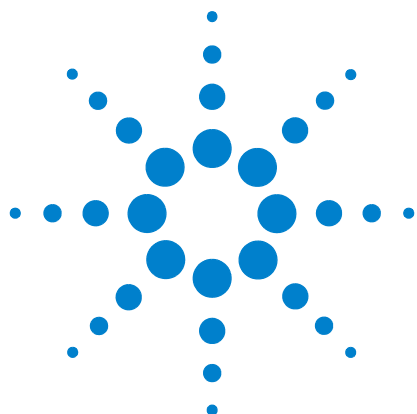




Chromatographie en phase gazeuse Agilent 7820A

Dépannage



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

G4350-93015

Edition

Cinquième édition, août 2016
Quatrième édition, juin 2015
Troisième édition, juillet 2011
Deuxième édition, juin 2010
Première édition, Mars 2007

Imprimé en Chine

Agilent Technologies (Shanghai) Co., Ltd.
412 Ying Lun Road
Waigaoqiao Free Trade Zone
Shanghai 200131 P.R. Chine

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 indique 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 Principes fondamentaux et tâches générales

Principes fondamentaux	10
Effectuer un dépannage à l'aide de ce manuel	10
Clavier logiciel	10
La touche [Status]	10
Conditions d'erreur	11
Éléments configurables à actualiser en permanence	12
Configuration des injecteurs et des détecteurs	12
Configuration de la colonne	12
Configuration de l'échantillonneur automatique de liquide	13
Configuration des gaz	13
Pour voir le journal d'exécution et d'évènement Log	14
Journal d'analyse	14
Journal des événements	14
Informations à obtenir avant d'appeler Agilent pour une Assistance	15

2 Symptômes de l'ALS et du détecteur

Erreurs au niveau du piston	18
Procédure	18
Voyant d'alignement sur la 7693A/7650A Tour d'injecteur activé	19
L'aiguille de la seringue se tord pendant l'injection dans l'injecteur	20
Échec du test du courant de fuite du DIF	21
Causes possibles	21
Procédure	21
Échec du test du courant de fuite du NPD	22
Échec du test de la ligne de base du DIF	23
Résoudre les problèmes de faible sensibilité du DIF	24
Le DIF ne s'allume pas	25
Le briquet du DIF ne luit pas pendant la séquence d'allumage	26
Corrosion dans le collecteur du DIF et dans le briquet d'allumage	27
Le FPD ne s'allume pas	28
Echec du processus de réglage du décalage du NPD	30
La buse du NPD ne s'allume pas	31
La température du FPD ⁺ n'est pas prête	32

Dispositif arrêté (défectueux) 33

3 Symptômes chromatographiques

Les temps de rétention ne sont pas reproductibles 36

La surface des pics n'est pas reproductible 37

Contamination ou transmission 38

Isolez la source 38

Vérifiez-en les causes possibles (toutes les combinaisons injecteur-détecteur) 38

Les pics sont plus grands que prévu 41

Les pics ne sont pas affichés/Il n'y a pas de pic 42

La ligne de base augmente pendant le programme de température du four 44

Mauvaise résolution des pics 45

Traînées des pics 46

Traînées des pics du NPD 47

Mesure du point d'ébullition d'un pic ou mauvaise résolution du poids moléculaire 48

Pour tout injecteur fonctionnant en mode avec division en combinaison avec un détecteur 48

Pour tout injecteur fonctionnant en mode sans division en combinaison avec un détecteur 48

Décomposition de l'échantillon dans l'injecteur/Pics absents 49

Front de pic 50

Détecteur bruyant, notamment pointes de dérive et de ligne de base. 51

Ligne de base bruitée 51

Gigue et dérive de la ligne de base. 54

Transitions brusques de la ligne de base 55

Bruit et sensibilité du détecteur à capture d'électron Microcell (μ ECD) 57

Évaluation du signal affiché 58

Sensibilité 59

Contamination (ligne de base élevée) 60

Faibles surface ou hauteur de pics (faible sensibilité) 61

Résoudre les problèmes de faible sensibilité du DIF 62

La flamme du DIF s'éteint pendant une analyse et essaie de se rallumer 64

Sortie de la ligne de base du DIF supérieure à 20 pA 65

Sortie de ligne de base du DIF au maximum (~8 Millions) 66

La flamme du FPD s'éteint pendant une analyse et essaie de se rallumer 67

Inhibition/reproductibilité du FPD 68

Sortie du FPD trop élevée ou trop faible 69

Surfaces de pics du FPD faibles 70

Largeur importante du pic à mi-hauteur du FPD 71

Sortie de ligne de base FPD élevée, > 20 pA 72

Inhibition du solvant dans le NPD 73

Réponse faible du NPD 74

Sortie de ligne de base NPD > 8 millions 75

La procédure de réglage du décalage du NPD ne fonctionne pas correctement 76

Sélectivité du NPD faible 77

Pics négatifs observés avec le TCD 78

La ligne de base du TCD affiche des traînées de pics de bruits sinusoïdaux atténués (ligne de base à oscillations amorties) 79

Les pics du TCD présentent une inflexion négative au niveau de la queue 80

4 Symptômes Non Prêt du CPG

Le CPG n'est jamais prêt 82

Le flux n'est jamais prêt 83

Le four ne refroidit jamais ou refroidit très lentement 84

Le four ne chauffe pas 85

La température n'est jamais prête 86

Impossible de régler le flux ou la pression 87

Un gaz n'atteint pas la valeur ajustée ou le point de consigne de la pression ou du flux 88

Un gaz dépasse la valeur ajustée ou le point de consigne du flux ou de la pression 89

La pression ou le flux dans l'injecteur fluctuent 90

Impossible de maintenir une pression aussi basse que la valeur de consigne dans un injecteur avec division 91

Le flux de colonne mesuré est différent du flux affiché 92

Le DIF ne s'allume pas 93

Le briquet du DIF ne luit pas pendant la séquence d'injection 94

Flux d'hydrogène et de gaz d'appoint mesurés dans le DIF ou le NPD très inférieurs à la valeur de consigne 95

Echec du processus de réglage du décalage du NPD 96

Le FPD ne s'allume pas 97

Vanne à l'état Not Ready 99

Vannes d'échantillonnage de gaz 99

5 Symptômes d'arrêt

Arrêts au niveau de la colonne 102

Arrêts de l'alimentation en hydrogène 103

Hydrogène utilisé dans les injecteurs et les flux de gaz auxiliaires 103

Arrêts thermiques 105

6 Symptômes de mise en marche et de communication du CPG

Le CPG ne se met pas en marche 108

Le PC ne parvient pas à établir de communication avec le CPG 109

Le CPG se met en marche, puis s'arrête pendant le démarrage (pendant l'auto-contrôle) 110

7 Recherche de fuites

Conseils pour la recherche de fuites 112

Rechercher les fuites externes 113

Rechercher les fuites au niveau du CPG 114

Effectuer une recherche de fuite d'injecteur 115

Définir des limites d'avertissement pour une recherche de fuite 117

Désactiver une limite d'avertissement pour la recherche d'une fuite d'injecteur 118

Chercher des fuites dans un injecteur avec/sans division 119

Impossible d'atteindre la Valeur ajustée ou le point de consigne de pression 119

Faible sensibilité ou mauvaise reproductibilité 120

Effectuer un test de perte de pression SS 121

Pour effectuer un test de perte de pression de l'injecteur SS sur le clavier logiciel (contrôleur à distance) 121

Pour corriger les fuites dans l'injecteur avec/sans division 125

Pour effectuer un test de perte de pression pour un injecteur purgé/rempli 126

Pour effectuer un Test de perte de pression d'injecteur sur un injecteur purgé/rempli 126

Pour corriger des fuites dans l'injecteur de colonne purgé/rempli	130
Chercher des fuites dans un injecteur de colonne remplie	131
Pour corriger des fuites dans l'injecteur de colonne remplie	133
Pour effectuer un Test de perte de pression COC	134
Pour effectuer un test de perte de pression sur un injecteur COC	134
Pour corriger les fuites dans l'injecteur Cool On-Column	138

8 Tâches de dépannage

Pour mesure le débit d'une colonne	140
Mesure du flux dans une colonne de DIF, TCD, μ ECD ou FPD	140
Mesure du flux de colonne d'un NPD	142
Mesure du flux de fuite ou de la purge du septum	144
Mesure du flux dans un détecteur	145
Mesure du flux dans un DIF, un TCD, un μ ECD ou un FPD	145
Mesure des flux dans un NPD	148
Lancer l'auto-contrôle du CPG	150
Vérifier ou surveiller la contre-pression de la ligne de fuite	151
Définir une limite d'avertissement pour la vérification du piège d'injecteur	152
Désactiver une limite d'avertissement pour le test du piège d'injecteur	153
Exécuter le test du piège d'injecteur	154
Effectuer un test d'étranglement de ligne de fuite avec/sans division	156
Vérifier qu'une ligne de fuite n'est pas contaminée	157
Réglage du Lit Offset du DIF	158
Vérifier que la flamme du DIF est allumée	159
Vérification du fonctionnement du briquet pendant la séquence d'allumage	160
Mesure du courant de fuite du DIF	161
Mesure de la sortie de la ligne de base du DIF	162
Isoler la cause du bruit du DIF	163
Mesure du courant de fuite du NPD	164
Vérifier qu'un injecteur DIF n'est pas bouché	165
Vérifier qu'une buse NPD n'est pas bouchée	166
Vérifier que la buse du NPD est allumée	167
Vérifier que la flamme du FPD est allumée	168

Réglage du Lit Offset du FPD	169
Quand remplacer les purificateurs de gaz	170
Ignorer l'état de préparation d'un dispositif	171
Réglage de l'heure et de la date	172



1

Principes fondamentaux et tâches générales

Principes fondamentaux [10](#)

Éléments configurables à actualiser en permanence [12](#)

Pour voir le journal d'exécution et d'évènement Log [14](#)

Informations à obtenir avant d'appeler Agilent pour une Assistance [15](#)



Principes fondamentaux

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

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

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

Effectuer un dépannage à l'aide de ce manuel

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

- 1 Observez les symptômes du problème.
- 2 Recherchez les symptômes dans ce manuel en utilisant la Table des Matières ou l'outil **Search**. Consultez la liste des causes possibles du symptôme.
- 3 Vérifiez chaque cause possible ou effectuez un test reproduisant la liste des causes possibles jusqu'à ce que le symptôme soit résolu.

Clavier logiciel

Lors du dépannage de problèmes, lancez le clavier logiciel afin d'accéder à toutes les informations disponibles dans votre CPG. Sauf indications contraires, toutes les procédures décrites dans ce manuel supposent l'utilisation du clavier logiciel (contrôleur à distance) pour expliquer comment accéder aux paramètres et aux informations du CPG.

La touche [Status]

Assurez-vous également d'utiliser les touches **[Status]** et **[Info]** sur le clavier logiciel tout en utilisant les informations de dépannage. Elles permettent l'affichage d'informations supplémentaires utiles sur l'état du CPG et de ses composants.

Conditions d'erreur

Si un problème survient, un message d'état s'affiche. Si le message indique un matériel cassé, d'autres informations peuvent être disponibles. Ouvrez le clavier logiciel (contrôleur à distance), connectez-vous au CPG, et appuyez sur la touche du composant applicable (par exemple, **[Front Det]**, **[Oven]**, ou **[Front Inlet]**).

Éléments configurables à actualiser en permanence

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

Configuration des injecteurs et des détecteurs

Assurez-vous de configurer le CPG et tous les composants associés pour prendre en compte toute modification concernant un injecteur ou un détecteur. Voici quelques exemples de composants à maintenir à jour en permanence suite à des modifications apportées à l'injecteur ou au détecteur :

Manchons : Le type de manchon à employer dépend du mode de l'injecteur du CPG (par exemple, mode avec division contre mode sans division) et de l'analyse.

Filtres du FPD : Les FPD nécessitent des débits de gaz différents pour fonctionner correctement. Configurez le débit en fonction du filtre FPD installé (phosphore ou soufre).

Buses pour FID et NPD : Utilisez une buse adaptée au type de la colonne installée (colonne capillaire ou colonne remplie).

Configuration de la colonne

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

Configuration de l'échantillonneur automatique de liquide

Mettez également la configuration de l'échantillonneur automatique de liquide (ALS) régulièrement à jour afin d'assurer un fonctionnement correct. Les éléments de l'ALS à conserver sont la taille de la seringue et le solvant installés ainsi que l'utilisation d'une bouteille de déchets usagée.

Configuration des gaz

AVERTISSEMENT

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

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

Pour confirmer la configuration du gaz :

- 1 Appuyez sur **[Config]**.
- 2 Faites défiler le détecteur approprié ou l'élément de colonne sur l'affichage et appuyez sur **[Enter]** pour voir le type de gaz configuré.

Pour voir le journal d'exécution et d'évènement Log

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

Pour accéder aux journaux, appuyez sur [**Journaux**] pour basculer sur le journal souhaité. L'écran affiche le nombre d'entrées contenues dans le journal. Faites défiler la liste.

Journal d'analyse

Le journal d'analyse consigne, pour chaque analyse, les déviations de la méthode prévue. Ce journal est écrasé au démarrage de chaque analyse. Les informations du journal d'analyse permettent d'appliquer les standards de bonnes pratiques de laboratoire (GLP) et peuvent être chargées vers un système de données Agilent. Lorsque le Journal d'analyse contient des entrées, l'indicateur **Journal d'analyse** du clavier logiciel s'allume.

Journal des événements

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

Informations à obtenir avant d'appeler Agilent pour une Assistance

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

- Symptômes
- Description du problème
- Matériel installé et paramètres/configuration au moment où l'erreur s'est produite (échantillon, type de gaz d'alimentation, débits des gaz, détecteurs/injecteurs installés, etc.)
- Les messages apparus à l'écran du CPG
- Le résultat des tests de dépannage que vous avez effectués
- Les informations sur l'instrument. Recherchez les informations suivantes :
 - Le numéro de série du CPG, qui peut être trouvé sur un autocollant situé sur le coin inférieur droit du CPG.
 - La révision du progiciel du CPG (appuyez sur [**Status**], puis [**Clear**])
 - La configuration d'alimentation du CPG (sur un autocollant situé sur le panneau arrière du CPG à gauche du câble d'alimentation du CPG)



- Appuyez sur la touche [**Status**] pour afficher les messages **Erreur**, **Not Ready** et **Shutdown** précédents.

Pour obtenir les numéros de contact d'assistance, visitez le site web d'Agilent www.agilent.com/chem.

1 Principes fondamentaux et tâches générales



2 Symptômes de l'ALS et du détecteur

Erreurs au niveau du piston	18
Voyant d'alignement sur la 7693A/7650A Tour d'injecteur activé	19
L'aiguille de la seringue se tord pendant l'injection dans l'injecteur	20
Échec du test du courant de fuite du DIF	21
Échec du test du courant de fuite du NPD	22
Échec du test de la ligne de base du DIF	23
Résoudre les problèmes de faible sensibilité du DIF	24
Le DIF ne s'allume pas	25
Le briquet du DIF ne luit pas pendant la séquence d'allumage	26
Corrosion dans le collecteur du DIF et dans le briquet d'allumage	27
Le FPD ne s'allume pas	28
La buse du NPD ne s'allume pas	31
La température du FPD ⁺ n'est pas prête	32
Dispositif arrêté (défectueux)	33



Erreurs au niveau du piston

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

- Le piston de la seringue est coincé ou n'est pas relié correctement au support de piston.
- Le solénoïde du piston est plié.
- L'encodeur du support de piston ne fonctionne pas.
- Le mécanisme de support du piston de l'autoinjecteur ne bouge pas.
- Le piston ne se déplace pas librement en raison d'un résidu d'échantillon ou de l'usure. Installez une nouvelle seringue, en veillant de la préparer avec du solvant avant de l'installer.

Procédure

- 1 Retirez la seringue, puis vérifiez que le piston n'est pas coincé ou plié.
- 2 Remplacez la seringue si nécessaire. Reportez-vous à la documentation pour le [7693A](#) ou [7650A](#), selon le cas.
- 3 Contrôlez la viscosité de l'échantillon par rapport au paramètre de viscosité sélectionné.
- 4 Modifiez le paramètre de viscosité si nécessaire.
- 5 Redémarrez la séquence.
- 6 Si l'erreur persiste, contactez le service d'assistance Agilent.

Voyant d'alignement sur la 7693A/7650A Tour d'injecteur activé

Si le voyant Mode d'alignement est allumé, vérifiez d'abord que la tourelle est correctement installée. Puis, effectuez la procédure d'alignement comme décrit dans le manuel [Installation, Fonctionnement et Maintenance de l'échantillonneur liquide automatique 7693A](#) ou le [Installation, Fonctionnement et Maintenance de l'échantillonneur liquide automatique 7650A](#).

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

AVERTISSEMENT

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

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

[Installation, Fonctionnement et Maintenance de l'échantillonneur liquide automatique 7693A](#)

[Installation, Fonctionnement et Maintenance de l'échantillonneur liquide automatique 7650A](#)

- Vérifiez que l'écrou de septum du CPG n'est pas trop serré.
- Vérifiez que la seringue est montée correctement dans le support chariot de la seringue.
- Vérifiez que le support et le guide de l'aiguille sont propres. Otez tout résidu ou dépôt dû au septum. Installez un nouveau support de pied de l'aiguille (7693A ou 7650A) si nécessaire.
- Vérifiez que vous utilisez la bonne seringue. La longueur totale du cylindre de la seringue et de l'aiguille doit être d'environ 126,5 mm.
- Vérifiez que les dimensions du flacon d'échantillon sont conformes aux spécifications.
- Vérifiez que la capsule à sertir est installée correctement. Reportez-vous à la documentation de votre échantillonneur.

Échec du test du courant de fuite du DIF

Causes possibles

Un échec du test de courant de fuite indique généralement un mauvais assemblage, une contamination ou une pièce endommagée.

Procédure

- 1 Si vous venez d'effectuer une maintenance sur le DIF, vérifiez d'abord que le détecteur est remonté correctement avant de suivre les procédures de dépannage le concernant.
- 2 **Remplacez** le PTFE (DIF) pour la contamination.
- 3 Assurez-vous que le ressort d'interconnexion n'est pas endommagé, plié ou encrassé. Le ressort d'interconnexion doit toucher le bas du collecteur. Si le ressort d'interconnexion est endommagé, plié, ou sale, appelez Agilent pour un service d'assistance.

Ressort
d'interconnexion
du DIF



Échec du test du courant de fuite du NPD

Un échec du test de courant de fuite indique généralement un mauvais assemblage, une contamination ou une pièce endommagée.

Si vous venez d'effectuer une maintenance sur le NPD, vérifiez d'abord que le détecteur est remonté correctement avant de suivre les procédures de dépannage le concernant.

- 1 Remplacez les **isolants céramiques**. Relancez le test.
- 2 Fixez la tension de la buse à 0,0 V. Éteignez le réglage du décalage. Consultez le résultat (courant de fuite).
- 3 Démontez la buse et rangez-la dans un emplacement sécurisé.
- 4 Retirez les trois vis qui maintiennent le couvercle, puis ôtez ce dernier.
- 5 Examinez le ressort d'interconnexion. Assurez-vous que le ressort d'interconnexion n'est pas endommagé, plié ou encrassé. Le ressort d'interconnexion doit toucher le bas du collecteur. Si le ressort d'interconnexion est endommagé, plié, ou sale, appelez Agilent pour un service d'assistance.
- 6 Si le ressort d'interconnexion n'est pas endommagé, plié, ou sale, et que le signal de sortie du détecteur est encore élevé, contactez Agilent pour un service d'assistance.

Échec du test de la ligne de base du DIF

Si vous venez d'effectuer une maintenance sur le DIF, vérifiez d'abord que le détecteur est remonté correctement avant de suivre les procédures de dépannage le concernant.

Si le DIF échoue au test de la ligne de base :

- Assurez-vous de la pureté et de la qualité du gaz.
- Remplacez les pièges chimiques encrassés/usés.
- [Procédez au dégazage](#) du détecteur.

Résoudre les problèmes de faible sensibilité du DIF

Voir la section « [Résoudre les problèmes de faible sensibilité du DIF](#) ».

Le DIF ne s'allume pas

- Vérifiez que le Lit est de $\leq 2,0$ pA.
- Assurez-vous que la température du DIF est suffisamment élevée pour permettre l'allumage (> 150 °C). Agilent recommande une température supérieure à 300 °C.
- Vérifiez que le briquet d'allumage du DIF luit pendant la séquence d'allumage. (Voir [Vérification du fonctionnement du briquet d'allumage pendant la séquence d'allumage.](#))
- Vérifiez que les pressions d'air et d'hydrogène sont conformes aux recommandations d'Agilent (hydrogène > 35 psi [210 kPa] et air > 55 psi [380 kPa]).
- Essayez d'augmenter les pressions d'alimentation dans le module de régulation des gaz du DIF. La flamme s'allume plus facilement sans modifier les points de consigne.
- Augmentez le débit d'hydrogène et baissez, ou désactivez, le débit de gaz d'appoint jusqu'à l'allumage, puis réduisez-les aux valeurs habituelles. Recherchez quelles sont les meilleures valeurs.

Augmentez le débit d'hydrogène et réduisez le débit du gaz d'appoint afin de permettre au FID de s'allumer plus facilement. S'il s'allume dans ces conditions modifiées, le problème provient peut-être d'une buse partiellement bouchée, d'un briquet d'allumage affaibli ou d'une fuite au niveau du raccord de la colonne.

- Vérifiez si une buse est raccordée ou raccordée partiellement. (Voir [Pour vérifier une buse de DIF bouchée.](#))
- Mesurez les débits dans le DIF. Les débits réels doivent être à ± 10 % du point de consigne. Le rapport hydrogène : air a une influence significative sur l'allumage. Un mauvais réglage du flux peut empêcher l'allumage de la flamme. (Voir [Mesure du flux dans un détecteur.](#))
- Si la flamme ne s'allume toujours pas, il y a peut-être une fuite importante dans le système. Les fuites importantes sont causées par des débits mesurés différents des débits réels ; il en résulte de mauvaises conditions d'allumage. Recherchez les fuites de manière approfondie dans tout le système, en particulier au niveau du raccord de colonne sur le DIF. (Voir [Vérification des fuites.](#))
- Vérifiez le débit dans la colonne. (Voir [Pour mesurer un flux de colonne.](#)) Le flux d'hydrogène doit être supérieur à la somme du flux dans la colonne et du flux d'appoint.
- Si l'analyse le permet, remplacez l'azote par de l'hélium (comme gaz d'appoint).

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

AVERTISSEMENT

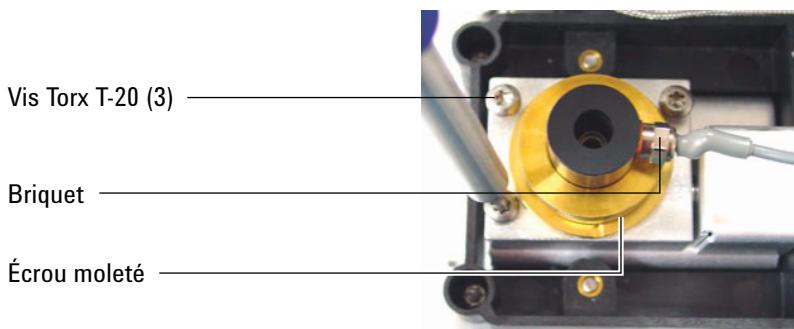
Ne restez pas à proximité de la cheminée du DIF pendant que vous effectuez cette tâche. Si vous utilisez de l'hydrogène, la flamme ne sera pas visible.

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

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

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

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



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

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

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

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

Le FPD ne s'allume pas

- Assurez-vous que la température du FPD est suffisamment élevée pour permettre l'allumage ($> 150\text{ }^{\circ}\text{C}$).
- Vérifiez les débits dans le FPD et assurez-vous qu'ils correspondent au type de filtre qui y est installé. Le rapport hydrogène : air a une influence significative sur l'allumage. Un mauvais réglage du débit peut empêcher l'allumage de la flamme.

Tableau 1 Débits recommandés pour le FPD

	Débits du mode soufre, ml/min	Débits du mode phosphore, mL/min
Transporteur (hydrogène, hélium, azote, argon)		
Colonnes remplies	10 à 60	10 à 60
Colonnes capillaires	1 à 5	1 à 5
Gaz détecteurs		
Hydrogène	50	75
Air	60	100
Vecteur + appoint	60	60

- Mesurez les débits réels dans le détecteur. (Voir [Mesure du flux dans un détecteur](#).)
- Vérifiez le bon fonctionnement du briquet d'allumage du FPD. (Voir [Vérifier que la flamme du FPD est allumée](#).)
- Contrôlez la valeur de **Lit offset**. La valeur typique de **Lit offset** est 2,0. Si la valeur est à zéro, cela signifie que l'auto-allumage n'est pas activé. Si la valeur est trop importante, le logiciel ne reconnaîtra pas que la flamme est allumée et éteindra alors le détecteur.
- Si la flamme n'est toujours pas allumée, cela peut être dû à une fuite plus importante dans le système. Cela peut être provoqué par des débits mesurés différents des débits réels; il en résulte de mauvaises conditions d'allumage. Recherchez les fuites de manière approfondie dans tout le système. (Reportez-vous à [Vérifier des fuites](#).)
- Essayer d'augmenter les pressions d'alimentation dans le module de régulation des gaz du FPD. La flamme s'allume plus facilement sans modifier les consignes.

