

Réglage de l'heure et de la date

- 1 Appuyez sur [**Config**] et faites défiler la liste jusqu'à **Time** puis appuyez sur [**Enter**].
- 2 Sélectionnez **Time zone (hhmm)** et saisissez le décalage de l'heure locale par rapport au méridien de Greenwich en utilisant le format 24 heures.
- 3 Sélectionnez **Time (hhmm)** et saisissez l'heure locale.
- 4 Sélectionnez **Date (ddmmyy)** et saisissez la date.

Journaux de maintenance et des événements système

Deux journaux sont accessibles depuis le clavier : le journal d'analyse et le journal des événements système. Pour afficher les journaux, appuyez sur [**Logs**], puis faites défiler jusqu'au journal souhaité et appuyez sur [**Enter**]. L'écran affiche le nombre d'entrées contenues dans le journal. Faites défiler la liste.

Journal de maintenance

Le journal de maintenance consigne les entrées générées par le système lorsqu'un compteur de composant défini par l'utilisateur atteint une limite surveillée. L'entrée du journal comporte une description du compteur, sa valeur actuelle, les limites surveillées et la limite atteinte. De plus, les tâches de l'utilisateur en relation avec le compteur sont consignées dans le journal, notamment la réinitialisation, l'activation et la désactivation de la surveillance et les modifications apportées aux limites ou aux unités (cycles ou durée).

Journal des événements système

Le journal des événements système consigne les événements significatifs qui se produisent durant le fonctionnement du détecteur. Certains de ces événements apparaissent également dans le journal d'analyse s'ils ont lieu pendant une analyse.



4 Fonctionnement

Introduction	40
Paramètres de configuration	41
Temps de stabilisation et de réponse du détecteur	42
Conditions normales d'utilisation	43
Réglage des conditions d'utilisation	44
Mise en marche du détecteur	46
Arrêt du détecteur	47
Capteurs de débit et de pression	48
Configuration automatique du détecteur	50
Sortie du signal	51
Méthodes	54
Economie de ressources	55

Ce chapitre décrit la façon d'utiliser SCD 8355 S et NCD 8255 S les détecteurs. Ce chapitre permet de se familiariser avec le clavier et l'affichage des détecteurs. 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 autonome

Utilisez le clavier sur l'avant du détecteur SCD 8355 S ou NCD 8255 S afin d'accéder aux paramètres de fonctionnement. Les informations et paramètres fournis sur le clavier du détecteur sont les suivants :

- Paramètres de configuration des températures, des débits et des types de gaz
- Intégration de séquences
- Stockage de méthodes

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 44 pour les informations importantes concernant les relations entre les réglages.

Paramètres et plages

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

Tableau 1 Paramètres et plages des détecteurs SCD 8355 S et NCD 8255 S

Paramètre	Plage, SCD	Plage, FID-SCD	Plage, NCD
Méthode			
Température de la base	125 – 400 °C	125 – 400 °C	125 – 400 °C
Température du brûleur	100 – 1000 °C	100 – 1000 °C	100 – 1000 °C
Température du refroidisseur (détecteur NCD uniquement)*			Activée/Désactivée
Débit inférieur d'hydrogène	5 – 25 ml/min	—	1 – 25 ml/min
Débit supérieur d'hydrogène (SCD uniquement)	25 – 100 ml/min	25 – 100 ml/min	—
Débit de gaz oxydant	25 – 150 ml/min	5 – 100 ml/min	4 – 80 ml/min
Débit du générateur d'O3	Activée/Désactivée	Activée/Désactivée	Activée/Désactivée
Débit du générateur d'O3	Activée/Désactivée	Activée/Désactivée	Activée/Désactivée
Pompe à vide	Activée/Désactivée	Activée/Désactivée	Activée/Désactivée

* 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 28.)

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

Tableau 2 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 2 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
Débit du générateur d'O ₃	Activé	Activée
Pompe à vide	Activée	Activée
Pression du brûleur (torrs), lecture type	< 425 Torr	< 120 Torr
Pression du réacteur (torrs), lecture seule	Devrait être inférieure à 7 Torr	Devrait être inférieure à 5 Torr

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 1 à la page 41 liste la plage de valeurs pour chaque paramètre, limité par le micrologiciel du détecteur. 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 la méthode en charge, le détecteur 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 détecteur surveillera les températures et n'activera pas le débit d'hydrogène tant que la température de la base n'aura pas atteint 150 °C et que la température du brûleur n'aura pas atteint 200 °C. C'est seulement lorsque le détecteur aura atteint ces seuils minimaux de température que le détecteur 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 tableau de commande à l'avant du détecteur, appuyez sur **[Det]**.
- 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 de gaz d'alimentation du réacteur d'ozone et activez-le.
- 10 Mettre sous tension le générateur d'ozone.

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

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 clavier du détecteur, appuyez sur **[Det]**.
- 2 Désactiver l'alimentation du générateur d'ozone.
- 3 Désactivez le débit du gaz d'alimentation du générateur d'ozone.
- 4 Désactivez tous les débits 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 son arrêt,, le détecteur 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 parties du détecteur peuvent être chaudes et, par conséquent, dangereuses. Pour les opérations de maintenance sur 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 et le détecteur.

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

Capteurs de débit et de pression

Les modules de contrôle de gaz de l'EPC contiennent des capteurs de débit ou de pression étalonnés en usine. Leur sensibilité (pente de la courbe) est plutôt stable, mais le décalage de zéro devra être mis à jour régulièrement.

Capteurs de débit

Le détecteur utilise des capteurs de débit pour surveiller le débit d'hydrogène. Si la fonction **Autoflow zero** est activée, ils sont mis à zéro automatiquement. Il s'agit de la procédure recommandée. Ils peuvent également être mis à zéro manuellement (voir x).

Capteurs de pression

Tous les modules de contrôle de l'EPC utilisent des capteurs de pression. Ces derniers doivent être mis à zéro individuellement. Il n'existe pas de mise à zéro automatique pour les capteurs de pression. Les capteurs de pression doivent être mis à zéro tous les 12 mois.

Configurez autoflow zero

L'option **Autoflow zero** est une option d'étalonnage utile. Lorsqu'elle est **activée**, le CPG désactive le débit de gaz dans un injecteur, attend que le débit descende à zéro, mesure et enregistre le résultat du capteur de débit et rallume le gaz à la fin d'une analyse. Cette opération prend environ deux secondes. Le décalage du zéro est utilisé pour garantir des mesures de débit correctes à l'avenir. Agilent conseille d'activer la fonction de mise à zéro automatique des capteurs de débit afin de réduire la dérive.

Pour l'activer :

- 1 Sur le clavier du détecteur, appuyez sur **[Options]**.
- 2 Faites défiler jusqu'à **Calibration** puis appuyez sur **[Enter]**.
- 3 Faites défiler jusqu'à **Autoflow zero (H2 Lower)** puis appuyez sur **[On/Yes]**. (Pour désactiver la fonction de mise à zéro automatique, appuyez sur **[Off/No]**).
- 4 Pour le détecteur SCD, répétez ces étapes en sélectionnant **Autoflow zero (H2 Upper)**.

Conditions pour la mise à zéro d'un capteur

Les capteurs de débit sont mis à zéro lorsque le gaz vecteur est connecté et circule.

Les capteurs de pression sont mis à zéro lorsque la ligne d'alimentation de gaz est déconnectée du module de contrôle de gaz.

Mise à zéro d'un capteur de débit ou de pression spécifique

- 1 Appuyez sur [**Options**], faites défiler jusqu'à **Calibration**, puis appuyez sur [**Enter**].
- 2 Faites défiler jusqu'à ce que le capteur soit mis à zéro et appuyez sur [**Enter**].
- 3 Réglez le débit ou la pression :
 - **Capteurs de débit.** Vérifiez que le gaz est raccordé et qu'il circule (ouvert).
 - **Capteurs de pression.** Débranchez l'alimentation en gaz à l'arrière du CPG. L'interrompre n'est pas suffisant, car la vanne peut fuir.
- 4 Faites défiler la ligne zéro souhaitée.
- 5 Appuyez sur [**On/Yes**] pour régler le zéro ou sur [**Clear**] pour annuler l'opération.
- 6 Reconnectez les éventuelles lignes de gaz déconnectées dans [étape 3](#) et rétablissez les débits de service.

