

Spectromètre AA Agilent 55B

Guide d'utilisation



Avertissements

Référence du manuel

G8430-93000

15^e édition, Juin 2022

Copyright

© Agilent Technologies Inc. 1997, 2000, 2002, 2009, 2010, 2012 et 2013, 2016, 2017, 2019, 2021, 2022.

Conformément aux lois américaines et internationales relatives au droit d'auteur, toute reproduction totale ou partielle de ce manuel sous quelque forme et par quelque moyen que ce soit (y compris le stockage et la récupération électroniques ou la traduction en langue étrangère) est interdite sans le consentement écrit préalable d'Agilent Technologies Inc.

Agilent Technologies Australia [M] Pty Ltd

679 Springvale Road

Mulgrave, VIC 3170, Australia

www.agilent.com

Fabrication de l'instrument

Fabriqué par Agilent Technologies

Bayan Lepas Free Industrial Zone,

Penang, PG, 11900, MY

Imprimé en Malaisie

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, quant à ce manuel et aux informations contenues dans ce dernier, notamment, mais sans s'y restreindre, toute garantie marchande et aptitude à un but particulier. En aucun cas, Agilent ne peut être tenu responsable des éventuelles erreurs contenues dans ce document, ni des dommages pouvant découler indirectement de la fourniture, de l'utilisation ou de la qualité de ce document ou des informations qu'il contient. Si Agilent et l'utilisateur ont souscrit un contrat écrit distinct dont les conditions de garantie relatives aux informations contenues dans le présent document entrent en conflit avec les présentes, les conditions de garantie du contrat distinct se substituent à celles du présent document.

Licences technologiques

Le matériel et le logiciel décrits dans ce document sont protégés par un accord de licence et leur utilisation ou reproduction sont soumises aux termes et conditions de ladite licence.

Limitation des droits

Droits restreints de l'administration des États-Unis. Les droits octroyés au gouvernement fédéral concernant les logiciels et les données techniques ne comprennent que les droits habituellement conférés aux clients finaux. Agilent concède la licence commerciale habituelle sur le logiciel et les informations techniques suivant les directives FAR 12.211 (informations techniques) et 12.212 (logiciel) et, pour le ministère de la Défense des États-Unis, selon les directives DFARS 252.227-7015 (informations techniques – articles commerciaux) et DFARS 227.7202-3 (droits s'appliquant aux logiciels commerciaux ou à la documentation des logiciels commerciaux).

Mentions de sécurité

ATTENTION

Une mention **ATTENTION** signale un danger. Elle attire l'attention sur un mode opératoire, une pratique ou l'équivalent qui, s'ils ne sont pas respectés ou exécutés correctement, peuvent entraîner l'endommagement du produit ou la perte de données importantes. En présence d'une mention **ATTENTION**, vous devez continuer votre opération uniquement si vous avez totalement assimilé et respecté les conditions mentionnées.

AVERTISSEMENT

Une mention **AVERTISSEMENT** signale un danger. Elle attire l'attention sur un mode opératoire, une pratique ou l'équivalent qui, s'ils ne sont pas respectés ou exécutés correctement, peuvent entraîner une blessure ou la mort. En présence d'une mention **AVERTISSEMENT**, vous ne devez continuer que si vous avez totalement assimilé et respecté les conditions indiquées.

Sommaire

1	Risques et pratiques de sécurité	13
	Documentation	14
	Conventions	14
	Autres messages	14
	Vérification de l'état de sécurité	14
	Risques électriques	15
	Chaleur, vapeurs et émanations	16
	Stockage et manipulation des bouteilles de gaz comprimés	17
	Tubes et raccords des gaz	18
	Rayonnement ultraviolet	19
	Symboles d'avertissement	19
	Utilisation de la flamme	21
	Solvants inflammables	21
	Gaz comprimés et bouteilles pour l'utilisation de la flamme	23
	Acétylène	24
	Protoxyde d'azote	26
	Brûleurs	26
	Nébuliseur	27
	Piège à liquide	28
	Risques de brûlure	29
	Acide perchlorique	30
	Backflush	31
	Procédure à suivre en cas de backflush	34

Risques et pratiques de sécurité

Reprise des opérations après un backflush	34
2 Introduction	35
Exigences de préparation du site	35
Spécifications	36
Spécifications environnementales	36
3 Description générale	39
Liste de vérification de l'installation	39
Vue d'ensemble de l'instrument	40
Alimentation électrique	41
Tubes de gaz	41
Imprimante	42
Accessoires	42
Déplacement de votre instrument	42
Compartiment des lampes	42
Lampes à cathode creuse	43
Lampe au deutérium (D ₂)	43
Compartiment de l'échantillon	44
Ensemble bloc nébuliseur	45
Brûleur	49
Panneau avant du compartiment de l'échantillon	50
Volet de protection de la flamme	51
Cheminée	52
4 Interface	53
Vue d'ensemble du panneau avant	53

Écran d'affichage	54
Clavier	57
Navigation dans l'interface	61
Modification des pages	61
Sélection des menus	61
Déplacement entre les champs	62
Pages d'affichage	63
Page Load Method (Charger une méthode)	63
Page Instrument Parameters (Paramètres de l'instrument)	63
Page Measurement parameters (Paramètres de mesure)	65
Page Options	65
Page Optimization (Optimisation)	68
Page Calibration Parameters (Paramètres d'étalonnage)	69
Page Results (Résultats)	69
5 Utilisation	71
Liste de vérification avant l'analyse	71
Démarez le système	73
Développement de méthodes	73
Sélectionnez la langue de l'interface	73
Chargez une méthode	74
Enregistrer ou supprimer des méthodes	75
Configurez les paramètres de l'instrument	76
Configurez les paramètres de mesure	76
Définissez les mélanges étalon	77
Optimisation	78

Risques et pratiques de sécurité

Alignement des lampes	78
Alignement du brûleur	80
Allumage de la flamme	82
Optimisez le signal de la flamme	84
Configuration du nébuliseur	86
Réglage pour vide poussé	86
Réglage pour vide faible	87
Configurez le débit de transfert nul – solvants organiques	88
Configurez le débit de transfert pour les solvants organiques	88
Types de flamme	89
Contrôles des performances	90
Étalonnez la méthode	91
Mesure manuelle des étalons	91
Mesure des étalons à l'aide du SIPS 10	92
Affichage du graphique d'étalonnage	92
Correction de la pente d'étalonnage (repentage)	92
Mesure des échantillons	93
Mesure manuelle des échantillons	93
Mesurez les échantillons avec le SIPS.	94
Résultats	94
Impression des résultats	94
Sortie vers le LIMS	95
Arrêt du système	96
6 Maintenance	97
Calendrier de maintenance – généralités	97

Calendrier de maintenance – nébuliseur et chambre de nébulisation	98
Nettoyage	99
Généralités	99
Vitres	99
Filtres	99
Nébuliseur	100
Dépose du bloc nébuliseur	100
Démontez le nébuliseur	101
Nettoyage d'un nébuliseur bouché	103
Remontez le nébuliseur.	104
La bille d'impact	107
Chambre de nébulisation	115
Démontez la chambre de nébulisation	116
Pour nettoyer la chambre de nébulisation :	116
Pour monter la chambre de nébulisation	117
Assemblez la chambre de nébulisation et le bloc nébuliseur :	118
Fixez le tube d'évacuation/flotteur/piège à liquide au bloc nébuliseur.	119
Installation de l'ensemble chambre de nébulisation-nébuliseur	121
Brûleurs	123
Nettoyez le brûleur	126
Alimentations en gaz	130
Lampes	130
Pour installer une lampe à cathode creuse :	130
Dépose de lampes à cathode creuse	131
Lampe D ₂	132

Fusibles	134
7 Pièces de rechange	137
Listes de pièces relatives au traitement d'échantillons	137
Autre	140
Capots/portes	140
Fusibles	140
Divers	141
8 Résolution des anomalies et erreurs	143
Problèmes courants	143
Messages d'erreur	146
0804 LIMS port error (0804 Erreur de port LIMS)	147
2851 SIPS comms error (2851 Erreur de communication du SIPS)	147
3800 EEPROM stockage error (3800 Erreur de stockage dans l'EEPROM)	147
5004 Signals not increasing (5004 Les signaux n'augmentent pas)	147
5005 Slope test failure (5005 Échec du test de pente d'étalonnage)	147
5006 Calibration fit failure (5006 Échec de l'obtention d'une courbe d'étalonnage)	148
5008 Reslope signal out of range (5008 Signal de repentage hors gamme)	148
6000 Check HC lamp selection (6000 Vérifiez la sélection de la lampe à cathode creuse)	148
9159 EEPROM checksum zero wl (9159 Somme de contrôle EEPROM zéro pour la longueur d'onde)	148
9160 EEPROM checksum mono correction (9160 Somme de contrôle EEPROM de correction du monochromateur)	148

9307 RBC/Mains frequency below 48Hz. (9307 Fréquence RBC/secteur inférieure à 48 Hz.)	149
9308 RBC/Mains frequency (9308 Fréquence RBC/secteur)	149
9309 RBC/Mains frequency above 62Hz (9309 Fréquence RBC/secteur au-dessus de 62 Hz)	149
9310 Optical RBC frequency (9310 Fréquence RBC optique)	150
9311 Instrument fault +12V PSU (9311 Défaut de l'instrument lié au bloc d'alimentation +12 V)	150
9312 Instrument fault -12V PSU (9311 Défaut de l'instrument lié au bloc d'alimentation -12 V)	150
9313 Instrument fault 5V PSU (9311 Défaut de l'instrument lié au bloc d'alimentation 5V)	150
9316 Wavelength out of range (9316 Longueur d'onde hors gamme)	150
9317 No peak: low HC lamp energy (9317 Pas de pic : faible énergie de lampe à cathode creuse)	151
9318 No peak: high HC lamp energy (9318 Pas de pic : forte énergie de lampe à cathode creuse)	151
9319 No peak: low BC lamp energy (9319 Pas de pic : faible énergie de lampe de correction du bruit de fond)	151
9320 No peak: high BC lamp energy (9320 Pas de pic : forte énergie de lampe de correction de bruit de fond)	152
9321 No peak: low HC lamp energy (9317 Pas de pic : faible énergie de lampe à cathode creuse)	152
9322 No peak: high HC lamp energy (9318 Pas de pic : forte énergie de lampe à cathode creuse)	152
9323 Low emission: no peak (9323 Faible émission : pas de pic)	153
9324 High emission: no peak (9324 Forte émission : pas de pic)	153
9329 No peak detected (9329 Pas de pic détecté)	153
9330 No peak detected (9329 Pas de pic détecté)	154

9337 Instrument fault 310V PSU (9311 Défaut de l'instrument lié au bloc d'alimentation 310V)	154
9339 Mono resetting (9339 Reconfiguration du monochromateur). Patientez	155
9415 Instrument fault: lamp code (9415 Défaut de l'instrument : code de lampe)	155
9422 Instrument fault: lamp current (9422 Défaut de l'instrument : courant de lampe)	155
9514 Instrument signal saturation (9514 Saturation du signal de l'instrument)	155
9517 Low HC lamp energy (9517 Faible énergie de lampe à cathode creuse)	156
9518 High HC lamp energy (9518 Forte énergie de lampe à cathode creuse)	156
9524 Low BC lamp energy (9524 Faible énergie de lampe de correction du bruit de fond)	157
9525 High BC lamp energy (9525 Forte énergie de lampe de correction du bruit de fond)	157
9527 Instrument fault: EHT failed (9527 Défaut de l'instrument : échec du module EHT)	157
9528 Background lamp failed (9528 Échec de la lampe de correction du bruit de fond)	157
9529 Background lamp interlock (9529 Verrouillage de sécurité de la lampe de correction du bruit de fond)	158
9530 Instrument fault: signal diagnostics (9530 Défaut de l'instrument : diagnostics du signal)	158
9531 No lamp current detected (9531 Pas de courant de lampe détecté)	158
9602 Instrument fault: mono datum (9602 Défaut de l'instrument : données de monochromateur)	158
9911 No burner fitted (9911 Aucun brûleur installé)	158

9912 N ₂ O burner not fitted (9912 brûleur N ₂ O non installé)	159
9914 No gas control unit (9914 Pas de module de contrôle des gaz)	159
9915 Flame shield open (9915 Volet de protection de la flamme ouvert)	159
9916 Fault: gas pressure sensor (9916 Défaut : détecteur de pression de gaz)	159
9917 No oxidant gas pressure (9917 Pas de pression de gaz oxydant)	159
9920 Fault: flame detected (9920 Défaut : flamme détectée)	160
9921 Flame out detected (9921 Extinction de flamme détectée)	160
9922 Flame shutdown: gas type (9922 Extinction de la flamme : type de gaz)	160
9923 Flame ignition timeout (9923 Délai d'allumage de la flamme expiré)	160
9934 Flame shutdown: host offline (9934 Extinction de la flamme : hôte hors ligne)	161
9937 Flame pressure relief bung (9937 Bouchon de surpression de la flamme)	161
9938 Liquid trap not ready (9938 Piège à liquide non prêt)	161
9xxx GPIB fault (9xxx Défaut GPIB)	161
9xxx Instrument error (9xxx Erreur d'instrument)	161
9xxx SpectrAA error (9xxx Erreur de SpectrAA)	161

Cette page a été laissée vierge intentionnellement.

1

Risques et pratiques de sécurité

Documentation	14
Vérification de l'état de sécurité	14
Risques électriques	15
Chaleur, vapeurs et émanations	16
Stockage et manipulation des bouteilles de gaz comprimés	17
Tubes et raccords des gaz	18
Rayonnement ultraviolet	19
Symboles d'avertissement	19
Utilisation de la flamme	21
Backflush	31

Votre instrument AA Agilent 55B et ses accessoires ont été spécialement conçus pour vous fournir un système d'analyse précis, rapide, flexible et sûr, lorsqu'ils sont utilisés correctement.

Si l'équipement est utilisé d'une manière non spécifiée par le fabricant, la protection offerte par l'équipement risque d'en être affectée.

Le fonctionnement d'un spectromètre d'absorption atomique peut impliquer l'utilisation de gaz comprimés, de flammes et de matières dangereuses, dont des liquides corrosifs et inflammables. Toute négligence, utilisation inappropriée ou par un opérateur inexpérimenté de cet instrument est susceptible de causer des risques d'explosion, des risques d'incendie ou d'autres risques pouvant entraîner la mort, une blessure grave ou des dommages importants à l'équipement et aux installations.

Des informations sur les pratiques de sécurité sont fournies avec votre instrument et les manuels d'utilisation et sont référencées dans les manuels des accessoires Agilent. Avant d'utiliser votre instrument ou ses accessoires, lisez attentivement ces pratiques de sécurité.

Respectez toujours les pratiques de sécurité appropriées.

Documentation

Ce manuel couvre la configuration et l'utilisation du système AA Agilent basique uniquement. Les instructions d'utilisation du système de pompe d'introduction d'échantillons (SIPS) et des autres accessoires AA sont indiquées dans les manuels fournis avec ces accessoires.

REMARQUE

Si vous pilotez l'instrument à l'aide d'un ordinateur externe et du logiciel SpectrAA, reportez-vous à la documentation et à l'aide fournis avec le logiciel SpectrAA.

Conventions

Les conventions suivantes ont été utilisées dans ce manuel :

Les guillemets simples (' ') indiquent des options de menus et des noms de champs (p. ex. sélectionnez l'option 'Cookbook' (Méthode standard pré-enregistrée)).

Le texte en **gras** indique les touches du clavier de votre instrument AA Agilent (p. ex. appuyez sur la touche **Read** (Mesure)).

Le texte en MAJUSCULES est du texte que vous devez entrer à l'aide du clavier (raccordé à un PC externe).

Autres messages

D'autres messages figurent dans le manuel aux endroits appropriés et fournissent des conseils détaillés, des informations spécifiques à la rubrique concernée ou des astuces utiles.

REMARQUE

Une 'Remarque' sert à donner des conseils ou des informations.