- Sous certaines conditions d'utilisation, la flamme s'allumera plus facilement si le tube de mise à l'air est retiré. Après l'allumage de la flamme, installez à nouveau le tube de mise à l'air.
- Essayez de modifier le flux du mode phosphore, d'allumer la flamme et d'alterner progressivement vers les valeurs du soufre.
- Vérifiez les connexions des câbles au couplage, la connexion du couplage à l'allumeur, serrez l'allumeur.

Echec du processus de réglage du décalage du NPD

- Inspectez la buse pour contrôler si elle bouchée. (reportez-vous à [Pour vérifier une buse NPD bouchée.](#))
- Mesurez les flux réels dans le détecteur. (Voir [Mesure du flux dans un détecteur.](#)) Si les flux d'hydrogène ou de gaz d'appoint sont nuls ou beaucoup plus faibles que le flux affiché, suspectez une buse bouchée.
- Vérifiez l'état de la buse. [Remplacez](#) si nécessaire.
- Vérifiez que le réglage des flux est correct. Reportez-vous à [Informations sur les flux, les températures et la buse.](#)
- Si le processus échoue toujours, cela peut être dû à une fuite plus importante dans le système. Cela provoque des mesures de débits différentes de celles des débits réels. Vérifiez soigneusement la possibilité d'une fuite dans tout le système, en particulier le raccord de colonne du détecteur. (Voir [Recherche de fuites.](#))
- Réglez le temps de stabilisation sur 0.

La buse du NPD ne s'allume pas

- Réglez le temps de stabilisation sur 0.
- Vérifiez que le réglage des flux est correct et approprié. Reportez-vous à [Informations sur les flux les températures et la buse](#).
- Si le processus échoue toujours, cela peut être dû à une fuite plus importante dans le système. Cela provoque des mesures de débits différentes de celles des débits réels. Effectuez une vérification complète des fuites, en particulier le raccord de colonne/adaptateur du détecteur. (Voir [Recherche de fuites](#).)
- Vérifiez les messages relatant des défauts. Appuyez sur **[Mode Service]**, puis allez dans **Diagnostics > Détecteur avant ou Détecteur arrière > Signal du détecteur**. Vous pouvez aussi lire la tension de la buse.
- Vérifiez l'état de la buse. [Remplacez](#) si nécessaire.
- Inspectez la buse pour contrôler si elle bouchée. (Reportez-vous à [Pour vérifier une Buse NPD bouchée](#).)
- Mesurez les flux réels dans le détecteur. (Voir [Mesure du flux dans un détecteur](#).) Si les flux d'hydrogène ou de gaz d'appoint sont nuls ou beaucoup plus faibles que le flux affiché, suspectez une buse bouchée.

La température du FPD⁺ n'est pas prête

Si la température du bloc d'émission du FPD⁺ n'est pas prête :

- Vérifiez la température du four. Si la température du four est élevée (au delà-de 325 °C) pendant une longue période, réglez la température du bloc d'émission sur sa valeur supérieure (165 °C).
- Vérifiez la température de la ligne de transfert. Si la ligne de transfert est réglée sur une température très élevée (environ 400 °C), réglez la température du bloc d'émission sur une valeur d'au moins 150 °C.

Dispositif arrêté (défectueux)

Par défaut, le CPG surveille le statut de tous les équipements configurés (injecteurs, radiateurs de boîtier de valve, valves, radiateur de four, modules EPC ou EPR, et ainsi de suite) et il est prêt lorsqu'ils atteignent tous le point de consigne. Si le CPG détecte un problème sur l'un de ces équipements, il ne parviendra jamais à l'état prêt ou pourra se placer dans un état d'arrêt pour se protéger lui-même ou pour prévenir un risque mettant en péril la sécurité. Cependant, il peut y avoir des cas où vous ne souhaitez pas que l'état défectueux d'un équipement empêche le démarrage d'une analyse. Un exemple typique est celui d'un chauffage défectueux d'injecteur ou de détecteur. Normalement, ce défaut ne permet au CPG de parvenir à l'état prêt et de commencer une analyse. Toutefois, vous pouvez configurer le CPG afin d'ignorer ce problème pour pouvoir utiliser l'autre injecteur ou l'autre détecteur jusqu'à ce que l'équipement défectueux soit réparé.

Vous ne pouvez cependant ignorer l'état de tous les équipements. Vous pouvez ignorer l'état de préparation des injecteurs, détecteurs, des modules EPC ou EPR, ou du four. En revanche, vous ne pourrez jamais ignorer l'état des autres équipements et composants, comme par exemple, les équipements d'injection comme une vanne de sélection ou un échantillonneur automatique de liquide.

Pour ignorer le statut d'un dispositif :

- 1 Désactivez le chauffage de l'équipement et les débits de gaz s'il y a lieu. (Vérifiez que cela ne peut constituer un risque pour la sécurité.)
- 2 Appuyez sur **[Config]**, puis sélectionnez l'élément.
- 3 Faites dérouler jusqu'à **Ignore Ready** et appuyez sur **[On/Yes]** pour le fixer sur **True**.

Vous pouvez à présent utiliser le CPG jusqu'à ce que l'équipement soit réparé.

ATTENTION

N'ignorez pas l'état non prêt d'un équipement en cours d'utilisation sauf si vous ne vous souciez pas qu'il atteigne son point de consigne.

N'oubliez pas de remplacer un dispositif défectueux à l'état **Ignore Ready = False** après sa réparation. Sinon, son état (température, flux, pression, etc.) continuera à être ignoré, même si cet équipement est utilisé lors d'une analyse.

Pour considérer l'état de préparation d'un dispositif, réglez **Ignore Ready** sur **False**.

2 Symptômes de l'ALS et du détecteur



3 Symptômes chromatographiques

Les temps de rétention ne sont pas reproductibles	36
La surface des pics n'est pas reproductible	37
Contamination ou transmission	38
Les pics sont plus grands que prévu	41
Les pics ne sont pas affichés/Il n'y a pas de pic	42
La ligne de base augmente pendant le programme de température du four	44
Mauvaise résolution des pics	45
Traînées des pics	46
Mesure du point d'ébullition d'un pic ou mauvaise résolution du poids moléculaire	48
Décomposition de l'échantillon dans l'injecteur/Pics absents	49
Front de pic	50
Détecteur bruyant, notamment pointes de dérive et de ligne de base.	51
Bruit et sensibilité du détecteur à capture d'électron Microcell (μECD)	57
Faibles surface ou hauteur de pics (faible sensibilité)	61
La flamme du DIF s'éteint pendant une analyse et essaie de se rallumer	64
Sortie de la ligne de base du DIF supérieure à 20 pA	65
Sortie de ligne de base du DIF au maximum (~8 Millions)	66
La flamme du FPD s'éteint pendant une analyse et essaie de se rallumer	67
Inhibition/reproductibilité du FPD	68
Sortie du FPD trop élevée ou trop faible	69
Surfaces de pics du FPD faibles	70
Largeur importante du pic à mi-hauteur du FPD	71
Sortie de ligne de base FPD élevée, > 20 pA	72
Inhibition du solvant dans le NPD	73
Réponse faible du NPD	74
Sortie de ligne de base NPD > 8 millions	75
La procédure de réglage du décalage du NPD ne fonctionne pas correctement	76
Sélectivité du NPD faible	77
Pics négatifs observés avec le TCD	78
La ligne de base du TCD affiche des traînées de pics de bruits sinusoïdaux atténués (ligne de base à oscillations amorties)	79
Les pics du TCD présentent une inflexion négative au niveau de la queue	80



Les temps de rétention ne sont pas reproductibles

- Remplacez le septum.
- Vérifiez l'absence de fuite au niveau des connexions de l'injecteur, du manchon (le cas échéant) et de la colonne. (voir la section « Recherche de fuites »).
 - [Chercher des fuites dans un injecteur avec/sans division](#)
 - [Pour effectuer un test de perte de pression pour un injecteur purgé/rempli](#)
- Vérifiez que la pression de l'alimentation en gaz vecteur est suffisante. La pression fournie au CPG doit être supérieure d'au moins 40 kPa (10 psi) à la pression maximum de l'injecteur requise à la température finale du four.
- Lancez des reproductions de standards connus pour vérifier le problème.
- Vérifiez que vous utilisez un type de manchon approprié à l'échantillon injecté.
- S'il s'agit de la première analyse, tenez-en compte. (Le CPG s'est-il stabilisé ?)
- Si vous utilisez un DIF ou un NPD et que les temps de rétention augmentent (dérive), vérifiez que la buse n'est pas contaminée ou remplacez-la.
 - [Pour remplacer une Buse DIF](#)
 - [Vérifier qu'un injecteur DIF n'est pas bouché](#)
 - [Vérifier qu'une buse NPD n'est pas bouchée](#)

La surface des pics n'est pas reproductible

Vérifiez le fonctionnement de la seringue de l'ALS. (Voir la section de Dépannage du manuel utilisateur échantillon : [7693A, 7650A](#),.)

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

Contamination ou transmission

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

Isolez la source

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

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

Injecteur, échantillonneur, échantillon, alimentation en gaz

- Vérifiez le type et le montage du septum. Le septum du flacon se dissout peut-être dans l'échantillon. Assurez-vous que le septum du flacon est suffisamment résistant au solvant que vous utilisez. Vérifiez également que le septum du flacon est bien plat. Si le septum du flacon n'est pas plat, l'aiguille aura tendance à percer le septum et des morceaux de septum risquent de tomber dans l'échantillon, entraînant une contamination et des pics fantômes.
- Effectuez une [maintenance](#) complète : Remplacez toutes les pièces consommables et procédez au dégazage de l'injecteur.
- Vérifiez la transmission d'échantillon depuis les analyses précédentes. Effectuez plusieurs analyses à blanc sans injection et regardez si les pics fantômes disparaissent ou deviennent plus petits.
- Vérifiez le flux de purge du septum. S'il est trop bas, le septum peut avoir collecté des contaminations ou de la condensation a pu boucher la ligne de purge.
- Vérifiez les indicateurs et la date des pièges à gaz.

- Vérifiez la pureté du gaz. Effectuez des analyses répliquées, plusieurs avec un court intervalle entre elles, puis plusieurs avec un grand intervalle. Si les crêtes de contamination sont plus grandes pour les analyses réalisées avec l'intervalle le plus grand, suspectez du gaz contaminé : la contamination dispose de plus de temps pour se déposer sur la colonne et le manchon.
- Vérifiez que les conduites d'alimentation et leurs raccords ne sont pas contaminés.
- Si vous suspectez qu'il y a une contamination dans l'injecteur, effectuez la procédure de dégazage (SS, PP, PCI).
- Vérifiez le fonctionnement des injecteurs. Pour nettoyer l'injecteur et remplacer les pièces contaminées de l'injecteur.
 - Pour nettoyer l'injecteur avec/sans division
 - Pour nettoyer l'injecteur rempli purgé
 - Pour nettoyer l'injecteur de colonne remplie
 - Pour nettoyer l'injecteur de colonne à froid
- Vérifiez le niveau de solvant dans les bouteilles de rinçage de l'ALS.
- Remplacer si nécessaire la seringue ALS.
- Vérifiez le volume de l'injection d'échantillon. Vérifiez que l'ALS injecte suffisamment d'échantillon dans l'injecteur. Utilisez le calculateur de volume de vapeur du solvant pour déterminer la quantité d'échantillon à injecter.
- Les pics fantômes sont parfois causés par des flacons d'échantillon contaminés. Essayez d'utiliser des flacons neufs ou propres pour voir si les pics fantômes disparaissent.
- Les propriétés de certains échantillons changent sous l'effet de la chaleur ou des ultraviolets. Contrôlez la stabilité de l'échantillon.

Colonne, méthode

- Effectuer la maintenance de la colonne : [Dégazez](#) les contaminants, [retirez](#) la longueur contaminée de colonne près de l'injecteur, et [inversez et dégazez](#) la colonne si nécessaire.
- Si vous suspectez qu'il y a une contamination dans la colonne, effectuez la [procédure](#) de dégazage.
- Vérifiez que la température du programme du four et la durée suffisent pour l'injection des échantillons. Les pics fantômes plus larges que les pics d'échantillons adjacents peuvent provenir d'une analyse antérieure.

- Vérifiez si la colonne est contaminée. Les échantillons à forte masse moléculaire contenant des résidus peuvent contaminer la seringue, le manchon de l'injecteur ou le bas de la colonne.

Détecteur, alimentation en gaz du détecteur

- Vérifiez les indicateurs et la date des pièges à gaz.
- Vérifiez la pureté du gaz. Effectuez des analyses répliquées, plusieurs avec un court intervalle entre elles, puis plusieurs avec un grand intervalle. Si les crêtes de contamination sont plus grandes pour les analyses réalisées avec l'intervalle le plus grand, suspectez du gaz contaminé : la contamination dispose de plus de temps pour se déposer sur la colonne et le manchon.
- Vérifiez que les conduites d'alimentation et leurs raccords ne sont pas contaminés.
- Si vous suspectez qu'il y a une contamination dans le détecteur, effectuez la procédure de dégazage (FID, TCD, μ ECD).
- Vérifiez le fonctionnement des détecteurs. Remplacez les pièces contaminées du détecteur.
 - Pour maintenir le collecteur NPD, les isolants céramiques, et la buse
 - Maintenir le DIF

Les pics sont plus grands que prévu

- Vérifiez l'exactitude de la configuration de la dimension de chaque colonne en comparant celle-ci à la dimension réelle des colonnes. (Voir « [Eléments configurables à actualiser en permanence](#) ».)
- Vérifiez le volume de l'injection du passeur d'échantillons. En mode d'injection normal, l'échantillonneur utilise l'injection rapide afin d'injecter une quantité d'échantillon représentative. L'injection rapide réduit le fractionnement de l'aiguille. Les chromatogrammes produits avec des systèmes d'injection manuelle ou des systèmes d'injection automatique moins rapides montrent des proportions supérieures de substances à faibles masse moléculaire par rapport à celles à forte masse moléculaire, car les substances volatiles s'évaporent de l'aiguille plus vite que les substances à forte masse moléculaire.
- Vérifiez les capsules des flacons. Si les capsules des flacons ne sont pas suffisamment serrées, des substances volatiles risquent de s'échapper de l'échantillon. La capsule est correctement installée lorsque vous ne pouvez pas la dévisser facilement.
- Vérifiez la configuration de la dimension de la seringue. La dimension de certaines seringues est indiquée à demi-capacité. Si le volume maximum de seringue est marqué à la mi-hauteur du piston, et non en haut de celui-ci, entrez **deux fois** le volume indiqué lors de la configuration de la taille de la seringue.

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

- Si vous utilisez un autoéchantillonneur :
 - Assurez-vous que le flacon contient de l'échantillon.
 - Vérifiez que le support chariot du piston de l'ALS est fixé correctement au piston de la seringue.
 - Vérifiez que la seringue est installée correctement et prélève un échantillon.
 - Vérifiez que la tourelle est chargée correctement et que les injections ne viennent pas de flacons hors de séquence.
 - Observez le processus pour vous assurer que l'échantillon est introduit dans la seringue.
- Vérifiez que le détecteur utilisé est affecté à un signal.
- Vérifiez que la colonne est installée correctement.
- Assurez-vous que la colonne n'est pas bouchée. (voir la section « [Pour mesure le débit d'une colonne](#) »). Effectuer la maintenance [de colonne](#).
- Vérifiez qu'il n'y a pas de fuite. (voir la section « [Recherche de fuites](#) »).
- Contrôlez la configuration des flux puis mesurez les flux réels dans le détecteur. (voir la section « [Mesure du flux dans un détecteur](#) »).
- Les propriétés de certains échantillons changent sous l'effet de la chaleur ou des ultraviolets. Contrôlez la stabilité de l'échantillon.
- Vérifiez le niveau d'échantillon dans le flacon.
- Si l'échantillon est visqueux, essayez les solutions suivantes :
 - Augmentez le délai de viscosité.
 - Diluez l'échantillon dans un solvant à faible viscosité approprié.
 - Éteignez le ventilateur de la tour.

Si le problème est lié au détecteur, voir [Tableau 2](#).

Tableau 2 Dépannage du détecteur

Détecteur	Solution
DIF, FPD	• Vérifiez que l'électromètre est en marche. • Vérifiez que la flamme est toujours allumée.
TCD	• Vérifiez que le filament est sous tension. • Vérifiez que le gaz de référence n'est pas réglé sur zéro. (Le filament ne s'allume pas si le débit du gaz de référence est à zéro.)

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

- Vérifiez l'absence de ressuage de la colonne.
- Vérifiez l'absence de fuite/d'oxygène dans l'alimentation du gaz vecteur. L'oxygène peut endommager les colonnes capillaires à phase liée.
- Vérifiez l'indicateur ou la date du piège à oxygène de l'alimentation en gaz.
- Effectuez des analyses à blanc pour évaluer la ligne de base sans échantillon.
- Effectuez des analyses à blancs sans injection (retirez la seringue de l'injecteur et lancez une analyse) pour évaluer la ligne de base sans solvant.
- Vérifiez l'absence de contamination. (voir la section [Contamination ou transmission](#)).
- Prenez en compte l'effet de l'épaisseur du film de la colonne sur le ressuage. Essayez d'utiliser une colonne avec un film plus fin.
- Vérifiez l'absence de fuite au niveau des raccords de colonne. (voir la section « [Recherche de fuites](#) »).
- Préparez et utilisez un profil de compensation de colonne.

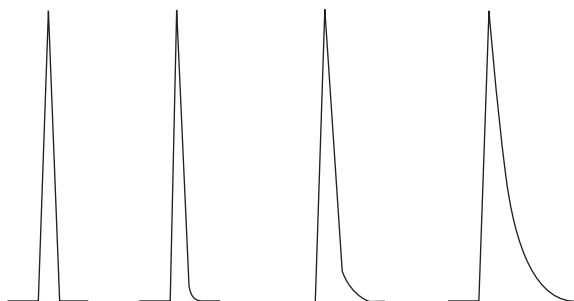
Mauvaise résolution des pics

- Réglez le flux de colonne pour optimiser la vitesse linéaire.
- Installez et utilisez des pièces consommables désactivées dans l'injecteur (par exemple, un manchon).
- Effectuez la maintenance de la colonne : **Dégazez** les contaminants, **retirez** la longueur contaminée de colonne près de l'injecteur, et **inversez et dégazez** la colonne si nécessaire.
- Vérifiez l'installation de la **colonne** aux deux extrémités.
- Sélectionnez une colonne de résolution supérieure.

Traînées des pics

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

- Quels sont les pics présentant une traînée ?
- Les traînées de pics sont-elles des composants actifs, tous les composants ou s'agit-il de tendances (comme des élués précoces ou tardifs) ?



- Vérifiez que la colonne ne présente pas de contamination importante.
 - Si vous utilisez une colonne capillaire, retirez 1/ 2 à 1 mètre de l'avant de la colonne.
 - Pour des phases greffées et réticulées, rincez la colonne avec du solvant.
 - Vérifiez l'éventuelle contamination de l'injecteur. Les traînées augmentent parfois avec la rétention des composés. Nettoyez l'injecteur et remplacez les pièces contaminées de l'injecteur. (Voir le manuel de maintenance 7820A.)
- Prenez en compte la phase stationnaire de la colonne (colonne active). Cela affecte uniquement les composés actifs. Une colonne active produit généralement des traînées qui augmentent avec le temps de rétention.
 - Remplacez la colonne.
- Vérifiez que la colonne a été coupée et installée correctement.
 - Réalisez une découpe carrée et propre, à l'aide d'un outil fiable.
 - Assurez-vous que l'installation ne présente aucune fuite. S'il existe une fuite au niveau du raccord de la colonne, vous verrez davantage de traînées pour les pics élués en premier. (voir la section « Recherche de fuites »).

- Prenez en compte le type des raccords, des manchons et des joints d'étanchéité de l'injecteur utilisés. L'un de ces éléments est peut-être contaminé ou actif.
 - Utilisez un manchon nouveau et désactivé. Cela affecte uniquement les composés actifs.
 - Nettoyez ou remplacez le joint d'étanchéité de l'injecteur.
- Vérifiez l'absence de particules solides sur les raccords (si vous en avez monté) et le manchon. Si des particules solides sont visibles, nettoyez ou remplacez.
- Dans le cas de l'injection capillaire sans division, prenez en compte la compatibilité entre le solvant et la colonne.
 - Utilisez un solvant différent. Cela aide dans les cas où il y a plus de traînées dans pour les premiers pics élués ou pour ceux les plus rapprochés du solvant.
 - Utilisez un intervalle de rétention de 3 à 5 mètres.
- Vérifiez que la technique d'injection est appropriée. Cela provient généralement d'une dépression inégale du piston ou de la présence d'échantillon dans l'aiguille de la seringue.
- Vérifiez la température de l'injecteur.
 - Si la température est trop élevée, les traînées sont généralement pires pour les premiers élués. Abaissez la température de l'injecteur de 50 °C.
 - Si la température est trop basse, les traînées augmentent généralement avec la rétention. Augmentez la température de l'injecteur de 50 °C.
- Vérifiez l'absence de volumes morts dans le système. Vérifiez la bonne [installation](#) de colonne aux deux extrémités.
 - Si les traînées de pics diminuent avec le temps de rétention, réduisez les volumes morts dans les connexions de ligne de transfert, les unions de silice fondue, etc.
 - Une colonne installée trop haut dans un détecteur ou un injecteur peut créer des zones de volumes morts.
- Inspectez les lignes de transfert à la recherche de points froids. Les points froids produisent généralement des traînées qui augmentent avec le temps de rétention.

Traînées des pics du NPD

Dans le cas du NPD, procédez comme suit :

- Vérifiez que vous utilisez une buse appropriée à l'échantillon analysé. Si vous procédez à l'analyse de phosphore, installez une buse noire. Les buses blanches peuvent entraîner la génération de traînées de pics lors de l'analyse de phosphore.
- Vérifiez que la buse [correcte](#) est installée. Utilisez une buse prolongée.
- [Remplacez](#) les isolants céramiques.

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

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

- Vérifiez l'absence de contamination dans l'injecteur. Nettoyez ou remplacez le manchon le cas échéant. Remplacez toutes les pièces consommables de l'injecteur. Voir le [Manuel de maintenance](#).
- Réglez la température de l'injecteur.
- Effectuez des analyses par rapport à une méthode connue afin de déterminer les performances attendues.

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

- Vérifiez le type du manchon. Utilisez un manchon optimisé pour l'analyse avec division—un contenant de la laine de verre ou un autre garnissage de surface pour permettre une vaporisation complète de l'échantillon.
- Augmentez la température de l'injecteur et vérifiez que la coupelle d'isolation est en place et contient de l'isolant.
- Vérifiez la découpe et le montage de la colonne dans l'injecteur. Reportez-vous au sujet sur l'injecteur [SS](#).

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

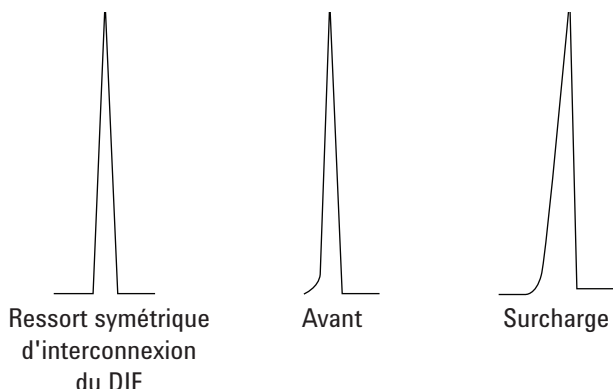
- Vérifiez l'absence de fuite dans l'injecteur. (voir la section « [Recherche de fuites](#) »).
- Vérifiez le type du manchon. Utilisez un manchon optimisé pour l'analyse sans division (volume important, désactivé).
- Vérifiez que la température de départ du four est inférieure au point d'ébullition du solvant.
- Vérifiez la découpe et le montage de la colonne dans l'injecteur. Reportez-vous au sujet sur l'injecteur [SS](#).
- Vérifiez que le volume de vapeur de solvant n'excède pas la capacité du manchon.
- Consultez le délai de purge approprié. (Volume manchon/débit colonne)

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

- Diminuez la température de l'injecteur.
- Vérifiez l'absence d'air ou d'eau dans le gaz vecteur, vérifiez la pureté des gaz et le fonctionnement des pièges.
- Vérifiez que le manchon installé est approprié à l'échantillon analysé.
- Effectuez une [maintenance](#) complète : Remplacez toutes les pièces consommables et procédez au dégazage de l'injecteur.
- Installez un manchon désactivé (si un manchon est utilisé).
- Vérifiez l'absence de fuite au niveau des raccords de septum, de manchon et de colonne. (voir la section « [Recherche de fuites](#) »).
- Installez un manchon à raccord direct Agilent.
- Utilisez une méthode à pression pulsée pour accélérer le transfert d'échantillon dans la colonne.
- Procédez au dégazage de l'injecteur. Consultez les rubriques suivantes :
 - [Pour dégazer les contaminants de l'injecteur avec/sans division](#)
 - [Pour dégazer les contaminants de l'injecteur rempli purgé](#)
 - [Pour dégazer les contaminants de l'injecteur de colonne rempli](#)
- Nettoyez l'injecteur. Consultez les rubriques suivantes :
 - [Pour nettoyer l'injecteur avec/sans division](#)
 - [Pour nettoyer l'injecteur rempli purgé](#)
 - [Pour nettoyer l'injecteur de colonne remplie](#)
 - [Pour nettoyer l'injecteur de colonne à froid](#)

Front de pic

La figure ci-dessous montre l'exemple de trois types de pics : symétrique, diffus ou surchargé.