Configuration automatique du détecteur

Il n'est pas nécessaire de configurer le détecteur. Le détecteur SCD est automatiquement configuré pour utiliser :

- l'air pour le gaz oxydant
- l'oxygène pour le gaz du générateur d'O₃

Le détecteur NCD est configuré pour utiliser de l'oxygène pour le gaz oxydant et le gaz du générateur d'O₃

Sortie du signal

Les détecteurs 8355 S et 8255 S fournissent des données de sortie sous forme de signal analogique. Les plages de sortie analogique sont de 0 à 1 V, 0 à 10 V, et 0 à 1 mV. Pour utiliser le détecteur avec les CPG Agilent (6850, 6890, 7820, et 7890), un convertisseur de signal analogique en signal numérique, tel que le convertisseur A/N Agilent 35900E ou une carte d'entrée analogique (AIB), est nécessaire.

CPG série 6850

- Un détecteur à canal unique peut être relié à un AIB (accessoire G3375A ou option 206), ou un convertisseur A/N externe.
- Pour un tandem FID/XCD, utilisez un convertisseur A/N externe (tel que 35900E).

CPG série 6890

- Un détecteur à canal unique peut être relié à un AIB (numéro de pièce G1556A ou option 206), ou un convertisseur A/N externe.
- Une configuration en tandem peut utiliser un AIB pour recueillir le signal XCD, mais l'appareil 6890 ne supporte que deux détecteurs au total. Une configuration telle qu'une configuration FID-XCD, ou une configuration FID-XCD appariée à n'importe quel autre détecteur nécessite un convertisseur A/N externe pour le signal XCD.

CPG série 7820

- Étant donné qu'une AIB n'est pas prise en charge par l'appareil 7820, il est nécessaire d'avoir un convertisseur A/N externe pour le signal XCD.

CPG série 7890

- Un détecteur à canal unique peut être relié à un AIB (accessoire G3456A ou option 206), ou un convertisseur A/N externe.

Types de signaux

Lors de l'attribution des signaux de détection, utilisez [**Mode/Type**] et choisissez dans la liste des paramètres l'option Signal Type, ou appuyez sur une touche ou une combinaison de touches.

Le signal de non détection est un tracé de test. Accédez au tracé de test en appuyant sur [**Mode/Type**]. Les signaux de diagnostic sont utilisés par la personne chargée de la maintenance et ne sont pas décrits en détail ici.

Valeur

L'option **Value** sur la liste des paramètres de signal est identique à l'option **Detector** sur la liste des paramètres du détecteur.

Signaux analogiques

Si vous utilisez un enregistreur analogique, vous devrez peut-être ajuster le signal pour le rendre plus utilisable. Les options **Zero** et **Range** dans la liste des paramètres de signal vous permettent de faire ça.

Zéro analogique

Zero divise la valeur entrée comme référence. Appuyez sur [**On/Yes**] pour régler la valeur actuelle ou sur [**Off/No**] pour l'annuler.

Cette étape est utilisée pour corriger l'altitude ou les décalages initiaux. Une application courante consiste à corriger un décalage de base qui se produit suite au fonctionnement d'une vanne. Après la mise à zéro, le signal de sortie analogique est équivalent à la ligne Value de la liste des paramètres moins le réglage du zéro.

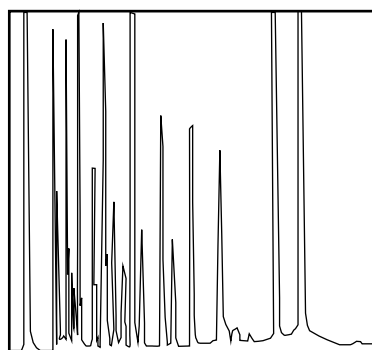
- 1 Vérifiez que le détecteur est activé et dans un état prêt.
- 2 Appuyez sur [**Analog Out**].
- 3 Faites défiler jusqu'au **Zero**.
- 4 Appuyez sur [**On/Yes**] pour régler la valeur **Zéro** à la valeur de signal actuelle, ou entrez un nombre compris entre -500000 et +500000. Une valeur inférieure à la valeur **Zéro** actuelle déplace la ligne de base vers le haut.

Plage analogique

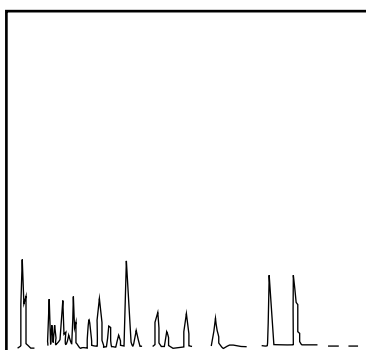
L'option **Range** normalise les données provenant du détecteur.

Cette plage est aussi appelée gain, mise à l'échelle ou redimensionnement. Elle adapte les données provenant du détecteur aux circuits de signaux analogiques afin d'éviter une surcharge des circuits (serrage). L'option Range met à l'échelle tous les signaux analogiques.

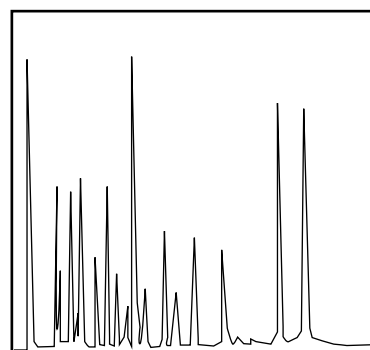
Les réglages adéquats sont de l'ordre de 0 à 13 et représentent $2^0 (=1)$ à $2^{13} (=8192)$. Un changement de réglage de 1 unité modifie la hauteur du chromatogramme par 2. Les chromatogrammes suivants illustrent cette modification. Utilisez la plus petite valeur possible pour minimiser l'erreur d'intégration.



A : Plage = 0



B : Plage = 3



C : Plage = 1

Lors de l'élaboration d'une méthode, définissez en premier la plage analogique à 9, si vous utilisez une AIB, ou à 10 si vous utilisez Agilent 35900E A à D. Ajustez si nécessaire pour visualiser vos données.

Méthodes

Pour charger une méthode

- 1 Appuyez sur [**Load**].
- 2 Appuyez sur [**Method**].
- 3 Saisissez le numéro de la méthode à charger.
- 4 Appuyez sur [**On/Yes**] afin de charger la méthode et de remplacer la méthode active. Ou appuyez sur [**Off/No**] pour revenir à la liste des méthodes enregistrées sans charger la méthode.

Pour enregistrer une méthode

- 1 Vérifiez que les paramètres corrects sont réglés.
- 2 Appuyez sur [**Method**].
- 3 Faites défiler jusqu'à la méthode à enregistrer, puis appuyez sur [**Enter**].
- 4 Appuyez sur [**On/Yes**] afin d'enregistrer la méthode et de remplacer la méthode active. Ou appuyez sur [**On/Yes**] pour revenir à la liste des méthodes enregistrées sans enregistrer la méthode.

Economie de ressources

Pour optimiser les performances et la précision, laissez le détecteur sur les conditions de fonctionnement. Le détecteur SCD atteint une précision maximale lorsqu'il est maintenu dans des conditions de fonctionnement pendant une longue période de temps. Si votre application nécessite la plus haute précision, vous pouvez préférer ne pas utiliser les fonctions de conservation des ressources avec un détecteur SCD. Le détecteur NCD peut récupérer une précision plus importante et plus rapidement. Quel que soit le détecteur, tenez compte des économies de coûts pour les ressources par rapport au temps de récupération pour la précision.

AVERTISSEMENT

Ne jamais mettre le détecteur en mode Sleep lorsque le CPG fonctionne normalement.

Calendrier

Le détecteur utilise un calendrier, basé sur l'horloge de bord, ainsi que deux méthodes spécifiques nommées **SLEEP** et **WAKE**. Une méthode **SLEEP** permet de définir des débits et des températures faibles afin de préserver les ressources. Une méthode **WAKE** permet de définir de nouveaux débits et températures, généralement pour restaurer les conditions d'origine.