Vérification de l'état de sécurité

Les précautions de sécurité générales suivantes doivent être respectées pendant toutes les phases d'utilisation, de maintenance et d'entretien de cet instrument.

Après une procédure de maintenance ou d'entretien, vérifiez que l'instrument est revenu à un état de fonctionnement sûr pour l'utilisateur. Cela comprend le contrôle des performances pour vérifier le bon fonctionnement des systèmes de sécurité de l'instrument. Inspectez l'état général de l'instrument lors de son fonctionnement et cherchez tout signe d'usure ou marques de corrosion qui seraient susceptibles d'entraver son bon fonctionnement ou de nuire à la sécurité.

Le non-respect de ces précautions ou des avertissements spécifiques énoncés ailleurs dans ce manuel constitue une violation des normes de sécurité applicables à la conception, à la fabrication et à l'usage prévu de l'instrument. Agilent Technologies ne peut être tenue pour responsable du non-respect de ces exigences par le client.

Risques électriques

L'instrument et ses accessoires contiennent des circuits, dispositifs et composants électriques fonctionnant à des tensions dangereuses. Tout contact avec ces éléments peut entraîner la mort, une blessure grave ou un choc électrique douloureux.

Les panneaux et capots retenus par des fixations dont la dépose nécessite l'utilisation d'un outil ne peuvent être ouverts que par le personnel certifié Agilent. Reportez-vous aux manuels ou aux étiquettes des produits fournis avec votre PC, moniteur, imprimante/traceur, système d'eau de refroidissement ou pompe à vide pour déterminer quels composants sont accessibles à l'opérateur.

L'application d'une tension d'alimentation inappropriée, le raccordement de l'instrument à une prise d'alimentation mal configurée ou l'absence d'une mise à la terre adéquate peuvent causer un risque d'incendie ou un risque de choc électrique potentiellement grave et endommager sévèrement l'instrument. Cela pourrait aussi sévèrement endommager tout équipement auxiliaire raccordé.

Utilisez toujours une prise de courant à 3 fils avec mise à la terre convenant à la puissance requise. L'installation doit être conforme aux réglementations de sécurité locales, nationales et communautaires.

Ne branchez pas l'instrument sur l'alimentation secteur avant de vous être assuré que la tension de fonctionnement est bien définie par rapport à l'alimentation secteur dans la prise du laboratoire sur laquelle sera branché l'équipement.

Chaleur, vapeurs et émanations

La chaleur, les vapeurs et les émanations générées peuvent être dangereuses, toxiques ou nocives pour le personnel.

La chaleur, les vapeurs et les émanations doivent être extraites de l'instrument par l'intermédiaire d'un système d'extraction.

- L'instrument doit être ventilé dans un dispositif autonome comprenant une hotte, un conduit et un ventilateur d'extraction.
- Le système doit être ventilé vers l'air extérieur, jamais à l'intérieur du bâtiment.
- Positionnez la sortie du système de façon à ce que l'air extrait ne puisse rentrer dans le bâtiment par une porte, une fenêtre, une entrée de climatisation ou un autre ventilateur.
- Installez le système conformément aux codes et réglementations appropriés en matière de ventilation.

Le système d'extraction doit pouvoir assurer un débit de ventilation d'extraction d'au moins 6 mètres cubes par minute (200 scfm).

- Placez le ventilateur d'extraction à au moins 3 mètres (10 pieds) de la flamme et aussi près que possible de la sortie.
- Le moteur doit être monté à bonne distance des gaz chauds, et aucune pièce en plastique ne doit être utilisée, parce qu'elle fondrait.
- Installez un clapet antiretour sur la sortie du système.
- Équipez l'alimentation électrique du ventilateur d'extraction d'un voyant situé juste à côté de l'instrument pour indiquer si le ventilateur est en marche ou pas.
- Mettez TOUJOURS le ventilateur d'extraction en marche AVANT d'allumer la flamme.

Utilisez un conduit ignifugé conforme aux réglementations locales de prévention des incendies.

- Placez le conduit à bonne distance des alarmes incendie, des têtes de gicleurs d'incendie et des autres dispositifs sensibles à la chaleur.
- Ne faites pas de joint de soudure dans le conduit, car la chaleur de l'air extrait pourrait faire fondre le joint.

Contrôlez le système régulièrement à l'aide d'un test fumigène pour vous assurer que le système d'extraction fonctionne correctement.

Lors de l'utilisation du spectromètre d'absorption atomique, la cheminée doit TOUJOURS être en place pour assurer une ventilation correcte.

Stockage et manipulation des bouteilles de gaz comprimés

Tous les gaz comprimés (autres que l'air) peuvent causer un risque s'ils s'échappent dans l'atmosphère.

AVERTISSEMENT

Risque d'explosion, risque d'incendie, gaz nocifs



Toute fuite, même minime, dans les systèmes d'alimentation en gaz peut s'avérer dangereuse.



Une fuite peut causer un risque d'explosion, un risque d'incendie ou créer une atmosphère déficiente en oxygène.



De tels risques peuvent entraîner la mort, une blessure grave, l'asphyxie, des effets anesthésiants et des dommages importants à l'équipement et aux installations.

Exigences relatives aux bouteilles de gaz :

- Stockage et manipulation en stricte conformité avec les codes et réglementations locaux de sécurité.
- Utilisation et stockage en position verticale uniquement.
- Fixation à une structure inamovible ou sur un support de bouteille construit de façon appropriée.
- Stockage dans un endroit bien aéré pour éviter les accumulations de gaz toxique ou explosif.
- Déplacement uniquement sur un chariot fabriqué de façon appropriée.

Risques et pratiques de sécurité

- Ne placez jamais les bouteilles de gaz à proximité d'une source d'inflammation ou dans un emplacement soumis à une chaleur directe.
- Maintenez les bouteilles à une température suffisamment basse. Cette consigne s'applique à chaque bouteille de gaz comprimé. Les bouteilles sont équipées de dispositifs de décompression qui libèrent leur contenu si la température des bouteilles dépasse 52 °C (125 °F).
- Assurez-vous que toutes les bouteilles sont clairement étiquetées, de façon à ce qu'il n'y ait aucun doute sur leur contenu. Si l'étiquette d'une bouteille n'est pas lisible, n'utilisez pas cette bouteille et retournez-la à votre fournisseur.
- Assurez-vous toujours d'avoir la bonne bouteille avant de la raccorder à votre instrument.
- Utilisez uniquement des régulateurs et des raccords de tube approuvés.
- N'essayez jamais de remplir une bouteille.

Pour le raccordement des bouteilles, des raccords avec filetage à gauche sont utilisés pour le combustible, et des raccords avec filetage à droite sont utilisés pour les gaz auxiliaires.

Lorsque votre programme d'analyse est terminé, ou à la fin de la journée de travail, assurez-vous toujours que tous les gaz auxiliaires sont fermés au niveau de la bouteille.

Si l'air est fourni par un compresseur, toute l'humidité doit en être extraite avant qu'il ne soit transmis au module de contrôle des gaz. L'humidité peut affecter les tubes et composants internes du système de contrôle des gaz et créer une situation potentiellement dangereuse.

Tubes et raccords des gaz

Utilisez uniquement des régulateurs, connecteurs et raccords approuvés. En cas de doute, consultez votre fournisseur de gaz local ou un représentant Agilent.

Assurez-vous que tous les raccords et tubes de gaz sont bien assemblés.

Disposez les tubes de gaz de façon à ce que l'on ne puisse pas les endommager, marcher dessus ou faire tomber des objets dessus.

N'utilisez jamais de tubes usagés ni endommagés. Les tuyaux effilochés ou endommagés doivent être remplacés immédiatement. Cette opération doit être effectuée par un représentant Agilent qualifié.

Effectuez des tests d'étanchéité tous les jours au niveau de tous les joints avant d'utiliser l'instrument. Testez l'étanchéité à l'aide d'une brosse et d'eau savonneuse ou d'une solution commerciale de détection des fuites. N'utilisez JAMAIS de flamme nue lors des tests d'étanchéité.

Rayonnement ultraviolet

Les flammes, les lampes à cathode creuse et les lampes au deutérium émettent un rayonnement ultraviolet dangereux. Ce rayonnement peut provoquer de graves lésions oculaires et cutanées chez les individus.

- Portez toujours des lunettes de protection conformes à la norme en vigueur et certifiées, ou offrant une protection des yeux garantie contre le rayonnement ultraviolet.
- Ne regardez jamais directement la lumière émise par une lampe à cathode creuse.
- Lors de l'utilisation d'une flamme, utilisez toujours votre spectromètre avec le volet de protection de la flamme fermé et le panneau avant du compartiment de l'échantillon et la cheminée en place.

Symboles d'avertissement

Voici une liste des symboles figurant en lien avec les avertissements dans ce manuel et sur le spectromètre. Le risque auquel ils correspondent est également indiqué. Le début du texte d'avertissement est indiqué par une icône d'avertissement :

AVERTISSEMENT

Un symbole triangulaire indique un avertissement. Les significations des symboles qui apparaissent en lien avec les avertissements dans la documentation ou sur l'instrument lui-même sont les suivantes :



Liquide corrosif



Choc électrique



Risque pour les yeux



Risque d'explosion



Risque d'incendie



*Charge lourde
(risque pour les pieds)*



*Charge lourde
(risque pour les mains)*



Surface brûlante



Pièces mobiles



Gaz nocif



Objet pointu



Risque toxique







Lisez attentivement et respectez toujours tous les avertissements et mentions attention.

Le symbole suivant peut figurer sur les étiquettes d'avertissement apposées sur l'instrument. Si vous observez ce symbole, reportez-vous au manuel d'utilisation ou d'entretien correspondant pour connaître la procédure à suivre.



Les symboles d'information suivants figurent également sur l'instrument

Tableau 1. Symboles sur l'instrument

I	Alimentation électrique activée
0	Alimentation électrique désactivée
	Fusible
	Courant alternatif monophasé
	Extinction de la flamme
	Allumage de la flamme
	Indique la présence de la lampe.
	Courant de fuite élevé – assurez-vous que la mise à la terre est appropriée

Utilisation de la flamme

Solvants inflammables

Toute négligence, utilisation inappropriée ou par un opérateur inexpérimenté de solvants inflammables à l'intérieur ou à proximité d'un spectromètre d'absorption atomique peut causer des risques d'explosion et d'incendie. Ces risques peuvent entraîner la mort, une blessure grave ou des brûlures.

Gardez toujours à l'esprit que la combinaison d'une flamme et de solvants inflammables peut causer un risque grave. Toutes les pratiques de sécurité appropriées s'appliquant à l'utilisation de solvants inflammables doivent être rigoureusement suivies.

Risques et pratiques de sécurité

Pour réduire le risque d'incendie ou d'explosion :

- Lors de la sélection initiale d'un solvant organique, choisissez un solvant présentant le point d'éclair le plus élevé compatible avec les conditions analytiques.
- N'utilisez jamais de solvant ayant une densité inférieure à 0,75.
- Ne laissez jamais de récipients de solvants inflammables ouverts à proximité du brûleur. Lors de l'aspiration de tels solvants, utilisez toujours un récipient fermé et faites passer le capillaire à travers un trou de 2 mm de diamètre dans le couvercle. Utilisez toujours le plus petit volume de solvant adapté aux conditions analytiques.
- Utilisez toujours des tubes en matériau résistant aux solvants, tel que le caoutchouc nitrile, pour le système d'évacuation et l'évent de vapeur. Dirigez le tube d'évacuation vers un récipient approprié à col large (comme décrit dans le paragraphe suivant).

Le tube de laboratoire en plastique ordinaire fourni avec votre instrument n'est pas approprié pour l'évacuation des solvants organiques ni des vapeurs organiques.

Si des solutions organiques ou toxiques sont utilisées dans la chambre de nébulisation, le tube d'évent doit être raccordé à l'évent de vapeur sur le piège à liquide et dirigé vers un système d'extraction actif. Ne dirigez pas le tube à vapeur vers le récipient à déchets.

Si vous n'utilisez pas de liquides toxiques ou dangereux dans la chambre de nébulisation, laissez l'évent de vapeur découvert.

- Utilisez des petits récipients à col large et videz-les fréquemment – ne laissez pas s'accumuler de grands volumes de solvant inflammable.

N'utilisez pas de récipients à déchets en verre – utilisez des récipients fabriqués dans un matériau qui ne se brisera pas en cas de backflush. Voir 'Backflush' page 31 pour plus d'informations. Les récipients métalliques se corrodent, et il est difficile de déterminer le niveau de liquide qu'ils contiennent.

Assurez-vous que votre récipient à déchets se trouve sous l'instrument, dans un emplacement ouvert et bien ventilé où vous pouvez le voir. Ne placez jamais le récipient dans un espace confiné. Videz toujours le récipient à déchets à la fin de votre programme d'analyses ou à la fin de la journée de travail.

- Veillez à toujours vider et nettoyer le piège à liquide à la fin de votre programme d'analyses ou à la fin de la journée de travail.

- Ne mélangez pas les restes d'acide nitrique ou perchlorique avec les restes de solvants organiques.
- Assurez la propreté de la fente du brûleur, de la chambre de nébulisation et du piège à liquide.
- Utilisez toujours le dispositif d'allumage interne pour allumer la flamme, car son fonctionnement indique que tous les dispositifs de sécurité sont opérationnels. N'essayez pas de contourner ces dispositifs de sécurité.

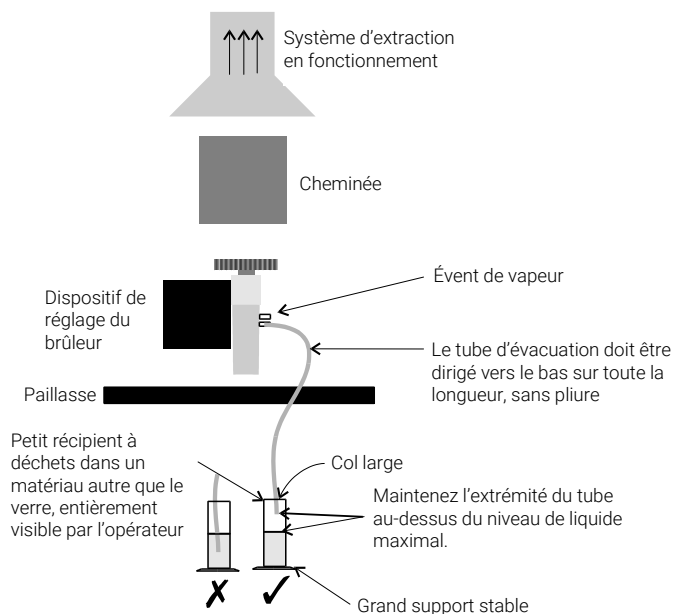


Figure 1. Manière d'installer l'évacuation des liquides et des vapeurs

Gaz comprimés et bouteilles pour l'utilisation de la flamme

ATTENTION

Ce spectromètre ne doit être utilisé qu'avec de l'air, du protoxyde d'azote et de l'acétylène pour alimenter la flamme.

AVERTISSEMENT

Risque d'explosion



N'utilisez jamais d'oxygène ni d'air enrichi en oxygène comme gaz oxydant, car cela entraînerait une explosion.

N'utilisez JAMAIS d'autre gaz que l'acétylène comme gaz combustible.

AVERTISSEMENT

Risque d'explosion, risque d'incendie



Toute négligence, utilisation inappropriée ou par un opérateur inexpérimenté de l'acétylène est susceptible de causer des risques d'explosion et des risques d'incendie pouvant entraîner la mort, une blessure grave ou des brûlures.

Acétylène

Toute négligence, utilisation inappropriée ou par un opérateur inexpérimenté de l'acétylène est susceptible de causer des risques d'explosion et des risques d'incendie qui peuvent entraîner la mort, une blessure grave ou des brûlures.

Respectez les réglementations locales applicables à l'utilisation de l'acétylène.