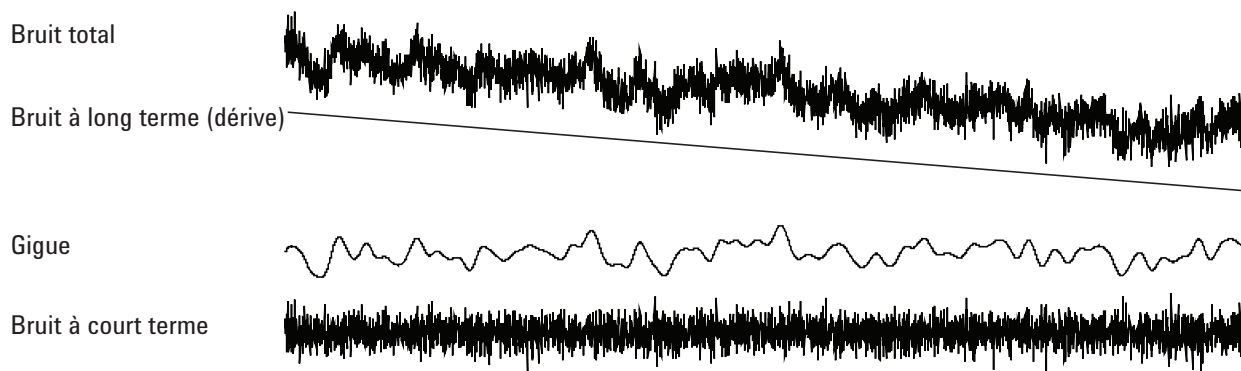
Si un front ou une surcharge de pic apparaît, essayez la procédure suivante :

- Vérifiez que le volume d'injection est approprié. La surcharge de colonne est la cause la plus fréquente des fronts de pics.
 - Diminuez le volume d'injection, diluez l'échantillon et/ou augmentez le rapport de division.
 - Changez le type de colonne ou l'épaisseur du film.
- Assurez-vous que la colonne est **correctement** installée. Si ce n'est pas le cas, insérez la colonne dans l'injecteur.
- Vérifiez que la technique d'injection utilisée est appropriée. Cela provient généralement d'une dépression inégale du piston ou de la présence d'échantillon dans l'aiguille de la seringue.
- Si vous utilisez l'injection capillaire sans division, prenez en compte la solubilité des composants dans le solvant de l'injection.
 - Remplacez le solvant.
 - Utilisez un intervalle de rétention.
- Vérifiez la pureté du solvant de l'échantillon. Pour les solvants présentant de grandes différences de polarité ou de points d'ébullition, un solvant d'échantillon mélangé peut provoquer des fronts de pics. Remplacez le solvant de l'échantillon.

Détecteur bruyant, notamment pointes de dérive et de ligne de base.

La mesure du bruit doit être effectuée dans les conditions « normales » d'utilisation, avec une colonne connectée et le gaz vecteur. Le bruit ou la dérive de l'électromètre DIF, par exemple, ne donnera pas beaucoup d'indications sur la façon dont le détecteur fonctionnera en pratique car des sources importantes de bruit ne sont pas incluses dans cette mesure. Le bruit est généralement composé d'un composant haute fréquence (électronique à l'origine) et de composants basse fréquence appelés gigue et dérive.

La gigue évolue dans une direction aléatoire mais à une fréquence plus basse que le bruit électronique à court-terme. Le bruit à long terme (dérive) est une modification monotone du signal sur une période qui est longue par rapport à la gigue et au bruit électronique (voir ci-dessous). Des termes comme « court » et « long » sont exprimés par rapport à la largeur des pics chromatographiques. En général, l'un mesure le bruit sur une période de temps correspondant à environ 10 fois la largeur du pic à mi-hauteur (ou 10 fois le rapport zone/hauteur d'un pic gaussien). Des mesures portant sur de plus longues/courtes périodes peuvent sur/sous-estimer le bruit.



Ligne de base bruitée

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

- Vérifiez l'absence de fuite au niveau des raccords de colonne dans tous les détecteurs. (voir la section « [Recherche de fuites](#) »).
- Pour le DIF, voir [Isoler la cause du bruit du DIF](#).
- Pour le TCD, vérifiez la collecte de données à ≤ 5 Hz.

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

- Prenez en compte les modifications récentes apportées au système.
- Procédez au dégazage de l'injecteur. Consultez les rubriques suivantes :
 - Pour dégazer les contaminants de l'injecteur avec/sans division
 - Pour dégazer les contaminants de l'injecteur rempli purgé
 - Pour dégazer les contaminants de l'injecteur de colonne rempli

Le dégazage peut réduire le ressuage du septum et des autres contaminants. Les nouveaux septa peuvent contribuer au bruit à partir du ressuage du matériel à faible masse moléculaire. Si le bruit diminue lorsque la température de l'injecteur est réduite, la cause semble évidente. Utilisez uniquement des septa de haute qualité et stockez-les à un emplacement où ils ne peuvent être contaminés.

- Vérifiez la pureté des gaz vecteur et du détecteur. Si une bouteille a été remplacée récemment et que l'ancienne contient encore un peu de gaz, essayez d'utiliser cette dernière pour vérifier si le bruit baisse.

Si le nouveau gaz est contaminé au point de saturer les pièges, l'essai avec l'ancienne bouteille peut ne montrer qu'une faible amélioration tant que les pièces ne sont pas remplacées ou régénérées. Ce problème est plus fréquent avec l'azote employé comme gaz vecteur. Essayez de travailler avec un fournisseur de gaz fiable.

- Pour le TCD, vérifiez les fluctuations de la pression de l'air au CPG. Des courants d'air issus d'un ventilateur ou d'un appareil de climatisation et transitant par le CPG peuvent interférer avec le gaz sortant du détecteur. Il s'agit d'une cause possible de bruit, bien que peu probable, car les détecteurs sont bien protégés. Éteindre la source du courant d'air ou protéger la sortie du détecteur permet d'identifier le problème. Installez le restricteur de sortie du TCD (G1532-60070).
- Les connexions desserrées du détecteur ou son trajet de signal génèrent du bruit.
- Vérifiez que le remontage a été effectué correctement suite une maintenance récente.
- Vérifiez l'absence de contamination du détecteur.

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

- Dégazez le détecteur (DIF, TCD, μ ECD).
- Vérifiez l'absence de contamination du détecteur. Remplacez les pièces selon les besoins.
- Vérifiez l'absence de contamination dans la colonne et l'injecteur.
- Vérifiez l'absence de contamination dans le DIF ou le NPD.
 - Vérifier qu'un injecteur DIF n'est pas bouché
 - Pour remplacer une Buse DIF
 - Vérifier qu'une buse NPD n'est pas bouchée
 - Maintenance du collecteur, des isolants en céramique et de la buse du NPD
- Vérifiez que le tube du photomultiplicateur du FPD est monté correctement. Si ce n'est pas le cas, de faibles fuites et en conséquence du bruit peuvent en résulter.

Les DIF peuvent amasser graduellement des dépôts dans le détecteur. Dans les cas extrêmes, des transitions surviennent avec un niveau élevé de bruit.

Des dépôts de carbone (noirs) peuvent se former à partir des solvants mal brûlés (matières chlorées et aromatiques). Évitez d'utiliser de tels solvants, dans la mesure du possible. Si vous devez les utiliser, veillez à nettoyer le détecteur régulièrement.

Le dioxyde de silicium (blanc) se forme lorsque le ressuage d'une colonne de silicone est brûlé par la flamme. Pour minimiser ce problème, utilisez de faibles chargements de colonne, sélectionnez des phases avec des limites de température élevées, préparez consciencieusement les colonnes avant utilisation, et utilisez les plus basses températures de four possibles pour l'analyse.

Pour supprimer ces types de dépôts, démontez le détecteur et frottez avec une petite brosse. Un solvant (peu importe lequel) aide à mieux éliminer les particules.

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

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

Gigue et dérive de la ligne de base.

La gigue et la dérive de la ligne de base peuvent apparaître lorsque le réglage du flux ou de la température a été modifié. Si le système ne s'est pas stabilisé dans les nouvelles conditions avant le lancement de l'analyse, des modifications dans la ligne de base apparaîtront. Les cas suivants s'appliquent dans l'hypothèse qu'un délai de stabilisation suffisant s'est écoulé depuis la dernière modification des conditions de fonctionnement.

Si une gigue de la ligne de base apparaît, vérifiez l'absence de fuite, en particulier au niveau du septum et de la colonne. (voir la section « [Recherche de fuites](#) »). Si la fuite se situe au niveau à l'extrémité de la colonne où se trouve le détecteur, les temps de rétention sont stables d'une analyse à l'autre, mais la sensibilité est réduite. Si elle se situe à l'extrémité de l'injecteur, la sensibilité est réduite et les temps de rétention augmentés.

Vérifiez également si le programme de température du four est suffisant.

La dérive de la ligne de base apparaît quant à elle durant la programmation de la température. Pour corriger la dérive de la ligne de base, procédez comme suit :

- Vérifiez que la compensation de colonne est utilisée et que le profil est actuel. (Pour compenser le ressuage).
- Vérifiez que la colonne est conditionnée.
- Vérifiez le ressuage de la colonne à la température d'utilisation.
- Vérifiez le mode de signal affecté à la colonne dans le système de données.
- Vérifiez le profil de compensation de la colonne. Il peut être trop faible (dérive de haut niveau) ou trop excessif (dérive de bas niveau).

Cette cause de dérive est minimisée par une préparation rigoureuse de la colonne. Le fonctionnement à une température inférieure réduit la dérive mais prolonge l'analyse. Utiliser une colonne équivalente chromatographiquement avec une limite de température supérieure est également possible.

Transitions brusques de la ligne de base

Il y a deux types de transitions brusques de la sortie de la ligne de base : cyclique et aléatoire. Les transitions brusques ne se relèvent généralement pas à l'écran, mais uniquement sur un tracé ou un tracé en ligne.

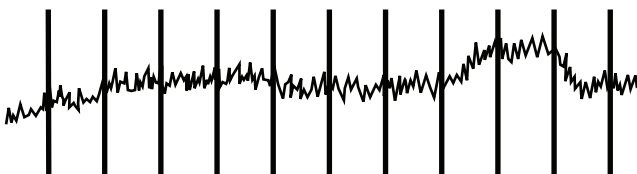


Figure 1 Transition cyclique

La transition cyclique peut être provoquée par les éléments suivants :

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

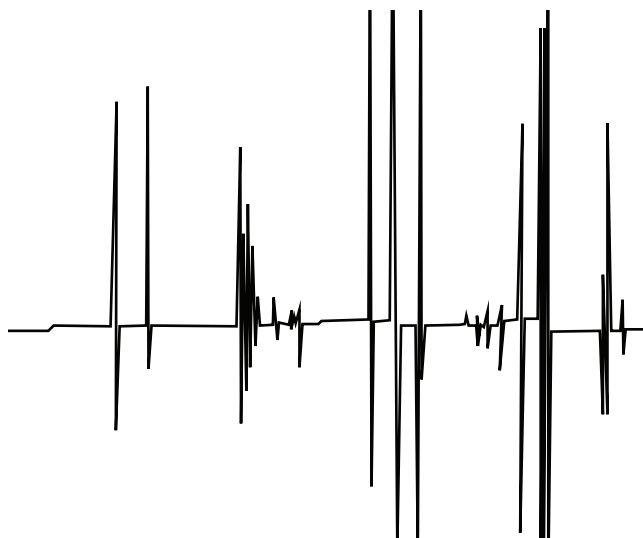


Figure 2 Transition aléatoire

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

- Vérifiez la contamination éventuelle du détecteur. Dans un DIF extrêmement encrassé, les particules de carbone ou de dioxyde de silicium peuvent se briser et tomber dans la zone de détection.
- Dans le cas d'une colonne remplie, vérifiez que la sortie de celle-ci est convenablement obturée à l'aide de laine de verre. Les particules de remplissage sont alors aspirées dans le détecteur. Une fiche de laine de verre défectueuse ou absente à la sortie de la colonne remplie provoquera ce comportement. Cela peut se produire avec n'importe quel détecteur, mais un détecteur à flamme y est particulièrement sensible en raison de l'orifice étroit de la buse.
- Vérifiez le montage de la colonne remplie. Le bas de la buse ou l'extrémité d'un tube de transfert pénètre dans l'extrémité de la colonne. En cas de contact avec une fiche de laine de verre, des pointes se produisent.
- Vérifiez que la buse utilisée est la bonne. Consultez les rubriques suivantes :

Bruit et sensibilité du détecteur à capture d'électron Microcell (μ ECD)

ATTENTION

Le désassemblage du détecteur et/ou les procédures de nettoyage autres que thermiques doivent être effectués par un personnel dûment formé et autorisé à manipuler des matériaux radioactifs. Des quantités infimes de ^{63}Ni radioactif peuvent se détacher pendant ces procédures et risquent de vous exposer à des rayonnements dangereux.

AVERTISSEMENT

Pour éviter la possible contamination dangereuse de la zone avec des matières radioactives, le système d'évacuation du détecteur doit toujours être connecté à une hotte ou être ventilé en accord avec la réglementation locale.

Les problèmes de performances associés à l'ECD comprennent (sans s'y limiter) la perte de sensibilité (réelle ou perçue), des signaux d'arrière-plan élevés, une ligne de base bruitée et des pics chromatographiques qui ne sont pas caractéristiques des échantillons injectés.

Si les problèmes ne sont pas accompagnés d'une augmentation de la sortie du signal, comme lu à l'avant du clavier du CPG, suspectez alors le détecteur uniquement après avoir vérifié les autres parties du système chromatographique.

Avant de démarrer des procédures complètes de dépannage, tenez d'abord compte de la nature du problème :

- 1 Si des modifications ont été récemment apportées au système (par exemple, changement de gaz vecteur ou du détecteur, maintenance de la colonne ou de l'injecteur, ou encore changement de colonne), vérifiez si elles ont pu provoquer une contamination ou des fuites.
- 2 Si le problème est chronique et apparaît suffisamment important pour interférer avec l'analyse, suspectez une contamination, une dégradation de la colonne ou, en dernier recours, une cellule ECD défaillante.

Voir aussi :

« Évaluation du signal affiché »

« Sensibilité »

Évaluation du signal affiché

Le premier élément à considérer est la valeur du signal lorsque le CPG est inactif. Le niveau de signal « inactif » est une fonction du type et de la qualité des gaz vecteur et du détecteur, ainsi que des débits et de l'application. Il peut être différent pour des situations différentes mais en règle générale, les valeurs suivantes s'appliquent (Tableau 3). Figure 3 montre les stades typiques du cycle de vie μ ECD.

Tableau 3 Évaluation du signal μ ECD

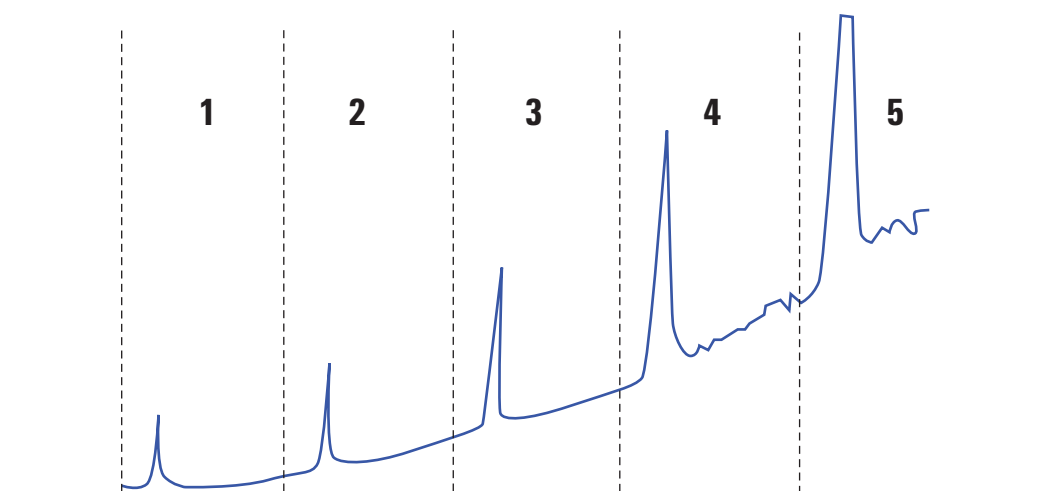
Signal ECD	Remarques
<200	Le μ ECD fonctionne correctement.
200 à 400	Signal légèrement élevé, ne constitue pas un motif de préoccupation à ce stade. Le signal se trouve encore dans une plage « correcte ».
400 à 1000	Le système montre des signes de contamination par les gaz, la colonne ou les échantillons. Si le signal augmente en réponse à une augmentation de la température du four, suspectez la colonne.
1000 à 2000	Suspectez une contamination plus grave ; suivez les instructions de dépannage.
>2000	Si les procédures suivantes n'ont pas l'effet escompté, suspectez la cellule μ ECD.

REMARQUE

La ligne de base de l' μ ECD peut demander jusqu'à 24 heures pour se stabiliser complètement, particulièrement si vous débutez avec un système froid et que vous souhaitez obtenir un fonctionnement de haute sensibilité. Pour des résultats très précis, exécutez le détecteur en conditions normales de fonctionnement aussi longtemps que possible (au moins 2 heures et jusqu'à 24 heures) avant de lancer le test de fréquence.

Si vous devez procéder à une injection dans un injecteur inutilisé, vous devez utiliser des septa à faible ressuage. Assurez-vous de préparer les nouveaux septa avant utilisation dans un injecteur pendant plusieurs heures avec un débit vecteur de 1 à 5 ml/min.

Étapes du cycle de vie ECD typique :

**Étape 1 : Nouvelle cellule**

Bruit de fond = 100 Hz. La cellule est conforme à la norme signal/bruit Agilent.

Étape 2 : 6 mois – 1 an

Bruit de fond = 180 Hz. Réponse augmentée.

Étape 3 : 1–2 ans

Bruit de fond = 350 Hz. Plus de réponse, bruit en augmentation, rapport signal/bruit inférieur.

Étape 4 : 2-4 ans

Bruit de fond > 500 Hz. Ligne de base bruitée, pics négatifs. Nettoyage thermique nécessaire.

Étape 5 : 4-10 ans

Bruit de fond > 1 000 Hz. Réponse très élevée. Très bruité, cellule contaminée. Changement de cellule nécessaire.

Figure 3 Cycle de vie ECD typique

Sensibilité

Si l'ECD se situe dans la plage de signaux « corrects » et que la sensibilité pose problème, les problèmes proviennent certainement de l'injecteur ou de la colonne. Envisagez les problèmes suivants :

- 1 Si vous utilisez un injecteur en modes avec/sans division, vérifiez que le mode n'a pas changé et que la vanne de division fonctionne. Pour ce faire, vérifiez la modification correspondante dans la réponse en réalisant une injection avec division, puis une autre sans division, en conservant les autres paramètres de méthode. Si vous utilisez le mode avec division, vérifiez le débit de division à l'aide d'un débitmètre.
- 2 Contrôlez tous les débits. Voir la section « [Mesure du flux dans un DIF, un TCD, un \$\mu\$ ECD ou un FPD](#) ».

- 3 Assurez-vous qu'une maintenance complète de l'injecteur a été réalisée. Cette opération inclut la découpe et la réinstallation de la colonne.
- 4 Vérifiez le bon fonctionnement du dispositif d'injection. Si la méthode utilise une vanne d'échantillonnage, réalisez une injection directe par seringue d'une concentration similaire à celle introduite par la vanne. Excluez tout problème avec la vanne.
- 5 Inspectez le manchon mélangeur dans le raccord de gaz d'appoint. Un petit morceau de graphite ou une légère contamination de l'échantillon réduisent la sensibilité. Voir [Pour remplacer le manchon mélangeur dentelé en silice fondue \$\mu\$ ECD et installer l'adaptateur de gaz d'appoint.](#)

Contamination (ligne de base élevée)

Si l'ECD présente une ligne de base supérieure à celle attendue pour son âge, vérifiez ce qui suit :

- Excluez toutes les autres causes possibles. Voir « [Sensibilité](#) » ci-dessus. Vérifiez également les alimentations en gaz vecteur et du détecteur, les pièges à gaz et la colonne.
- Inspectez le manchon mélangeur dans le raccord de gaz d'appoint. Un petit morceau de graphite peut contaminer les résultats. Voir [Pour remplacer le manchon mélangeur dentelé en silice fondue \$\mu\$ ECD et installer l'adaptateur de gaz d'appoint.](#)
- Si la ligne de base du détecteur est > 500 Hz, quel que soit l'âge du détecteur, [dégazez](#) le détecteur. Laissez tourner pendant 1 à 2 jours.

Faibles surface ou hauteur de pics (faible sensibilité)

- Si vous utilisez un injecteur en mode avec division, vérifiez le rapport de division.
- Vérifiez qu'il n'y a pas de fuite. (Voir « [Recherche de fuites](#) ».) Pour résoudre les problèmes concernant les petites fuites d'un injecteur avec/sans division, voir [Chercher des fuites dans un injecteur avec/sans division](#).
- Vérifiez l'absence de contamination dans l'injecteur. (voir la section « [Contamination ou transmission](#) »).
- Contrôlez toutes les colonnes et vérifiez qu'elles ont été découpées et montées correctement à chaque extrémité.
- Vérifiez que le type de colonne est le bon.
- Effectuez la maintenance de la colonne : [Dégazez](#) les contaminants, [retirez](#) la longueur contaminée de colonne près de l'injecteur, et [inversez et dégazez](#) la colonne si nécessaire.
- Vérifiez que le type de manchon est approprié pour l'échantillon.
- Vérifiez que le réglage des flux dans le détecteur est correct.

Mesurez les flux réels dans le détecteur. Si aucun débit réel ne correspond à l'affichage du CPG, vérifiez la présence d'une contamination et de restrictions (par exemple, une buse bouchée). Consultez les rubriques suivantes :

- [Mesure du flux dans un détecteur](#)
- [Vérifier qu'un injecteur DIF n'est pas bouché](#)
- [Vérifier qu'une buse NPD n'est pas bouchée](#)
- vérifiez la pureté du [gaz d'alimentation](#).
- Vérifiez tous les indicateurs et les dates des pièges.
- Vérifiez que les paramètres de la méthode sont corrects.
- Les propriétés de certains échantillons changent sous l'effet de la chaleur ou des ultraviolets. Contrôlez la stabilité de l'échantillon.
- Vérifiez la configuration de la dimension de la seringue. La dimension de certaines seringues est indiquée à demi-capacité. Si le volume maximum de seringue est marqué à la mi-hauteur du piston, et non en haut de celui-ci, entrez **deux fois** le volume indiqué lors de la configuration de la taille de la seringue.

- Si la chute dans la zone de pic ou de hauteur s'est produite graduellement en raison d'une élévation de la ligne de base, plutôt qu'un changement soudain, vérifiez la contamination éventuelle du détecteur. Dégazez le détecteur (DIF, TCD, μ ECD).

Si vous utilisez un DIF :

- Vérifiez que la buse **correcte** est installée.
- Vérifiez la propreté de la buse.
- Vérifiez qu'aucune pièce du détecteur n'est contaminée.
 - Pour effectuer la Maintenance sur l'assemblage du collecteur du DIF
 - Vérifier qu'un injecteur DIF n'est pas bouché

Si vous utilisez un μ ECD :

- Remplacer le manchon mélangeur rainuré en silice fondue.
- Remplacez et réinstallez la colonne.

Si vous utilisez un NPD :

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

Si vous utilisez un FPD :

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

Résoudre les problèmes de faible sensibilité du DIF

En utilisation normale, le DIF peut développer des dépôts sur le collecteur, les isolants, la buse, etc. Pour réduire l'accumulation de la contamination, Agilent conseille d'utiliser le détecteur à 300 °C ou à une température plus élevée. Cependant, même en utilisation normale, des dépôts se développent dans la buse (généralement de la silice blanche provenant du ressuage de la colonne, ou de la suie carbonée noire). Ces dépôts réduisent la sensibilité et provoquent du bruit chromatographique et des pointes. Les buses demandent un nettoyage ou un remplacement périodique. La procédure suivante vérifie les causes d'une faible sensibilité par fréquence d'occurrence.

Pour la perte de sensibilité associée à du bruit, de la gigue ou une dérive, voir également « [Détecteur bruyant, notamment pointes de dérive et de ligne de base.](#) ».