Le chargement de la méthode Sleep à un moment donné de la journée vous permet de réduire les débits et les températures. Chargez la méthode Wake ou la méthode d'analyse pour restaurer les paramètres avant d'utiliser à nouveau le détecteur. Chargez par exemple la méthode Sleep en fin de journée ou de semaine, puis chargez la méthode Wake avant d'arriver au travail le lendemain. Partie expérimentale pour trouver le meilleur moment pour charger la méthode Wake.

Méthodes Sleep

Envisagez les problèmes suivants :

- Ne pas désactivez la pompe à vide. La pompe doit être activée afin d'éviter des conditions d'arrêt.
- Ne pas désactivez le débit de gaz oxydant.
- Pour économiser de l'oxygène, éteignez le générateur d'ozone. Ce paramètre désactive également le débit d'oxygène.

Pour le détecteur SCD :

Le principal problème consiste à éviter le chauffage du tube en céramique sans tous les gaz circulant. La mise hors tension du générateur d'ozone permettra de conserver l'oxygène sans modifier les débits dans le tube en céramique. Si vous devez réduire davantage la température ou le débit de gaz, alors vous pouvez réduire le débit d'oxydant, désactiver les débits d'hydrogène, et surtout, réduire la température du brûleur à environ 250 °C. La température de base peut être également réduite.

Pour le détecteur NCD :

Désactivez le générateur d'ozone. Afin d'économiser davantage d'énergie et de gaz, réduisez (mais ne pas éteindre) l'oxygène et mettez hors tension le débit d'hydrogène. Réduisez la température du brûleur à environ 250 °C et éteignez le refroidisseur.

Configuration du détecteur pour l'économie des ressources

Réglez le détecteur afin qu'il économise des ressources en sélectionnant et utilisant une fonction **Instrument Schedule** :

- 1 Décidez comment restaurer les débits. Les choix faits à partir de la fonction **Schedule** sont les suivants :
 - **Go to Sleep with SLEEP method.** Cette méthode doit réduire les débits et les températures. (bien qu'il soit utile de créer ces méthodes, vous ne les utiliserez pas si vous mettez en marche le détecteur avec la dernière méthode active).
 - **Wake with the current method.** Au moment indiqué, le détecteur restaura la dernière méthode active utilisée avant la mise en veille.
 - **Wake with WAKE method.** A un moment précis, le détecteur chargera la méthode Wake et conservera ces paramètres.
- 2 Créez une méthode **SLEEP**. Cette méthode doit réduire les débits et les températures.
- 3 Programmez la méthode **WAKE** le cas échéant. (bien qu'il soit utile de créer ces méthodes, vous ne les utiliserez pas si vous mettez en marche le détecteur avec la dernière méthode active).

4 Créez la calendrier **Sleep/Wake**.

- a Appuyez sur [**Sleep/Wake**].
- b Faites défiler jusqu'à **Edit the Instrument Schedule?** puis appuyez sur [**Enter**].
- c Appuyez sur [**Mode/Type**] pour créer un nouvel élément dans le calendrier.
- d Lorsque vous y êtes invité, faites défiler jusqu'au jour de la semaine souhaité, puis appuyez sur [**Enter**].
- e Lorsque vous y êtes invité, faites défiler jusqu'à **Go to Sleep with SLEEP method** et appuyez sur [**Enter**] puis saisissez l'horaire de l'évènement. Appuyez sur [**Enter**]
- f Si vous le souhaitez, définissez la fonction Wake durant la visualisation du calendrier. Appuyez sur [**Mode/Type**] pour créer un nouvel élément dans le calendrier.
- g Lorsque vous y êtes invité, faites défiler jusqu'au jour de la semaine souhaité, puis appuyez sur [**Enter**].
- h Lorsque vous y êtes invité, faites défiler jusqu'à **Wake with the current method** ou **Wake to Wake method** et appuyez sur [**Enter**], puis saisissez l'horaire de l'évènement. Appuyez sur [**Enter**]
- i Répétez les étapes b à g pour les autres jours de la semaine en fonction de vos besoins.

Vous n'êtes pas obligé de programmer des événements chaque jour. Vous pouvez par exemple programmer le détecteur pour qu'il se mette en veille le vendredi soir, puis se mette en marche le lundi matin, en gardant des conditions de fonctionnement normales pour les jours de la semaine.

Créer ou modifier un calendrier du programme

Pour créer un nouveau calendrier ou pour modifier un calendrier existant, supprimez les éléments indésirables puis ajoutez les nouveaux éléments en fonction de vos besoins.

1 Créer le **Sleep/Wake Schedule** :

- a Appuyez sur [**Sleep/Wake**].
- b Faites défiler jusqu'à **Edit the Instrument Schedule?** et appuyez sur [**Enter**].
- c Appuyez sur [**Mode/Type**] pour créer un nouvel élément dans le calendrier.
- d Lorsque vous y êtes invité, faites défiler jusqu'au jour de la semaine souhaité, puis appuyez sur [**Enter**].

- e Lorsque vous y êtes invité, faites défiler jusqu'à **Go to Sleep with SLEEP method** et appuyez sur [**Enter**] puis saisissez l'horaire de l'évènement. Appuyez sur [**Enter**]
- f Si vous le souhaitez, définissez la fonction Wake durant la visualisation du calendrier. Appuyez sur [**Mode/Type**] pour créer un nouvel élément dans le calendrier.
- g Lorsque vous y êtes invité, faites défiler jusqu'au jour de la semaine souhaité, puis appuyez sur [**Enter**].
- h Lorsque vous y êtes invité, faites défiler jusqu'à **Wake with the current method** ou **Wake to Wake method** et appuyez sur [**Enter**], puis saisissez l'horaire de l'évènement. Appuyez sur [**Enter**]
- i Répétez les étapes b à g pour les autres jours de la semaine en fonction de vos besoins.

2 Modifier le **Sleep/Wake Schedule** :

- a Chargez une méthode avec des points de réglage similaires.
- b Modifiez les points de réglage de la méthode. Le détecteur permet uniquement de régler les paramètres pertinents.
 - Pour une méthode **SLEEP**, le détecteur définit la température et les débits initiaux du détecteur.
 - Pour une méthode **WAKE**, le détecteur définit les mêmes paramètres que pour la méthode Sleep.
- c Appuyez sur [**Method**], faites défiler jusqu'à la méthode pour stocker (**SLEEP** ou **WAKE**), et appuyez sur [**Store**]. Appuyez sur [**Enter**].
- d Si un message vous indique que les données seront écrasées, appuyez sur [**On/Yes**] pour écraser la méthode existante ou sur [**Off/No**] pour annuler.

Mise en veille immédiate du détecteur

- 1 Appuyez sur [Sleep/Wake].
- 2 Sélectionnez **Go to sleep now**, puis appuyez sur [**Enter**].

Pour mettre en marche le détecteur

- 1 Appuyez sur [Sleep/Wake].
- 2 Sélectionnez l'option Wake souhaitée, puis appuyez sur [**Enter**].

- Lorsque vous y êtes invité, faites défiler jusqu'à **Wake with the current method** et appuyez sur [**Enter**]. Quittez le mode de veille en chargeant la dernière méthode active utilisée avant la mise en veille.
- **Wake to Wake method** et appuyez sur [**Enter**]. Quittez le mode de veille en chargeant la méthode **WAKE**.



5 Maintenance

Calendrier de maintenance	62
Suivi de la sensibilité du détecteur	63
Consommables et pièces de rechange	64
Vue éclatée des pièces du détecteur SCD	66
Vue éclatée des pièces du détecteur NCD	67
Méthode de maintenance du détecteur	68
Fixation de la colonne au détecteur	69
Remplacement du tube interne en céramique (détecteur SCD)	72
Remplacement du tube en quartz (détecteur NCD)	75
Contrôle du niveau d'huile de la pompe à vide	79
Ajout d'huile dans la pompe à vide	80
Changement d'huile de la pompe à vide	82
Remplacement du piège à ozone	84
Changement du filtre à vapeur d'huile	85
Nettoyage de l'extérieur du détecteur	86
Etalonnage des capteurs de débit et de pression	87

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



Calendrier de maintenance

Afin de maintenir les performances optimales des détecteurs Agilent SCD 8355 S et NCD 8255 S, remplacez régulièrement le piège à ozone, le filtre à huile coalescent et l'huile de la pompe à vide. Reportez-vous à [Tableau 3](#) pour connaître la durée de vie normale de chaque pièce.