Utilisez l'acétylène à des pressions inférieures à 105 kPa (15 psig). À des pressions supérieures à cette limite, l'acétylène peut exploser spontanément. Votre spectromètre AA Agilent est conçu pour fonctionner à des pressions d'alimentation en combustible comprises entre 65 et 100 kPa (9,5–14,5 psig). Reportez-vous à la section 'Spécifications' ou à l'arrière de l'instrument pour la gamme exacte et la pression recommandée.

N'utilisez aucun tube ni connecteur réagissant chimiquement avec l'acétylène. Ne faites jamais passer l'acétylène dans des tubes en cuivre, en laiton ou dans des raccords contenant plus de 65 % de cuivre, car cela peut provoquer une explosion. Ne mettez jamais l'acétylène en contact direct avec du cuivre, de l'argent, du mercure liquide, du chlore gazeux ou de la graisse, car cela pourrait entraîner une explosion.

Utilisez uniquement de l'acétylène conditionné dissout dans de l'acétone. Certains fournisseurs de gaz proposent de l'acétylène conditionné dans un solvant autre que l'acétone. Bien que ces autres solvants permettent de supprimer certains des inconvénients de l'acétone, ils sont aussi susceptibles de créer un problème de corrosion plus grave dans le module de contrôle des gaz et ne doivent pas être utilisés avec les spectromètres d'absorption atomique Agilent.

La présence d'acétone dans le spectromètre peut endommager les joints, les joints toriques et les tubes, dégrader les performances analytiques et favoriser les backflush. De l'acétone peut être transférée de la bouteille dans le spectromètre, si l'une des conditions suivantes se présente :

- La pression dans la bouteille d'acétylène chute en dessous de 700 kPa (100 psig).
- La consommation est supérieure à 1/7e du contenu de la bouteille par heure.

Pour réduire la quantité d'acétone transférée avec l'acétylène :

- Remplacez les bouteilles lorsque la pression de leur contenu chute en dessous de 700 kPa (100 psi)
- Assurez-vous que le débit d'acétylène tiré de chaque bouteille n'est pas excessif.
- Si vous constatez des débits de consommation élevés, alors connectez au moins deux bouteilles en parallèle sur un collecteur. Cela diminue le débit auquel l'acétylène est tiré de chaque bouteille.

Pour réduire le risque d'incendie ou d'explosion :

- Testez les conduits d'alimentation régulièrement pour détecter les fuites à l'aide d'une brosse et d'eau savonneuse ou d'une solution commerciale de détection des fuites (n'utilisez jamais de flamme nue lors des tests d'étanchéité).
- Assurez-vous que la vanne de sortie est toujours exempte de poussière et de débris. Avant de poser les régulateurs et les raccords, veillez à ce qu'il n'y ait aucune particule de poussière dans la vanne de sortie de la bouteille. Puisque les réglementations relatives à la préparation et à la manipulation des bouteilles de gaz varient d'un pays à l'autre, reportez-vous aux réglementations locales pour garantir la conformité avant la connexion à l'instrument.

Utilisez de l'acétylène de 'qualité instrument' d'une pureté d'au moins 99,5 %.

Coupez le gaz combustible au niveau de la bouteille une fois l'analyse AA flamme terminée.

Protoxyde d'azote

La décompression du N_2O gazeux à haute pression dans le régulateur peut entraîner un refroidissement excessif et même la formation de glace sur le régulateur. Pour prévenir tout dysfonctionnement du régulateur et tout backflush éventuel, le gaz doit être chauffé avec un chauffage en ligne ou enveloppant.

Brûleurs

Toute négligence ou utilisation inappropriée des brûleurs est susceptible de causer des risques d'explosion et des risques d'incendie pouvant entraîner la mort, une blessure grave ou des dommages importants à l'équipement et aux installations.

AVERTISSEMENT



Surface brûlante

Le brûleur reste chaud pendant un certain temps après l'extinction de la flamme. Portez toujours des gants de protection pour manipuler des brûleurs chauds.

Les brûleurs sont clairement identifiables grâce à la combinaison de combustible/oxydant à laquelle ils sont destinés. Montez toujours le brûleur approprié. N'essayez jamais d'utiliser un brûleur air/acétylène à la place d'un brûleur protoxyde d'azote/acétylène, car cela provoquerait un backflush.

Si la largeur de la fente du brûleur dépasse 0,47 mm (0,0185") pour un brûleur protoxyde d'azote/acétylène ou 0,54 mm (0,021") pour un brûleur air/acétylène, le brûleur ne peut être remis à neuf et doit être remplacé.

Pour garantir la sécurité d'utilisation des brûleurs :

- Utilisez uniquement de l'acétylène comme gaz combustible.
- Utilisez uniquement de l'air ou du protoxyde d'azote comme gaz oxydant. N'essayez jamais d'utiliser de l'oxygène ou de l'air enrichi en oxygène, car cela provoquerait un backflush.
- Les dispositifs de sécurité du brûleur sont intégrés afin de diminuer le risque d'utiliser le mauvais brûleur. Veillez à ne jamais gêner ni contourner les dispositifs de sécurité installés sur cet instrument.
- Pour réduire le risque de bouchage du brûleur, nettoyez et lustrez la fente du brûleur comme décrit dans la section Brûleurs du chapitre Maintenance page 123.

- Ne laissez jamais les brûleurs se boucher. Le bouchage progressif du brûleur peut augmenter la pression statique dans le piège à liquide jusqu'au point de rupture de l'étanchéité. Cela peut provoquer un backflush et causer un risque d'explosion ou un risque d'incendie.
- Ne laissez jamais du carbone s'accumuler sur la fente, car des particules incandescentes peuvent être délogées et tomber dans la fente, entraînant ainsi un backflush.
- Éteignez toujours la flamme avant d'essayer de nettoyer la fente du brûleur. Ne nettoyez jamais la fente d'un brûleur pendant que la flamme est allumée.
- Ne laissez jamais une flamme sans surveillance.
- Veillez à ne jamais démonter ni modifier un brûleur. N'utilisez *jamais* un brûleur endommagé.

Nébuliseur

Le montage et le raccordement incorrects des nébuliseurs à un spectromètre d'absorption atomique sont susceptibles de causer des risques d'explosion et des risques d'incendie pouvant entraîner une blessure grave et endommager l'équipement et les installations.

Assurez-vous que le nébuliseur est bien monté et bien raccordé à la chambre de nébulisation avant d'allumer la flamme. Les nébuliseurs doivent être ajustés correctement avant d'allumer la flamme.

Ne retirez jamais un nébuliseur et n'utilisez aucun dispositif mécanique (par exemple un fil métallique) pour nettoyer le capillaire d'un nébuliseur pendant que la flamme est allumée. Éteignez TOUJOURS la flamme avant de retirer le nébuliseur du bloc nébuliseur.

Testez régulièrement tous les raccords pour détecter les fuites. Réparez toutes les fuites avant d'allumer la flamme.

Piège à liquide

AVERTISSEMENT

Risque d'explosion, risque d'incendie, gaz nocifs



Toute utilisation inappropriée du piège à liquide peut présenter des risques d'explosion, des risques d'incendie et des risques d'émanation de vapeurs toxiques pouvant entraîner la mort ou une blessure grave.

N'utilisez jamais de solution ou de solvant ayant une densité inférieure à 0,75, sinon l'étanchéité du piège à liquide pourrait être rompue. Cela peut entraîner un backflush et causer un risque d'explosion ou un risque d'incendie.

Le verrouillage de sécurité du piège à liquide est intégré pour limiter les tentatives d'utilisation de l'instrument avec un piège vide. N'interférez jamais avec ce verrouillage de sécurité. N'essayez jamais de contourner ce verrouillage de sécurité.

Remplissez toujours le piège à liquide avec le même solvant que celui utilisé pour vos échantillons.

Le piège est conçu pour assurer l'étanchéité dans des conditions normales avec des solutions ayant une densité supérieure à 0,75.

Un tube d'évacuation doit être raccordé à la sortie d'évacuation (l'embout le plus bas) du piège à liquide et dirigé vers un récipient à déchets approprié. L'extrémité libre du tube doit toujours rester au-dessus du liquide dans le récipient à déchets. N'utilisez pas de récipients à déchets en verre – utilisez des récipients fabriqués dans un matériau qui ne se brisera pas en cas de backflush.

Un tube d'évacuation de la vapeur doit être raccordé à l'évent de vapeur (l'embout supérieur) sur le piège à liquide lors de l'analyse de liquides organiques ou toxiques. Ce tube doit être sorti du compartiment de l'échantillon, disposé parallèlement au tube d'évacuation et DOIT être dirigé vers le bas pour permettre l'évacuation des débordements de liquide et empêcher le tube de se boucher. NE DIRIGEZ PAS le tube à vapeur vers le récipient à déchets. Si nécessaire, un système d'extraction actif doit être utilisé pour évacuer les vapeurs toxiques. Si vous n'analysez pas de solutions toxiques, laissez découverte la sortie de la vapeur.

Risques de brûlure

Une flamme nue, des brûleurs et d'autres surfaces brûlantes peuvent causer des risques pouvant entraîner de graves brûlures.

Lorsque vous utilisez un système à flamme, utilisez toujours votre spectromètre avec le volet de protection de la flamme fermé, avec la cheminée en place et avec le panneau avant du compartiment de l'échantillon en place.

Cheminée

Avant de toucher la cheminée de l'instrument, éteignez la flamme et laissez à la cheminée le temps de refroidir.

Compartiment du brûleur et de la flamme

Ne mettez pas les mains à l'intérieur du compartiment de l'échantillon pendant qu'une flamme brûle.

AVERTISSEMENT

Surface brûlante



Le compartiment du brûleur et de la flamme devient extrêmement chaud durant le fonctionnement de l'instrument et le reste pendant un certain temps après son extinction.

Laissez le système refroidir avant d'essayer d'accéder aux composants du brûleur ou du compartiment de l'échantillon.

Utilisez toujours des gants de protection lors de la dépose d'un brûleur de l'instrument.

Acide perchlorique

AVERTISSEMENT

Risque d'explosion, risque d'incendie



L'aspiration d'acide perchlorique et de perchlorates dans une flamme de protoxyde d'azote/acétylène peut causer un risque d'explosion susceptible d'entraîner la mort ou une blessure grave, dont une atteinte temporaire ou permanente de l'audition.

N'utilisez pas d'acide perchlorique, sauf si cela est absolument essentiel pour la préparation d'échantillons. Si de l'acide perchlorique doit être utilisé, il est possible de réduire le risque d'explosion en prenant les mesures suivantes :

- Utilisez une flamme air/acétylène au lieu d'une flamme protoxyde d'azote/acétylène.
- Diminuez autant que possible la concentration en acide perchlorique et en métal dans toutes les solutions analytiques. La concentration en acide perchlorique doit être réduite dans l'étape de digestion et réduite encore davantage dans l'étape de vaporisation.
- Aspirez toutes les solutions pendant une durée aussi courte que possible.
- Aspirez de l'eau distillée entre les échantillons. Réduisez au minimum l'aspiration d'air.
- Utilisez des ensembles chambre de nébulisation-piège à liquide et évacuation distincts pour les analyses à base d'acide perchlorique et les analyses utilisant des solvants organiques afin de prévenir le mélange de l'acide perchlorique avec des restes de solvants organiques.

REMARQUE

Lorsque des extractions par solvants de solutions d'acide perchlorique sont effectuées, un peu d'acide peut se dissoudre dans le solvant organique qui est aspiré par la suite. Par conséquent, si la solution organique est aspirée tandis qu'elle flotte sur la surface de l'acide, évitez que le capillaire ne passe en dessous de la couche organique et n'aspire de l'acide perchlorique aqueux.

Lors de l'utilisation d'acide perchlorique, portez des protections auditives certifiées et des lunettes de sécurité certifiées, et assurez-vous que tous les capots de sécurité de l'instrument sont en place.

Backflush

Un backflush est une explosion du mélange gazeux dans la chambre de nébulisation, qui peut se produire pour plusieurs raisons.

Les spectromètres AA Agilent présentent plusieurs fonctions de sécurité pour prévenir les backflush, et les backflush sont très rares lorsque les instruments sont entretenus correctement.

Dans le rare cas où un backflush se produit, les fonctions de sécurité de l'instrument AA Agilent sont conçues pour relâcher la pression et réduire les dommages en toute sécurité. Outre la liste ci-dessous, reportez-vous à la section Maintenance de ce guide d'utilisation (page 97).

Les analyses effectuées depuis de nombreuses années ont montré que dans la plupart des cas, les backflush sont associés avec un ou plusieurs des points suivants. Si un backflush se produit, vérifiez la liste ci-dessous pour voir si l'un de ces points est pertinent, et prenez les mesures nécessaires pour remédier à la situation.

- 1 Assurez la propreté du brûleur. Ne laissez pas les dépôts s'accumuler dans ou sur la fente du brûleur, car ils peuvent partiellement la boucher. Les bouchages peuvent entraîner une augmentation de la pression dans la chambre de nébulisation et rompre l'étanchéité du piège à liquide. Il se peut aussi que des particules incandescentes tombent à travers la fente dans la chambre de nébulisation et enflamment le mélange de gaz de combustion à l'intérieur.

Faites particulièrement attention aux très petits dépôts présents aux extrémités de la fente du brûleur, car ils perturbent le flux gazeux laminaire et permettent à la flamme de s'étendre dans la chambre de nébulisation à l'étape « Flame Off » (Extinction de la flamme) lorsque le débit de gaz est réduit.

Il n'est pas recommandé d'utiliser un objet dur pour éliminer les particules de carbone incandescentes lors de l'utilisation de la flamme en raison du risque accru de précipiter l'une des particules à travers la fente.

Lors de l'utilisation d'un solvant organique, utilisez une vitesse de transfert réduite pour limiter la quantité de combustible liquide alimentant la flamme. (Voir la page 88 de la section Utilisation de ce manuel pour plus d'informations.)

- 2** La largeur de la fente du brûleur ne doit pas dépasser les spécifications de format maximales :

- Mark 7 0,46 mm (0,0181") pour un brûleur N₂O/acétylène
- Mark 7 0,54 mm (0,021") pour un brûleur air/acétylène

Même une petite augmentation de la largeur peut grandement accroître la possibilité qu'un backflush se produise.

La fente du brûleur doit être nettoyée régulièrement conformément aux instructions dans le chapitre 'Maintenance' de ce manuel.

- 3** Veillez à maintenir la propreté de la chambre de nébulisation et du piège à liquide.

Si des solutions sales sont analysées (par exemple, des huiles moteur), assurez-vous de nettoyer régulièrement la chambre de nébulisation, le piège à liquide, le flotteur et le tube d'évacuation et de les rincer avec un solvant approprié afin d'éviter l'accumulation de saleté sur les pièces.

- 4** Assurez-vous d'utiliser les bons joints toriques sur le brûleur, le bloc nébuliseur et le nébuliseur, et veillez à ce qu'ils ne soient pas endommagés.

L'endommagement des joints toriques dans la chambre de nébulisation peut entraîner une fuite de gaz susceptible d'être embrasé par la flamme et de mettre le feu à la chambre de nébulisation.

L'endommagement des joints toriques dans le nébuliseur peut entraîner une fuite de gaz oxydant susceptible de diminuer le débit total de gaz à travers la fente du brûleur et ainsi d'accroître la possibilité d'un backflush. Tout joint torique fendu ou déformé doit être remplacé immédiatement.

Assurez-vous que les joints toriques sont bien montés dans la chambre de nébulisation, le brûleur et les embouts de sortie du combustible et du gaz oxydant avant le remontage. (Voir les sections Maintenance et Résolution des anomalies pages 97 et 143.)

- 5** Le piège à liquide doit être rempli avec la même solution que la matrice utilisée pour les étalons et les échantillons.
- 6** Le tube d'évacuation doit être raccordé à l'embout inférieur du piège à liquide. Le tube doit être dirigé vers le bas jusqu'au récipient d'évacuation de façon à ce que les déchets liquides s'écoulent régulièrement.

L'extrémité du tube d'évacuation ne doit pas être placée en dessous du niveau du liquide dans le récipient. (À l'inverse, le niveau de liquide ne doit pas augmenter au point de couvrir l'extrémité du tube.)