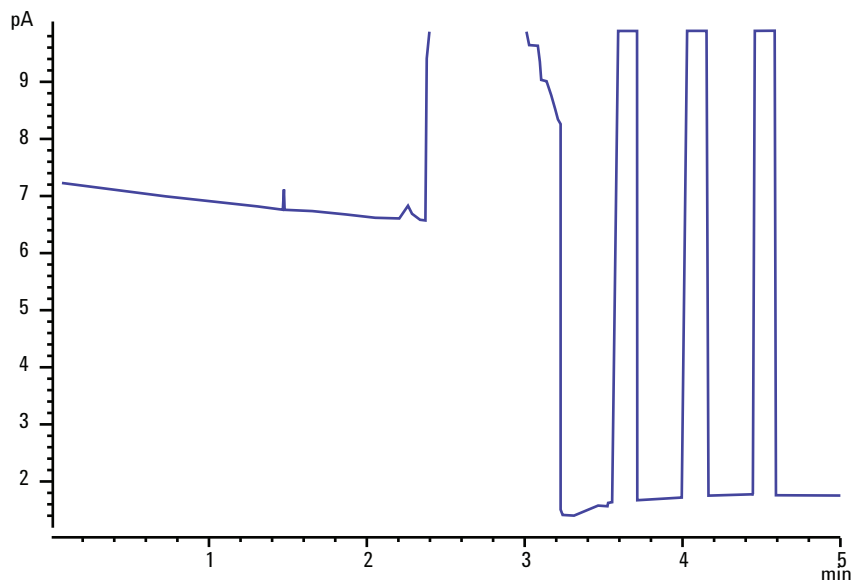
- 1 Vérifiez les paramètres de débit du détecteur. Voir [Conditions de démarrage recommandées pour les nouvelles méthodes DIF](#).

La règle générale établit un rapport de débit 1 : 1 entre hydrogène et (colonne + gaz d'appoint).

- 2 Mesurez les flux réels dans le détecteur. Voir la section « [Mesure du flux dans un détecteur](#) ». Si les débits réels d'hydrogène, d'appoint et de la colonne capillaire sont inférieurs à l'affichage, la buse commence à se boucher. Voir « [Vérifier qu'un injecteur DIF n'est pas bouché](#) ».
- 3 Vérifiez que la colonne est correctement installée. Réinstallez-la. Voir [Pour installer une colonne capillaire dans le DIF](#). Assurez-vous que la colonne est installée correctement sur toute sa longueur et retirée sur 1–2 mm (DI de la colonne > 100 µm).
- 4 Vérifiez les paramètres de l'injecteur qui contrôlent la ventilation, comme le rapport de division et le délai de purge sans division. Assurez-vous que l'échantillon n'est pas ventilé par inadvertance.
- 5 Réalisez la maintenance de l'injecteur (remplacez toutes les pièces consommables), puis effectuez un test de pression sur l'injecteur. Voir le [manuel de maintenance](#) et « [Recherche de fuites](#) ».
- 6 Procédez à une maintenance DIF complète. Démontez le DIF et nettoyez ou remplacez toutes les pièces. Consultez les références suivantes :
 - [Pour effectuer la Maintenance sur l'assemblage du collecteur du DIF](#)

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

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



Après l'extinction, le CPG essaie trois fois de rallumer la flamme. Le CPG essaie de se rallumer dès que la sortie du détecteur chute sous le point de consigne **Lit offset**, peu importe si la flamme a ou non été éteinte. (Dans un système très propre, la sortie de la ligne de base peut être inférieure à 2 pA.)

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

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

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

- Vérifiez que le paramètre **Lit offset** du DIF est approprié pour l'analyse (typiquement < 2,0 pA).
- Vérifiez si un pic aromatique ou de l'eau n'ont pas éteint la flamme.
- Vérifiez que les buses ne sont pas partiellement bouchées. Mesurez les flux réels de l'hydrogène, de l'air et du gaz d'appoint dans le détecteur. (voir la section « [Mesure du flux dans un détecteur](#) »).
- Vérifiez les fuites au raccord de colonne du détecteur. (voir la section « [Recherche de fuites](#) »).

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

- Vérifiez la pureté du gaz vecteur et du gaz alimentant le détecteur.
- Vérifiez l'absence de ressuage sur la colonne. Baissez la température du four sur la température ambiante. Si la sortie du détecteur chute de manière importante, suspectez une contamination ou le ressuage de la colonne, ou un gaz vecteur contaminé. Confirmez le ressuage de la colonne en désactivant le débit de la colonne (avec le four à froid) et en vérifiant la sortie du détecteur.
- Vérifiez les indicateurs et la date des pièges des gaz d'alimentation et assurez-vous que ces pièges ne sont pas épuisés.
- Vérifiez que le remontage du détecteur a été effectué correctement suite une maintenance récente.
- Vérifiez l'absence de contamination du détecteur. [Dégazez](#) le détecteur.
- Vérifiez que le courant de fuite est $< 2,0$ pA. (voir la section « [Mesure du courant de fuite du DIF](#) »).

Sortie de ligne de base du DIF au maximum (~8 Millions)

Si la sortie du DIF semble coincée sur une valeur très élevée (jusqu'à 8 millions), vérifiez un éventuel court-circuit du collecteur.

- 1 Vérifiez si le ressort d'interconnexion est plié. **Retirez** l'ensemble collecteur et inspectez visuellement le ressort.
- 2 **Désassemblez** l'ensemble collecteur et vérifiez visuellement de l'accumulation de rouille sur les pièces. Remplacez les pièces selon les besoins. Pour éviter ce problème, faites fonctionner le détecteur à > 300 °C.
- 3 Vérifiez la présence éventuelle de carbonisation dans le détecteur provoquée par l'injection ou des solvants chlorés ou aromatiques. Pour éviter ce problème, faites fonctionner le détecteur à >300 °C. **Réassemblez** et installez le collecteur et faites fonctionner le détecteur en utilisant des débits d'air et d'hydrogène plus élevés (l'air doit être à 450 ml/min, l'hydrogène à 35 ml/min).

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

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

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

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

- Vérifiez que le paramètre **Lit offset** est inférieur à la ligne de base normale.
- Vérifiez qu'il n'y a pas de fuite. (voir la section « [Recherche de fuites](#) »).
- Contrôlez la configuration des flux puis mesurez les flux réels dans le détecteur. (voir la section « [Mesure du flux dans un détecteur](#) »).
- Certaines conditions environnementales, telles que :
 - Champs magnétiques forts
 - Fortes variations de la température ambiante
 - Fortes variations de la pression atmosphérique

peuvent provoquer artificiellement un faible signal dans le CPG, indiquant erronément que la flamme s'est éteinte. En conséquence, l'analyse se termine et le CPG essaie de rallumer la flamme déjà allumée.

Vous pouvez vérifier que la flamme est allumée en plaçant une surface froide et brillante (un miroir, par exemple) par dessus la conduite de sortie. Une condensation à la surface indique que la flamme est allumée.

Réinitialisez **Lit offset** à 2,0.

Inhibition/reproductibilité du FPD

L'inhibition des hydrocarbures se produit lorsqu'une forte concentration de dioxyde de carbone issue d'un pic d'hydrocarbure passe par la flamme au même moment que des molécules de soufre. Une partie de la lumière émise par les molécules de soufre est absorbée par certaines molécules de CO₂.

L'auto-inhibition se produit lors de fortes concentrations des molécules hétéroatomiques. D'autres molécules à l'état fondamental (inactivé) réabsorbent le photon émis, l'empêchant d'atteindre le PMT.

Pour remédier à l'inhibition des hydrocarbures :

- La colonne doit permettre une bonne séparation des composés, de ceux contenant du soufre ou du phosphore, mais aussi de ceux qui n'absorbent généralement pas la lumière mais qui peuvent le faire.
- Optimisez la séparation chromatographique de sorte à séparer les pics d'hydrocarbures de pics de soufre/de phosphore.
 - 1** Lancez d'abord l'analyse sur un DIF afin d'afficher tous les pics (le FPD ignore les hydrocarbures).
 - 2** Lancez l'analyse sur le FPD.
 - 3** Modifiez la méthode de manière à séparer le pic d'intérêt du reste des pics.

Sortie du FPD trop élevée ou trop faible

- Vérifiez que le filtre utilisé est le bon. N'utilisez pas un filtre pour le phosphore avec des flux optimisés pour le soufre ou un filtre pour le soufre avec des flux optimisés pour le phosphore.
- Vérifiez la position de la colonne installée dans le détecteur.
- Vérifiez la pureté du [gaz](#).
- Vérifiez que les débits sont adaptés au filtre utilisé. Contrôlez la sortie du FPD. La table ci-dessous donne des exemples de sortie de détecteur lorsque le filtre est installé dans le détecteur et que les débits de gaz utilisés ne correspondent pas.

Débits gazeux optimisés pour	Sorties	
	Avec filtre soufre	Avec filtre phosphore
Soufre	30 à 50	10 à 12 (faible)
Phosphore	240 à 250 (haut)	30 à 50

En plus de l'incompatibilité entre le filtre installé et un ensemble particulier de débits gazeux, vérifiez la sortie du signal FPD avec la flamme allumée :

- Si la sortie se situe entre 0.5 et 3.0, vérifiez que la flamme est allumée.
- Si la sortie est 0, vérifiez si l'électromètre est désactivé ou si le câble de signal est déconnecté.
- Si la sortie < 30, la flamme est peut être dans une mauvaise position. Vérifiez les débits du détecteur, le débit la colonne et la position de la colonne. Consultez les rubriques suivantes :
 - [Pour mesure le débit d'une colonne](#)
 - [Mesure du flux dans un détecteur](#)

Surfaces de pics du FPD faibles

- Contrôlez la configuration des flux puis mesurez les flux réels dans le détecteur. (voir la section « [Mesure du flux dans un détecteur](#) »).
- Procédez à une [maintenance](#) complète : Remplacez toutes les pièces consommables et procédez au dégazage de l'injecteur.
- Procédez à la maintenance de colonne : [Dégazez](#) les contaminants, [retirez](#) la longueur contaminée de colonne près de l'injecteur, et [inversez et dégazez](#) la colonne si nécessaire.
- Vérifiez que la colonne est correctement installée.
- Prenez en compte le type de filtre (soufre ou phosphore).
- Vérifiez que le système ne présente pas de fuite. (voir la section « [Recherche de fuites](#) »).
- Vérifiez que les réglages de la méthode sont appropriés.
- Contrôlez les débits.
- Contrôlez le type du gaz d'appoint.

Largeur importante du pic à mi-hauteur du FPD

Si le FPD génère des pics anormalement larges à mi-hauteur, procédez comme suit :

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

Sortie de ligne de base FPD élevée, > 20 pA

- Vérifiez la pureté du [gaz d'alimentation](#).
- Vérifiez tous les indicateurs et les dates des pièges.
- Vérifiez l'absence de contamination dans le détecteur.
- Vérifiez qu'il n'y a pas de fuite faible au niveau du tube du photomultiplicateur (PMT), resserrez le PMT s'il est desserré.
- Procédez à une [maintenance](#) complète : Remplacez toutes les pièces consommables et procédez au dégazage de l'injecteur.
- Procédez à la maintenance de colonne : [Dégazez](#) les contaminants autant que nécessaire.

Inhibition du solvant dans le NPD

Si la ligne de base ne redevient pas normale après un pic de solvant, procédez comme suit 255 :

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

Réponse faible du NPD

- Procédez à une maintenance complète [de l'injecteur](#) : Remplacez toutes les pièces consommables et procédez au dégazage de l'injecteur.
- Procédez à la maintenance de colonne : [Dégazez](#) les contaminants autant que nécessaire. [Vérifiez](#) la bonne installation de la colonne.
- Une grande concentration de solvant a éteint le plasma hydrogène/air. Augmentez la tension de la buse. Démarrez le gaz d'appoint à un débit de 5 ml/min.
- Vérifiez que de l'hydrogène provient de l'alimentation externe. Vérifiez que le débit et la pression sont activés sur le clavier. Le début d'hydrogène doit se situer entre 1 et 5,5 ml/min. Mesurez le débit gazeux réel sur le détecteur. (voir la section « [Mesure du flux dans un détecteur](#) »).
- Vérifiez que les buses ne sont pas partiellement bouchées. Voir la section [Vérifier qu'un injecteur DIF n'est pas bouché](#).
- Si l'isolant céramique supérieur est contaminé, un décalage élevé (2 à 15 pA ou plus) se produira lorsque la buse sera retirée. Cela a une incidence directe sur la sensibilité.
- Vérifiez que la buse est activée. Regardez à travers l'orifice de mise à l'air sur le couvercle du détecteur et vérifiez que la buse luit d'une couleur orange. Si la buse ne luit pas, vérifiez le signal d'arrière-plan du détecteur. Ramenez la tension de la buse à zéro pour établir un niveau de référence, puis tentez d'observer une augmentation brusque et nette dans la sortie lorsque la tension de la buse augmente (signe que l'allumage est en cours). Si une tension 4 V est fournie à la buse mais qu'elle ne s'allume pas, elle est certainement brûlée. Remplacez la buse.
- [Remplacez](#) les isolants/collecteur.
- Vérifiez la présence éventuelle d'une contamination de phase liquide (phases polaires).

Sortie de ligne de base NPD > 8 millions

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

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

- Inspectez la buse pour contrôler si elle bouchée. (reportez-vous à [Pour vérifier une buse NPD bouchée.](#))
- Mesurez les flux réels dans le détecteur. (Voir [Mesure du flux dans un détecteur.](#)) Si les flux d'hydrogène ou de gaz d'appoint sont nuls ou beaucoup plus faibles que le flux affiché, suspectez une buse bouchée.
- Vérifiez l'état de la buse. [Remplacez](#) si nécessaire.
- Vérifiez que le réglage des flux est correct. Reportez-vous à [Informations sur les flux, les températures et la buse.](#)
- Si le processus échoue toujours, cela peut être dû à une fuite plus importante dans le système. Cela provoque des mesures de débits différentes de celles des débits réels. Vérifiez soigneusement la possibilité d'une fuite dans tout le système, en particulier le raccord de colonne du détecteur. (Voir [Recherche de fuites.](#))
- Réglez le temps de stabilisation sur 0.

Sélectivité du NPD faible

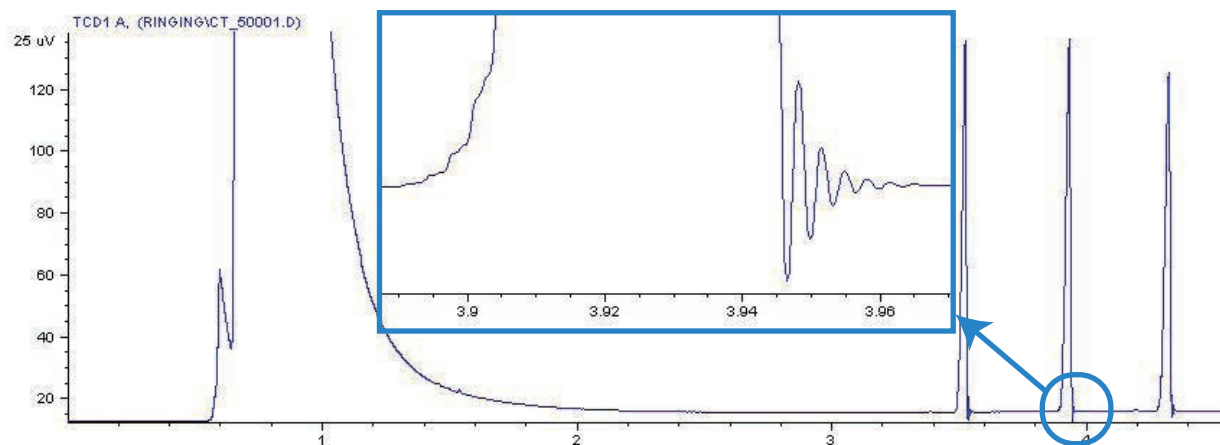
(Forte réponse aux hydrocarbures par rapport à l'azote ou au phosphore.)

- Vérifiez que le débit de l'hydrogène est correct (< 3 ml/min).
- Contrôlez la buse ; elle est peut-être défectueuse ou épuisée.
- Vérifiez que la tension de la buse est correcte.
- [Remplacez](#) le collecteur et les isolants.

Pics négatifs observés avec le TCD

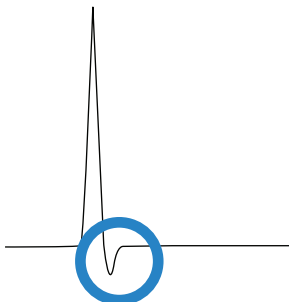
- Vérifiez que le type de gaz utilisé est le bon.
- Recherchez une fuite éventuelle dans le système, en particulier au niveau du raccord de colonne sur le détecteur. (Voir « [Vérifier les fuites](#) ».)
- Tenez compte de la conductivité thermique des analyses par rapport au vecteur.
- Contrôlez la configuration des flux puis mesurez les flux réels dans le détecteur. (Voir « [Mesurer un débit de détecteur](#) ».)

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



Le débit des données sélectionné dans le système de données est incorrect. Pour le TCD, le débit des données devrait être ≤ 5 Hz.

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



- Vérifiez l'absence de fuite au niveau du raccord de colonne sur le détecteur. (Voir « [Vérifier les fuites](#) ».)
- Améliorez le détecteur en installant un filament passivé.



4 Symptômes Non Prêt du CPG

- Le CPG n'est jamais prêt 82
- Le flux n'est jamais prêt 83
- Le four ne refroidit jamais ou refroidit très lentement 84
- Le four ne chauffe pas 85
- La température n'est jamais prête 86
- Impossible de régler le flux ou la pression 87
- Un gaz n'atteint pas la valeur ajustée ou le point de consigne de la pression ou du flux 88
- Un gaz dépasse la valeur ajustée ou le point de consigne du flux ou de la pression 89
- La pression ou le flux dans l'injecteur fluctuent 90
- Impossible de maintenir une pression aussi basse que la valeur de consigne dans un injecteur avec division 91
- Le flux de colonne mesuré est différent du flux affiché 92
- Le DIF ne s'allume pas 93
- Le briquet du DIF ne luit pas pendant la séquence d'injection 94
- Flux d'hydrogène et de gaz d'appoint mesurés dans le DIF ou le NPD très inférieurs à la valeur de consigne 95
- Echec du processus de réglage du décalage du NPD 96
- Le FPD ne s'allume pas 97
- Vanne à l'état Not Ready 99

Cette section comprend les défauts et les symptômes qui se produiront lorsque le CPG est allumé mais qu'il ne peut effectuer d'analyses. Cela se traduit par l'affichage d'un avertissement « Non Prêt », de messages d'erreur ou d'autres symptômes.



Le CPG n'est jamais prêt

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

- Appuyez sur [**Status**] ou une touche de composant (par exemple, [**Front inlet**]) pour voir quels points de consigne ou conditions ne sont pas prêts.
- Vérifiez qu'aucun échantillon ne cause de problème.
- Vérifiez si le système de données présente un problème.
- Si vous effectuez des injections manuelles en mode sans division ou sans gaz, vous aurez peut-être besoin d'appuyer sur [**Pré-analyse**] pour préparer l'injecteur pour l'injection. Effectuez cette procédure, par exemple, pour :
 - Actionner la vanne de purge de l'injecteur avant une injection en mode sans division
 - Effectuer les préparatifs d'une injection pulsée
 - Désactiver l'économiseur de gaz.

Pour plus d'informations sur [**Pré-analyse**], reportez-vous au [Guide utilisateur CPG 7820 Agilent](#).

Le flux n'est jamais prêt

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

- Vérifiez l'alimentation en gaz pour [une pression de livraison suffisante](#).
- Vérifiez les restricteurs installés dans le module EPC Aux (le cas échéant).
- Vérifiez le type du gaz configuré. Celui-ci doit correspondre au gaz réellement introduit dans le CPG.
- Vérifiez l'absence de fuite dans les conduites d'alimentation en gaz et dans le CPG. (Voir « [Vérifier les fuites](#) ».)

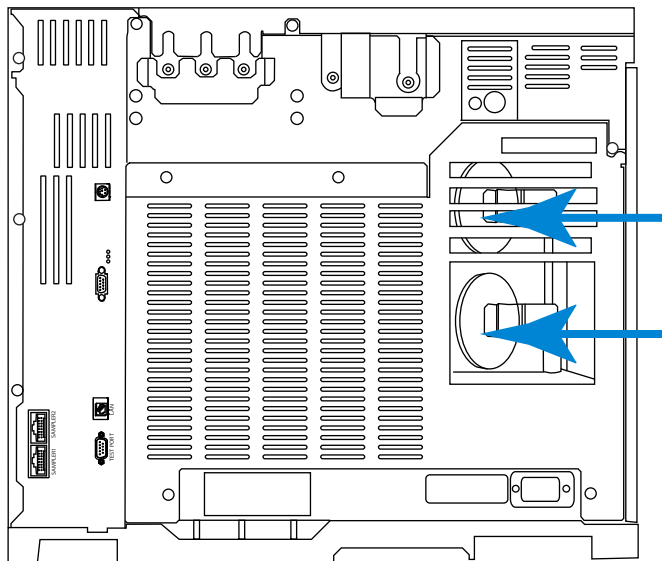
Le four ne refroidit jamais ou refroidit très lentement

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

AVERTISSEMENT

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

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



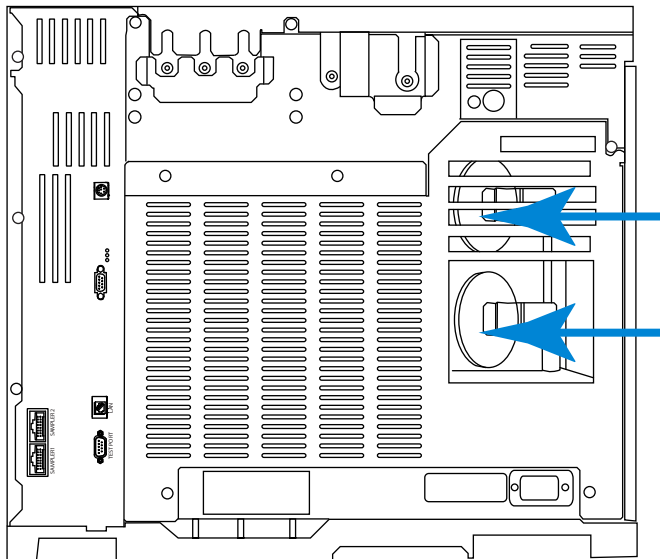
Le four ne chauffe pas

- Appuyez sur **[Status]** pour vérifier les erreurs à signaler à Agilent.

AVERTISSEMENT

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

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



La température n'est jamais prête

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

- Vérifiez qu'il ne manque pas une coupelle d'isolation sur un injecteur ou un détecteur.
- Recherchez les éventuelles différences de température importantes entre le four et l'injecteur ou le détecteur.
- Vérifiez si l'isolation manque dans l'injecteur ou le détecteur.

Impossible de régler le flux ou la pression

Si vous ne pouvez fixer un flux ou une pression en utilisant l'injecteur avec/sans division, faites comme suit :

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

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

Si un injecteur n'atteint pas le point de consigne de pression ou la valeur ajustée, il s'éteindra dans un délai déterminé par le type d'injecteur. (Les injecteurs équipés d'EPR indiqueront un manque ou l'aptitude au fonctionnement d'un élément via un astérisque clignotant.) Procédez comme suit :

- Vérifiez que la pression de l'alimentation en gaz est suffisante. La pression de l'alimentation doit être d'au moins 10 psi supérieure à celle de la valeur de consigne souhaitée.
- Vérifiez qu'il n'y a pas de fuite. (Voir « [Vérifier les fuites](#) ».) Le système présente peut-être une fuite importante. Utilisez le détecteur de fuites électronique, puis remédiez au problème de fuite. N'oubliez pas de vérifier la colonne : une colonne cassée constitue une grande fuite.
- Si vous utilisez un économiseur de gaz, assurez-vous que le débit de l'économiseur de gaz soit assez élevé pour maintenir la pression la plus élevée possible en tête de la colonne utilisée au cours d'une analyse.
- Vérifiez qu'aucune colonne n'a été mal montée.
- Vérifiez si un injecteur ou un capteur de pression du détecteur est défectueux.

Si vous utilisez un injecteur avec/sans diviseur :

- Vérifiez le rapport de division. Augmentez le montant du débit divisé.

Un gaz dépasse la valeur ajustée ou le point de consigne du flux ou de la pression

Si un gaz excède sa valeur ajustée ou point de consigne du flux ou de la pression, procédez comme suit :

Si vous utilisez un injecteur avec/sans diviseur :

- Diminuez le rapport de division.
- Remplacez le filtre de fuite.
- Vérifiez que le bon manchon est sélectionné (si un manchon est utilisé).
- Vérifiez que les paramètres de pression de la méthode pour l'injecteur SS soient au-dessus des paramètres minimaux viables disponibles sur le CPG.
- Vérifiez la contamination éventuelle du joint doré. Voir [Pour remplacer un scellage or sur l'injecteur avec/sans division](#).

Si vous utilisez un DIF ou un NPD :

- Vérifiez que les buses ne sont pas bouchées. Reportez-vous à « [Pour vérifier une buse de DIF bouchée](#) » ou « [Pour vérifier une buse de NPD bouchée](#) ».

Vannes :

- Vérifiez que les rotors sont bien alignés. [Alignez le rotor](#).

La pression ou le flux dans l'injecteur fluctuent

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

- Vérifiez que le purificateur de gaz ou le générateur de gaz ne fonctionnent pas à plein rendement ou proche du plein rendement.
- Vérifiez l'alimentation en gaz pour [une pression de livraison suffisante](#).
- Vérifiez que le régulateur de pression d'alimentation fonctionne correctement. Les systèmes dotés de tubes d'alimentation longs peuvent avoir besoin d'un régulateur décroissant à proximité du CPG. De même, utilisez un régulateur supplémentaire pour lisser les fluctuations provoquées par les générateurs de gaz.
- Vérifiez qu'il n'y a pas de fuite. (Voir « [Vérifier les fuites](#) ».) Le système présente peut-être une fuite importante. Utilisez le détecteur de fuites électronique, puis remédiez au problème de fuite. N'oubliez pas de vérifier la colonne : une colonne cassée constitue une grande fuite.
- Vérifiez l'absence d'étranglement important dans le manchon d'injecteur ou le piège de fuite.
- Vérifiez que le bon manchon est installé. Certains manchons présentent d'importantes chutes de pression en raison de leur conception ou d'un emballage serré.
- Surveillez les changements extrêmes de température de la salle pendant les analyses. Remédiez au problème de température du laboratoire ou déplacez les instruments vers un emplacement mieux adapté.
- Vérifiez que la fonction Auto Flow Zero est sur On. Reportez-vous à [AutoFlowZero](#).