Tableau 3 Calendrier de maintenance recommandé pour la pompe à vide Edwards RV5

Composant	Durée de vie [*]
Piège de destruction d'ozone (convertie O ₃ en O ₂)	Env. 6 mois
Filtre à huile coalescent	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 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

La sensibilité reflète les caractéristiques de performances d'un système donné, et une sensibilité réduite peut être un indice qu'un entretien régulier du détecteur est nécessaire.

Les spécifications du SMD sont définies en utilisant la norme de vérification d'Agilent pour SCD ou NCD.

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 (<http://www.chem.agilent.com/store>).

Tableau 4 Consommables et pièces pour les détecteurs SCD et NCD

Description/quantité	Référence
Pièces du détecteur	
Tube en céramique, interne, de petite taille (SCD) (lot de 3) (Voir Vue éclatée des pièces du détecteur SCD)	G3488-60008
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 (Voir Vue éclatée des pièces du détecteur SCD)	G3488-81302
Echantillon test de chimiluminescence de soufre	5190-7003
Echantillon test de chimiluminescence d'azote	5190-7002
Pièces de la pompe à vide	
Pompe RV5 – 110 V/230 V – National	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 5 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 6 Écrous, 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)
	Écrou 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

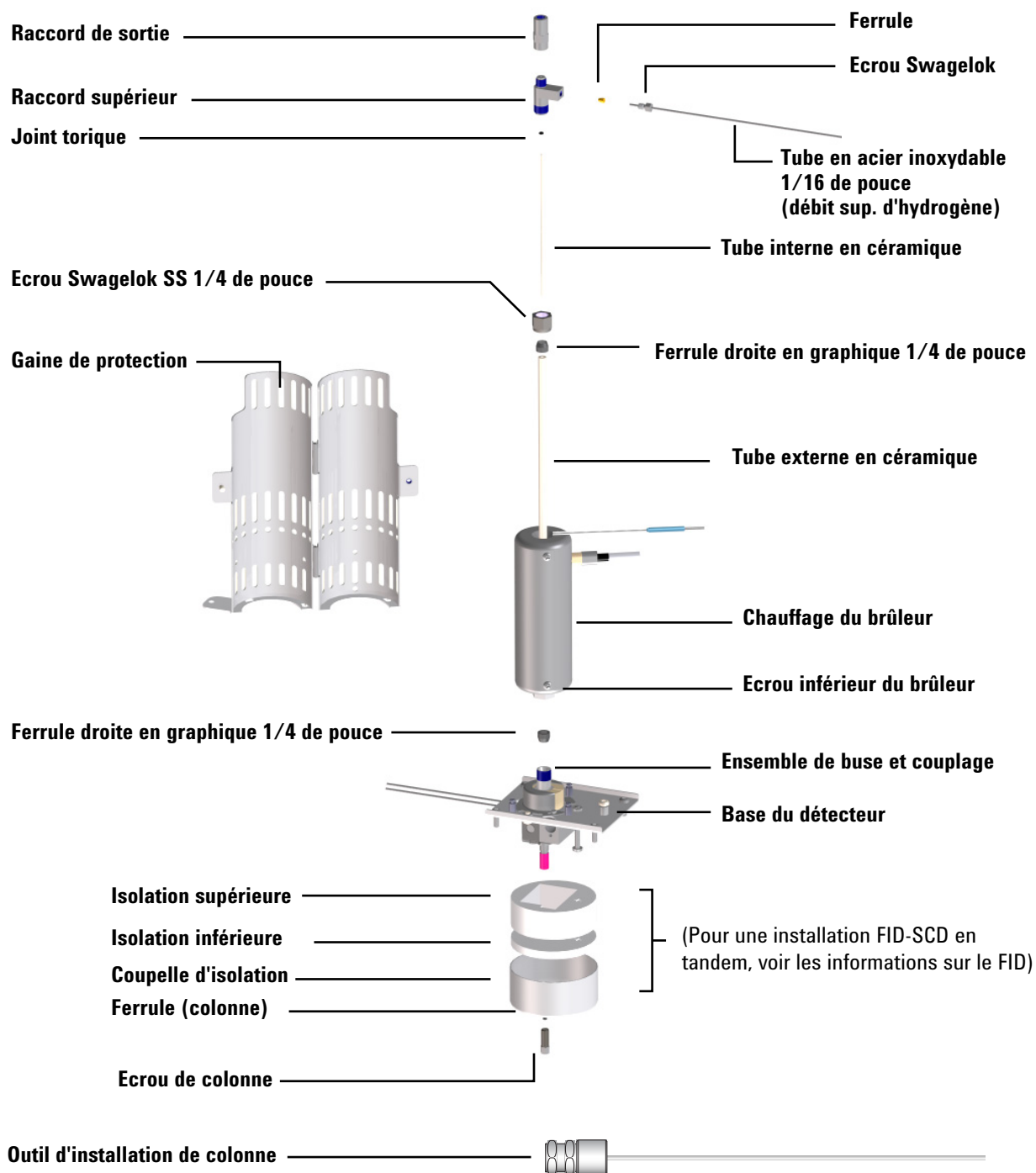


Figure 8 Vue éclatée des pièces du détecteur SCD

Vue éclatée des pièces du détecteur NCD

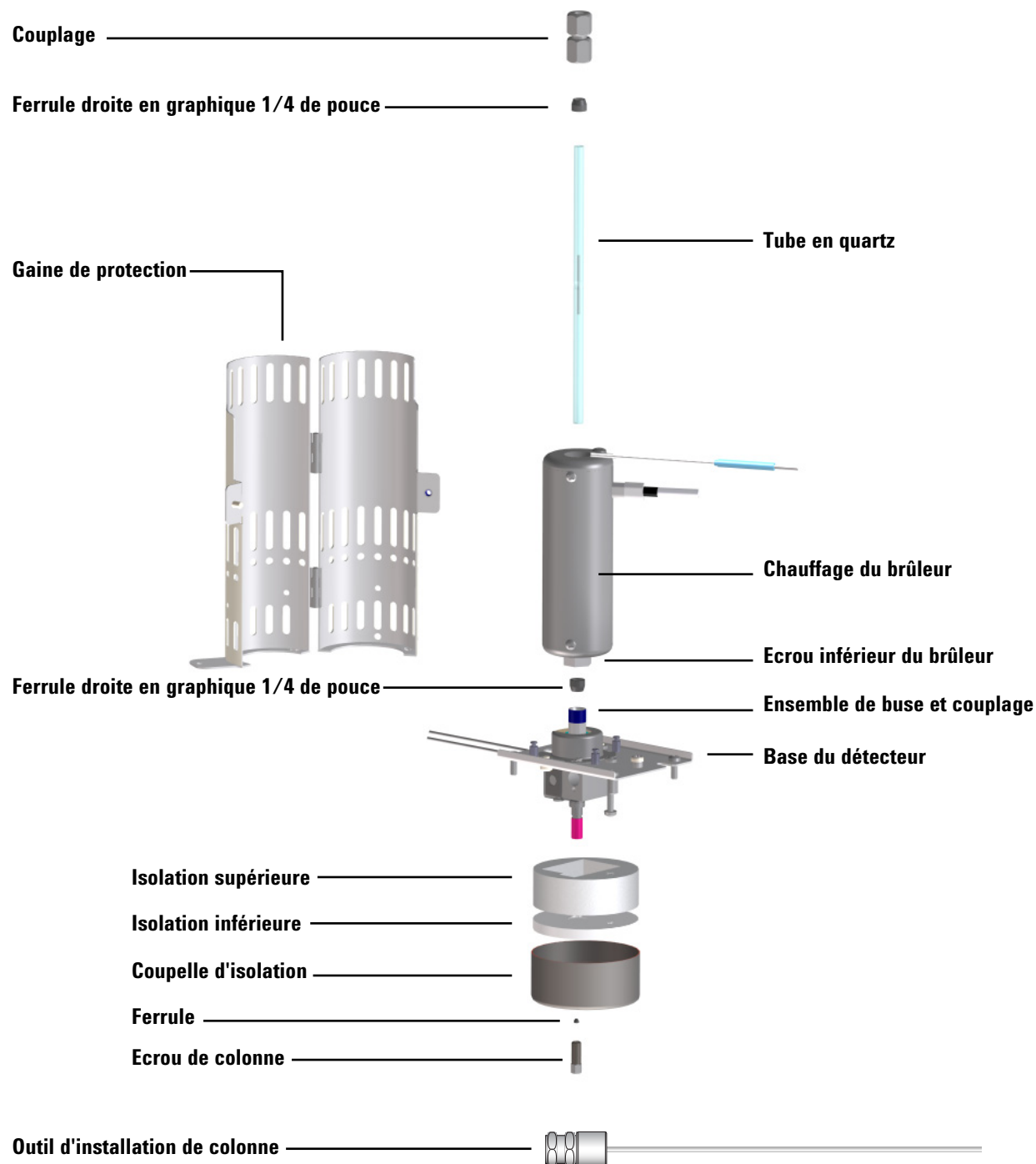


Figure 9 Vue éclatée des pièces du détecteur NCD

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 d'entretien pour le détecteur SCD ou NCD devrait permettre de :