Lors de l'utilisation de liquides organiques ou toxiques dans la chambre de nébulisation, un tube d'évent doit être raccordé à l'embout supérieur du piège à liquide. Il doit être dirigé vers le bas (en parallèle avec le tube d'évacuation), pour l'empêcher de se boucher en cas de fuite de liquide, et raccordé à un système d'extraction actif.

Tous les points ci-dessus doivent être respectés, parce qu'un afflux soudain de déchets liquides peut affecter la pression dans la chambre de nébulisation et entraîner un backflush.

- 7** Puisque le N_2O est stocké sous pression, sous forme liquide dans la bouteille sous pression, lorsqu'il se dilate dans le régulateur, il peut le refroidir suffisamment pour former de la glace sur l'extérieur et l'empêcher de fonctionner correctement.

Évitez la formation de glace en positionnant un chauffage sur le régulateur de la bouteille d'alimentation en N_2O . Renseignez-vous auprès du fournisseur du régulateur pour trouver un chauffage approprié.

- 8** Puisque l'acétylène libre est instable à pression élevée, il doit être stocké dans la bouteille en le dissolvant dans de l'acétone.

Si le débit de gaz est trop rapide, ou si la pression dans la bouteille chute en dessous de 700 kPa, de l'acétone peut être transférée en quantité suffisante pour affecter les performances analytiques, endommager les joints, les joints toriques et les tubes ou même entraîner un backflush. Respectez les recommandations d'utilisation de l'acétylène.

- 9** Dans la mesure du possible, évitez d'effectuer des digestions à l'acide perchlorique. Puisque cet acide forme des sels instables, les opérateurs qui l'utilisent doivent s'assurer que seule une quantité minimale peut atteindre le spectromètre et que le brûleur, la chambre de nébulisation et le piège à liquide sont soigneusement nettoyés après chaque analyse de façon à ce qu'aucun sel instable ne puisse s'accumuler. Le non-respect de cette recommandation peut entraîner des backflush imprévisibles.
- 10** Les solutions aspirées (surtout les solutions alcalines/ammoniacales) qui contiennent de hautes concentrations en Ag et Cu peuvent entraîner la formation d'acétylures susceptibles de se décomposer spontanément et de provoquer un backflush.

Procédure à suivre en cas de backflush

- Coupez l'alimentation en gaz au niveau du régulateur.
- Éteignez l'instrument.
- Assurez-vous que la zone autour de l'instrument est sûre en nettoyant les déversements sur l'instrument ou dans la zone d'introduction d'échantillon.
- Les brûleurs impliqués dans un backflush ne doivent pas être réutilisés.
- Contactez un représentant local Agilent pour lui signaler l'incident avant de commencer à utiliser l'instrument.

Reprise des opérations après un backflush

Un brûleur qui a subi un backflush doit être considéré comme endommagé et détruit. Après la survenue d'un backflush, il n'y a aucune garantie que la fente du brûleur ne s'est pas déformée ou agrandie au point de ne plus être conforme aux spécifications de production.

- Inspectez les composants du système d'introduction d'échantillon, dont la chambre de nébulisation et le nébuliseur. Nettoyez-les ou remplacez-les si nécessaire.
 - Vérifiez l'absence de tout dommage sur le nouveau brûleur et le joint torique.
 - Vérifiez l'absence de tout dommage sur les joints toriques dans la chambre de nébulisation, en particulier sur le bouchon de surpression.
 - Vérifiez l'absence de tout dommage sur le nébuliseur.
 - Vérifiez l'absence de tout dommage sur les fenêtres optiques situées de chaque côté de la zone de la flamme.

Consultez la section Sécurité dans ce manuel ou la section ci-dessus pour des informations détaillées sur la prévention des backflush.

Pour les applications créant d'importants dépôts de particules sur le brûleur, il est recommandé d'effectuer un nettoyage ou une maintenance du brûleur supplémentaire. Contactez Agilent pour obtenir de l'aide si votre application nécessite des procédures de nettoyage supplémentaires.

REMARQUE

Pour les applications créant d'importants dépôts de particules sur le brûleur, il est recommandé d'effectuer un nettoyage ou une maintenance du brûleur supplémentaire.

Pour obtenir de l'aide sur la prévention des backflush ou les procédures de nettoyage supplémentaires, contactez un représentant Agilent local.

2

Introduction

Exigences de préparation du site	35
Spécifications	36

Le spectromètre d'absorption atomique flamme AA Agilent 55B (double faisceau) associe une configuration utilisateur minimale et une cadence d'analyse rapide avec une simplicité d'utilisation sans équivalent. L'instrument est piloté à l'aide d'un clavier et d'un écran intégrés, et il peut être mis à niveau en achetant un PC et le logiciel Agilent SpectrAA (pour plus d'informations, contactez d'un distributeur Agilent agréé).

Les caractéristiques du spectromètre AA Agilent 55B comprennent :

- La sélection automatique du monochromateur, de la largeur de fente et du gaz.
- Deux positions fixes de lampe à cathode creuse avec sélection automatique de la lampe.
- Une chambre de nébulisation et un nébuliseur Mark 7 universels avec un brûleur Mark 7.
- La correction du bruit de fond par une lampe au deutérium et un tube photomultiplicateur à large gamme.

Exigences de préparation du site

Avant la livraison de votre instrument, vous avez reçu un guide de préparation du site d'installation des systèmes AA Agilent qui décrit les exigences relatives à l'environnement et au fonctionnement de votre spectromètre AA Agilent.

Vous devez préparer votre laboratoire conformément à ces instructions avant l'installation du système AA Agilent. Conservez le guide de préparation du site pour référence ultérieure. Si vous avez égaré votre exemplaire, vous pouvez en obtenir un autre auprès d'un distributeur Agilent agréé.

Spécifications

Votre instrument AA Agilent est conçu pour une utilisation en intérieur uniquement. Voir le guide de préparation du site du spectromètre AA Agilent pour les spécifications.

Spécifications environnementales

Pour des performances analytiques optimales, il est recommandé que la température ambiante du laboratoire soit comprise entre 20–25 °C (68–77 °F) et maintenue constante à ± 2 °C ($\pm 3,6$ °F) près pendant toute la journée de travail.

Autres connexions

Arrière

IEEE 488

RS-232C, 9 broches, mâle, type D

Accessoire, 9 contacts, femelle, type D

Lampe UltrAA n° 1 et 2

Connecteur Burndy circulaire à 6 contacts, facultatif

AVERTISSEMENT



Risque de choc électrique

Pour garantir la sécurité, seuls des accessoires UltrAA doivent être utilisés au niveau de cette connexion.

Avant (compartiment des lampes)

Lampe au deutérium : Connexion Molex à 3 contacts, derrière le panneau de la lampe.



Figure 2. Panneau de protection de la lampe au deutérium

AVERTISSEMENT

Risque de choc électrique



Pour garantir la sécurité, seul l'ensemble lampe au deutérium doit être utilisé au niveau de cette connexion.

Lampes à cathode creuse

Deux positions de lampe, automatiquement sélectionnées.

AVERTISSEMENT

Risque de choc électrique



Pour garantir la sécurité, seules des lampes à cathode creuse doivent être utilisées au niveau de cette connexion.

Fusibles

T2.5 A H250 V, 5 × 20 mm (100–120 et 220–240V CA)

Les informations sur les fusibles à l'arrière de l'instrument sont à jour.

REMARQUE

Pour des raisons de sécurité, les autres fusibles internes ou disjoncteurs ne sont pas accessibles aux opérateurs et ne doivent être remplacés que par un technicien certifié Agilent.

Alimentations en gaz

Respectez les exigences d'alimentation en gaz à l'arrière de l'instrument, car il s'agit des spécifications actuelles.

Tableau 2. Exigences d'alimentation en gaz

	C ₂ H ₂ (acétylène)	Air	N ₂ O (protoxyde d'azote)	Purge d'air
	Qualité instrument, pureté > 99,0 %	Propre, sec, exempt d'huile	Qualité instrument, pureté > 99,5 %	Doit être propre et sec. Filtre à air à utiliser.
Gamme autorisée	65–100 kPa	245–455 kPa	245–455 kPa	245–455 kPa
	(9,5–14,5 psi)	(35–65 psi)	(35–65 psi)	(35–65 psi)
Recommandée	75 kPa	350 kPa	350 kPa	
	(11 psi)	(50 psi)	(50 psi)	
Débit normal (L/min)	0–10	13,5–20	11–16	10

Autres raccords de gaz

Compartiment de l'échantillon : Connecteur air/N₂O enfichable pour brûleur
 Connecteur C₂H₂ enfichable pour brûleur

3 Description générale

Liste de vérification de l'installation	39
Vue d'ensemble de l'instrument	40

Les instructions relatives aux composants du système installables par le client sont indiquées ci-dessous.

Avant de configurer votre système, assurez-vous que toutes les exigences décrites dans le guide de préparation du site d'installation des systèmes AA sont satisfaites.

Liste de vérification de l'installation

Avant d'utiliser l'équipement, effectuez les tâches suivantes :

- Connectez les composants du système
- Connectez l'équipement à l'alimentation électrique et vérifiez le réglage des deux commutateurs de sélection de la tension (voir Alimentation électrique page 41)
- Installez les composants matériels
 - Lampes
 - Nébuliseur
 - Chambre de nébulisation
 - Brûleur
 - Panneau avant du compartiment de l'échantillon
 - Volet de protection de la flamme
 - Cheminée
- Installez un récipient à déchets approprié

Description générale

Vue d'ensemble de l'instrument

Utilisez l'image ci-dessous comme guide pour installer les différents composants de votre système AA Agilent.

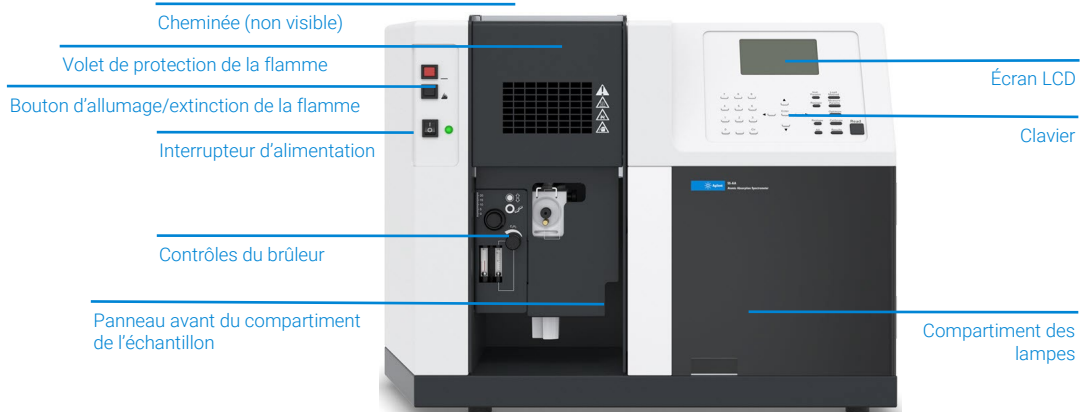


Figure 3. Spectromètre d'absorption atomique flamme AA Agilent 55B – vue avant

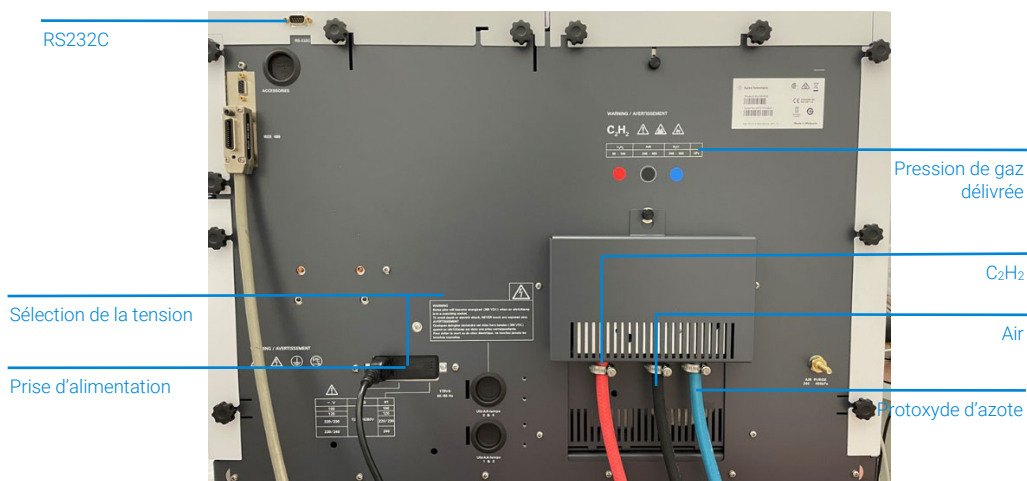


Figure 4. Spectromètre d'absorption atomique flamme AA Agilent 55B – vue arrière

Votre instrument AA Agilent est fourni avec un kit régional qui comprend un jeu de raccords de tubes de gaz et un câble d'alimentation conforme à la norme en vigueur dans la région d'utilisation.

REMARQUE Le kit régional doit être commandé avec l'instrument AA Agilent.

Alimentation électrique

Les exigences d'alimentation électrique sont décrites dans la section 'Alimentation électrique' du guide de préparation du site d'installation des systèmes AA Agilent. Assurez-vous de respecter ces exigences électriques avant de raccorder le système AA Agilent 55B.

Avant de brancher l'instrument sur l'alimentation électrique, veillez à ce que :

- Le spectromètre soit éteint.
- Le commutateur de sélection de la tension sur le panneau arrière de l'instrument soit bien réglé sur la tension secteur.
 - Reportez-vous au tableau sur le panneau arrière.
 - Le sélecteur de tension est réglé par l'ingénieur lors de l'installation de l'instrument.

Branchez le câble d'alimentation à l'arrière de l'instrument et l'extrémité libre du câble d'alimentation dans une prise secteur.

Tubes de gaz

Trois tubes de gaz en caoutchouc sont raccordés en permanence à l'instrument. Chaque tube fait deux mètres de long et obéit à un code couleur pour l'air (noir), le protoxyde d'azote (bleu) et l'acétylène (rouge). Chaque tube est équipé de raccords femelles adaptés aux régulateurs américains standard.

REMARQUE Pour plus de détails sur le raccordement des tubes de gaz, reportez-vous au guide de préparation du site d'installation des systèmes AA Agilent.

Description générale

Imprimante

Si vous utilisez une imprimante, elle doit être raccordée à l'instrument par l'intermédiaire d'un câble RS-232 dans le port RS-232C à 9 broches dans le coin supérieur gauche à l'arrière de l'instrument – voir la Figure 4 page 40. Si votre imprimante n'est pas une imprimante série, vous devez utiliser un convertisseur série-parallèle.

Accessoires

Les accessoires, tels que le SIPS, ou l'ordinateur et le moniteur, peuvent requérir des instructions de connexion séparées. Reportez-vous au manuel approprié pour plus de détails.

Ne placez pas l'équipement de sorte qu'il soit difficile d'utiliser le dispositif de déconnexion.

Déplacement de votre instrument

AVERTISSEMENT



Charge lourde

L'instrument pèse plus de 50 kg (110 lb). N'essayez pas de soulever l'instrument tout seul. Il faut toujours s'y prendre à deux, au minimum, pour soulever ou porter l'instrument jusqu'à son emplacement.

Compartiment des lampes



Figure 5. Compartiment des lampes

Le compartiment des lampes contient des emplacements pour deux lampes à cathode creuse.

Le module de lampe D₂ est situé dans le compartiment des lampes, sur le côté inférieur gauche, et est muni d'un verrouillage de sécurité pour éviter toute exposition accidentelle au rayonnement UV dangereux. L'alimentation de la lampe est coupée lorsque le panneau de la lampe au deutérium est déposé.