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

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

- Utilisez un manchon conçu pour l'analyse avec division.
- Le paramètre Pression de la méthode (ou pression résultant d'un paramètre Débit) est trop bas pour le type de gaz vecteur
- Vérifiez que les manchons ne sont pas bouchés.
- Vérifiez la contamination ou la restriction dans la ligne de ventilation divisée. Cf.
 - [Pour effectuer un test de restriction de ventilation divisée SS.](#)
 - [Vérifier qu'une ligne de fuite n'est pas contaminée](#)
- Pour l'injecteur avec/sans division, remplacez le scellage or.

Le flux de colonne mesuré est différent du flux affiché

Si le flux de colonne réel ne correspond pas au flux calculé affiché sur le CPG dans une marge de 10 %, procédez comme suit :

- Vérifiez que les flux mesurés sont corrigés pour 25 °C et 1 atmosphère.
- Vérifiez la précision de la configuration des dimensions de la colonne, notamment de la longueur réelle (coupée) de la colonne.
- Une colonne courte WCOT DI (<15 m) 0,58 à 0,75 mm est utilisée avec un injecteur capillaire avec/sans division. Le contrôleur de débit total est défini sur une valeur élevée, ce qui génère de la pression dans l'injecteur et entraîne un débit dans la colonne, même avec une pression de point de consigne de zéro. (Dans ces situations, une pression réelle peut être apparaître sur l'affichage, même avec un point de consigne de zéro.) Avec des colonnes courtes, de 530 à 750 mm, maintenez aussi bas que possible le débit total (par exemple, 20 à 30 ml/min). Installez une colonne plus longue offrant une résistance supérieure (par exemple, de 15 à 30 m).
- La ligne ou le piège de fuite sont peut-être bouchés, créant une pression réelle dans l'injecteur supérieure à la pression de consigne. Vérifiez que la ligne de fuite n'est pas entravée.
- Assurez-vous que l'auto flow zero soit allumé. Le cas échéant, remettez à zéro le capteur de débit et pression du module de régulation. Si cela ne résout pas le problème, remplacez le module de régulation.

Le DIF ne s'allume pas

- Vérifiez que le Lit est de $\leq 2,0$ pA.
- Assurez-vous que la température du DIF est suffisamment élevée pour permettre l'allumage (> 150 °C). Agilent recommande une température supérieure à 300 °C.
- Vérifiez que le briquet d'allumage du DIF luit pendant la séquence d'allumage. (Voir [Vérification du fonctionnement du briquet d'allumage pendant la séquence d'allumage.](#))
- Vérifiez que les pressions d'air et d'hydrogène sont conformes aux recommandations d'Agilent (hydrogène > 35 psi [210 kPa] et air > 55 psi [380 kPa]).
- Essayez d'augmenter les pressions d'alimentation dans le module de régulation des gaz du DIF. La flamme s'allume plus facilement sans modifier les points de consigne.
- Augmentez le débit d'hydrogène et baissez, ou désactivez, le débit de gaz d'appoint jusqu'à l'allumage, puis réduisez-les aux valeurs habituelles. Recherchez quelles sont les meilleures valeurs.

Augmentez le débit d'hydrogène et réduisez le débit du gaz d'appoint afin de permettre au FID de s'allumer plus facilement. S'il s'allume dans ces conditions modifiées, le problème provient peut-être d'une buse partiellement bouchée, d'un briquet d'allumage affaibli ou d'une fuite au niveau du raccord de la colonne.

- Vérifiez si une buse est raccordée ou raccordée partiellement. (Voir [Pour vérifier une buse de DIF bouchée.](#))
- Mesurez les débits dans le DIF. Les débits réels doivent être à ± 10 % du point de consigne. Le rapport hydrogène : air a une influence significative sur l'allumage. Un mauvais réglage du flux peut empêcher l'allumage de la flamme. (Voir [Mesure du flux dans un détecteur.](#))
- Si la flamme ne s'allume toujours pas, il y a peut-être une fuite importante dans le système. Les fuites importantes sont causées par des débits mesurés différents des débits réels ; il en résulte de mauvaises conditions d'allumage. Recherchez les fuites de manière approfondie dans tout le système, en particulier au niveau du raccord de colonne sur le DIF. (Voir [Vérification des fuites.](#))
- Vérifiez le débit dans la colonne. (Voir [Pour mesurer un flux de colonne.](#)) Le flux d'hydrogène doit être supérieur à la somme du flux dans la colonne et du flux d'appoint.
- Si l'analyse le permet, remplacez l'azote par de l'hélium (comme gaz d'appoint).

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

AVERTISSEMENT

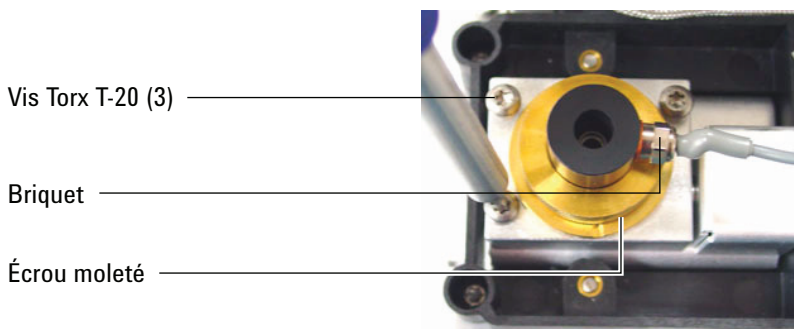
Ne restez pas à proximité de la cheminée du DIF pendant que vous effectuez cette tâche. Si vous utilisez de l'hydrogène, la flamme ne sera pas visible.

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

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

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

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



Flux d'hydrogène et de gaz d'appoint mesurés dans le DIF ou le NPD très inférieurs à la valeur de consigne

- Vérifiez si une buse est bouchée (même partiellement). Une buse bouchée crée une contre-pression. Comme le module de régulation utilise le contrôle de la pression, la contre-pression augmentée simule le débit correct. Le débit réel baissera, mais le CPG reste fonctionnel. Cf.

« Pour vérifier une buse de DIF bouchée »

« Pour vérifier une buse de NPD bouchée »

- Vérifiez la présence éventuelle de fuite au niveau du raccord de colonne à la base du détecteur.
- Remplacez la buse du DIF ou du NPD.

Echec du processus de réglage du décalage du NPD

- Inspectez la buse pour contrôler si elle bouchée. (reportez-vous à [Pour vérifier une buse NPD bouchée.](#))
- Mesurez les flux réels dans le détecteur. (Voir [Mesure du flux dans un détecteur.](#)) Si les flux d'hydrogène ou de gaz d'appoint sont nuls ou beaucoup plus faibles que le flux affiché, suspectez une buse bouchée.
- Vérifiez l'état de la buse. [Remplacez](#) si nécessaire.
- Vérifiez que le réglage des flux est correct. Reportez-vous à [Informations sur les flux, les températures et la buse.](#)
- Si le processus échoue toujours, cela peut être dû à une fuite plus importante dans le système. Cela provoque des mesures de débits différentes de celles des débits réels. Vérifiez soigneusement la possibilité d'une fuite dans tout le système, en particulier le raccord de colonne du détecteur. (Voir [Recherche de fuites.](#))
- Réglez le temps de stabilisation sur 0.

Le FPD ne s'allume pas

- Assurez-vous que la température du FPD est suffisamment élevée pour permettre l'allumage ($> 150\text{ }^{\circ}\text{C}$).
- Vérifiez les débits dans le FPD et assurez-vous qu'ils correspondent au type de filtre qui y est installé. Le rapport hydrogène : air a une influence significative sur l'allumage. Un mauvais réglage du débit peut empêcher l'allumage de la flamme.

Tableau 4 Débits recommandés pour le FPD

	Débits du mode soufre, ml/min	Débits du mode phosphore, mL/min
Transporteur (hydrogène, hélium, azote, argon)		
Colonnes remplies	10 à 60	10 à 60
Colonnes capillaires	1 à 5	1 à 5
Gaz détecteurs		
Hydrogène	50	75
Air	60	100
Vecteur + appoint	60	60

- Mesurez les débits réels dans le détecteur. (Voir [Mesure du flux dans un détecteur](#).)
- Vérifiez le bon fonctionnement du briquet d'allumage du FPD. (Voir [Vérifier que la flamme du FPD est allumée](#).)
- Contrôlez la valeur de **Lit offset**. La valeur typique de **Lit offset** est 2,0. Si la valeur est à zéro, cela signifie que l'auto-allumage n'est pas activé. Si la valeur est trop importante, le logiciel ne reconnaîtra pas que la flamme est allumée et éteindra alors le détecteur.
- Si la flamme n'est toujours pas allumée, cela peut être dû à une fuite plus importante dans le système. Cela peut être provoqué par des débits mesurés différents des débits réels; il en résulte de mauvaises conditions d'allumage. Recherchez les fuites de manière approfondie dans tout le système. (Reportez-vous à [Vérifier des fuites](#).)
- Essayer d'augmenter les pressions d'alimentation dans le module de régulation des gaz du FPD. La flamme s'allume plus facilement sans modifier les consignes.

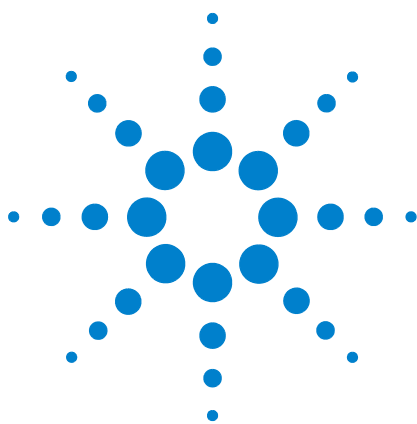
- Sous certaines conditions d'utilisation, la flamme s'allumera plus facilement si le tube de mise à l'air est retiré. Après l'allumage de la flamme, installez à nouveau le tube de mise à l'air.
- Essayez de modifier le flux du mode phosphore, d'allumer la flamme et d'alterner progressivement vers les valeurs du soufre.
- Vérifiez les connexions des câbles au couplage, la connexion du couplage à l'allumeur, serrez l'allumeur.

Vanne à l'état Not Ready

Le dépannage dépend du type de la vanne.

Vannes d'échantillonnage de gaz

Le CPG est normalement à l'état Not Ready tant que le délai d'injection ou de chargement n'est pas écoulé. Il devient prêt lorsque le délai spécifique s'est écoulé.



5 Symptômes d'arrêt

Arrêts au niveau de la colonne [102](#)

Arrêts de l'alimentation en hydrogène [103](#)

Arrêts thermiques [105](#)



Arrêts au niveau de la colonne

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

- Affiche **Front inlet pressure shutdown**.
- S'éteint pour éviter d'endommager la colonne.
- Ouvre les volets du four, situés à l'arrière de ce dernier, en position médiane.
- Fait clignoter le point de consigne de température du four **Off**.
- Coupe tous les flux pour la colonne. Vus, leurs paramètres clignotent sur **Off**. Par exemple, les flux de colonne pour un injecteur avec/sans division s'arrêteraient.
- Arrête tous les autres chauffages. Vus, leurs paramètres de température clignotent sur **Off**.
- Toute tentative de remise en marche d'une zone arrêtée échoue et génère un message d'erreur.
- Eteint le filament du TCD.
- Eteint le briquet du DIF ou du FPD et coupe les flux d'air et de gaz combustible.
- Éteint la buse NPD, et les flux d'air et de gaz fuel.

Pour revenir à la normale, procédez comme suit.

- 1 Éliminez la cause de l'arrêt. Vérifiez l'alimentation en gaz vecteur. Le CPG exige une pression de gaz de 70 kPa (10 psi) supérieure à la plus haute pression utilisée dans l'analyse.
 - Vérifiez qu'une colonne n'est pas cassée près de l'injecteur.
 - Vérifiez qu'il n'y a pas de fuite.
 - Remplacez le septum de l'injecteur.
 - Remplacez le joint torique de l'injecteur.
 - Vérifiez la pression d'alimentation.
- 2 Appuyez sur la touche correspondant à l'instrument qui a causé l'arrêt. Faites défiler jusqu'au paramètre pneumatique qui clignote sur **Off**, puis appuyez sur [**On**] ou [**Off**].

Par exemple, si l'injecteur avant a été à court de gaz vecteur, appuyez sur [**Front Inlet**], faites défiler jusqu'au paramètre de pression ou de flux, puis appuyez sur [**On**].

Arrêts de l'alimentation en hydrogène

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

Hydrogène utilisé dans les injecteurs et les flux de gaz auxiliaires

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

- Affiche **Hydrogen Safety Shutdown**.
- Il ferme la vanne d'alimentation en gaz vecteur de l'injecteur et interrompt les contrôles de pression et de flux. Vous, ces paramètres clignotent sur **Off**.
- Ouvre les valves de fuite dans l'injecteur avec/sans division.
- Il éteint le chauffage et le ventilateur du four et en ouvre les volets.
- Il éteint tous les chauffages (notamment celui des appareils branchés aux contrôles de chauffage auxiliaire, tels que les chauffages des compartiments à vanne et ceux des lignes de transfert). Vous, ces paramètres clignotent sur **Off**.
- Eteint le filament du TCD.
- Eteint le briquet du DIF ou du FPD et coupe les flux d'air et de gaz combustible.
- Eteint la buse du NPD et les flux d'air et de gaz combustible.
- Déclenche une alarme.

AVERTISSEMENT

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

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

- 1 Éliminez la cause de l'arrêt :
 - Remplacez le septum de l'injecteur. Voir le [Manuel de maintenance](#).
 - Remplacez le joint torique de l'injecteur. Voir le [Manuel de maintenance](#).
 - Vérifiez qu'aucune colonne n'est cassée.
 - Vérifiez la pression d'alimentation.
 - Vérifiez que le système ne présente pas de fuite. Voir [Conseils pour la recherche de fuites](#).
- 2 Coupez puis remettez l'alimentation du CPG.
- 3 Après que le CPG se rallume, appuyez sur la touche pour le dispositif qui a initié la fermeture. Faites défiler jusqu'au paramètre pneumatique qui clignote sur **Off**, puis appuyez sur [**On**] ou [**Off**]. Par exemple, si l'injecteur avant a été à court de gaz vecteur, appuyez sur [**Front Inlet**], faites défiler jusqu'au paramètre de pression ou de flux, puis appuyez sur [**On**].

Arrêts thermiques

Une défaillance thermique signifie que le four ou une autre zone chauffée ne se trouve pas dans le domaine de températures autorisé (inférieur à la température minimale ou supérieur à la température maximale). Plusieurs causes peuvent être à l'origine de cette erreur :

- Un problème avec l'alimentation électrique vers l'instrument.
- Un dysfonctionnement de l'électronique du contrôle de zone.
- Un capteur de température court-circuité.
- Un chauffage court-circuité.

Pour revenir à la normale, procédez comme suit :

- 1 Éliminez la cause de l'arrêt :
 - Vérifiez l'isolation manquante.
- 2 La plupart des arrêts thermiques peuvent être résolus en éteignant la zone thermique.



6 Symptômes de mise en marche et de communication du CPG

Le CPG ne se met pas en marche [108](#)

Le PC ne parvient pas à établir de communication avec le CPG [109](#)

Le CPG se met en marche, puis s'arrête pendant le démarrage (pendant l'auto-contrôle) [110](#)



Le CPG ne se met pas en marche

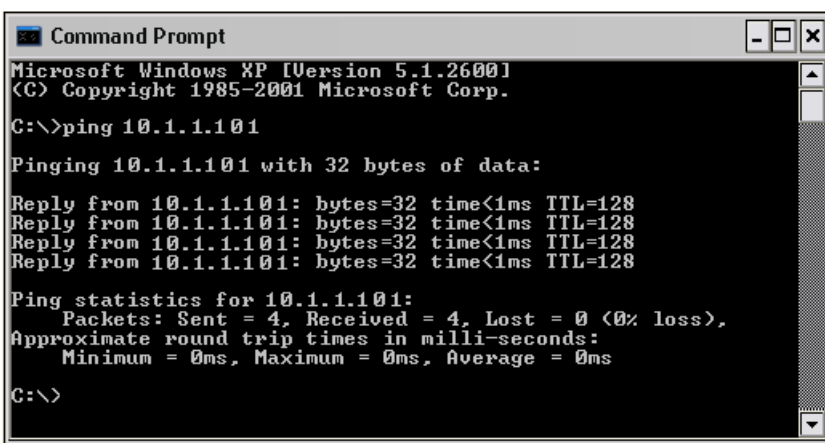
Si le CPG ne se met pas en marche, procédez comme suit :

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

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

- Lancez un test de **ping**

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



```

Command Prompt
Microsoft Windows XP [Version 5.1.2600]
(C) Copyright 1985-2001 Microsoft Corp.

C:\>ping 10.1.1.101

Pinging 10.1.1.101 with 32 bytes of data:

Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128
Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128
Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128
Reply from 10.1.1.101: bytes=32 time<1ms TTL=128

Ping statistics for 10.1.1.101:
    Packets: Sent = 4, Received = 4, Lost = 0 (0% loss),
    Approximate round trip times in milli-seconds:
        Minimum = 0ms, Maximum = 0ms, Average = 0ms

C:\>
  
```

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

Si le test de ping ne réussit pas, faites comme suit :

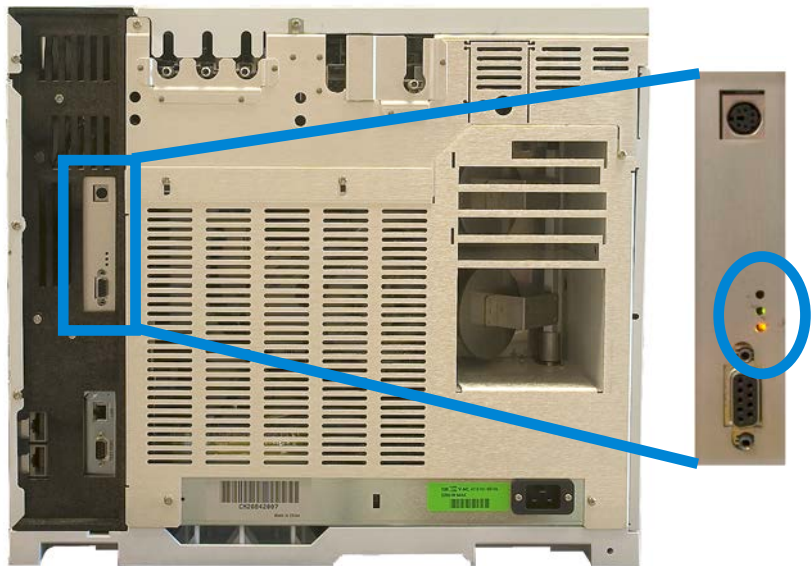
- Vérifiez le câblage du réseau local.
- Vérifiez l'adresse IP, le masque de sous-réseau et les adresses de passerelle.
- Assurez-vous que tous les dispositifs réseau (concentrateurs, commutateurs, etc.) sont activés, correctement connectés et qu'ils fonctionnent.
- Assurez-vous que la carte réseau du PC n'est pas défectueuse.
- Vérifiez si un autre logiciel est connecté au CPG. Par exemple, il ne peut y avoir qu'un seul clavier logiciel connecté au CPG à la fois. Les systèmes de données Agilent bloquent aussi la connexion pour d'autres systèmes de données.

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

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

- 1 Placez l'interrupteur principal du CPG sur **Off**. Attendez une minute, puis placez l'interrupteur sur **On**.
- 2 Si le CPG ne revient pas à la normale, notez les messages qui apparaissent à l'écran. Observez le panneau arrière du CPG et les voyants allumés (en vert, jaunes ou rouge) au-dessus du connecteur REMOTE, et notez ceux qui clignotent ou ceux qui sont fixes. Contactez Agilent pour une assistance, et fournissez les informations d'affichage au personnel d'assistance Agilent. (Voir aussi « [Informations à obtenir avant d'appeler Agilent pour une assistance](#) ».)

CPG plus ancien : Les voyants sont visibles à travers le panneau latéral.





7 Recherche de fuites

- Conseils pour la recherche de fuites 112
- Rechercher les fuites externes 113
- Rechercher les fuites au niveau du CPG 114
- Effectuer une recherche de fuite d'injecteur 115
- Chercher des fuites dans un injecteur avec/sans division 119
- Effectuer un test de perte de pression SS 121
- Pour corriger les fuites dans l'injecteur avec/sans division 125
- Pour effectuer un test de perte de pression pour un injecteur purgé/rempli 126
- Pour corriger des fuites dans l'injecteur de colonne purgé/rempli 130
- Chercher des fuites dans un injecteur de colonne remplie 131
- Pour corriger des fuites dans l'injecteur de colonne remplie 133
- Pour effectuer un Test de perte de pression COC 134
- Pour corriger les fuites dans l'injecteur Cool On-Column 138



Conseils pour la recherche de fuites

En vérifiant les fuites, considérez le système en deux parties ; les points de fuite externes et les points de fuite du CPG.

- **Les points de fuite externes** comprennent la bouteille de gaz (ou purificateur de gaz), le régulateur et son raccord, les vannes d'arrêt d'alimentation, et les connexions aux raccords d'alimentation du CPG.
- **Les Points de fuite CPG** incluent les injecteurs, les détecteurs, les connexions de colonne, les connexions de valve et les connexions entre les modules de flux et les injecteurs/détecteurs.

AVERTISSEMENT

L'hydrogène (H₂) est inflammable et risque d'exploser en présence d'air dans un espace fermé (par exemple, un débitmètre). Purgez les débitmètres avec un gaz inerte, le cas échéant. Mesurez toujours les gaz séparément. Eteignez toujours les détecteurs afin d'éviter les flammes ou l'auto-allumage de la buse.

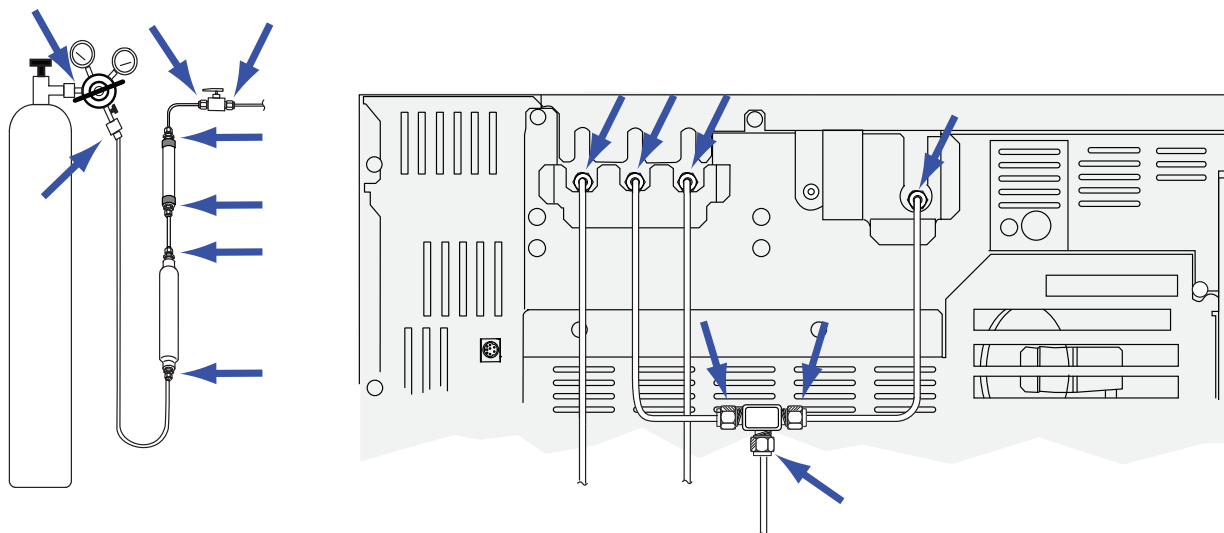
AVERTISSEMENT

Des gaz d'échantillon dangereux peuvent être présents.

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

Rechercher les fuites externes

Recherchez les fuites au niveau des connexions suivantes :



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

Effectuez un test à basse pression.

- 1 Mettez le CPG hors tension.
- 2 Réglez la pression du régulateur sur 415 kPa (60 psi).
- 3 Tournez complètement le volant de réglage de pression du régulateur dans le sens contraire des aiguilles d'une montre pour fermer la vanne.
- 4 Attendez 10 min. Si la baisse de pression est supérieure à 7 kPa (1 psi), il y a une fuite dans les connexions externes.

Rechercher les fuites au niveau du CPG

Recherchez les fuites au niveau des connexions suivantes :

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

Tout d'abord, utilisez le test de fuite intégré au CPG pour chercher les fuites au niveau des raccords de colonne à l'injecteur, septum, manchon, ligne de piège de fuite, etc. Voir la section « [Effectuer une recherche de fuite d'injecteur](#) ». Colmatez toutes les fuites détectées à l'aide de ce test. Si le CPG présente encore des symptômes de fuite, cherchez les autres points de fuite possibles.