- 1** éteindre le chauffage et le brûleur pour les laisser refroidir.
- 2** Désactivez tous les débits d'hydrogène.
- 3** Laissez le gaz oxydant et l'alimentation en ozone dans le générateur activés.
- 4** Désactivez le générateur d'ozone.
- 5** Laisser la pompe à vide activée
- 6** Laisser le débit du gaz vecteur (hélium) activé
- 7** Régler le four à 30 °C pour réduire au minimum le ressuage de la colonne.

En outre, refroidir toutes les autres parties du détecteur selon le besoin. Laissez refroidir les zones chauffées 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 Munissez-vous des éléments suivants (voir “[Consommables et pièces pour les détecteurs SCD et NCD](#)”, page 64) :

- 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 Refroidissez le four, l'injecteur et les autres zones chauffées du CPG à une température permettant d'agir en toute sécurité ($< 40\text{ }^{\circ}\text{C}$).
- 3 Préparez le détecteur en vue de sa maintenance.
 - a Chargez la méthode de maintenance et attendez que le détecteur soit prêt. (Voir “[Méthode de maintenance du détecteur](#)”, page 68.) Attendez jusqu'à ce que les détecteurs, 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.

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

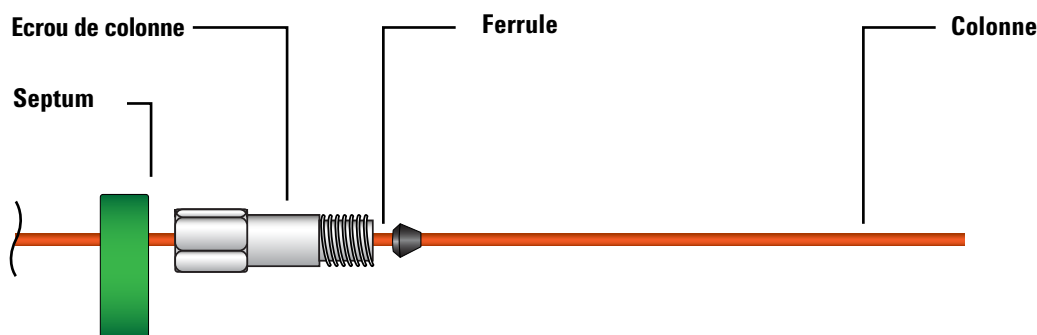


Figure 10 Placer un septum, un écrou de colonne et une ferrule sur la colonne

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

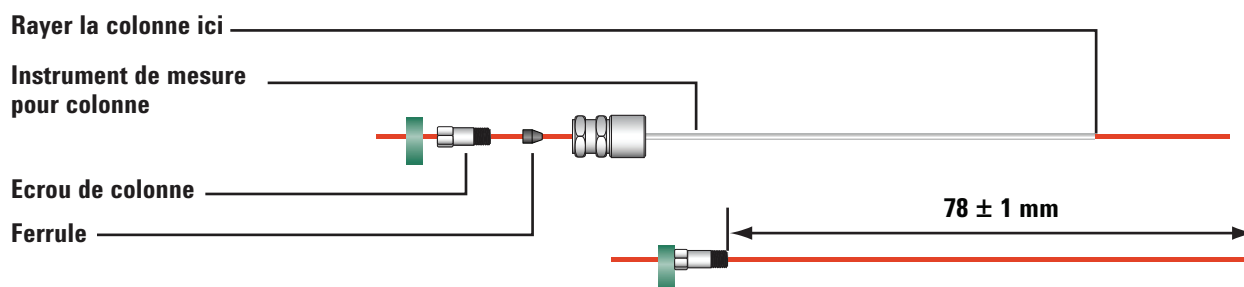
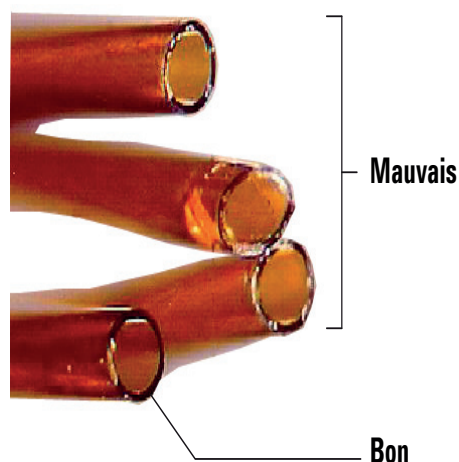


Figure 11 Régler la longueur de la colonne et sertir la ferrule à l'aide de l'instrument de mesure pour colonne

- 6 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.
- 7 Utilisez un coupe-colonne à 45° pour rayer la colonne.
- 8 Brisez l'extrémité de la colonne. La colonne peut dépasser de l'extrémité de l'instrument d'environ 1mm. Inspectez l'extrémité à l'aide d'une loupe pour vérifier l'absence de bavures et la netteté de la cassure.



- 9 Retirez de l'instrument la colonne, l'écrou et la ferrule emboutie.
- 10 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.
- 11 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
 - bouchon pour ligne de transfert de 1/8 pouce
 - Un tournevis Torx T20
- 2 Refroidissez le four, l'injecteur et les autres zones chauffées du CPG à une température permettant d'agir en toute sécurité (< 40 °C).
- 3 Préparez le détecteur en vue de sa maintenance.
 - a Chargez la méthode de maintenance et attendez que le détecteur soit prêt. (Voir "[Méthode de maintenance du détecteur](#)", page 68.) Attendez jusqu'à ce que les détecteurs, 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

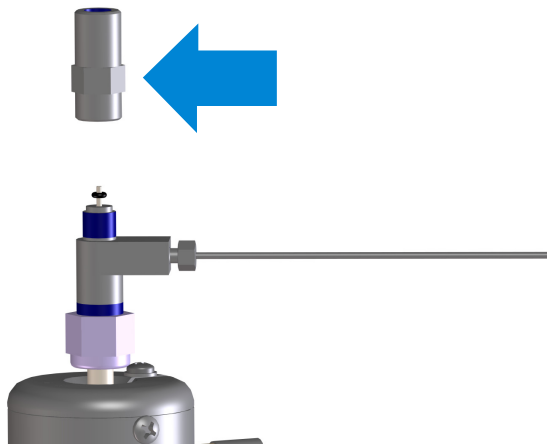
L'hydrogène est un gaz hautement inflammable. Désactivez tous les débits d'hydrogène du détecteur (et de la colonne) avant d'effectuer des opérations de maintenance sur le détecteur.

- 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 du raccord supérieur.
- 6 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.
- 7 Retirez l'ancien tube interne en céramique.
- 8 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.)



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

- 10** 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.



- 11** 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.
- 12** Rétablissez les débits de gaz du détecteur.
- 13** Vérifiez qu'il n'y a aucune fuite au niveau du raccord supérieur d'hydrogène. Solutionnez tout problème de fuite, le cas échéant.
- 14** Rétablissez les autres conditions d'utilisation du détecteur.

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
 - 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 Refroidissez le four, l'injecteur et les autres zones chauffées du CPG à une température permettant d'agir en toute sécurité (< 40 °C).
- 3 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 68.) Attendez jusqu'à ce que les détecteurs, 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.