Lampes à cathode creuse

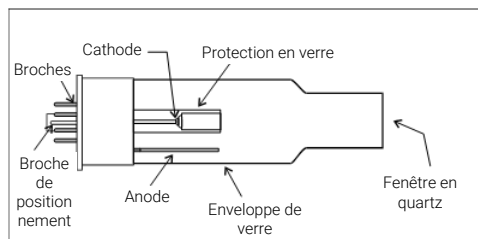


Figure 7. Lampe à cathode creuse

Vous pouvez utiliser les lampes de types suivants :

- Monoélément
- Multiélément

Vous trouverez les instructions d'installation et de dépose des lampes à cathode creuse dans la section Maintenance page 130.

Lampe au deutérium (D₂)

Il faut remplacer la lampe D₂ toutes les 1 000 heures d'utilisation environ. Pour des instructions sur le remplacement d'une Lampe D₂, reportez-vous au chapitre Maintenance page 132.

Description générale

Compartiment de l'échantillon



Figure 6. Compartiment de l'échantillon

Les principaux composants du compartiment de l'échantillon comprennent :

- L'ensemble bloc nébuliseur
- Nébuliseur
- Chambre de nébulisation
- Brûleur
- Panneau avant du compartiment de l'échantillon
- Volet de protection de la flamme

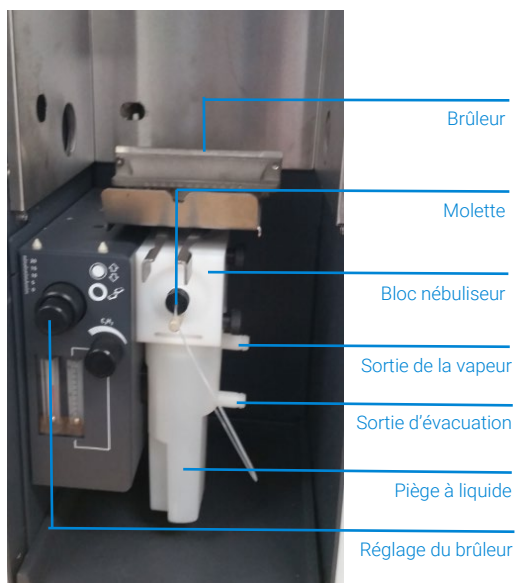


Figure 7. Compartiment de l'échantillon avec panneau avant et volet de protection de la flamme retirés

Ensemble bloc nébuliseur

Le bloc nébuliseur permet le raccordement des composants suivants :

- Nébuliseur
- La bille d'impact
- Piège à liquide
- Le tube d'évacuation
- Chambre de nébulisation

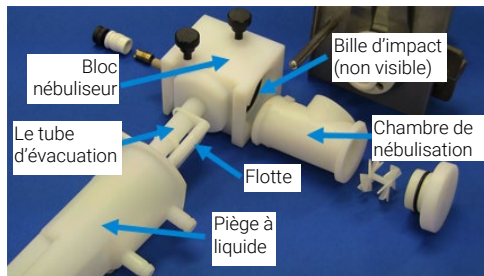


Figure 8. Ensemble bloc nébuliseur (pour les produits qui ont pour numéro de série 0110xxxx ou un numéro supérieur)

Description générale

Nébuliseur

Le nébuliseur fait appel à un capillaire, un venturi et une bille d'impact pour convertir la solution d'échantillon en fines gouttelettes.

REMARQUE

Lorsque vous recevez votre instrument, le nébuliseur est monté et installé dans le compartiment de l'échantillon. Pour des instructions de dépose, démontage et remontage du nébuliseur, reportez-vous à la section 'Ensemble bloc nébuliseur' page 100.

Assurez-vous que le nébuliseur est bien monté dans le bloc nébuliseur. Le capillaire métallique doit dépasser et s'insérer dans la molette de verrouillage (voir 'Remontez le nébuliseur.' page 104).

- Fixez la chambre de nébulisation au bloc nébuliseur et installez l'ensemble complet dans le compartiment de l'échantillon, comme décrit dans la section 'Pour monter la chambre de nébulisation' page 117.

La bille d'impact

La bille d'impact est située dans le bloc nébuliseur et alignée de sorte qu'elle soit centrée directement en face de la sortie du capillaire. Les grosses gouttelettes provenant du capillaire heurtent la bille d'impact en verre et forment une brume de micro-gouttelettes de solution d'échantillon.

Les instructions de remplacement de La bille d'impact sont indiquées dans la section Maintenance page 107.

Piège à liquide

Le piège à liquide permet d'évacuer l'excès de solution de l'ensemble nébuliseur. Ce piège est conçu pour assurer l'étanchéité avec les flux gazeux normaux lors de l'utilisation de solutions ayant une densité supérieure à 0,75.

Raccordez une longueur de tube à la sortie d'évacuation inférieure en le dirigeant vers un récipient à déchets approprié. L'extrémité libre du tube doit toujours rester au-dessus du niveau de liquide dans le récipient à déchets. Utilisez des récipients fabriqués dans un matériau inerte qui ne risque pas de se corroder ni de se briser en cas de backflush. N'utilisez pas de récipients à déchets en verre ou en métal.

Si vous utilisez des liquides organiques ou toxiques dans la chambre de nébulisation, une longueur de tube doit être raccordée à l'évent de vapeur (embout supérieur) pour évacuer les vapeurs toxiques vers un système d'extraction actif. Le tube doit être parallèle au tube d'évacuation et être dirigé vers le bas pour éviter qu'il ne se bouche en cas de débordement de liquide et d'évacuation par l'évent de vapeur.

ATTENTION Ne dirigez pas le tube de l'évent de vapeur vers le récipient à déchets.

Si vous n'utilisez pas de solutions dangereuses dans la chambre de nébulisation, laissez l'évent de vapeur découvert.

Le tube d'évacuation

Le tube d'évacuation est un tube en plastique qui se visse dans la base du bloc nébuliseur pour évacuer la solution de déchets dans le piège à liquide. Il doit être inspecté régulièrement pour s'assurer qu'il est propre et exempt de bouchages.

Flotteur

Pour les produits qui ont pour numéro de série 0110xxxx ou un numéro supérieur, le flotteur est fixé au tube d'évacuation. Quand le flotteur et le tube sont présents, et que le piège contient un niveau de liquide correct (page 72), un aimant dans le flotteur déclenche un verrouillage de sécurité qui permet au brûleur de s'allumer.

Pour des instructions de configuration du nébuliseur adaptée à vos conditions analytiques, reportez-vous à la section Configuration du nébuliseur page 86.

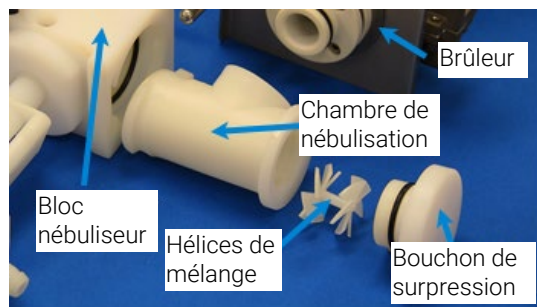
Chambre de nébulisation

Figure 9. Composants du nébuliseur et de la chambre de nébulisation

La chambre de nébulisation se fixe à l'arrière du bloc nébuliseur par l'intermédiaire d'un support à baïonnette (verrouillage 'twist-lock') et se raccorde au brûleur. Les gaz de combustion et la solution de l'échantillon sont mélangés dans la chambre de nébulisation avant de passer à travers la fente du brûleur pour être consommés dans la flamme.

Description générale

La chambre de nébulisation contient les composants suivants :

- Les hélices de mélange
- Le bouchon de surpression de la chambre de nébulisation.

Hélices de mélange

Les hélices de mélange sont logées à l'entrée de la chambre de nébulisation. Elles suppriment les grosses gouttelettes d'aérosol susceptibles d'entraîner du bruit photométrique et un bouchage du brûleur.

Les hélices de mélange ont une bosse sur le devant, au centre des pales.

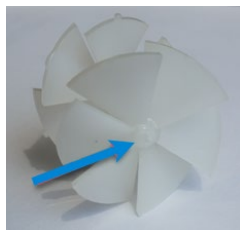


Figure 10. Face avant des hélices de mélange avec indication de la bosse

Trois des pales à l'arrière des hélices de mélange présentent des tenons de rétention sur les bords. Ces tenons maintiennent les hélices en place dans la chambre de nébulisation.

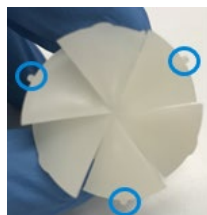


Figure 11. Face arrière des hélices de mélange

Lors de l'installation des hélices de mélange, la face avant des hélices est insérée dans la partie antérieure de la chambre de nébulisation, c'est-à-dire la partie la plus éloignée du nébuliseur.

Bouchon de surpression

Un bouchon de surpression est situé à l'arrière de la chambre de nébulisation. En cas de backflush, ce bouchon est éjecté pour relâcher la pression excessive. Par souci de sécurité, ce bouchon est orienté dans la direction opposée à l'opérateur.

Le système brûleur-chambre de nébulisation intègre un verrouillage de sécurité à deux fonctions :

- Prévention de l'allumage si le bouchon de surpression n'est pas monté correctement.
- Extinction de la flamme si le bouchon est éjecté à cause d'un backflush.

Les instructions de montage de la chambre de nébulisation figurent dans la section Maintenance page 117.

Brûleur

Deux types de brûleurs peuvent être utilisés sur votre AA Agilent : un brûleur air/acétylène et un brûleur protoxyde d'azote/acétylène.

Ces deux types de brûleurs comprennent une clé de verrouillage de sécurité conçue pour empêcher l'allumage si aucun brûleur n'est installé ou si le brûleur installé n'est pas adapté au type de flamme sélectionné. Une poignée vous permet de faire pivoter le brûleur pour l'aligner avec le trajet optique. Le brûleur peut être ajusté verticalement et horizontalement en tournant les boutons de réglage situés sur la face avant du dispositif de réglage du brûleur.

Les brûleurs se reconnaissent à leurs étiquettes et à leur taille de fente :

- Brûleur air/acétylène : fente de 10 cm de long.
- Brûleur protoxyde d'azote/acétylène : fente de 6 cm de long.
- Les instructions de nettoyage et d'installation des brûleurs figurent dans la section Maintenance page 100.

ATTENTION

Seuls les brûleurs Mark VI A ou Mark 7 doivent être utilisés sur ce système. Les versions précédentes ne doivent pas être installées.

AVERTISSEMENT



Risque d'explosion, risque d'incendie, surface brûlante.

Toute négligence ou utilisation inappropriée des brûleurs est susceptible de causer des risques d'explosion et des risques d'incendie pouvant entraîner la mort, une blessure grave ou des dommages importants à l'équipement et aux installations. Chaque fois que vous manipulez un brûleur, souvenez-vous qu'il peut être très chaud.

Portez toujours des gants de protection pour manipuler des brûleurs chauds.

Montez toujours le brûleur approprié.

N'essayez jamais d'utiliser un brûleur air/acétylène avec une flamme protoxyde d'azote/acétylène, car cela provoquerait un backflush.

Veillez à ne jamais gêner ni contourner les dispositifs de sécurité du brûleur.

N'essayez jamais de démonter ni de modifier un brûleur.

Panneau avant du compartiment de l'échantillon

Le panneau avant du compartiment de l'échantillon est conçu pour réduire les risques dus à la chaleur et au rayonnement. Mettez toujours ce panneau en place avant d'utiliser votre instrument.

Pour installer le panneau avant du compartiment de l'échantillon :

- 1 Placez le panneau dans le compartiment de l'échantillon, en l'orientant comme illustré dans la Figure 12 ci-dessous.
- 2 Alignez le panneau de façon à ce que les deux petits trous du capot soient au-dessus des deux tenons en haut du dispositif de réglage du brûleur.



Figure 12. Panneau avant du compartiment de l'échantillon au-dessus des deux tenons en haut du dispositif de réglage du brûleur.

- 3 Posez le panneau sur le dispositif de réglage du brûleur.

Volet de protection de la flamme

Le volet de protection de la flamme se monte sur le devant du compartiment de l'échantillon, et il est conçu pour réduire les risques dus à la chaleur et au rayonnement émis par la flamme. Un verrouillage de sécurité vous empêche d'allumer la flamme sauf si le volet de protection de la flamme est fermé. Installez toujours le volet de protection de la flamme avant d'utiliser votre instrument, et laissez-le fermé sauf si vous avez besoin d'accéder au brûleur.

AVERTISSEMENT



Risque pour les yeux

Certaines flammes émettent des niveaux dangereux de rayonnement UV qui peuvent causer des cataractes et un cancer de la peau. Assurez-vous toujours que le volet de protection de la flamme, le panneau avant du compartiment de l'échantillon et la cheminée sont en place quand la flamme est allumée.

Pour installer le volet de protection de la flamme :

- 1 Accrochez le volet de protection de la flamme sur la barre en haut du compartiment de l'échantillon.
- 2 Abaissez le volet de protection de la flamme jusqu'à ce qu'il repose sur les bosses en inox de chaque côté du compartiment de l'échantillon.

Pour retirer le volet de protection de la flamme, soulevez-le et décrochez-le du devant du compartiment de l'échantillon.

REMARQUE

Les microcommutateurs émettent un clic sonore dans l'instrument lorsque le volet de protection de la flamme est bien mis en place.

AVERTISSEMENT



Surface brûlante

La cheminée et le volet de protection de la flamme peuvent devenir très chauds pendant l'utilisation et entraîner de graves brûlures en cas de contact avec la peau. Portez toujours des gants de protection lorsque vous manipulez une cheminée chaude.

Description générale

Cheminée

La cheminée repose sur le compartiment de l'échantillon et est conçue pour protéger l'opérateur de la chaleur et du rayonnement UV émis par la flamme. Elle comporte une double paroi pour réduire la température de sa surface externe. Elle garantit également l'efficacité du système d'extraction pour évacuer vapeurs et fumées.

REMARQUE

La cheminée doit se trouver à environ 100 mm (4") de la hotte d'extraction de votre système d'extraction. Il faut augmenter cette distance en cas d'utilisation d'une flamme de protoxyde d'azote à cause de la plus grande hauteur de flamme.

Pour installer la cheminée :

- 1 Tenez la cheminée au-dessus du compartiment de l'échantillon, en orientant les informations d'avertissement vers l'avant de l'instrument.
- 2 Abaissez la cheminée sur le compartiment de l'échantillon.

4

Interface

Vue d'ensemble du panneau avant	53
Navigation dans l'interface	61
Pages d'affichage	63

Ce chapitre donne une description générale de l'interface utilisateur du spectromètre AA Agilent 55B. Lisez ce chapitre tout en explorant l'interface.



Figure 13. Interface du panneau avant

Vue d'ensemble du panneau avant

Le panneau avant du spectromètre AA Agilent 55B comprend les éléments suivants :

- Un écran à cristaux liquides (LCD)
- Clavier
- Un haut-parleur pour les invites et avertissements sonores
- Une mémoire pour stocker jusqu'à 30 méthodes personnalisées

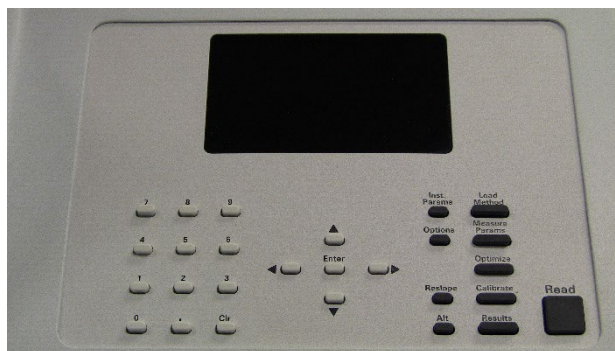


Figure 14. Panneau avant du spectromètre AA Agilent 55B

Écran d'affichage



Figure 15. Écran d'affichage

L'écran est divisé en quatre zones : la zone d'état, la barre de signal, la zone de page et la ligne de message. Chacune de ces zones est présentée ci-dessous.

Zone d'état

La zone d'état indique les détails de la méthode et les résultats de la solution analysée. Les détails de la méthode comprennent les paramètres relatifs à la méthode chargée actuellement, comme le numéro de méthode et l'élément. Les résultats de la solution analysée comprennent :

- La valeur moyenne de l'absorbance (Abs) ou de la transmittance (T) si la méthode n'est pas étalonnée ou
- la concentration si elle est étalonnée et
- la précision en %RSD ou %Pr en fonction du mode de mesure.