Si vous utilisez le logiciel Agilent Instrument Utilities, vous pouvez également lancer à distance une vérification des fuites d'injecteur (pour les types d'injecteur sélectionnés).

Si l'injecteur ne présente pas de problème lors de la vérification des fuites mais que vous suspectez une fuite, vous pouvez utiliser le logiciel Instrument Utilities pour réaliser un test de perte de pression sur la plupart des injecteurs. (Vous pouvez également réaliser un test manuel de perte de pression sur n'importe quel injecteur.) Un injecteur qui passe sans problème le test de perte de pression peut être considéré comme exempt de fuites.

- [Effectuer un test de perte de pression SS](#)
- [Pour effectuer un test de perte de pression pour un injecteur purgé/rempli](#)

Utilisez un détecteur de fuites électronique pour vérifier les raccords de la colonne et des conduits. Voir aussi :

- [Chercher des fuites dans un injecteur avec/sans division](#)

Effectuer une recherche de fuite d'injecteur

Le CPG comporte un système intégré de recherche de fuite en temps réel pour tous les injecteurs. Ce système est le plus utile pour trouver des fuites au niveau des injecteurs pendant et après leur maintenance. Bien que pas rigoureux ou sensible qu'un test complet de pression d'injecteur, cette recherche de fuite est normalement réalisée avec la colonne installée et configurée, et permet de s'assurer rapidement et raisonnablement que l'injecteur est dépourvu de fuite. Agilent recommande d'effectuer la vérification avant et pendant la maintenance de l'injecteur, car ainsi lorsque vous serrez tous les raccords, vous pouvez colmater immédiatement les fuites. Le test convient à toutes les applications, bien que certaines puissent exiger un test de fuite plus approfondi.

Ce test détecte les fuites au niveau :

- du raccord injecteur colonne,
- du joint doré (le cas échéant),
- de la cartouche de piège de fuite (le cas échéant),
- de l'écrou de septum et du septum (le cas échéant),
- de l'écrou d'insert soudé/ensemble de la tête avec septum (le cas échéant).

Pour exécuter le test :

- 1 Sur le clavier du CPG, appuyez sur **[Service Mode]**, faites défiler jusqu'à **Front inlet leak check** ou **Back inlet leak check**, puis appuyez sur **[Enter]**.
- 2 L'écran sera similaire à [Figure 4](#) :

```

      FRONT INLET LEAK CHECK
TotalFlow   1.74   Col   1.34<
Test Inlet      (ON to Start)
Test pressure      10.0 psi
Warning if check flow   OFF
Fault if check flow     OFF
      Last test results
      Tue Oct 20 16:07 2009
Test flow OK:              4.8
Reset the test results? (yes)

```

Figure 4 Exemple d'écran de recherche de fuite sur l'injecteur avant. L'exemple suppose qu'un test a été exécuté précédemment. (Faites défiler l'affichage pour voir toutes les lignes.)

- 3 Vérifiez que la **Test pressure** est acceptable. Normalement, la pression par défaut de 10 psi est convenable. Si vous le désirez, choisissez une pression d'injecteur différente.
 - Pour des résultats reproductibles, utilisez la même valeur pour le même matériel.
 - Choisissez une pression de test plus élevée si vous utilisez une colonne produisant une contre-pression élevée.
- 4 Faites défiler jusqu'à **Test Inlet** et appuyez sur **[On/Yes]**.
- 5 Le test se stabilise après un moment.
 - Le résultat de **Débit total** montre le flux total de gaz vecteur à travers l'injecteur. Le résultat **Col** montre le flux à travers la colonne.
 - Le taux de fuite approximatif est **TotalFlow – Col**, en ml/min.
 - Envisagez l'étanchéité de l'injecteur si le résultat **Col** est *égal approximativement* au résultat de **TotalFlow**.
- 6 Tout en surveillant les résultats, resserrez les raccords, remplacez le septum, changez le joint torique du manchon, et ainsi de suite le cas échéant. Si la réparation arrête la fuite, vous verrez le résultat **Col** descendre pour être *approximativement* égal au résultat de **TotalFlow**.

REMARQUE

Si vous avez exécuté le test sur un injecteur dépourvu de fuite avant sa maintenance, le résultat du test après sa maintenance doit être approximativement le même.

- 7 Si le test échoue encore :
 - Remplacez le septum
 - Réinstallez la colonne dans l'injecteur
 - Remplacez le manchon et le joint torique du manchon
 - Ouvrez le piège de fuite et vérifiez la mise en place du joint torique. Remplacez le piège de ventilation divisée si nécessaire.

Si le test réussit mais que vous suspectez encore une fuite au niveau de l'injecteur, effectuez un test de fuite de perte de pression. Cf.

- Effectuer un test de perte de pression SS
- Pour effectuer un test de perte de pression pour un injecteur purgé/rempli

Définir des limites d'avertissement pour une recherche de fuite

Le CPG produit deux alertes relatives à la recherche de fuite de l'injecteur :

- **Warning if pressure check** : Si la pression mesurée dépasse la limite, active l'indicateur Service Due.
- **Fault if pressure check** : Si la pression mesurée dépasse la limite, le CPG n'est pas prêt.

Vous pouvez déterminer des résultats raisonnables de recherche, puis configurer le CPG afin qu'il ne soit pas prêt ou qu'il présente l'indicateur Service Due si le résultat réel de recherche de fuite n'est pas satisfaisant. Pour définir une ou les deux limites :

- 1 Lorsque l'injecteur est considéré comme étant sans fuite, exécutez le test de recherche de fuite d'injecteur. (Considérez que l'injecteur est étanche si les résultats de **TotalFlow** et de **Col** sont très proches et si vous êtes satisfait des résultats chromatographiques du CPG.)
- 2 Notez le résultat de **TotalFlow**.
- 3 Faites défiler jusqu'à **Warning if pressure check** ou **arning if pressure check**.
- 4 Entrez une limite en utilisant le clavier, puis appuyez sur **[Enter]**.
 - Sélectionnez une valeur de flux supérieure à la lecture TotalFlow acceptable. Idéalement, saisissez une valeur correspondant à des problèmes chromatographiques connus.
 - Les limites d'avertissement et de défaut peuvent être différentes, par exemple, un avertissement comme limite basse, et un défaut comme limite haute.
- 5 Si vous le souhaitez, répétez pour **Fault if pressure check**.
- 6 Le test est à présent configuré.
- 7 Ré-exécutez le test périodiquement. Lorsque le test échoue, remédiez à toutes les fuites.

Pour sortir d'une condition de CPG non prêt ou pour désactiver l'indicateur Service Due :

- 1 Appuyez sur **[Mode Service]**, faites défiler jusqu'à **Front inlet leak check** ou **Back inlet leak check**, puis appuyez sur **[Enter]**.
- 2 Faites défiler jusqu'à **Reset the test results?** et appuyez sur **[On/Yes]**.

Désactiver une limite d'avertissement pour la recherche d'une fuite d'injecteur

- 1 Appuyez sur **[Mode Service]**, faites défiler jusqu'à **Front inlet leak check** ou **Back inlet leak check**, puis appuyez sur **[Enter]**.
- 2 Faites défiler jusqu'à la limite d'avertissement, puis appuyez sur **[Off/No]**.

Chercher des fuites dans un injecteur avec/sans division

Ces procédures indiquent comment rechercher et réparer des fuites dans l'injecteur avec/sans division. Suivez les procédures ci-dessous en fonction des symptômes relevés sur l'injecteur.

Impossible d'atteindre la Valeur ajustée ou le point de consigne de pression

Si l'injecteur avec/sans division n'atteint pas sa valeur ajustée ou point de consigne de pression, le CPG ne sera « Pas Prêt ». (Les injecteurs équipés d'EPR indiqueront un manque de préparation via un astérisque clignotant.) Appuyer sur [**Status**] indique que la pression de l'injecteur avant (ou arrière) n'est pas prête. Double-cliquer sur [**Status**] permet d'afficher la valeur réelle. Le CPG s'arrête environ 5,5 minutes plus tard si l'injecteur ne parvient pas à se mettre sous pression et à se contrôler.

Si vous avez récemment réalisé des opérations de maintenance, recherchez d'abord des fuites au niveau des pièces et raccords que vous avez manipulés.

- 1 Vérifiez la pression d'alimentation en gaz délivrée au CPG et vérifiez qu'aucune fuite ne s'est produite dans l'alimentation en gaz (voir [Rechercher les fuites externes](#)). l'injecteur nécessite 70 kPa (10 psi) au-dessus de la pression la plus élevée utilisée dans la méthode.
- 2 Vérifiez le paramètre de débit total. Le débit total doit être suffisamment élevé pour maintenir la pression de l'injecteur tout au long de l'analyse. Les colonnes à orifice large demandent des débits plus élevés. Un débit de 50 ml/min est généralement suffisant. Pour augmenter le débit total :
 - En mode division, augmentez le rapport de division
 - En mode sans division, augmentez le débit de purge
- 3 Placez votre pouce (ou un septum) sur l'évacuation de la mise à l'air. Si la pression de l'injecteur commence à augmenter vers le point de consigne, appelez le service après-vente Agilent. Si la pression demeure basse, passez à l'étape suivante.
- 4 Effectuez la vérification de fuite de l'injecteur. Voir la section « [Effectuer une recherche de fuite d'injecteur](#) ». Le débit total fournit une indication de l'importance de la fuite. Surveillez le débit total tout en vérifiant/resserrant les raccords :
 - Écrou de septum
 - Colonne

- Piège de fuite/joints toriques
- Manchon/joints toriques
- du joint doré,
- Connexion de la ligne de fuite au corps de l'injecteur
- Raccord de blocage de débit sur le collecteur de débit

Vous pouvez également utiliser un détecteur de fuites électronique pour vérifier ces raccords/connexions.

Si ces vérifications ne permettent pas de résoudre le problème, prenez contact avec le service après-vente Agilent.

Faible sensibilité ou mauvaise reproductibilité

Une petite fuite dans l'injecteur avec/sans division peut provoquer une sensibilité basse ou une répétabilité médiocre. Vérifiez la présence éventuelle de cette petite fuite et identifiez-la, comme décrit ci-dessous.

Si vous avez récemment réalisé des opérations de maintenance, recherchez d'abord des fuites au niveau des pièces et raccords que vous avez manipulés.

- 1 Effectuez un test de perte de pression de l'injecteur. Voir la section « [Effectuer un test de perte de pression SS](#) ». Si le test réussit, vous pouvez considérer que l'injecteur ne présente aucune fuite. Recherchez d'autres causes possibles à la faible sensibilité ou la mauvaise reproductibilité.
- 2 Si le test de perte de pression échoue, recherchez les fuites au niveau de l'injecteur. Voir la section « [Effectuer une recherche de fuite d'injecteur](#) ». Surveillez le débit total tout en vérifiant/resserrant les raccords :
 - Écrou de septum
 - Colonne
 - Piège de fuite
 - Manchon/joint torique
 - du joint doré,
 - Connexion de la ligne de fuite au corps de l'injecteur
 - Raccord de blocage de débit sur le collecteur de débit
- 3 Si la vérification de fuite de l'injecteur (pré-analyse) ne résout pas le problème, la fuite est peut-être trop petite pour être détectée en utilisant ce test. Utilisez un détecteur de fuites électronique pour vérifier les raccords/connexions.

Si ces vérifications ne permettent pas de résoudre le problème, prenez contact avec le service après-vente Agilent.

Effectuer un test de perte de pression SS

Utilisez le test de perte de pression de l'injecteur avec/sans division du logiciel Agilent Instrument Utilities pour déterminer si l'injecteur fuit. Ouvrez le logiciel, sélectionnez le CPG et lancez le test de l'injecteur. Voir [Effectuer une recherche de fuite d'injecteur](#) et [Effectuer un test d'étranglement de ligne de fuite avec/sans division](#).

Si vous ne disposez pas du logiciel Instrument Utilities software, voir la procédure ci-dessous.

Si le test échoue :

- Voir « [Chercher des fuites dans un injecteur avec/sans division](#) ».
- Vérifiez le raccord de la colonne branchée et le bouchon de la purge du septum.

Pour effectuer un test de perte de pression de l'injecteur SS sur le clavier logiciel (contrôleur à distance)

Le test de perte de pression recherche des fuites entre le module de régulation de l'injecteur et le raccord de la colonne.

Suite à une opération de maintenance, recherchez d'abord des fuites dans les zones accessibles depuis l'extérieur. Voir « [Rechercher les fuites externes](#) ».

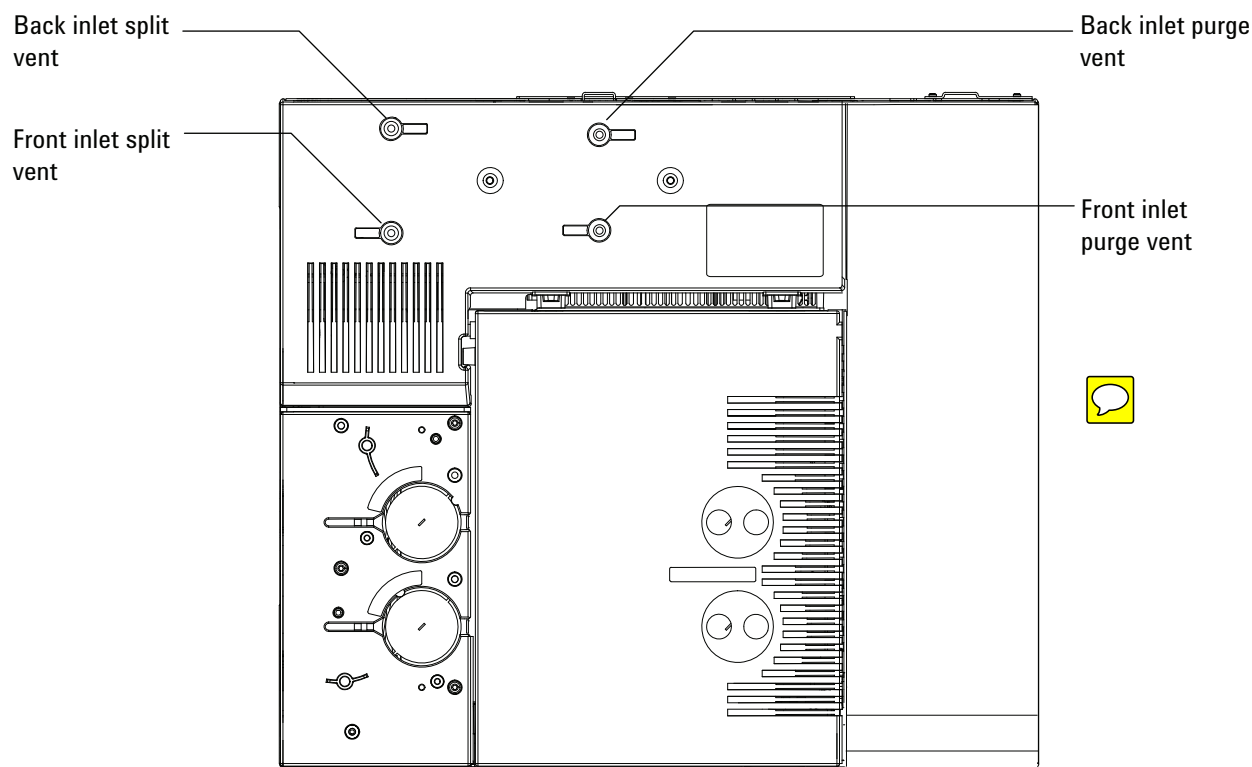
Si vous savez qu'une fuite existe, vérifiez d'abord les raccords de l'injecteur accessibles depuis l'extérieur, particulièrement au niveau des connexions ayant fait l'objet d'une maintenance récente, telles que l'écrou du septum, l'adaptateur de la colonne, la connexion de la colonne, etc.

Le test de perte de pression décrit ci-dessous exige de retirer la colonne et les bouchons des raccords de la colonne de l'injecteur. Ce test parvient/ne parvient pas à trouver les types de fuite suivants :

Ce test détecte les fuites au niveau :	Ce test ne détecte pas les fuites au niveau :
du septum,	du raccord de colonne,
de l'écrou du septum,	des raccords de la paroi d'alimentation en gaz vers le module de régulation,
Joint torique du manchon	des conduits et des connexions dans une ligne de transfert connectée à l'injecteur,
du joint doré/de la rondelle et de l'écrou de réduction,	les fuites internes dans un module EPC ou EPR
du corps de l'injecteur,	
de la vanne de fuite du collecteur,	
des conduits et du piège de fuite.	
des conduits de purge du septum,	
des joints dans les conduits entre le module de régulation de l'injecteur et le corps de l'injecteur.	

- 1 Rassemblez les éléments suivants (voir [Consommables et pièces pour l'injecteur avec/sans division](#)) :
 - Ferrule pleine
 - Clé plate de 1/4 de pouce
 - Gants thermorésistants (si l'injecteur est chaud)
 - Écrou de colonne
 - Nouveau septum
 - Joint torique
 - Bouchon de détecteur ECD/TCD (pièce n° 5060-9055)
- 2 Chargez la [méthode de maintenance de l'injecteur](#) et attendez que le CPG soit prêt.
- 3 Si elle installée, retirez la colonne.
- 4 Placez un écrou de colonne et une ferrule pleine sur le raccord de la colonne.
- 5 Remplacez l'ancien septum par un nouveau. Voir [Pour changer le septum sur l'injecteur avec/sans division](#).
- 6 Inspectez le joint torique et remplacez-le s'il est dur et cassant ou fissuré. Voir [Pour changer le manchon et le joint torique sur l'injecteur avec/sans division](#).

- 7 Réglez l'injecteur sur le **Split Mode**.
- 8 Configurez la colonne comme **Inlet : Unspecified**.
- 9 Fixez la température de l'injecteur à 70 °C.
- 10 Pour les CPG équipés d'EPC, entrez un point de consigne de pression de 25 psi (172 kPa). Pour les CPG équipés d'EPR, utilisez le clavier logiciel pour ajuster la pression à 25 psi (172 kPa). Assurez-vous que la pression fournie au CPG est supérieure d'au moins 10 psi (70 kPa) à la pression de l'injecteur.
- 11 Si vous ne parvenez pas à établir la pression, soit la fuite est trop grande soit la pression de l'alimentation est trop basse.
- 12 Attendez que la température de l'injecteur se stabilise. Des fluctuations de températures peuvent invalider le test.
- 13 Placez le capuchon du détecteur ECD/TCD sur le raccord de la purge du septum.



- 14 Appuyez sur **[Front Inlet]** ou **[Back Inlet]**. Faites défiler jusqu'à **Pressure** et appuyez sur **Off/No**.
- 15 Si possible, désactivez rapidement la source d'alimentation du gaz vecteur. L'objectif est d'empêcher toute pression résiduelle des lignes d'alimentation de fuir *dans* le système fermé et de provoquer une montée de pression et de masquer des fuites. (Ces fuites dans le module de flux n'impactent généralement pas les analyses). Sauter cette étape si la

configuration n'inclut pas les vannes d'arrêt du GPC ou si une modification de la pression de la source n'est pas pratique. Si la conduite d'alimentation fournit un grand volume vers le CPG, envisagez la possibilité ou non d'une fuite *dans* le système en évaluant les résultats de test.

- 16 Surveillez la pression pendant 10 minutes. Utilisez le compteur en appuyant sur [Time] et [Enter].

Pour les CPG dont le trajet du gaz vecteur n'est doté d'aucun dispositif :

Une chute de pression de moins de 0,5°psig (0,05 psi/min ou moins, 3,4 kPa ou 0,34 kPa/min) est acceptable.

Si la pression baisse beaucoup plus rapidement que le taux acceptable, voir « [Pour corriger les fuites dans l'injecteur avec/sans division](#) ». Relancez le test.

Pour un CPG doté d'un échantillonneur d'espace de tête 7697A :

Une chute de pression de moins de 1,7°psig (0,17 psi/min ou moins, 11,7 kPa ou 1,17 kPa/min) est acceptable. Si le 7697A réussit tous les tests de fuite (restriction, perte de pression et port croisé) et si le test de perte de pression de l'injecteur du CPG réussit sans que le 7697A soit installé, vérifiez le trajet de gaz vecteur 7697A. Reportez-vous à la documentation de l'échantillonneur d'espace de tête.

Pour un CPG doté d'un échantillonneur d'espace de tête G1888 :

Une baisse de pression inférieure à 2 psig en 5 minutes (0,4 psi/min ou moins ; 13,8 kPa ou 2,76 kPa/min) est acceptable lorsque vous utilisez une boucle d'échantillonnage d'1 cc.

Pour tous les CPG :

Notez que la taille du manchon a une incidence sur la baisse de pression. Un injecteur doté d'un manchon de volume inférieur ne tolère pas une fuite d'un débit aussi important qu'un injecteur équipé d'un manchon de volume supérieur.

- 17 Lorsque l'injecteur réussit le test, rétablissez les conditions de fonctionnement normales du CPG.
- Restaurez les pressions de la source.
 - Retirez les bouchons/obturateurs.
 - Remontez la colonne.
 - Rétablissez la configuration correcte de colonne.
 - Chargez la méthode de fonctionnement.

Pour corriger les fuites dans l'injecteur avec/sans division

Si l'injecteur échoue au test de perte de pression, vérifiez les points suivants :

- Vérifiez les bouchons/obturateurs utilisés dans le test. Assurez-vous qu'ils sont installés correctement et bien serrés.
- Si vous avez effectué le test des fuites suite à une opération de maintenance, assurez-vous d'avoir réinstallé correctement les pièces manipulées pendant la maintenance.
- Assurez-vous que l'écrou du septum est bien serré. Voir [Pour changer le septum sur l'injecteur avec/sans division](#).
- Vérifiez le septum. S'il est vieux ou endommagé, remplacez-le.
- Vérifiez l'installation de l'ensemble de l'insert.
- Vérifiez le joint torique et le manchon. Voir [Pour changer le manchon et le joint torique sur l'injecteur avec/sans division](#).
- Si vous avez changé le joint doré, assurez-vous de l'avoir installé correctement. Voir [Pour remplacer un scellage or sur l'injecteur avec/sans division](#).
- Assurez-vous que la température de l'injecteur reste constante durant le test.

Si ces éléments ne permettent pas de résoudre le problème, prenez contact avec le service après-vente Agilent.

Pour effectuer un test de perte de pression pour un injecteur purgé/rempli

Utilisez le Test de perte de pression d'injecteur purgé/rempli d'Agilent Utilities pour déterminer si un injecteur purgé/rempli fuit. Ouvrez le logiciel, sélectionnez le CPG et lancez le test de l'injecteur.

Si vous ne disposez pas du logiciel Instrument Utilities software, voir la procédure ci-dessous.

Si le test échoue :

- Serrez l'écrou du septum/le capuchon Merlin.
- [Remplacez](#) le septum ou le joint Merlin Microseal.
- Serrez le corps d'insert soudé supérieur. [Remplacez](#) le manchon.
- [Remplacez](#) le joint torique et serrez la connexion d'adaptateur de colonne. [Réinstallez](#) au besoin.
- Vérifiez le raccord de la colonne branchée et le bouchon de la purge du septum.

Pour effectuer un Test de perte de pression d'injecteur sur un injecteur purgé/rempli

Le test de perte de pression recherche des fuites entre le module de régulation de l'injecteur et le raccord de la colonne.

Suite à une opération de maintenance, recherchez d'abord des fuites dans les zones accessibles depuis l'extérieur. Voir « [Rechercher les fuites externes](#) ».

Si vous savez qu'une fuite existe, vérifiez d'abord les raccords de l'injecteur accessibles depuis l'extérieur, particulièrement au niveau des connexions ayant fait l'objet d'une maintenance récente, telles que l'écrou du septum, l'adaptateur de la colonne, la connexion de la colonne, etc.