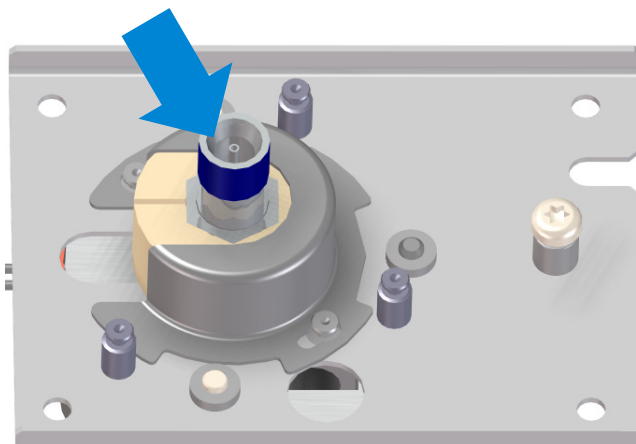
- 4 Retirez la gaine de protection. Retirez les deux vis Torx T20, tournez la gaine dans le sens inverse des aiguilles d'une montre pour la retirer des tiges de montage, puis dégagez-la en la soulevant. Conservez la gaine de protection et les vis pour un usage ultérieur.
- 5 Déconnectez la ligne de transfert 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.
- 6 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.
- 7 Faites doucement glisser l'écrou et sa ferrule vers le haut et retirez-les du tube en quartz.

ATTENTION

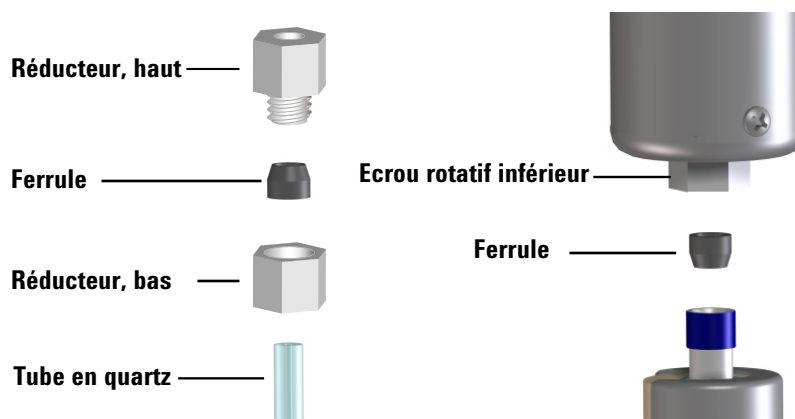
Les tubes en quartz sont fragiles et peuvent s'ébrécher ou se fissurer. Manipulez-les toujours avec précaution afin de ne pas les endommager.

- 8 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.

- 9 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.



- 10 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 l'écrou rotatif de la base du brûleur.
- 11 Utilisez un outil denté ou similaire pour retirer la ferrule en graphite usagée de l'écrou rotatif dans la base du brûleur.
- 12 Utilisez deux clés pour désassembler le réducteur, puis retirez la ferrule usagée.
- 13 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.



- 14 Remontez le réducteur. Serrez avec deux clés pour obtenir un ajustement serré.
- 15 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 dimension n'est pas critique. 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.

- 16** 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.
- 17** 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.
- 18** Montez l'écrou sur le raccord de sortie et serrez-le à l'aide de deux clés jusqu'à un bon maintien en place.
- 19** 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.
- 20** Remettez en place la gaine de protection.
- 21** Rétablissez les conditions d'utilisation du détecteur.

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.

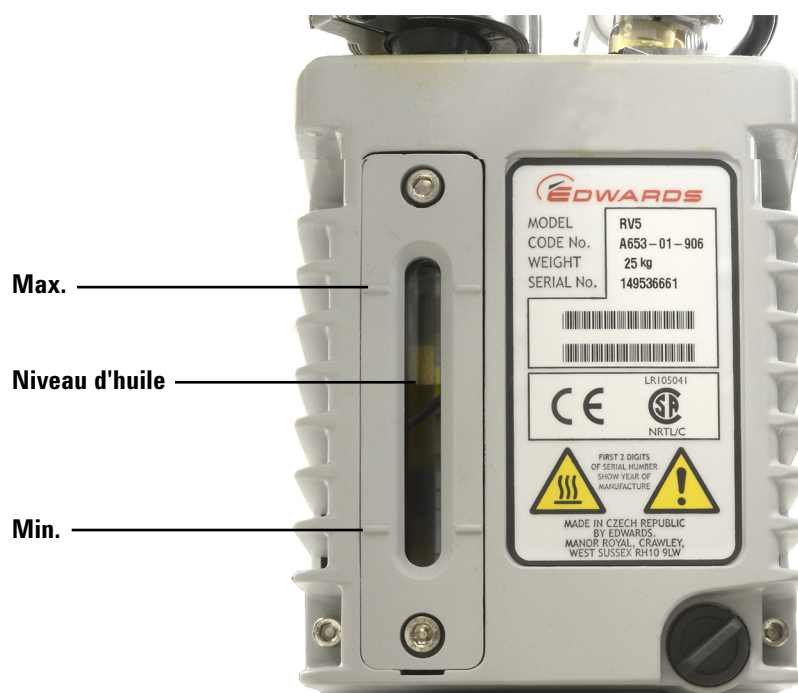


Figure 12 Vérification du niveau d'huile

- 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.

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. (Voir "[Arrêt du détecteur](#)", page 47.)
- 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. (Voir [Figure 12](#), page 79.)
- 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. (Voir ["Mise en marche du détecteur"](#), page 46.)
- 9 Inscrivez cette opération de maintenance dans le journal de maintenance.

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. (Voir "[Mise en marche du détecteur](#)", page 46.)
- 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.

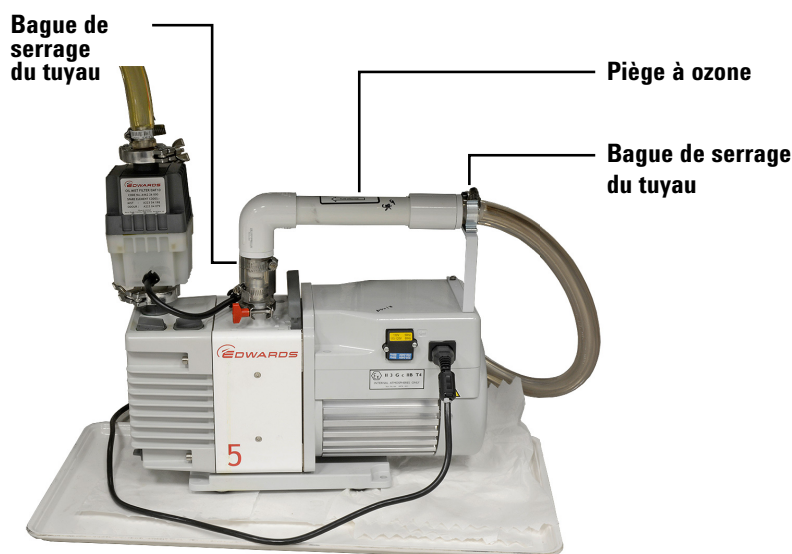


- 4 Retirez le bouchon de remplissage, puis le bouchon de vidange. Assurez-vous de bien vider toute l'huile en levant le côté moteur de la pompe.
- 5 Remettez le bouchon de vidange en place.
- 6 Versez la nouvelle huile jusqu'à ce qu'elle atteigne pratiquement le niveau maximal indiqué sur la fenêtre de niveau, mais sans le dépasser. (Voir [Figure 12](#), page 79.)
- 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. (Voir ["Mise en marche du détecteur"](#), page 46.)
- 11 Inscrivez cette opération de maintenance dans le journal de maintenance.
- 12 Vérifiez que la pompe ne fuit pas au bout d'environ 30 minutes, puis vérifiez de nouveau 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.

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

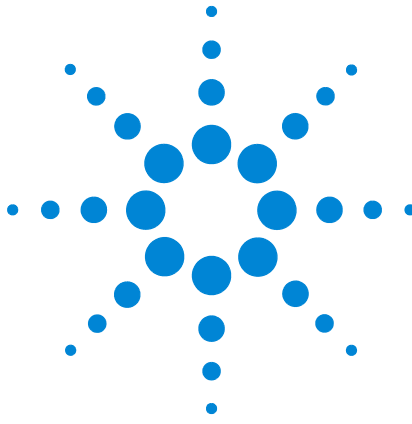
Risque d'électrocution. Avant de nettoyer le détecteur, éteignez-le et débranchez le cordon d'alimentation.