Les détails de la méthode sont affichés en police normale. Les résultats sont affichés dans une police plus grande.

Barre de signal

La barre de signal :

- figure en haut de l'écran d'affichage, le cas échéant.
- couvre toute la largeur de l'écran et
- présente graphiquement les valeurs du signal, en fonction du type de mesure effectuée sur l'instrument.

Si vous procédez à l'optimisation :

- D'une lampe à cathode creuse ou d'une lampe D₂, la barre de signal indique l'émission de la lampe.
- Du signal de la flamme, la barre de signal indique l'absorption ou l'émission atomique.

La barre de signal n'est active que si la page Optimize (Optimiser), Calibrate (Étalonner) ou Results (Résultats) est sélectionnée. Le reste du temps, la barre est vide.

Zone de page

La zone de page affiche le nom de la page actuelle et des informations spécifiques à la page telles que des champs d'entrée, du texte ou des graphiques. Reportez-vous à la section Pages d'affichage page 63 pour plus de détails sur les différentes pages du système.

Ligne de message

La ligne de message affiche des messages d'information, d'avertissement ou d'erreur. Il peut s'agir de la gamme autorisée du paramètre actuel, d'un message d'avertissement ou d'erreur. Reportez-vous à la section Résolution des anomalies page 143 pour une description détaillée des messages d'erreur possibles et des solutions possibles pour corriger ces erreurs.










La ligne de message vous informe également de l'état d'étalonnage de la méthode. Dans la ligne de message :

- « Cal » indique que la méthode a été étalonnée.
- « Rslp » indique qu'une correction de la pente d'étalonnage a été effectuée (repentage).
- L'absence de texte (« ») indique que la méthode n'a pas été étalonnée.

Interface







Des icônes sont affichées dans la ligne de message pour vous fournir des informations sur l'état de l'instrument. Certaines de ces icônes sont animées pour indiquer que l'instrument est actif.

Tableau 3. Aspect et signification des icônes de l'instrument

Icône	Signification
	Instrument occupé – patientez
	Balayage du monochromateur
	Optimisation des pics
	Changement de fente
	Préchauffage de la lampe D ₂
	L'instrument recherche l'ordre zéro
	Aucun brûleur installé
	Brûleur air/acétylène et séquence d'allumage
	Brûleur N ₂ O/acétylène (fente plus étroite) et séquence d'allumage

Les icônes du type de gaz et de l'état de pression de l'oxydant sont les suivantes :

Tableau 4. Aspect et signification des icônes du type de gaz et de la pression de l'oxydant

Icône	Signification
	Air/acétylène, présence de pression de gaz oxydant
	Air/acétylène, absence de pression de gaz oxydant
	Air seulement, présence de pression de gaz oxydant
	Air seulement, absence de pression de gaz oxydant
	Protoxyde d'azote/acétylène, présence de pression de gaz oxydant
	Protoxyde d'azote/acétylène, absence de pression de gaz oxydant

REMARQUE Les icônes du type de gaz présentées dans le tableau 3 ne sont affichées que pendant la séquence d'allumage.

Clavier

Les touches du clavier sont divisées en cinq groupes :

- Les touches de page
- Les touches numériques
- Les touches de direction
- La touche Alt
- Les touches diverses

Les touches de page



Figure 16. Les touches de page

Il y a sept touches de page, et chacune vous permet d'accéder à une page spécifique dans le système. Ces touches sont les suivantes :

- Load Method (Charger une méthode),
- Instrument Parameters (Paramètres de l'instrument),
- Options,
- Optimization (Optimisation),
- Measurement Parameters (Paramètres de mesure),
- Calibrate (Étalonner) et
- Results (Résultats).

Pour une description de la fonction de chaque page, reportez-vous à la section 'Pages d'affichage' page 63.

La touche **Calibrate** (Étalonner) est aussi utilisée, conjointement avec la touche **Alt**, pour afficher la courbe d'étalonnage. Il y a d'autres pages de diagnostic accessibles à l'aide de combinaisons de touches. Pour plus de détails, reportez-vous à la section La touche Alt page 58.

Touches numériques



Figure 17. Les touches numériques

Le clavier numérique (0–9 et le séparateur décimal) est utilisé pour entrer des valeurs dans les champs. Ce groupe comprend aussi un bouton Effacer ('Clr') pour supprimer les valeurs entrées.

Les touches de direction



Figure 18. Les touches de direction

Il y a quatre touches de direction : 'haut', 'bas', 'gauche' et 'droite'. Elles sont utilisées pour se déplacer dans l'écran. La touche 'Enter' (Entrée) est utilisée pour mettre à jour le réglage du paramètre avec la nouvelle valeur.

REMARQUE

Si vous déplacez le curseur hors d'un champ sans appuyer sur la touche 'Enter' (Entrée), le contenu du champ revient à sa valeur précédente.

'Enter' (Entrée) est aussi utilisée sur la page 'Optimization' (Optimisation) pour exécuter la commande Rescale (Modifier l'échelle).

La touche Alt



Figure 19. La touche Alt

'Alt' est utilisée conjointement avec d'autres touches pour modifier leur signification. Le fait d'appuyer seulement sur la touche 'Alt' n'a aucun effet.

Le tableau ci-dessous liste les raccourcis disponibles avec le clavier.

Tableau 5. Raccourcis clavier disponibles

Séquence de touches	Action	Disponible
ALT + Calibrate (Étalonner)	Afficher la courbe d'étalonnage	Partout
ALT + Results (Résultats)	Afficher le journal d'erreurs	Partout
ALT + haut	Augmenter le contraste de l'écran LCD	Partout
ALT + bas	Diminuer le contraste de l'écran LCD	Partout
ALT + Clr (Effacer)	Extinction de la flamme (pour N ₂ O)	Partout
ALT + Enter (Entrée)	Imprimer la méthode (si Serial==PRINTER (imprimante série))	Partout
ALT + .	Enregistrer les informations système dans l'EEPROM	Partout
ALT + 50	Page de diagnostic général	Partout
ALT + +51	Diagnostic des données de l'EEPROM	Partout
ALT + +52	Page de diagnostic du moteur	Partout
ALT + +53	Test de rebouclage RS232	Partout
ALT + +54	Page de pression du bras du SIPS	Partout
ALT + +59	Diagnostic du clavier	Partout
ALT + Calibrate (Étalonner)	Quitter les diagnostics du clavier	Page de diagnostic du clavier
ALT + Results (Résultats)	Quitter les diagnostics du clavier	Page de diagnostic du clavier
ALT + gauche	Défilement du texte du menu	N'importe quel menu
ALT + droite	Défilement du texte du menu	N'importe quel menu
ALT + Read (Mesure)	Mise à zéro de l'instrument	Page Optimization (Optimisation), Results (Résultats) ou Calibrate (Étalonner)
Read (Mesure)	Mesurer l'étalon suivant	Page Calibrate (Étalonner)
Reslope (Repentage)	Effectuer un repentage	Page Calibrate (Étalonner)

Interface

Séquence de touches	Action	Disponible
ALT + Reslope (Repentage)	Abandonner l'étalon de repentage	Page Calibrate (Étalonner)
Read (Mesure)	Effectuer les mesures suivantes	Page Results (Résultats)
Reslope (Repentage)	Effectuer un repentage	Page Results (Résultats)
ALT + Reslope (Repentage)	Abandonner l'étalon de repentage	Page Results (Résultats)
Droite	Page d'amorçage de pompes du SIPS	Page Results (Résultats)
Haut	Incrémenter l'échantillon suivant	Page Results (Résultats)
Bas	Décrémenter l'échantillon suivant	Page Results (Résultats)
Clear (Effacer)	Effacer la fenêtre de résultat, commencer une nouvelle page si Serial=PRINTER (imprimante série)	Page Results (Résultats)

Touches diverses



Figure 20. Touches diverses

La touche ‘Read’ (Mesure) sert à démarrer une analyse (voir ‘Étalonnez la méthode’ page 91 et ‘Mesure des échantillons’ page 93).

La touche **Reslope** (Repentage) sert à sélectionner l'étalon de repentage et à effectuer une correction de la pente d'étalonnage (voir ‘Correction de la pente d'étalonnage (repentage)’ page 92).

Navigation dans l'interface

Modification des pages

Appuyez sur la touche 'Page' requise. Les modifications effectuées sur une page donnée ne sont téléchargées et exécutées que lorsqu'une autre page est sélectionnée.

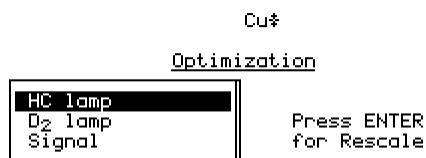
La seule exception est le basculement entre la page Load Method (Charger une méthode) et la page Instrument Parameters (Paramètres de l'instrument). Les paramètres n'étant pas téléchargés à ce stade, cela vous permet de charger une méthode et de modifier les paramètres de l'instrument simultanément. Ouvrez une autre page pour que les modifications des pages Load Method (Charger une méthode) et Instrument Parameters (Paramètres de l'instrument) soient effectives.

Sélection des menus

Les menus de commandes sont des menus à un seul niveau se trouvant à gauche de l'écran. Utilisez les touches 'haut' et 'bas' pour passer d'un élément à l'autre et, si nécessaire, appuyez sur 'Enter' (Entrée) pour sélectionner l'option désirée.

Pour changer l'échelle du signal dans l'exemple ci-dessous :

- 1 Appuyez sur deux fois sur la touche **bas**.
- 2 Appuyez sur **Enter** (Entrée).



Cal

Figure 21. Exemple de menu de commande

Un menu Parameter (Paramètre) comporte une zone de liste à gauche, qui contient des éléments permettant d'accéder à d'autres sous-menus. Appuyez sur la touche 'Flèche droite' sur l'option de menu requise pour accéder au sous-menu disponible.

Interface

Pour faire passer l'Instrument mode (Mode d'instrument) à Emission (Émission) :

- 1 Appuyez sur la **flèche droite**.
- 2 Appuyez sur **bas**.
- 3 Quittez la page Instrument Parameters (Paramètres de l'instrument) pour que les modifications soient intégrées.

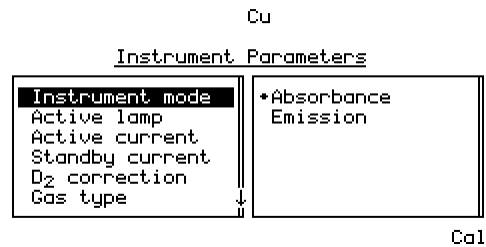


Figure 22. Exemple de menu Parameter (Paramètre)

REMARQUE

Une flèche figurant dans le cadre autour d'un menu indique que des options supplémentaires sont disponibles. Utilisez les touches **flèche haut/bas** pour faire défiler la liste ou les touches **flèche gauche/droite** afin de passer d'un menu à l'autre.

Déplacement entre les champs

Le curseur indique quel est l'élément concerné. Lorsque le curseur se trouve sur un champ de saisie de donnée, tout le champ est mis en surbrillance. Pour passer d'un champ de saisie de donnée à l'autre, utilisez les touches 'flèche haut/bas'.

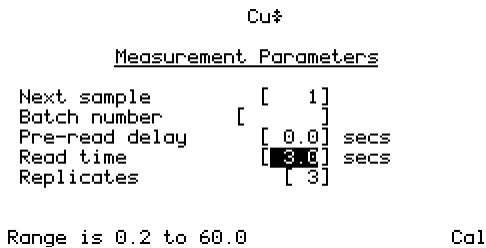


Figure 23. Page Measurement Parameters (Paramètres de mesure), avec le champ 'Read time' (Temps de mesure) en surbrillance

À mesure que les données sont entrées (à l'aide des touches numériques), elles apparaissent à la fin du champ. Si vous appuyez sur 'Clr' (Effacer), toute la valeur

du champ est supprimée. Quand vous appuyez sur 'Enter' (Entrée), le curseur passe sur le champ suivant (à condition que la valeur soit valide). Si la valeur entrée est non valide, le curseur reste sur le champ de saisie de donnée et la valeur n'est pas acceptée.

Pages d'affichage

Le système comprend sept pages. Vous pouvez accéder à chacune d'entre elles en appuyant sur la touche correspondante. Ces pages sont les suivantes :

Page Load Method (Charger une méthode)

La page Load Method (Charger une méthode) sert à charger une méthode utilisateur ou une méthode standard pré-enregistrée (Cookbook). Vous devez suivre les invites qui s'affichent sur cette page pour charger le type de méthode désiré. Pour plus d'informations, reportez-vous à la section Développement de méthodes. page 73.

Page Instrument Parameters (Paramètres de l'instrument)

La page Instrument Parameters (Paramètres de l'instrument) permet de définir les paramètres de l'instrument et d'enregistrer et supprimer des méthodes.

REMARQUE

L'élément ne peut être sélectionné qu'en chargeant une méthode appropriée (méthode utilisateur ou une méthode standard pré-enregistrée (Cookbook)).

Cette page comprend les champs spécifiques à l'instrument suivants :

Instrument mode (Mode de l'instrument)

Définit le mode que vous souhaitez utiliser, à savoir 'Absorbance' ou 'Emission' (Émission). Le mode par défaut est Absorbance.

Active lamp (Lampe active)

Définit quelle position de lampe utiliser. La position par défaut est la position 1.

Active current (Courant actif)

Définit le courant pour la lampe active. Le réglage par défaut est le courant recommandé pour la lampe de l'élément sélectionné.

Standby current (Courant de veille)

Définit le courant de la lampe en veille. Le réglage par défaut est 0,0.

D₂ correction (Correction au D₂)

Détermine le recours ou non à la correction au D₂. Le réglage par défaut est 'No' (Non).

Gas type (Type de gaz)

Définit le type de flamme à utiliser pour l'analyse. Le réglage par défaut est le type de gaz recommandé pour l'élément sélectionné.

Wavelength (Longueur d'onde)

Définit la longueur d'onde à utiliser pour l'élément actuel. Le réglage par défaut est la première longueur d'onde listée.

REMARQUE

Les longueurs d'onde listées sont spécifiques à l'élément et au mode d'instrument.

Other λ (Autre λ)

Définit la longueur d'onde à utiliser lorsqu'est sélectionné 'Other' (Autre) dans le champ Wavelength (Longueur d'onde). La gamme est de 180,0–900,0 nm.

Slit (Fente)

Définit la bande passante spectrale (spectral bandwidth, SBW) pour la longueur d'onde actuelle. Le réglage par défaut est la largeur de fente recommandée pour la longueur d'onde actuelle.

Save method (Enregistrer la méthode)

Enregistre dans la mémoire la méthode actuelle et l'étalonnage effectué dans la mémoire.

REMARQUE

Toutes conditions utilisées dans les pages Measurement Parameters (Paramètres de mesure) et Options doivent aussi être enregistrées à l'aide de cette fonction.

Delete method (Supprimer une méthode)

Supprime une méthode de la mémoire.

Page Measurement parameters (Paramètres de mesure)

Cette page sert à définir les paramètres de mesure utilisés.

REMARQUE

Le Measurement mode (Mode de mesure) se trouve sur la page Page Options (voir page 65). Ce paramètre doit être défini avant le réglage des autres paramètres de mesure.

Batch no. & Next sample (Numéro de lot et échantillon suivant)

Identifie le prochain échantillon à mesurer. Cela n'a aucun effet sur la mesure.

Pre-read delay (Délai avant mesure)

Définit le délai imparti pour que l'échantillon atteigne le trajet optique et que le signal se stabilise.

Read time (Temps de mesure)

Définit la durée pendant laquelle le signal est mesuré.

Replicates (Réplicats)

Définit le nombre de mesures par solution. Cette option n'est disponible qu'en mode Integration (Intégration).