Le test de perte de pression décrit ci-dessous exige de retirer la colonne et les bouchons des raccords de la colonne de l'injecteur. Ce test parvient/ne parvient pas à trouver les types de fuite suivants :

Ce test détecte les fuites au niveau :	Ce test ne détecte pas les fuites au niveau :
du septum,	du raccord de colonne,

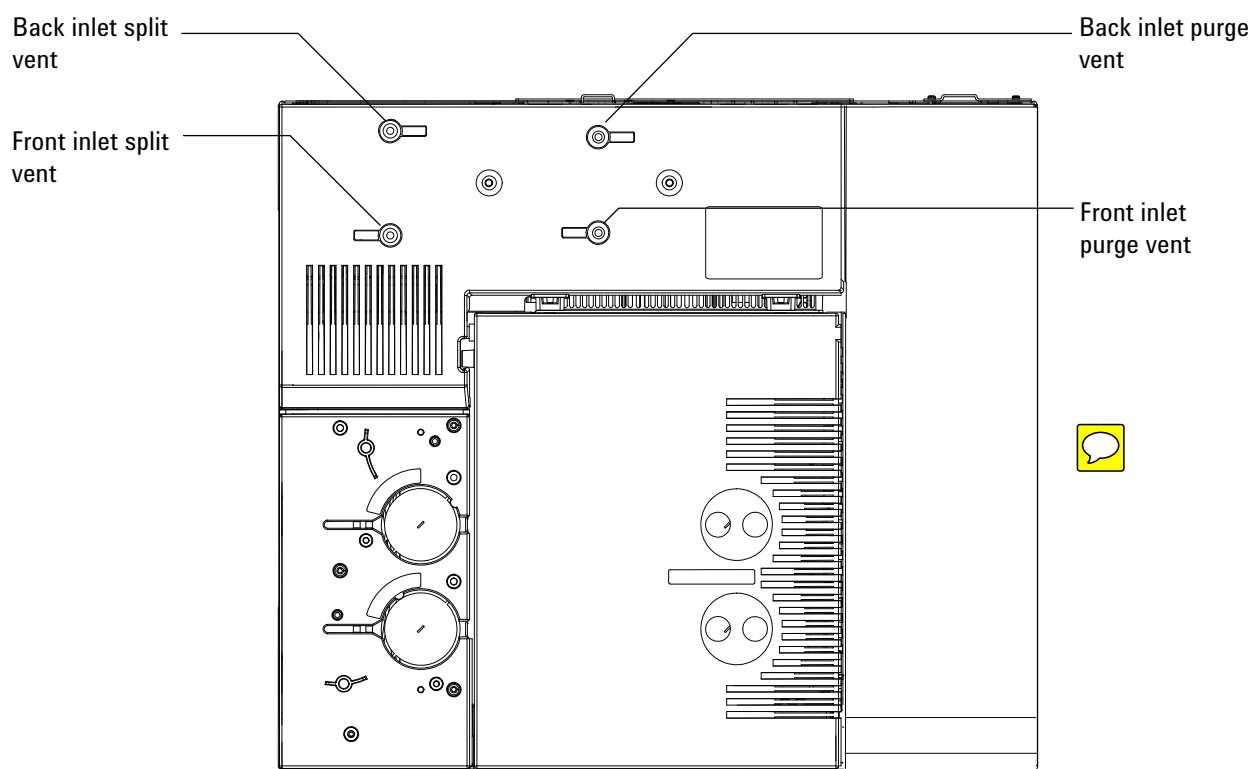
Ce test détecte les fuites au niveau :	Ce test ne détecte pas les fuites au niveau :
de l'écrou du septum,	des raccords de la paroi d'alimentation en gaz vers le module de régulation,
insert en verre joint torique	
de l'adaptateur et de la ferrule,	
du corps de l'injecteur,	
de la soudure de l'insert supérieur,	
des joints dans les conduits entre le module de régulation de l'injecteur et le corps de l'injecteur.	

AVERTISSEMENT

Ce test de fuites n'est pas adapté aux gaz vecteurs inflammables, tels que l'hydrogène.

- 1 Rassemblez les éléments suivants (voir [Consommables et pièces pour l'injecteur purgé/rempli](#)) :
 - Ferrule pleine
 - Clé plate de 1/4 de pouce
 - Clé plate de 7/16 de pouce
 - Gants thermorésistants (si l'injecteur est chaud)
 - Clé plate de 9/16 de pouce
 - Capuchons Swagelok de 1/8 et 1/4 de pouce
 - Bouchon de détecteur ECD/TCD (pièce n° 5060-9055)
- 2 Chargez la [méthode de maintenance de l'injecteur](#) et attendez que le CPG soit prêt.
- 3 Si elle installée, retirez la colonne.
- 4 Obturez la colonne du détecteur.
 - Si l'adaptateur de colonne capillaire est installé, utilisez un écrou de colonne et une ferrule pleine
 - Si un adaptateur de colonne remplie 1/8 de pouce est installé, utilisez un capuchon Swagelok (5180-4121).
 - Si un adaptateur de colonne remplie 1/4 de pouce est installé, utilisez un capuchon Swagelok (5180-4120).
- 5 Remplacez l'ancien septum par un nouveau. Voir [Pour changer le septum sur l'injecteur rempli purgé](#).

- 6 Inspectez le joint torique et remplacez-le s'il est dur et cassant ou fissuré. Voir [Pour changer le joint torique sur l'injecteur rempli purgé](#).
- 7 Si vous n'êtes pas certain de la qualité de la ferrule de l'adaptateur, remplacez-la. Voir [Pour changer l'insert en verre sur un injecteur PP](#).
- 8 Fixez la température de l'injecteur à 150°C.
- 9 Attendez que la température de l'injecteur se stabilise. Des fluctuations de températures peuvent invalider le test.



- 10 Surveillez la pression de l'injecteur. Elle devrait augmenter. Lorsque la pression dépasse 25 psi (172 kPa), fermez le débit du gaz vecteur. (Appuyez sur [**Front Inlet**] ou [**Back Inlet**]. Faites défiler jusqu'à **Total flow** et appuyez sur **Off/No.**)
- 11 Si la pression ne peut être atteinte, soit la fuite est trop importante, soit la pression d'alimentation est trop basse.
- 12 Laissez la pression se stabiliser pendant approximativement 10 secondes. La pression doit se situer entre 25 et 28 psi (172 et 193 kPa). Surveillez la pression pendant 5 minutes. Utilisez le compteur en appuyant sur [**Time**] et [**Enter**].
- 13 Une chute de pression de moins de 0,25°psig (0,05 psi/min ou moins, 1,72 kPa ou 0,34 kPa/min) est acceptable.

- 14 Si la pression baisse beaucoup plus rapidement que le taux acceptable, voir. « [Pour corriger des fuites dans l'injecteur de colonne purgé/rempli](#) ». Relancez le test.
- 15 Lorsque l'injecteur réussit le test, rétablissez les conditions de fonctionnement normales du CPG.
 - Retirez les bouchons/obturateurs.
 - Restaurez les pressions de la source.
 - Remontez la colonne.
 - Rétablissez la configuration correcte de colonne.
 - Chargez la méthode de fonctionnement.

Pour corriger des fuites dans l'injecteur de colonne purgé/rempli

Si l'injecteur échoue au test de perte de pression, vérifiez les points suivants :

- Vérifiez les bouchons/obturateurs utilisés dans le test. Assurez-vous qu'ils sont installés correctement et bien serrés.
- Si vous avez effectué le test des fuites suite à une opération de maintenance, assurez-vous d'avoir réinstallé correctement les pièces manipulées pendant la maintenance.
- Assurez-vous que l'écrou du septum est bien serré. Voir [Pour changer le septum sur l'injecteur rempli purgé](#).
- Vérifiez le septum. S'il est vieux ou endommagé, remplacez-le.
- Vérifiez que la soudure de l'insert supérieur est bien installée et serrée.
- Remplacez le joint torique. Voir [Pour changer le joint torique sur l'injecteur rempli purgé](#). Vérifiez également l'insert de verre. Voir [Pour changer l'insert de verre sur l'injecteur PP](#).
- Remplacez le joint de ferrule sur l'adaptateur.
- Assurez-vous que la température de l'injecteur reste constante durant le test.

Si ces éléments ne permettent pas de résoudre le problème, prenez contact avec le service après-vente Agilent.

Chercher des fuites dans un injecteur de colonne remplie

REMARQUE

Les injecteurs de colonne remplie ne prennent pas en charge le test de perte de pression.

Cette méthode vérifie les fuites depuis le module de flux de l'injecteur jusqu'au raccord de colonne.

Suite à une opération de maintenance, recherchez d'abord des fuites dans les zones accessibles depuis l'extérieur. Voir « [Rechercher les fuites externes](#) ».

Si une fuite existe, vérifiez d'abord les raccords d'injecteur accessibles, en particulier toute connexion qui a fait l'objet d'une maintenance récente, comme l'écrou du septum, l'adaptateur de la colonne, la connexion de la colonne, et ainsi de suite.

Le test de fuite décrit ci-dessous nécessite le retrait de la colonne et le bouchage du raccord de l'injecteur. Ce test parvient/ne parvient pas à trouver les types de fuite suivants :

Ce test détecte les fuites au niveau :	Ce test ne détecte pas les fuites au niveau :
du septum,	du raccord de colonne,
de l'écrou du septum,	
de l'adaptateur et de la ferrule,	
du corps de l'injecteur,	
de la soudure de l'insert supérieur,	
des joints dans les conduits entre le module de régulation de l'injecteur et le corps de l'injecteur.	

AVERTISSEMENT

Ce test de fuites n'est pas adapté aux gaz vecteurs inflammables, tels que l'hydrogène.

1 Rassemblez les éléments suivants (voir [Consommables et pièces pour l'injecteur de colonne remplie](#)):

- Clé plate de 9/16 de pouce
- Clé plate de 7/16 de pouce
- Gants thermorésistants (si l'injecteur est chaud)
- Capuchons Swagelok de 1/8 et 1/4 de pouce

- 2 Fixez la température de l'injecteur et du four à 35 °C.
- 3 Si elle installée, retirez la colonne.
- 4 Remplacez l'ancien septum par un nouveau. Voir [Pour changer le septum sur l'injecteur rempli purgé](#).
- 5 Inspectez le joint torique et remplacez-le s'il est dur et cassant ou fissuré. Voir [Pour changer le joint torique sur l'injecteur rempli purgé](#).
- 6 Si vous n'êtes pas certain de la qualité de la ferrule de l'adaptateur, remplacez-la. Voir [Pour changer l'insert en verre sur un injecteur PP](#).
- 7 Utilisez les touches **2/+** et **8/-** sur le clavier logiciel pour ajuster le débit de la colonne à 5 ml/min.
- 8 Obturez la colonne du détecteur.
 - Si un adaptateur de colonne remplie 1/8 de pouce est installé, utilisez un capuchon Swagelok (5180-4121).
 - Si un adaptateur de colonne remplie 1/4 de pouce est installé, utilisez un capuchon Swagelok (5180-4120).
- 9 Dans la mesure où il n'y a aucune chance que le gaz s'échappe lorsque le raccord de colonne est recouvert, le débit de colonne affiché devrait tomber à 0,0 ml/min ou < 0,1 ml/min.
- 10 Double cliquez sur **Status** pour voir le débit réel de l'injecteur.
- 11 Si le débit de la colonne affiché est supérieur à 0,1 ml/min, ou bien s'il atteint la valeur ajustée, il y a une fuite. Sinon le système ne présente pas de fuite.
- 12 Lorsque l'injecteur réussit le test, rétablissez les conditions de fonctionnement normales du CPG.
 - Retirez les bouchons/obturateurs.
 - Remontez la colonne.
 - Rétablissez la configuration correcte de colonne.
 - Chargez la méthode de fonctionnement.

Pour corriger des fuites dans l'injecteur de colonne remplie

Si l'injecteur échoue à un test de fuite, vérifiez les éléments suivants :

- Vérifiez les bouchons/obturateurs utilisés dans le test. Assurez-vous qu'ils sont installés correctement et bien serrés.
- Si vous avez effectué le test des fuites suite à une opération de maintenance, assurez-vous d'avoir réinstallé correctement les pièces manipulées pendant la maintenance.
- Assurez-vous que l'écrou du septum est bien serré. Voir [Pour changer le septum sur l'injecteur de colonne remplie](#).
- Vérifiez le septum. S'il est vieux ou endommagé, remplacez-le.
- Vérifiez que la soudure de l'insert supérieur est bien installée et serrée.
- Remplacez le joint torique. Voir [Pour changer le joint torique sur l'injecteur de colonne remplie](#). Vérifiez également l'insert de verre. Voir [Pour changer l'insert en verre sur un injecteur PP](#).
- Remplacez le joint de ferrule sur l'adaptateur.
- Assurez-vous que la température de l'injecteur reste constante durant le test.

Si ces éléments ne permettent pas de résoudre le problème, prenez contact avec le service après-vente Agilent.

Pour effectuer un Test de perte de pression COC

Utilisez le test de perte de pression de l'injecteur Cool On-Column du logiciel Agilent Instrument Utilities pour déterminer si l'injecteur fuit. Ouvrez le logiciel, sélectionnez le CPG et lancez le test de l'injecteur.

Si vous ne disposez pas du logiciel Instrument Utilities software, voir la procédure ci-dessous.

Si le test échoue :

- Utilisez un détecteur de fuites électronique pour vérifier les connexions vers le module de régulation. Au besoin, resserrez les connexions ou remplacez les joints toriques.
- Vérifiez la présence éventuelle de fuites dans le module de régulation.
- Utilisez un détecteur de fuites électronique pour vérifier les conduites entre le corps de l'injecteur et le module de régulation.
- Vérifiez le raccord de la colonne branchée et le bouchon de la purge du septum.
- Serrez l'écrou du septum.
- [Remplacez](#) le septum si nécessaire.

Pour effectuer un test de perte de pression sur un injecteur COC

Le test de perte de pression recherche des fuites entre le module de régulation de l'injecteur et le raccord de la colonne.

Suite à une opération de maintenance, recherchez d'abord des fuites dans les zones accessibles depuis l'extérieur. Voir « [Rechercher les fuites externes](#) ».

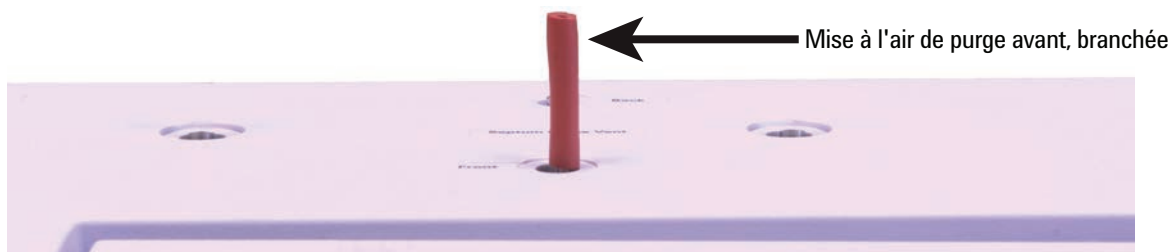
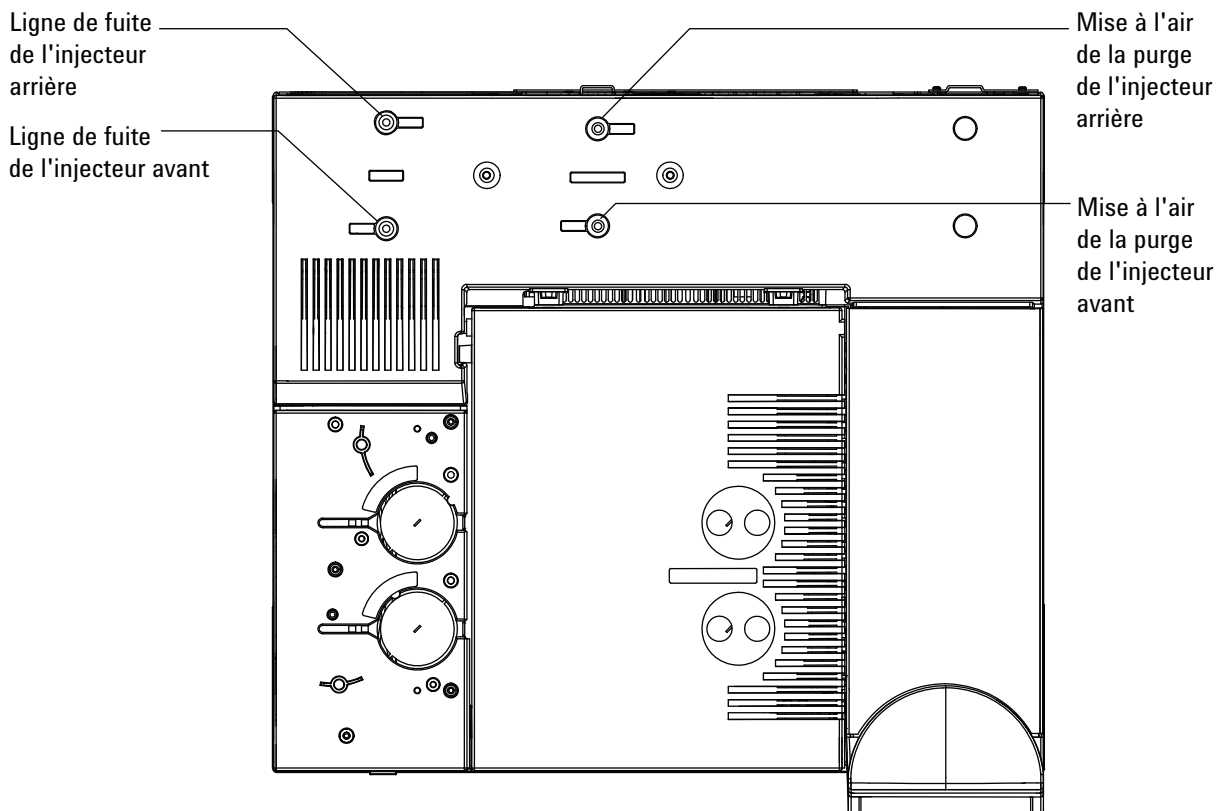
Si vous savez qu'une fuite existe, vérifiez d'abord les raccords de l'injecteur accessibles depuis l'extérieur, particulièrement au niveau des connexions ayant fait l'objet d'une maintenance récente, telles que l'écrou du septum, l'adaptateur de la colonne, la connexion de la colonne, etc. Voir « [Rechercher les fuites externes](#) ».

Le test de perte de pression décrit ci-dessous exige de retirer la colonne et les bouchons des raccords de la colonne de l'injecteur. Ce test parvient/ne parvient pas à trouver les types de fuite suivants :

Ce test détecte les fuites au niveau :	Ce test ne détecte pas les fuites au niveau :
du septum,	du raccord de colonne,
de l'écrou du septum ou de la tour de refroidissement,	des raccords de la paroi d'alimentation en gaz vers le module de régulation,
des joints dans les conduits entre le module de régulation de l'injecteur et le corps de l'injecteur.	
du corps de l'injecteur,	

- 1 Rassemblez les éléments suivants (voir [Consommables et pièces pour le COC](#)):
 - Ferrule pleine
 - Clé plate de 1/4 de pouce
 - Gants thermorésistants (si l'injecteur est chaud)
 - Écrou de colonne
 - Nouveau septum
 - Bouchon de détecteur ECD/TCD (pièce n° 5060-9055)
- 2 Chargez la [méthode de maintenance de l'injecteur](#) et attendez que le CPG soit prêt.
- 3 Si elle installée, retirez la colonne.
- 4 Placez un écrou de colonne et une ferrule pleine sur le raccord de la colonne.
- 5 Remplacez l'ancien septum par un nouveau. Voir [Pour changer le septum sur le l'injecteur COC](#).
- 6 Entrez un point de consigne de 25 psi (172 kPa). Assurez-vous que la pression fournie au CPG est supérieure d'au moins 10 psi (70 kPa) à la pression de l'injecteur.
- 7 Attendez 5 minutes pour que la pression se stabilise. Si vous ne parvenez pas à établir la pression, soit la fuite est trop grande soit la pression de l'alimentation est trop basse.
- 8 Réglez le débit de la **Septum purge** à 3,0 ml/min.
- 9 Attendez que la température de l'injecteur se stabilise. Des fluctuations de températures peuvent invalider le test.

- 10 Placez le capuchon du détecteur ECD/TCD sur le raccord de la purge du septum.



- 11 Depuis le clavier, appuyez sur **[Service Mode]**. Sélectionnez **Diagnostics > Front or Back Inlet > Pneumatics Control > Septum Purge control**.
- 12 Faites défiler jusqu'à **Constant duty cycle** et entrez **50**. Attendez 10 secondes.
- 13 Appuyez sur **[Front or Back Inlet]**. Faites défiler jusqu'à **Pressure** et appuyez sur **Off/No**.
- 14 Si possible, désactivez rapidement la source d'alimentation du gaz vecteur. L'objectif est d'empêcher toute pression résiduelle des lignes d'alimentation de fuir *dans* le système

fermé et de provoquer une montée de pression et de masquer des fuites. (Des fuites de ce type à travers le module EPC n'ont généralement pas d'impact sur le fonctionnement.) Sauter cette étape si la configuration n'inclut pas les vannes d'arrêt du GPC ou si une modification de la pression de la source n'est pas pratique. Si la conduite d'alimentation fournit un grand volume vers le CPG, envisagez la possibilité ou non d'une fuite *dans* le système en évaluant les résultats de test.

- 15** Surveillez la pression pendant 10 minutes. Utilisez le compteur en appuyant sur **[Time]** et **[Enter]**.

Une chute de pression de moins de 1,0°psig (0,1 psi/min ou moins, 6,9 kPa ou 0,69 kPa/min) est acceptable.

Si la pression baisse beaucoup plus rapidement que le taux acceptable, voir. « [Pour corriger les fuites dans l'injecteur Cool On-Column](#) ». Relancez le test.

- 16** Lorsque l'injecteur réussit le test, rétablissez les conditions de fonctionnement normales du CPG.
- Restaurez les pressions de la source.
 - Retirez les bouchons/obturateurs.
 - Remontez la colonne.
 - Rétablissez la configuration correcte de colonne.
 - Chargez la méthode de fonctionnement.

Pour corriger les fuites dans l'injecteur Cool On-Column

Si l'injecteur échoue au test de perte de pression, vérifiez les points suivants :

- Vérifiez les bouchons/obturateurs utilisés dans le test. Assurez-vous qu'ils sont installés correctement et bien serrés.
- Si vous avez effectué le test des fuites suite à une opération de maintenance, assurez-vous d'avoir réinstallé correctement les pièces manipulées pendant la maintenance.
- Assurez-vous que l'écrou du septum et que l'assemblage de la tour de refroidissement sont bien serrés. Voir [Pour changer un écrou de septum ou une tour de refroidissement et un septum sur un injecteur COC](#).
- Vérifiez le septum. S'il est vieux ou endommagé, remplacez-le.
- Assurez-vous que la température de l'injecteur reste constante durant le test.

Si ces éléments ne permettent pas de résoudre le problème, prenez contact avec le service après-vente Agilent.



8

Tâches de dépannage

- Pour mesure le débit d'une colonne 140
- Mesure du flux de fuite ou de la purge du septum 144
- Mesure du flux dans un détecteur 145
- Lancer l'auto-contrôle du CPG 150
- Vérifier ou surveiller la contre-pression de la ligne de fuite 151
- Exécuter le test du piège d'injecteur 154
- Effectuer un test d'étranglement de ligne de fuite avec/sans division 156
- Vérifier qu'une ligne de fuite n'est pas contaminée 157
- Réglage du Lit Offset du DIF 158
- Vérifier que la flamme du DIF est allumée 159
- Vérification du fonctionnement du briquet pendant la séquence d'allumage 160
- Mesure du courant de fuite du DIF 161
- Mesure de la sortie de la ligne de base du DIF 162
- Isoler la cause du bruit du DIF 163
- Mesure du courant de fuite du NPD 164
- Vérifier qu'un injecteur DIF n'est pas bouché 165
- Vérifier qu'une buse NPD n'est pas bouchée 166
- Vérifier que la buse du NPD est allumée 167
- Vérifier que la flamme du FPD est allumée 168
- Réglage du Lit Offset du FPD 169
- Quand remplacer les purificateurs de gaz 170
- Ignorer l'état de préparation d'un dispositif 171
- Réglage de l'heure et de la date 172



Pour mesure le débit d'une colonne

Mesure du flux dans une colonne de DIF, TCD, μ ECD ou FPD

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

AVERTISSEMENT

L'hydrogène (H₂) est inflammable et risque d'exploser en présence d'air dans un espace fermé (par exemple, un débitmètre). Purgez les débitmètres avec un gaz inerte, le cas échéant. Mesurez toujours les gaz séparément. Eteignez toujours les détecteurs afin d'éviter les flammes ou l'auto-allumage de la buse.

AVERTISSEMENT

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

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

REMARQUE

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

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



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



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



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

Mesure du flux de colonne d'un NPD

- 1 Munissez-vous des éléments suivants :
 - Outil de raccordement du débitmètre pour NPD (G1534-60640)



- Insert pour mesure de débit (19301-60660)
 - Débitmètre électronique étalonné pour les gaz et les débits concernés
- 2 Réglez la tension de la buse sur 0,0 V.
 - 3 Faites refroidir le détecteur jusqu'à 150 °C.

AVERTISSEMENT

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

- 4 Retirez la buse et stockez-la à l'abri jusqu'à la réinstallation.
- 5 Insérez l'outil de raccordement du débitmètre pour NPD dans le collecteur du NPD.

- 6 Attachez l'insert pour mesure de débit à l'outil de raccordement du débitmètre pour NPD.



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

Mesure du flux de fuite ou de la purge du septum

Notez que les flux des rapports du CPG sont calibrés sur 25 °C et 1 atmosphère. Corrigez les résultats du débitmètre en conséquence.

AVERTISSEMENT

L'hydrogène (H₂) est inflammable et risque d'exploser en présence d'air dans un espace fermé (par exemple, un débitmètre). Purgez les débitmètres avec un gaz inerte, le cas échéant. Mesurez toujours les gaz séparément. Eteignez toujours les détecteurs afin d'éviter les flammes ou l'auto-allumage de la buse.

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

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

- Le flux de fuite a un raccord fileté Swagelok 1/8 de pouce. Créez et utilisez un adaptateur de tube 1/8 de pouce (comme indiqué ci-dessous) pour convertir le raccord fileté en un tube 1/8 de pouce. Ce système empêche la formation de fuites entre la conduite en caoutchouc du débitmètre et le filetage qui engendrerait une mesure incorrecte.