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 S et NCD 8255 S utilisent des modules de contrôle de pression électroniques. En règle générale, activez la fonction de mise à zéro automatique du détecteur. (Voir [“Configurez autoflow zero”](#), page 48.) Aucun étalonnage n'est en principe nécessaire, mais les capteurs de débit et de pression peuvent toutefois être mis à zéro manuellement si nécessaire. Pour plus de détails, consultez [“Mise à zéro d'un capteur de débit ou de pression spécifique”](#), page 49.



6 Dépannage

Résolution des problèmes du détecteur	90
Tableau de dépannage	91
Voyant d'état	95
Messages du détecteur	96
Fuites	97
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 8355 S ou NCD 8255 S 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. Etudiez la théorie de base du détecteur s'y trouvant "[Principe de fonctionnement](#)", page 22. 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, référez-vous "[Réglage des conditions d'utilisation](#)", page 44 aux recommandations sur la façon d'ajuster les réglages des méthodes 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.

[Tableau 7](#) 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 7 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" .)
	Réglage de la plage incorrecte pour sortie analogique (détecteur seul uniquement)		Editez la plage pour mieux normaliser les données. (Voir "Sortie du signal" , page 51.)
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. (Voir "Touche Service Mode" , page 36.)
	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 72 ou "Remplacement du tube en quartz (détecteur NCD)" , page 75.
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 97.)

Tableau 7 Résolution des problèmes du détecteur (suite)

Problème	Cause possible	Diagnostic	Mesure corrective
	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 72 ou "Remplacement du tube en quartz (détecteur NCD)" , page 75.
	La tension d'entrée ne correspond pas à la fiche de configuration.		Contactez le service après-vente d'Agilent.
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.
Réponse excessive	Réglage de la plage incorrecte pour sortie analogique (détecteur seul uniquement)		Editez la plage pour mieux normaliser les données. (Voir "Sortie du signal" , page 51.)
	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 97.)
	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 97.)
Trainées 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.
Trainées 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 69.)

Tableau 7 Résolution des problèmes du détecteur (suite)

Problème	Cause possible	Diagnostic	Mesure corrective
	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 72 ou “Remplacement du tube en quartz (détecteur NCD)” , page 75.
Arrêt thermique du détecteur	Thermocouple ouvert.		Contactez le service après-vente d'Agilent.
La pression du brûleur est supérieure à 760 Torr.	Restriction causée par le diamètre intérieur supérieur du tube céramique.	Si vous effectuez la maintenance, il faut la terminer. Vérifiez à nouveau pendant le fonctionnement normal.	
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 72 ou “Remplacement du tube en quartz (détecteur NCD)” , page 75. Vérifiez le branchement. Vérifiez que la conduite n'a pas de fuite. Contactez le service après-vente d'Agilent si la conduite est fissurée.
	Fuite au niveau du brûleur.		Vérifiez que le détecteur n'a pas de fuite et réparez-la, le cas échéant. (Voir “Fuites” , page 97.)
Pression du brûleur plus faible que prévu et réponse faible	Tube interne en céramique fissuré ou non aligné.	Vérifiez que le tube interne en céramique est correctement positionné et n'est pas tombé dans le tube externe.	(Voir “Remplacement du tube interne en céramique (détecteur SCD)” , page 72.)

Tableau 8 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.
- **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.
- **Rouge** : indique une erreur ou un autre problème grave. Un message d'erreur (ou autre) peut être émis. 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. Le clavier du détecteur affichera les messages d'erreur et d'état au cours de l'utilisation de l'appareil, ainsi que les messages d'erreur et de maintenance du détecteur du journal enregistrés dans les fichiers journaux du détecteur.

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 98. 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 98. 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 10](#) à la page 111 pour le détecteur SCD ou [Tableau 11](#) à la page 117 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 détecteur.
- 5 Surveillez la valeur de la pression sur l'écran du détecteur. (Appuyez sur [**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

L'alimentation des appareils de 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 qu'il n'y ait pas de fuite au niveau des raccordements externes du détecteur, qu'il n'y ait pas de fuite du raccord de l'injecteur et de colonne à l'injecteur, 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, 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 :

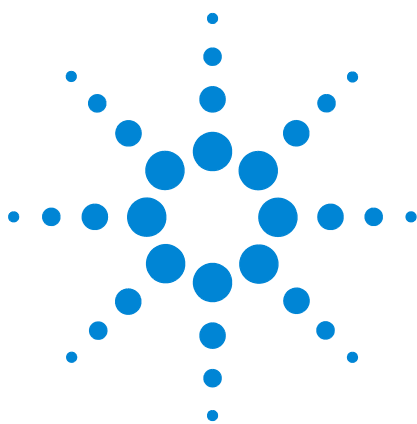
- Vérifiez qu'il n'y a pas d'interruption de débit et remédiez-y le cas échéant.
- Vérifiez qu'il n'y a pas de restrictions dans la conduite d'alimentation en gaz oxydant menant à l'ensemble du brûleur.
- Chargez la méthode de vérification ou toute autre méthode utilisant des débits relatifs plus équilibrés.

si la réponse ne redevient pas normale, remplacez le 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 le *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. (Voir "[Consommables et pièces de rechange](#)", page 64.)



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	116

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. 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 solution de remplacement acceptable.

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.

REMARQUE

Les parties décrites ici s'appliquent aux CPG Agilent. Pour les autres types de CPG, trouvez une correspondance avec les propriétés des parties selon le besoin.

- 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 9 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, ressuage et température optimisés (BT0), non collant	5183-4757
Manchon, Ultra Inerte, sans division, cône unique, laine de verre	5190-2293
Joint d'injecteur plaqué or, avec rondelle	5188-5367
Injecteur multimode	
Seringue, 10 µl	5181-1267
Joint torique	5188-5365
Septum	5183-4757
Manchon, Ultra Inerte, sans division, cône unique, laine de verre	5190-2293

Tableau 9 Pièces recommandées pour la vérification par type d'injecteur (suite)

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.

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 × 1,0 µm (numéro de pièce 123-1033)
- Echantillon d'évaluation (vérification) des performances SCD (5190-7003) : 0,7 ± 0,002 mg/l de disulfure de diéthyle et 1,0 ± 0,003 mg/l de disulfure de tert-butyle 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 [“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. (Voir [“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. La sortie doit être inférieure à 50 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 4 unités d'affichage ou moins.

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

- 6 Réglez la plage analogique à 9, en utilisant une AIB. Si un système Agilent 35900E A à D est utilisé, réglez à 10, ou réglez à 12 si la linéarité est testée. Ce point de départ peut nécessiter un ajustement.
- 7 Créez ou chargez une méthode avec les valeurs des paramètres répertoriées dans [Tableau 10](#).

Tableau 10 Conditions de vérification du détecteur SCD

Colonne et échantillon	
Type	DB-1, 30 m × 0,32 mm × 1,0 µm (123-1033)
Echantillon	Vérification SCD 5190-7003
Débit de la colonne	2 ml/min d'hélium
Mode de la colonne	Débit constant
Injecteur avec/sans division	
Température	250 °C
Mode	Sans division
Débit de purge	40 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
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)
Débit du générateur d'O ₃	Activé
Mise en tension du générateur d'O ₃	Activée
Pompe à vide	Activée

Tableau 10 Conditions de vérification du détecteur SCD (suite)

Paramètres du tandem FID-SCD	
Temp. FID	350 °C
Débit d'hydrogène du FID	35 ml/min
Débit d'air du FID	300 ml/min
Débit d'appoint de N ₂ du FID	20 ml/min
Débit de gaz oxydant du SCD	5 ml/min
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
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

Tableau 10 Conditions de vérification du détecteur SCD (suite)

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)