Precision (Précision)

Définit le pourcentage de précision pour le mode de mesure PROMT (PRecision Optimized Measurement Time (Temps de mesure optimisé par rapport à la précision)). Non disponible en cas d'activation du SIPS.

Page Options

Outre la sélection du Measurement mode (Mode de mesure), cette page permet de sélectionner la langue de l'interface et d'activer des options telles que l'utilisation du SIPS et la sortie série.

Measurement mode (Mode de mesure)

Détermine la façon dont est mesuré le signal. Les modes suivants sont disponibles :

Integration (Intégration)

La moyenne du signal est effectuée en fonction du 'Read time' (Temps de mesure) sélectionné pour le nombre de réplicats défini.

PROMT (PRecision Optimized Measurement Time (Temps de mesure optimisé quant à la précision))

La moyenne du signal est effectuée jusqu'à ce que la précision désirée (%RSD) soit atteinte ou que le 'Read time' (Temps de mesure) soit écoulé.

REMARQUE Lorsque vous utilisez le SIPS dans un PROMPT, réglez cette valeur sur 0,3 %.

Integrate repeat (Intégrer les répétitions)

Les réplicats sont mesurés en continu sans que leur mesure soit démarrée à l'aide de la touche 'Read' (Mesure). Appuyez sur la touche 'Read' (Mesure) pour obtenir le dernier réplicat comme résultat de la solution (échantillon ou étalon).

Ce mode NE DOIT PAS être utilisé en cas d'utilisation de l'accessoire SIPS.

SIPS

Affiche le sous-menu suivant :

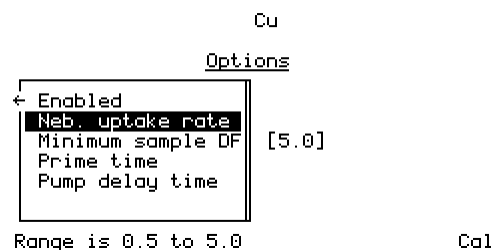


Figure 24. Sous-menu d'options du SIPS

Enabled (Activé)

Active l'utilisation du SIPS. Le réglage par défaut est 'No' (Non).

Neb. uptake rate (Débit de transfert du nébuliseur)

Contrôle le régime de pompe maximal. Bien qu'exprimé en mL/min, le débit réel peut être inférieur en fonction de l'état du tube, de la viscosité de la solution, etc. Veillez à ce que le débit de transfert du nébuliseur soit supérieur au nombre entré

pour garantir le bon fonctionnement de la pompe (attention aux bouchages ultérieurs du nébuliseur pouvant remettre en cause cette condition).

Minimum sample DF (FD d'échantillon minimal)

Définit le facteur de dilution (FD) minimal à utiliser pour l'échantillon. Principalement conçu pour les cas où l'on suspecte que la majorité des échantillons sont en dehors des gammes de mesure. Cela empêche les changements de facteur de dilution superflus, accélérant ainsi la cadence d'analyse.

Prime time (Temps d'amorçage)

Définit le délai du SIPS avant mesure, c'est-à-dire le temps nécessaire pour pomper les solutions introduites à l'aide du SIPS dans le tube de pompe depuis le récipient de la solution vers le connecteur en T.

Pump delay time (Délai dû à la pompe)

Définit le délai imparti pour que l'absorbance de l'échantillon atteigne l'équilibre après un changement de régime de la pompe et que le signal se stabilise. Vous trouverez plus d'informations sur l'utilisation du SIPS dans la section Utilisation page 71.

Serial port (Port série)

Affiche le sous-menu suivant :

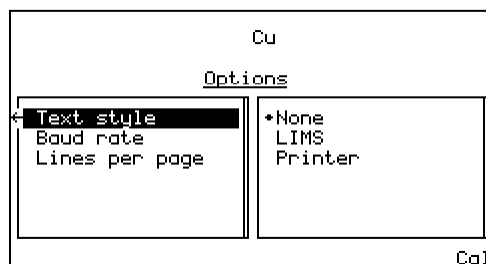


Figure 25. Sous-menu d'options du port série

Text style (Style de texte)

Permet la sortie LIMS ou imprimante. Le réglage par défaut est None (Aucune). Toute sortie nécessite que le 'Baud rate' (Débit en bauds) soit défini correctement. La sortie 'LIMS' comporte des champs séparés par des virgules. La sortie 'Printer' (Imprimante) comporte des champs séparés par des espaces.

Interface

Voir la section Impression des résultats page 94 pour plus de détails sur les options de sortie.

Baud rate (Débit en bauds)

Spécifie le débit en bauds à utiliser pour le port série. Le réglage par défaut est 9600.

Lines per page (Lignes par page)

Option utilisée lorsque l'option 'Printer' (Imprimante) est sélectionnée comme style de texte. Le réglage par défaut est de 66 lignes par page. Chaque page possède un en-tête. Des sauts de page sont utilisés pour séparer les pages.

Language (Langue)

Sélectionnez la langue de l'interface. Le réglage par défaut est l'anglais. Reportez-vous à la section 'Sélectionnez la langue de l'interface' page 73 pour des instructions de modification de la langue de l'interface.

Page Optimization (Optimisation)

La page Optimization (Optimisation) est utilisée pour configurer :

- les lampes à cathode creuse,
- la lampe D₂ et
- le signal.

En Absorbance mode (mode Absorbance), cette page peut comprendre jusqu'à trois options :

- lampe HC (cathode creuse) (position 1 par défaut),
- lampe D₂ et
- signal.

En Emission mode (mode Émission), seule l'option 'Signal' est disponible, parce que pendant l'optimisation de l'émission, le système utilise l'étalon le plus concentré pour effectuer la procédure d'optimisation de la sensibilité (c.-à-d. qu'aucune lampe n'est utilisée).

La barre de signal en haut de la page facilite l'optimisation des lampes, de la position du brûleur et de la position de la bille d'impact pour l'obtention du meilleur signal le plus intense possible.

Reportez-vous à la section 'Optimisation' page 78 pour des instructions de réglage précis du système.

Page Calibration Parameters (Paramètres d'étalonnage)

Utilisez cette page pour définir les étalons utilisés pour l'étalonnage, mesurer les étalons et sélectionner la correction de pente d'étalonnage (repentage).

Standard conc. 0 (Étalon à la concentration 0)

Ce champ est réglé sur zéro et n'est pas modifiable, mais il permet de mesurer le blanc.

Standards 1...5 (Étalons 1...5)

Définit les concentrations des mélanges étalons à utiliser. La valeur doit être supérieure à zéro, comporter quatre chiffres significatifs et inclure jusqu'à trois décimales. Deux étalons ne peuvent avoir la même valeur et doivent être entrés dans l'ordre croissant. Si une valeur de zéro est entrée, l'étalon actuel et les étalons suivants sont supprimés.

Pour définir l'étalon de repentage, sélectionnez l'étalon souhaité et appuyez sur la touche **Reslope** (Repentage). L'étalon sélectionné est alors marqué d'un astérisque pour indiquer qu'il s'agit de l'étalon de repentage. Voir la section 'Correction de la pente d'étalonnage (repentage)' page 92 pour plus d'informations.

REMARQUE

Si le SIPS est activé, le curseur est limité au dernier champ de saisie de donnée, soit la concentration de l'étalon mère. Les étalons 1-4 sont calculés à partir de l'étalon mère dilué. L'étalon de repente est fixé à 3.

Page Results (Résultats)

La page Results (Résultats) présente les résultats de la solution sous forme de tableau et indique le nom d'échantillon, la concentration, le %RSD (l'écart-type relatif) ou la précision, la mesure moyenne de la solution, le facteur de dilution et la valeur du dernier réplicat.

Cu					
Sample	Conc	Results		DF	Reps
		%Pr	Mean		

Figure 26. La page Results (Résultats)

Tableau 6. Interprétation de la page Results (Résultats)

Colonne	Donnée correspondante	Commentaire
Sample (Échantillon)	'nnn' pour un échantillon 'Std-n' pour un étalon et 'Reslope' (Repentage) pour l'étalon de repentage	
Conc (Concentration)	Les valeurs de concentration des solutions mesurées. Affichage de la mention UNDER (EN DESSOUS) ou OVER (AU-DESSUS) si la solution est en dessous ou au-dessus de la gamme et UNCAL (NON ÉTALONNÉE) si la méthode n'est pas étalonnée.	
%Pr (% de précision)	<ul style="list-style-type: none"> • %RSD (écart-type relatif) en mode Integration (Intégration) • %Pr en mode PROMT • Reste vide en mode Integrate repeat (Intégrer les répétitions) (avec l'en-tête %Pr). 	
Mean (Moyenne)	Moyenne des mesures cumulées pour chaque solution.	
DF (dilution factor) (FD (Facteur de dilution))	Dilution de la solution La gamme disponible est de 1,000...200,0.	Ne comprend des valeurs que si le SIPS est activé.
Reps (last replicate value) (Reps (valeur du dernier réplicat))	La valeur de chaque réplicat à mesure qu'elle est calculée	Seulement utilisée en mode Integration (Intégration) Chaque valeur est utilisée pour calculer le résultat moyen, mais l'affichage indique uniquement la dernière valeur.

Le contenu de la page Results (Résultats) est effacé si :

- une nouvelle méthode est chargée,
- le Measurement mode (Mode de mesure) est modifié ou
- l'Instrument mode (Mode de l'instrument) est modifié

5

Utilisation

Liste de vérification avant l'analyse	71
Développement de méthodes	73
Optimisation	78
Configuration du nébuliseur	86
Étalonnez la méthode	91
Mesure des échantillons	93
Résultats	94
Arrêt du système	96

Ce chapitre contient des instructions d'utilisation de votre instrument AA Agilent 55B, comprenant :

- le développement de méthodes,
- l'optimisation du système,
- la réalisation des mesures et
- l'impression des résultats.

Il est supposé que le matériel approprié a été installé correctement et que vous maîtrisez l'interface.

Liste de vérification avant l'analyse

Pour préparer l'analyse :

- 1 Vérifiez que tout le matériel requis (y compris le SIPS et l'imprimante si nécessaire) a été installé correctement.
- 2 Allumez l'instrument et tous les accessoires périphériques.
- 3 Assurez-vous que le système d'extraction fonctionne en le testant avec un essuie-tout de laboratoire.

Utilisation

- 4 Vérifiez les alimentations en gaz pour vous assurer que vous avez assez de gaz pour réaliser votre analyse. Assurez-vous de l'absence de transfert d'acétone dans l'instrument en vérifiant que la pression de la bouteille d'acétylène est au-dessus de 700 kPa (environ 100 psi) et que le taux d'acétylène transféré depuis chaque bouteille n'est pas supérieur à 1/7e du contenu de la bouteille par heure.
- 5 Réglez la pression des gaz délivrée comme suit :

Tableau 7. Pressions des gaz délivrées – Reportez-vous au tableau à l'arrière de l'instrument

Gaz	Recommandée		Permise	
	kPa	psi	kPa	psi
Acétylène	75	11	65–100	9,5–14,5
Air	350	50	245–455	35–65
Protoxyde d'azote	350	50	245–455	35–65

- 6 Inspectez les tubes de gaz pour tout signe d'endommagement. Les tuyaux présentant des signes de dommages ou de détérioration doivent être remplacés immédiatement. Cette opération doit être effectuée par un représentant Agilent qualifié.
 - Coupez les alimentations en gaz de votre instrument et vérifiez l'absence de fuites sur tous les tubes et raccords. Si vous observez une fuite, coupez immédiatement les alimentations en gaz et corrigez le problème.
- 7 Remplissez le piège à liquide avec le solvant utilisé jusqu'à ce que le flotteur commence à se déplacer.
 - Si le piège à liquide n'a pas été rempli au bon niveau ou si le tube d'évacuation n'a pas été installé, un verrouillage de sécurité dans le flotteur empêche l'allumage du brûleur. Ce verrouillage de sécurité empêche aussi l'extinction de la flamme si le niveau de liquide tombe en dessous du minimum requis pendant le fonctionnement.
- 8 Développez ou chargez une méthode – voir la section 'Développement de méthodes' page 73.
- 9 Optimisez le système – voir la section 'Optimisation' page 78.
- 10 Définissez le débit de transfert du nébuliseur – voir la section 'Configuration du nébuliseur' page 86.
- 11 Étalonnez le système – voir la section 'Étalonnez la méthode' page 91.
- 12 Effectuez votre analyse.

Démarrez le système



Figure 27. Interrupteur d'alimentation

L'interrupteur d'alimentation est indiqué ci-dessus. Mettez-le en position 'I' pour démarrer le système. Le voyant vert à droite de l'interrupteur devrait s'allumer.

Quand vous allumez votre instrument, l'écran de démarrage s'affiche dans la zone d'affichage pendant que s'effectuent les tests d'initialisation. Quand la configuration d'initialisation est terminée, la page Load Method (Charger une méthode) s'affiche.

Pour des instructions de démarrage d'accessoires, reportez-vous aux manuels fournis avec ces accessoires.

Développement de méthodes

Une méthode stocke les paramètres à utiliser pour l'analyse, comme les paramètres de l'instrument, de mesure et d'étalonnage. Il faut qu'une méthode soit chargée pour que vous puissiez analyser des échantillons. Il existe deux types de méthodes : les méthodes 'user' (utilisateur) dont les paramètres sont définis par l'utilisateur et les méthodes 'cookbook' (méthodes standard pré-enregistrées).

Sélectionnez la langue de l'interface

Si la langue requise est affichée, ignorez cette étape.

Utilisation

Pour modifier la langue de l'interface :

- 1 Appuyez sur la touche **Options**. Si la page Options affiche le sous-menu SIPS, appuyez sur la touche **Flèche gauche** pour revenir au menu principal.
- 2 Déplacez le curseur sur 'Language' (Langue) et appuyez sur la touche **Flèche droite**.
- 3 Placez le curseur sur la langue souhaitée et appuyez sur **Enter** (Entrée).

REMARQUE

Des grilles de clavier à superposer sont également disponibles pour les langues implémentées.

Chargez une méthode

Vous pouvez :

- charger une méthode 'cookbook' (méthode standard pré-enregistrée),
- personnaliser votre propre méthode 'user' (utilisateur) ou
- charger une méthode 'user' (utilisateur) existante.

Pour charger une méthode cookbook (méthode standard pré-enregistrée) :

- 1 Appuyez sur le bouton **Load Method** (Charger une méthode).
- 2 Sélectionnez 'Cookbook' (Méthodes standard pré-enregistrée).
- 3 Sélectionnez le groupe d'éléments approprié.
- 4 Sélectionnez l'élément requis dans la liste.
- 5 Appuyez sur **Enter** (Entrée).

Les paramètres cookbook (méthode standard pré-enregistrée) se chargent :

- Element (Élément),
- Method number (Numéro de méthode),
- Instrument mode (Mode de l'instrument)
- Active lamp current (Courant de lampe active),
- Gas type (Type de gaz)
- Wavelength (Longueur d'onde) et
- Slit width (Largeur de fente).

De plus, toutes les valeurs de concentration d'étalons précédentes sont supprimées.

Entrez les valeurs de concentration avant de commencer l'analyse.

Pour charger ou modifier une méthode utilisateur existante :

- 1 Appuyez sur le bouton **Load Method** (Charger une méthode).
- 2 Sélectionnez les méthodes 'User' (Utilisateur) et appuyez sur **Enter** (Entrée).
- 3 Sélectionnez la méthode que vous souhaitez utiliser.
- 4 Modifiez la méthode conformément à vos besoins.

Pour personnaliser une méthode :

- 1 Chargez la méthode cookbook (méthode standard pré-enregistrée) ou utilisateur pour l'élément requis et modifiez le réglage des paramètres si nécessaire. Les sections suivantes contiennent des instructions de réglage de différents paramètres.
- 2 Enregistrez la méthode sur la page Instrument Parameters (Paramètres de l'instrument).

Enregistrer ou supprimer des méthodes

Les méthodes sont enregistrées sur la page Instrument Parameters (Paramètres de l'instrument). Il y a 30 emplacements disponibles pour les méthodes personnalisées. Les emplacements occupés sont indiqués sur la page Load Method (Charger une méthode). Une méthode peut être enregistrée dans n'importe quel emplacement, même si l'emplacement est déjà occupé par une méthode existante. La méthode existante est écrasée par la nouvelle méthode (sans demande de confirmation).