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

Mesure du flux dans un détecteur

Les détecteurs, et particulièrement ceux à flamme, exigent des mesures de débit précises pour fonctionner correctement. Les éléments suivants peuvent provoquer des débits incorrects :

- Les restrictions dans la ligne d'alimentation, qui provoqueront un message **Not Ready** sur l'écran du CPG (tous les détecteurs)
- Fuites sur la colonne ou le raccord d'adaptateur de colonne (tous les détecteurs)
- Une buse bouchée (DIF, NPD).
- Fuite au niveau de la chambre de combustion, du joint de fenêtre ou du joint du brique (FPD)
- Capteur de pression ayant besoin d'être remis à zéro. (Voir [Pour réduire à zéro le capteur de pression du module EPC ou EPR.](#))
- Une valve EPC ou EPR qui ne fonctionne pas correctement.

Pour isoler le problème, comparez le flux d'un **canal de gaz** par rapport au débit actuel.

Mesure du flux dans un DIF, un TCD, un μ ECD ou un FPD

AVERTISSEMENT

L'hydrogène (H₂) est inflammable et risque d'exploser en présence d'air dans un espace fermé (par exemple, un débitmètre). Purgez les débitmètres avec un gaz inerte, le cas échéant. Mesurez toujours les gaz séparément. Eteignez toujours les détecteurs afin d'éviter les flammes ou l'auto-allumage de la buse.

1 Munissez-vous des éléments suivants :

- Tube de raccord de débitmètre approprié (fourni avec le CPG)
- Débitmètre électronique étalonné pour les gaz et les flux concernés

ATTENTION

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

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

- 3 Interrompez le flux et la pression dans la colonne.
- 4 Coupez tous les gaz du détecteur.
- 5 Éteignez (le cas échéant) : la flamme du DIF, du TCD et le filament du TCD.
- 6 Faites refroidir le détecteur.
- 7 Connectez le raccord approprié au système d'évacuation du détecteur.

REMARQUE

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

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



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



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



- 8 Raccordez le débitmètre à son adaptateur.
- 9 Mesurez le débit réel de chaque gaz un par un.

Mesure des flux dans un NPD

- 1 Munissez-vous des éléments suivants :
 - Outil de raccordement du débitmètre pour NPD (G1534-60640)



- Insert pour mesure de débit (19301-60660)
 - Débitmètre électronique étalonné pour les gaz et les débits concernés
- 2 Réglez la tension de la buse sur 0,0 V.
 - 3 Faites refroidir le détecteur jusqu'à 150 °C.

AVERTISSEMENT

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

- 4 Retirez la buse et stockez-la à l'abri jusqu'à la réinstallation.
- 5 Insérez l'outil de raccordement du débitmètre pour NPD dans le collecteur du NPD.

- 6 Attachez l'insert pour mesure de débit à l'outil de raccordement du débitmètre pour NPD.



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

Lancer l'auto-contrôle du CPG

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

Vérifier ou surveiller la contre-pression de la ligne de fuite

Agilent fournit un test intégré qui mesure la contre-pression dans le piège de fuite et la ligne pour l'injecteur avec/sans division. Le test mesure la pression développée dans le trajet de débit de fuite pour un flux donné et sélectionné par l'utilisateur. Ce taux de flux peut être votre point de consigne de **Flux divisé** de la méthode, ou 400 ml/min par défaut utilisé par Agilent pour comparer les valeurs « typiques ».

En exécutant le test sur un système propre, vous pouvez établir une ligne de base pour la contre-pression attendue dans la ligne de fuite. Ensuite, vous pouvez ré-exécuter le test périodiquement pour déterminer si oui ou non le piège doit être remplacé avant qu'il ait un impact sur vos résultats chromatographiques.

La pression mesurée par le test dépend :

- du manchon installé,
- du flux utilisé.

Par conséquent, la valeur réelle mesurée variera selon les différentes configurations et d'un CPG à l'autre.

Le test recherche :

- les étranglements du manchon
- la contamination du joint doré (injecteur avec/sans division seulement)
- les étranglements dans la ligne de fuite, tels ceux provoqués par la contamination d'échantillon condensé dans la ligne et le piège de fuite.

Le test peut également fournir une mesure de bonne adéquation du matériel installé. Exécutez le test à l'aide des valeurs de consigne de votre méthode et de votre matériel. Si la pression de test mesurée est proche de la pression de tête de colonne désirée, cela signifie que même un faible étranglement de la ligne de fuite peut rendre le CPG non prêt. Vous pouvez souhaiter installer un manchon différent ou ajuster la méthode. (Pour les manchons sans division, essayez d'abord de ré-installer le manchon. Les manchons sans division créent plus de contre-pression que ceux avec division, et donc de faibles variations d'orientation peuvent créer une différence pour des faibles pressions en tête de colonne.)

Définir une limite d'avertissement pour la vérification du piège d'injecteur

Utiliser la vérification du piège d'injecteur pour surveiller la ligne de fuite :

- 1 Si le piège de ligne de fuite a été utilisé pour injecter de nombreux échantillons, remplacez-le. Veillez à ce que le CPG soit propre :
 - Remplacez les accessoires d'injecteur si nécessaire.
 - Vérifiez que la ligne de fuite n'est pas contaminée et ne présentent pas d'étranglement.
- 2 Exécutez le test de pression de piège d'injecteur. Voir la section « [Exécuter le test du piège d'injecteur](#) ».
- 3 Notez la pression. Si la valeur mesurée est celle de la contre-pression, vous pouvez estimer que le système est propre avec le manchon installé.
- 4 Déterminez une limite pratique de contre-pression de la ligne de fuite.

Utilisez le CPG normalement. Ré-exécutez ce test périodiquement. Vous devrez remplacer le piège de ligne de fuite lorsque :

- Vous constaterez des problèmes chromatographiques relatifs à un étranglement dans la ligne de fuite, en particulier une mauvaise reproductibilité de la surface en mode avec division, ou
- La pression mesurée lors du test approche ou dépasse la valeur de consigne de la pression en tête de colonne de la méthode.

Exécutez le test de piège d'injecteur et notez la pression. Remplacez le piège de ligne de fuite.

- 5 Définissez une limite d'avertissement et un comportement si vous le désirez.

Maintenant que vous savez quand le piège doit être remplacé, vous pouvez définir une ou deux limites pour le test. Utilisez ces limites pour activer l'indicateur Service Due (maintenance nécessaire) ou pour forcer le CPG à passer à l'état Not ready (Non prêt). Ces deux limites sont :

- **Warning if pressure check** : Si la pression mesurée dépasse la limite, active l'indicateur Service Due.
- **Fault if pressure check** : Si la pression mesurée dépasse la limite, le CPG n'est pas prêt.

Pour définir une limite d'avertissement :

- a Appuyez sur **[Mode Service]**, faites défiler jusqu'à **Front inlet trap check** ou **Back inlet trap check**, puis appuyez sur **[Enter]**.
- b Faite défiler la liste jusqu'à la limite désirée.
- c Entrez une limite en utilisant le clavier, puis appuyez sur **[Enter]**.

(Pour désactiver un avertissement, sélectionnez-le puis appuyez sur **[Off/No]**.)

Le test est à présent configuré.

- 6 Ré-exécutez le test périodiquement. Lorsque le test échoue, remplacez le piège de ligne de fuite.

Pour sortir d'une condition de CPG non prêt ou pour désactiver l'indicateur Service Due :

- 1 Appuyez sur **[Service Mode]**, faites défiler jusqu'à **Front inlet trap check** ou **Back inlet trap check**, puis appuyez sur **[Enter]**.
- 2 Faites défiler jusqu'à **Reset the test results?** et appuyez sur **[On/Yes]**.

Désactiver une limite d'avertissement pour le test du piège d'injecteur

- 1 Appuyez sur **[Mode Service]**, faites défiler jusqu'à **Front inlet trap check** ou **Back inlet trap check**, puis appuyez sur **[Enter]**.
- 2 Faites défiler jusqu'à l'avertissement, puis appuyez sur **[Off/No]**.

Exécuter le test du piège d'injecteur

Depuis le clavier logiciel (contrôleur à distance) :

- 1 Appuyez sur [**Service Mode**], faites défiler jusqu'à **Front inlet trap check** ou **Back inlet trap check**, puis appuyez sur [**Enter**]. L'écran sera similaire à [Figure 5](#) :

```

      FRONT INLET TRAP CHECK
Inlet Pressure      5.471 psi<
Test Inlet          (ON to Start)
Test flow rate      400mL/min
Warning if pressure check OFF
Fault if pressure check  OFF
      Last test results
      Tue Oct 20 16:07 2009
Test pressure OK:      4.8
Reset the test results? (yes)

```

Figure 5 Exemple d'écran de test du piège d'injecteur avant. L'exemple suppose qu'un test a été exécuté précédemment. Faites défiler l'affichage pour voir toutes les lignes à l'écran.

- 2 Faites défiler jusqu'à **Test flow rate** et entrez un débit. Un débit typique pour ce test est de 400 ml/min pour le gaz vecteur hélium et hydrogène, ou 150 ml/min pour le gaz vecteur azote, mais vous pouvez trouver d'autres valeurs plus appropriées pour votre réglage.
- 3 Faites défiler jusqu'à **Test Inlet** et appuyez sur [**On/Yes**] pour démarrer le test.
- 4 Attendez que la pression se stabilise. À stabilité, la ligne **Test Inlet** de l'affichage change en **Test pressure OK x.xx**, où x.xx est la pression actuelle.

Si l'injecteur ne parvient pas à atteindre la valeur de consigne du test, cherchez une fuite éventuelle (au niveau de l'injecteur, du piège de ligne de fuite ou de la ligne de fuite elle-même) ou vérifiez que la pression d'alimentation en gaz n'est pas trop faible.

- 5 Notez le résultat de **Pression de l'injecteur**. Si la pression mesurée dépasse l'une ou l'autre des limites que vous avez définies, le CPG répondra en conséquence. Voir la section « [Vérifier ou surveiller la contre-pression de la ligne de fuite](#) ».

Si la pression pour un manchon sans division semble anormalement haute pour un système propre, essayez de réinstaller le manchon.

Si la pression dans un système propre est comprises entre ces valeurs, mais est proche de la pression opérationnelle pour la méthode, envisagez un changement de matériel ou de méthode. Voir aussi [Impossible de maintenir une pression aussi basse comme point de consigne sur un injecteur divisé](#).

- 6 Appuyez sur **[Off/No]** pour arrêter le test.

REMARQUE

Les résultats du test le plus récent s'affichent en bas de l'écran. Faites défiler l'affichage jusqu'en bas pour les voir.

Pour effacer une condition Non prêt ou un indicateur Service Due, faites défiler jusqu'à **Reset the test results?** et appuyez sur **[On/Yes]**.

Effectuer un test d'étranglement de ligne de fuite avec/sans division

Utilisez le test d'étranglement du logiciel Agilent Instrument Utilities pour déterminer s'il existe un élément obstruant anormalement le trajet du flux de fuite. Ouvrez le logiciel, sélectionnez le CPG et lancez le test de l'injecteur.

Si le test échoue :

- Étudiez le manchon utilisé. Agilent [recommande](#) un manchon à chute de pression lente pour des analyses divisées, référence de pièce 5183-4647.
- [Remplacez](#) le filtre de piège de fuite.
- Inspectez et [remplacez](#) le joint doré. Si vous n'utilisez pas un manchon de chute de pression basse, envisagez d'installer un joint doré à flux élevé, 5182-9652.

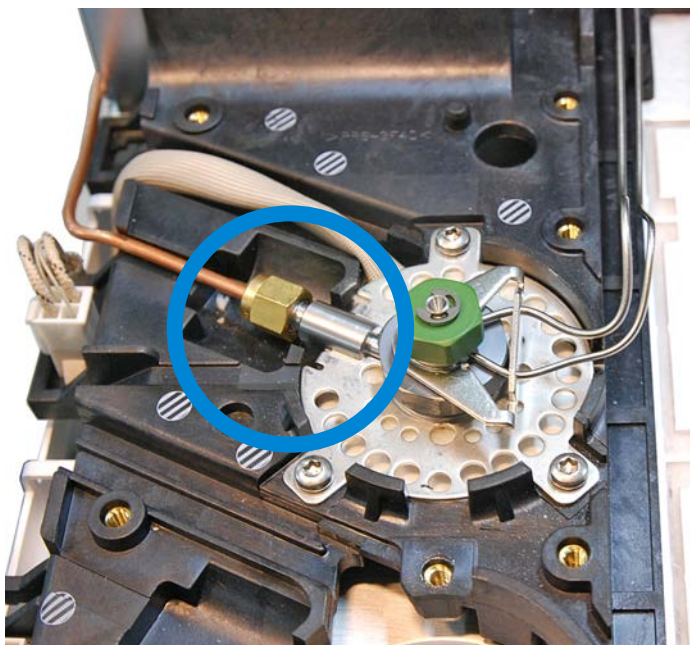
Si le problème persiste, contactez le service d'assistance Agilent.

Vérifier qu'une ligne de fuite n'est pas contaminée

AVERTISSEMENT

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

- 1 Munissez-vous des éléments suivants :
 - Clé plate de 7/16 de pouce
 - Gants résistants à la chaleur si l'injecteur est chaud
 - Écouvillons
- 2 Desserrez l'écrou 1/8 pouce Swagelok qui relie la ligne de fuite en cuivre au port d'injection.



- 3 Inspectez la ligne de fuite en cuivre de 1/8 pouce à la recherche d'échantillon condensé. Vidangez ou remplacez la ligne de fuite en cuivre.
- 4 Retirez la tête du septum.
- 5 Vérifiez le raccord du tube de mise à l'air de l'assemblage soudé de blocage. Nettoyez le tube de mise à l'air avec une brosse et un solvant adapté.
- 6 Remontez l'injecteur avec/sans division et effectuez le test d'étranglement pour rechercher la présence éventuelle d'étranglements dans le trajet de la ligne de fuite. Si l'injecteur échoue encore, suspectez une contamination ou des défauts du module de flux.

Réglage du Lit Offset du DIF

Pour ajuster le **Lit offset** du DIF :

- 1 Appuyez sur [**Config**].
- 2 Faites défiler jusqu'à **Front detector** ou **Back detector** (là où le détecteur est installé) et appuyez sur [**Enter**].
- 3 Faites défiler jusqu'à **Lit offset**. La ligne **Lit offset** étant en surbrillance, saisissez le nouveau paramètre du détecteur et appuyez sur [**Enter**].
- 4 La valeur Lit offset doit être < 2 pA ou inférieure à la valeur de sortie normale du DIF lorsqu'il est allumé.

Vérifier que la flamme du DIF est allumée

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

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

Si la flamme ne s'allume pas, procédez comme suit :

- Vérifiez que la température du détecteur est supérieure à 150 °C. Agilent recommande de faire fonctionner le DIF à ≥ 300 °C.
- Vérifiez que les débits du détecteur sont corrects.
- Vérifiez l'absence de contamination de la buse.
- Vérifiez que l'injecteur est installé correctement.
- Vérifiez les connexions de la colonne à la recherche de fuites.

Vérification du fonctionnement du briquet pendant la séquence d'allumage

AVERTISSEMENT

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

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

Mesure du courant de fuite du DIF

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

Si la sortie est instable ou $> 1,0$ pA, éteignez le CPG et vérifiez le bon assemblage des pièces supérieures du DIF et une éventuelle contamination. Si la contamination est confinée au détecteur, [étuvez le DIF](#).

- 5 Allumez la flamme.

Mesure de la sortie de la ligne de base du DIF

- 1 La colonne étant installée, chargez la méthode de vérification.
- 2 Réglez la température du four sur 35 °C.
- 3 Appuyez sur [**Front Det**] ou [**Back Det**], puis faites défiler jusqu'à **Output**.
- 4 Lorsque la flamme est allumée et que le CPG est prêt, vérifiez que la sortie est constante et < 20 pA (cela peut prendre un certain temps).
- 5 Si la sortie n'est pas stable ou > 20 pA, le système ou le gaz peuvent être contaminés. If this contamination is isolated to the detector, [bakeout the FID](#).

Isoler la cause du bruit du DIF

Le bruit du DIF provient de facteurs mécaniques, électriques et chimiques. Le bruit du DIF est un paramètre subjectif. Souvent, le bruit de la ligne de base du FID est perçu en fonction de l'historique d'un détecteur donné ou de la comparaison avec un autre détecteur du laboratoire. Pour établir un diagnostic correct, il est important d'évaluer le bruit du détecteur en conditions connues par rapport à des normes établies. Trouvez plus d'informations détaillées sur le bruit dans [Détecteur bruyant, incluant les pointes d'errance, de dérive et de ligne de base](#).

Avant de procéder au dépannage du détecteur, réalisez un test de bruit à l'aide du système de données Agilent. Si le détecteur échoue au test de bruit, procédez alors au dépannage comme décrit ci-dessous.

Pour isoler la cause du bruit du DIF :

- 1 Si le test du bruit échoue, retirez la colonne et réévaluez le bruit du détecteur avec le DIF bouché et allumé uniquement à l'aide de H₂/air et de gaz de détecteur d'appoint. Si le test réussit, suspectez une contamination de la colonne/du gaz vecteur.
- 2 Si le test échoue alors qu'aucune colonne n'est installée, répétez le test du bruit uniquement avec du H₂ et de l'air ; définissez le débit d'appoint sur « Off ». Si le test réussit, suspectez une contamination du gaz d'appoint.
- 3 Si le test de courant de fuite est OK, suspectez une buse contaminée ou bien des alimentations en gaz du détecteur H₂ ou en air contaminées (gaz, tubage, pièges), en particulier si le fond du détecteur allumé est > 20 pA.

Mesure du courant de fuite du NPD

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

Vérifier qu'un injecteur DIF n'est pas bouché

Les problèmes d'allumage du FID se doivent le plus souvent à une buse bouchée (partiellement). Si la buse n'est pas complètement bouchée et que la flamme est toujours allumée, l'allongement des temps de rétention des pics constitue un deuxième symptôme. Le problème des buses bouchées se retrouve plus souvent sur les colonnes remplies ou à fort ressuage/film épais et avec les applications à températures élevées. Il est préférable d'utiliser le four de colonne dans les limites de température de la colonne, et d'utiliser le DIF à une température supérieure d'au moins 20 °C à la température maximale du four dans la méthode du CPG. Si le DIF se bouche, les débits réels d'H₂ et de gaz vecteurs capillaire et d'appoint seront inférieurs aux valeurs indiquées par le CPG.

Pour vérifier qu'une buse DIF n'est pas bouchée :

- 1 Laissez la colonne installée dans le DIF. Si vous l'avez déjà retirée, bouchez le raccord de la colonne du détecteur dans le four. (Maintenir la colonne installée détermine si la colonne est installée trop haut dans la buse, ce qui boucherait l'orifice.)
- 2 Réglez le débit d'appoint sur « Off ». Confirmez une lecture sur l'écran du CPG de 0,0 ml/min pour le débit d'appoint réel.
- 3 Réglez le débit de l'hydrogène sur 75 ml/minute (augmentez la pression d'alimentation H₂ pour obtenir ce paramètre de débit.)
- 4 Surveillez la lecture « réelle » du débit d'appoint

Si le flux d'appoint indique une valeur en excès de 1,0 ml/min, ceci indique que la buse est bouchée ou partiellement bouchée, que la pression recule du canal H₂ vers le canal d'appoint du module EPC ou EPR, provoquant une fausse indication de flux sur le canal d'appoint.

Vous pouvez également retirer la buse de la cartouche et la tenir près d'une source lumineuse. Vérifiez l'absence de contamination dans la buse. Si elle est bouchée, [remplacez](#) la buse.

Vérifier qu'une buse NPD n'est pas bouchée

Le module EPC du détecteur contrôle le flux en maintenant une pression de gaz calibrée par rapport à une restriction fixée. Une buse bouchée provoquera des lectures de débit imprécises.

Pour vérifier si une buse NPD est bouchée, mesurez les débits réels d'hydrogène et d'appoint. (voir la section [Mesure des flux dans un NPD](#)). Si les flux sont plus bas que les valeurs affichées, [remplacez](#) la buse.

Vérifier que la buse du NPD est allumée

AVERTISSEMENT

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

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

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

Vérifier que la flamme du FPD est allumée

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

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

Réglage du Lit Offset du FPD

Pour ajuster le **Lit offset** du FPD :

- 1 Appuyez sur **[Config]**.
- 2 Faites défiler jusqu'à **Front detector** ou **Back detector** (là où est installé le détecteur) et appuyez sur **[Enter]**.
- 3 Faites défiler jusqu'à **Lit offset**. La ligne **Lit offset** étant sélectionnée, entrez le nouveau paramètre pour le FPD (valeur typique 2,0 pA), et appuyez sur **[Enter]**.

Quand remplacer les purificateurs de gaz

Agilent conseille vivement d'utiliser des pièges de purification dans les lignes de gaz pour éviter que des impuretés n'entrent dans système du CPG et le contaminent ou n'endommagent la colonne. Certains pièges servent uniquement à retirer l'oxygène, l'humidité ou les hydrocarbures, alors que les pièges de contamination suppriment tous ces contaminants.

La meilleure façon de savoir s'il est temps de changer un piège est d'utiliser un piège indicateur, qui doit être placé après un piège à haute capacité. Agilent conseille d'utiliser des pièges indicateurs en verre, tels que le système de filtre nettoyant de gaz, dont les tubes clairs affichent un changement de couleur distinct en réponse à une contamination. Ce changement de couleur indique à l'opérateur qu'il est temps de changer les pièges.

Si aucun piège indicateur n'est utilisé, il est conseillé de suivre les recommandations du fabricant en matière de fréquence de remplacement. Généralement, le fabricant indique le nombre de bouteilles de gaz pouvant être purifiées par un piège donné. Si vous le souhaitez, il est possible d'estimer le moment auquel remplacer le piège à l'aide d'un calcul approximatif. Par exemple : vous avez un cylindre de taille standard « K » avec He à 99,995 % de pureté qui contient 7,800 l d'He. Dans le pire des cas où les 0,005 % restant ne contiennent que de l'oxygène, vous devriez avoir 39 ml, ou environ 56 mg, d'O₂ dans le réservoir. Le piège à oxygène OT3 d'Agilent, par exemple, a une capacité de 600 mg d'O₂. Ainsi, vous ne devez remplacer le piège OT3 que toutes les 10 bouteilles. Il s'agit d'un calcul approximatif et mieux vaut changer les pièges trop tôt que trop tard.

Ignorer l'état de préparation d'un dispositif

Par défaut, le CPG surveille le statut de tous les équipements configurés (injecteurs, radiateurs de boîtier de valve, valves, radiateur de four, modules EPC ou EPR, et ainsi de suite) et il est prêt lorsqu'ils atteignent tous le point de consigne. Si le CPG détecte un problème sur l'un de ces équipements, il ne parviendra jamais à l'état prêt ou pourra se placer dans un état d'arrêt pour se protéger lui-même ou pour prévenir un risque mettant en péril la sécurité. Cependant, il peut y avoir des cas où vous ne souhaitez pas que l'état défectueux d'un équipement empêche le démarrage d'une analyse. Un exemple typique est celui d'un chauffage défectueux d'injecteur ou de détecteur. Normalement, ce défaut ne permet au CPG de parvenir à l'état prêt et de commencer une analyse. Toutefois, vous pouvez configurer le CPG afin d'ignorer ce problème pour pouvoir utiliser l'autre injecteur ou l'autre détecteur jusqu'à ce que l'équipement défectueux soit réparé.

Vous ne pouvez cependant ignorer l'état de tous les équipements. Vous pouvez ignorer l'état de préparation des injecteurs, détecteurs, des modules EPC ou EPR, ou du four. En revanche, vous ne pourrez jamais ignorer l'état des autres équipements et composants, comme par exemple, les équipements d'injection comme une vanne de sélection ou un échantillonneur automatique de liquide.

Pour ignorer le statut d'un dispositif :

- 1 Désactivez le chauffage de l'équipement et les débits de gaz s'il y a lieu. (Vérifiez que cela ne peut constituer un risque pour la sécurité.)
- 2 Appuyez sur **[Config]**, puis sélectionnez l'élément.
- 3 Faites dérouler jusqu'à **Ignore Ready** et appuyez sur **[On/Yes]** pour le fixer sur **True**.

Vous pouvez à présent utiliser le CPG jusqu'à ce que l'équipement soit réparé.

ATTENTION

N'ignorez pas l'état non prêt d'un équipement en cours d'utilisation sauf si vous ne vous souciez pas qu'il atteigne son point de consigne.

N'oubliez pas de remplacer un dispositif défectueux à l'état **Ignore Ready = False** après sa réparation. Sinon, son état (température, flux, pression, etc.) continuera à être ignoré, même si cet équipement est utilisé lors d'une analyse.

Pour considérer l'état de préparation d'un dispositif, réglez **Ignore Ready** sur **False**.

Réglage de l'heure et de la date

En mode chronomètre, le temps (jusqu'à 0,1 s) et le temps réciproque (jusqu'à 0,01 min⁻¹) sont affichés. Utilisez le chronomètre lorsque vous mesurez les débits avec un débitmètre à bulle de savon.

- 1 Appuyez sur [**Time**] et faites défiler jusqu'à l'heure = ligne.
- 2 Appuyez sur [**Enter**] pour démarrer le chronomètre.
- 3 Appuyez à nouveau sur [**Enter**] pour arrêter.
- 4 Appuyez sur [**Clear**] pour remettre à zéro.

Vous pouvez accéder aux autres fonctions lorsque le chronomètre est utilisé. Appuyez sur [**Time**] à nouveau pour voir l'affichage du chronomètre.



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

Imprimé aux E-U, août 2016



G4350-93015