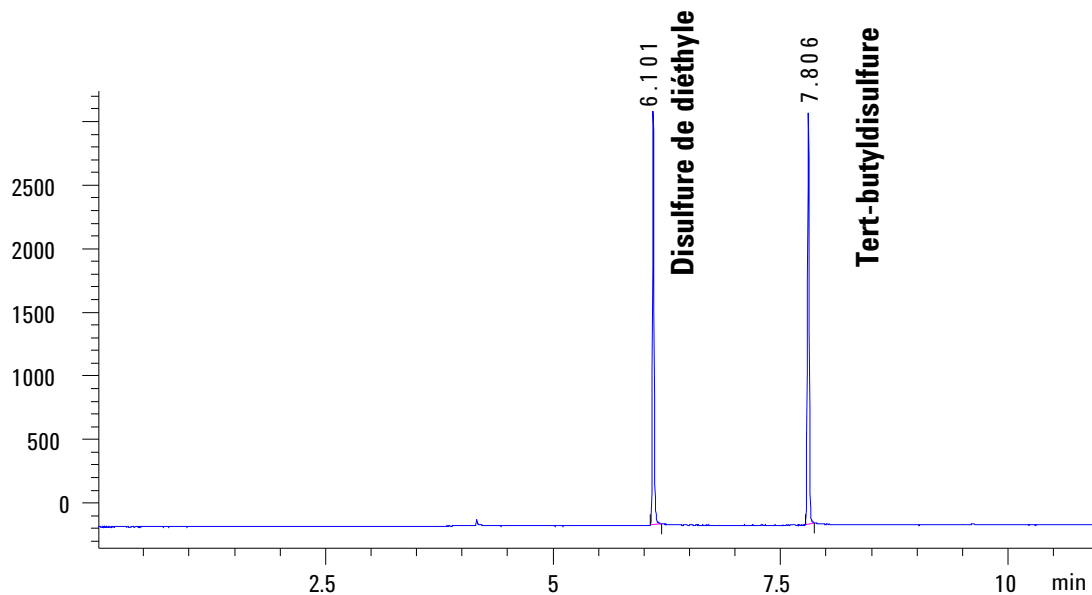
- 8 En cas d'utilisation d'un système de données, préparez ce dernier afin qu'il procède à une analyse en utilisant la méthode de vérification chargée. Assurez-vous que le système de données créera un chromatogramme. Si vous n'utilisez pas de système de données, créez une séquence à un échantillon à l'aide du clavier du CPG.
- 9 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]** sur le CPG. En cas d'injection manuelle (avec ou sans système de données) :
 - a Appuyez sur **[Prep Run]** 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]** 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

7 Vérification des performances

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)



Pour une nouvelle installation, calculez le. Calculez le SMD de la manière suivante :

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

où :

le **bruit** est le bruit ASTM calculé par le système de données Agilent

La **sensibilité** est calculée de la manière suivante :

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

Sur la base de l'injection de 1 µl du standard de réglage, des résultats typiques des calculs de SMD sont présentés dans le tableau ci-dessous.

Composé	Quantité injectée (mg/l)	Teneur en soufre	Quantité de soufre injectée (pg/μl)	Bruit ASTM typique	Sensitivité typique (Aire/pg*s)	SMD typique (pg S/μl)
Disulfure de diéthyle	0,700	52,50 %	367,500	2,453	9,504	0,469
Disulfure de tert-butyle	1,000	36,00 %	360,000	2,453	10,993	0,446

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 (numéro de pièce 19091J-413)
- Echantillon d'évaluation (vérification) des performances NCD (5190-7002) : 3-méthylindole 10,0 ± 0,1 mg/l, 9-méthylcarbazole 14,1 ± 0,1 mg/l, et nitrobenzène 9,51 ± 0,05 mg/l 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 [“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. (Voir [“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. La sortie doit être inférieure à 150 pA d'affichage 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 Réglez la plage analogique à 9, en utilisant une AIB. Si un système Agilent 35900E A à D est utilisé, réglez à 10, ou réglez à 12 si la linéarité est testée. Ce point de départ peut nécessiter un ajustement.
- 7 Créez ou chargez une méthode avec les valeurs des paramètres répertoriées dans [Tableau 11](#).

Tableau 11 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

Tableau 11 Conditions de vérification du détecteur NCD (suite)

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
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	Activée
Débit de H ₂	3 ml/min
Débit de gaz oxydant	8 ml/min d'oxygène
Débit du générateur d'O ₃	Activé
Mise en tension du générateur d'O ₃	Activée
Pompe à vide	Activée
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

Tableau 11 Conditions de vérification du détecteur NCD (suite)

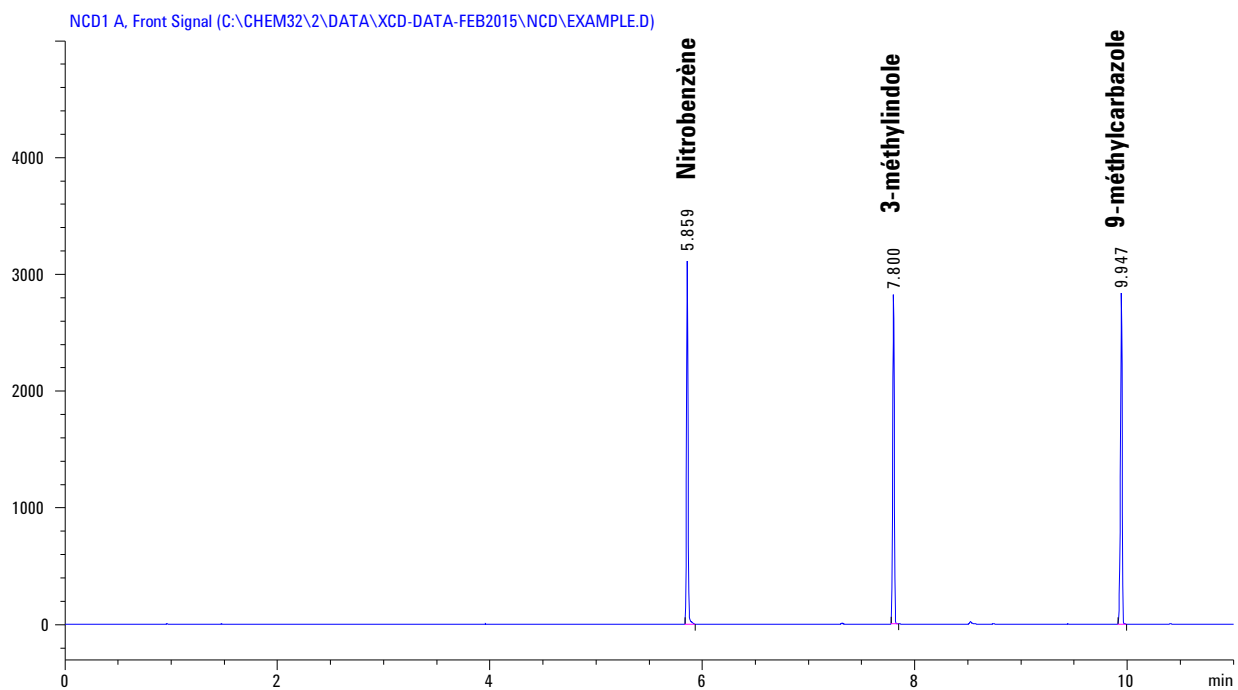
Rinçages après injection solvant A	3
Volume rinçage solvant A	8 µL (maximum)
Rinçages avant injection solvant B	0
Rinçages après injection solvant B	3
Volume de rinçage solvant B	8 µL (maximum)
Mode d'injection (7693A)	Normal
Volume d'air entre niveaux (7693A)	0
Retard de viscosité	0
Vitesse d'aspiration 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, NCD)

- 8 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.
- 9 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]**

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

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

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



Pour une nouvelle installation, calculez le SMD de l'azote pour le détecteur. Calculez le SMD de la manière suivante :

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

où :

le **bruit** est le bruit ASTM calculé par le système de données Agilent

La **sensibilité** est calculée de la manière suivante :



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

Sur la base de l'injection de 1 µl du standard de réglage, des résultats typiques des calculs de SMD sont présentés dans le tableau ci-dessous.

Composé	Quantité injectée (mg/l)	Teneur en azote	Quantité de soufre injectée (pg/µl)	Bruit ASTM typique	Sensitivité typique (Aire/pg*s)	SMD typique (pg N/µl)
Nitrobenzène	9,510	11,37 %	1081,29	1,080	2,813	0,7679
3-Méthylindole	10,000	10,67 %	1067,00	1,080	2,668	0,810
9-Méthylcarbazole	14,100	7,72 %	1088,52	1,080	2,795	0,773