Pour enregistrer une méthode :

- 1 Appuyez sur le bouton **Instrument Parameters** (Paramètres de l'instrument).
- 2 Mettez en surbrillance l'option 'Save Method' (Enregistrer la méthode) et appuyez sur **Enter** (Entrée).
- 3 Sélectionnez un emplacement vide et appuyez sur **Enter** (Entrée).

La méthode est alors enregistrée dans l'emplacement sélectionné, et le numéro d'emplacement et l'élément de méthode sont indiqués dans la liste.

Pour supprimer une méthode :

- 1 Appuyez sur le bouton **Instrument Parameters** (Paramètres de l'instrument).
- 2 Mettez en surbrillance l'option 'Delete Method' (Supprimer une méthode) et appuyez sur **Enter** (Entrée).

Utilisation

- 3 Mettez en surbrillance la méthode à supprimer dans la liste et appuyez sur **Enter** (Entrée). La méthode est alors supprimée, laissant un emplacement vide dans la liste.

Configurez les paramètres de l'instrument

Pour configurer les paramètres de l'instrument :

Sélectionnez la page Instrument Parameters (Paramètres de l'instrument) et réglez les paramètres suivants :

- 'Instrument mode' (Mode de l'instrument) (Absorbance ou Emission (Émission))
- 'Active lamp' (Lampe active) (position 1 ou 2 ; position 1 par défaut)
- 'Active current' (Courant actif) pour la lampe active
- 'Standby current' (Courant de veille) pour la lampe en veille
- 'D₂ correction' (Correction au D₂) – 'On' (activée) ou 'Off' (Désactivée)
- 'Gas type' (Type de gaz)
- 'Wavelength' (Longueur d'onde)
- Bande passante spectrale (la largeur de la fente).

Configurez les paramètres de mesure

Tous les paramètres de mesure sont configurés sur la page Measurement Parameters (Paramètres de mesure), à l'exception du Measurement mode (Mode de mesure) et de l'utilisation du SIPS, qui sont configurés sur la page Options.

Pour configurer les paramètres de mesure :

- 1 Sélectionnez la page Options et spécifiez :
 - le 'Measurement mode' (Mode de mesure) et
 - si le 'SIPS' est activé ou non. Si vous choisissez d'activer le SIPS, vous devez aussi en configurer les paramètres du SIPS.
- 2 Sélectionnez la page Measurement Parameters (Paramètres de mesure) et réglez les paramètres suivants :
 - 'Next sample' (Échantillon suivant) à mesurer
 - 'Batch no' (Numéro de lot)
 - 'Read time' (Temps de mesure)
 - Nombre de 'Replicates' (Réplicats) (en mode Intégration uniquement)

- 'Precision' (Précision) (en mode PROMT uniquement)
- 'Pre-read delay' (Délai avant mesure)

Définissez les mélanges étalon

Les mélanges étalon doivent être entrés dans la page 'Calibration Parameters' (Paramètres d'étalonnage). Jusqu'à cinq étalons peuvent être définis. Les mélanges étalon doivent être uniques et entrés par ordre croissant.

Cal Zero (Étalonnage zéro) n'est pas modifiable et est inclus uniquement pour permettre la mesure du blanc. La valeur de ce champ est toujours zéro.

REMARQUE

Si le SIPS est activé, le seul champ modifiable sur la page Calibration Parameters (Paramètres d'étalonnage) est Conc5. Il représente la concentration de l'étalon mère. Les paramètres Conc1 à 4 sont calculés à partir de l'étalon mère, et l'étalon de repentage est défini sur 3. Pour plus d'informations sur Correction de la pente d'étalonnage (repentage), voir page 92.

Pour entrer les informations d'étalonnage :

- 1 Appuyez sur le bouton **Calibrate** (Étalonner).
La page Calibration Parameters (Paramètres d'étalonnage) apparaît.
- 2 Mettez en surbrillance le champ 'Conc1' et entrez la concentration de l'étalon
Le nombre de décimales entré définit le nombre de décimales utilisé pour les valeurs des étalons restants. Même en cas de modification du nombre de décimales, toutes les concentrations doivent toujours être valides (pas hors gamme ou identiques).
- 3 Entrez les concentrations des étalons restants. Les valeurs doivent être uniques et dans l'ordre croissant.
- 4 Définissez l'étalon à utiliser pour corriger la pente de la droite d'étalonnage en déplaçant le curseur sur l'étalon approprié et en appuyant sur la touche **Reslope** (Repentage). L'étalon de repentage est indiqué par un astérisque.

Optimisation

Cette section décrit comment optimiser les différents composants du système AA Agilent 55B, notamment la lampe, le brûleur et le signal de la flamme.

Alignement des lampes

Lampes à cathode creuse

Installez la lampe dans la position indiquée dans la méthode. Le numéro de position de la lampe se trouve sur la page Instrument Parameters (Paramètres de l'instrument). Si vous développez une nouvelle méthode, installez la lampe et notez sa position. Assurez-vous que cette position est définie dans la méthode pour cet élément.

Alignez une lampe à cathode creuse si :

- Vous venez d'installer la lampe.
- Vous avez besoin du meilleur rapport signal sur bruit possible.
- Vous utilisez une lampe non fournie par Agilent.
- Vous utilisez une position précédemment utilisée pour une lampe non fournie par Agilent.

REMARQUE

Les lampes ne sont pas utilisées en mode Emission (Émission). Les modèles offrant ce mode ne requièrent pas d'alignement de la lampe. L'optimisation du signal est effectuée lors de l'aspiration de l'étalon le plus concentré/étalon mère) pour exécuter la procédure d'optimisation de la sensibilité.

Pour aligner une lampe à cathode creuse :

- 1 Chargez une méthode.
- 2 Assurez-vous que la lampe requise est installée dans la bonne position. La position est définie sur la page Instrument Parameters (Paramètres de l'instrument).
- 3 Allumez la lampe et laissez-la chauffer pendant environ 15 minutes. Si la lampe n'est pas allumée, vérifiez la méthode et configurez les paramètres 'Active lamp' (Lampe active) et 'Active current' (Courant actif) sur la page Instrument Parameters (Paramètres de l'instrument).
Le numéro de la lampe active se trouve sur le support de la lampe et le courant actif est inscrit sur la lampe.

- 4 Appuyez sur le bouton **Optimize** (Optimiser) et assurez-vous qu'il n'y a rien dans le trajet optique. L'option 'HC lamp' (Lampe à cathode creuse) est sélectionnée automatiquement lors de l'accès à cette page.
- 5 Maximisez le signal :

Surveillez la barre de signal de la lampe à l'écran pendant que vous tournez lentement l'un des boutons de réglage de la lampe.



Figure 28. Boutons de réglage de la lampe

Si le signal diminue, tournez le bouton dans la direction opposée.



Figure 29. Barre de signal de la lampe

- 6 Si le signal de la lampe à cathode creuse est trop faible ou trop élevé :
 - vérifiez que la lampe installée est adaptée à la méthode actuelle.
 - Si la bonne lampe est installée, appuyez sur **Enter** (Entrée) pour modifier l'échelle. Cela ramène le signal dans la gamme d'affichage.
- 7 Répétez l'étape précédente avec l'autre bouton de réglage.

Lampe D₂

La lampe D₂ ne doit être alignée que s'il s'agit d'une nouvelle lampe D₂ venant d'être installée.

Pour aligner une lampe D₂ :

- 1 Sur la page 'Optimize' (Optimiser), sélectionnez l'option 'D₂ lamp' (Lampe D₂).
- 2 Maximisez le signal.
 - a Surveillez la barre de signal de la lampe à l'écran pendant que vous tournez lentement l'un des boutons de réglage de la lampe D₂ sur l'avant du compartiment des lampes D₂.

Utilisation



Figure 30. Boutons de réglage de la lampe D₂

- b** Si le signal diminue, tournez le bouton dans la direction opposée.
 - c** Si le signal de la lampe D₂ est trop faible :
 - Vérifiez que la Lampe D2 est bien installée. (Reportez-vous à la page 132.)
 - Si le problème persiste, appuyez sur **Enter** (Entrée) pour modifier l'échelle. Cela ramène le signal dans la gamme d'affichage.
 - Un signal qui devient trop élevé doit aussi être remis à l'échelle.
- 3** Répétez l'étape précédente avec l'autre bouton de réglage de la lampe D₂.

Alignement du brûleur

- 1** Laissez chauffer la lampe à cathode creuse pendant environ 10–15 minutes et assurez-vous qu'il n'y a rien dans le trajet optique.
- 2** Faites tourner le brûleur en serrant les branches de la pince de rotation jusqu'à ce que la fente soit parallèle au trajet optique.

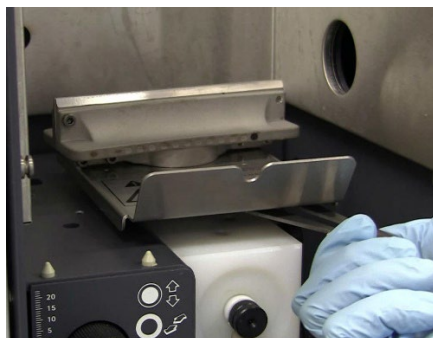


Figure 31. Serrage des branches de la pince de rotation pour faire tourner le brûleur

- 3 Localisez le trajet optique à l'aide d'une carte de nettoyage et d'alignement du brûleur fournie par Agilent.

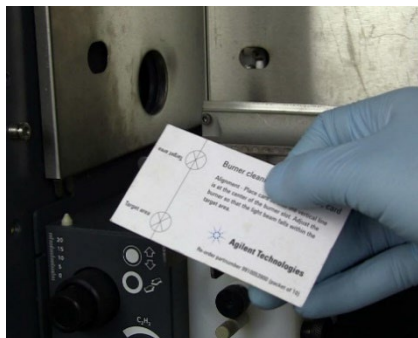


Figure 32. Carte Agilent de nettoyage et d'alignement du brûleur

REMARQUE

Vous pouvez vous procurer des bandes supplémentaires de nettoyage et d'alignement du brûleur auprès d'Agilent.

- 4 Placez la carte d'alignement à mi-chemin de la fente du brûleur. Positionnez la carte de manière à ce que la ligne verticale soit perpendiculaire à la fente.

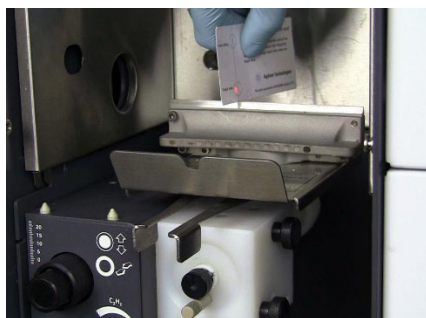


Figure 33. Carte avec ligne verticale perpendiculaire à la fente

- 5 Tournez les boutons de réglage (Figure 34 ci-dessous) pour ajuster la position du brûleur horizontalement et verticalement dans la zone cible.



Figure 34. Boutons de réglage du brûleur (à gauche). Rotation du bouton (à droite).

- 6 Vérifiez que la fente est centrée sur le trajet optique et qu'elle lui est parallèle en plaçant la carte à chaque extrémité de la fente du brûleur.

Le trajet optique doit se trouver dans la zone cible le long de la fente. Réajustez si nécessaire.

Vous pouvez maintenant allumer la flamme et optimiser le signal.

Allumage de la flamme

Avant d'allumer la flamme, vous devez vous assurer que :

- L'espace de travail est complètement exempt de matières dangereuses, comme les liquides corrosifs et les solvants inflammables.
- Le piège à liquide est rempli du solvant approprié.
 - Remplissez le piège à liquide avec le solvant utilisé jusqu'à ce que le flotteur commence à se déplacer.
 - Si le piège à liquide n'a pas été rempli au bon niveau ou si le tube d'évacuation n'a pas été installé, un verrouillage de sécurité dans le flotteur empêche l'allumage du brûleur. Ce verrouillage de sécurité empêche aussi l'extinction de la flamme si le niveau de liquide tombe en dessous du minimum requis pendant le fonctionnement.
- Le tube d'évacuation est dirigé vers le bas et exempt de coudes et de pliures pour que les déchets liquides puissent s'écouler librement dans le récipient. L'extrémité doit toujours être au-dessus du niveau de liquide prévu dans le récipient.

- En fonction du solvant utilisé, assurez-vous que le tube d'évent est fixé et exempt de coudes et de pliures. L'extrémité du tube d'évacuation doit être dirigée vers le bas et être exempte de coudes et de pliures pour que les déchets liquides puissent s'écouler librement dans un récipient de débordement distinct. L'extrémité du tube doit toujours être au-dessus du niveau de liquide prévu dans le récipient.
- Le modèle approprié de brûleur est installé.
- Le volet de protection de la flamme, le panneau avant du compartiment de l'échantillon et la cheminée sont installés.
- Le joint torique du bouchon de surpression a été humecté avec de l'eau distillée et le bouchon a été bien installé.
- Le système d'extraction a été contrôlé et les réserves d'alimentations en gaz sont suffisantes pour l'analyse. Reportez-vous à la page 38.

Pour allumer la flamme :

- 1 Appuyez sur le bouton 'Flame on' (Allumage de la flamme) jusqu'à ce que la flamme s'allume.



Figure 35. Bouton d'allumage de la flamme

Si le délai imparti à la séquence d'allumage expire avant que la flamme ne s'allume, relâchez le bouton, patientez pendant cinq secondes et relancez la séquence.

ATTENTION

Si une erreur s'affiche, assurez-vous que tous les dispositifs de sécurité sont respectés avant de continuer. N'essayez pas de contourner les dispositifs de sécurité.

AVERTISSEMENT

Risque d'explosion



L'utilisation d'une flamme avec un système de sécurité incomplet peut entraîner une violente explosion susceptible d'entraîner la mort, une blessure, une perte d'audition ou l'endommagement des installations.

Pour prévenir toute utilisation dangereuse, l'allumage de la flamme est empêché sauf si les dispositifs de sécurité sont respectés. Si le dispositif d'allumage ne fonctionne pas et que tous les dispositifs de sécurité sont respectés, appelez un ingénieur certifié Agilent pour trouver et résoudre le problème.

N'utilisez jamais d'autre dispositif d'allumage pour amorcer la flamme, car cela reviendrait à contourner l'autovérification du système de sécurité.

- 2 Vérifiez les réglages du régulateur de gaz et modifiez-les si nécessaire.
- 3 Une fois que la flamme s'est stabilisée, optimisez les conditions de la flamme.
- 4 Aspirez 50 mL de solution. S'il ne s'agit pas d'une solution, aspirez 50 mL du solvant approprié.

Optimisez le signal de la flamme

Pour optimiser le signal de la flamme :

- 1 Appuyez sur la touche **Optimize** (Optimiser) et sélectionnez l'option 'Signal'.
- 2 Aspirez le blanc et appuyez en même temps sur les touches **Alt** et **Read** (Mesure) pour effectuer la mise à zéro de l'instrument.
- 3 Aspirez une solution d'étalon dont l'absorbance est d'au moins 0,2. Si vous êtes en mode émission, aspirez l'étalon mère ou l'étalon le plus concentré.

Surveillez la barre de signal et réglez la hauteur du brûleur à l'aide du bouton externe sur le dispositif de réglage du brûleur pour obtenir l'absorbance maximale.

Assurez-vous que le brûleur se trouve en dessous du trajet optique.

Alternez entre l'aspiration du blanc et de l'étalon le plus concentré, en notant la valeur d'absorbance nette. Quand cette valeur cesse d'augmenter, la hauteur du brûleur est correcte.

La hauteur du brûleur contrôle la sensibilité des mesures et influence également les interférences d'atomisation.

- 4 Déplacez horizontalement le brûleur avec précaution en tournant le bouton de réglage interne sur le dispositif de réglage du brûleur. Surveillez la barre de signal pour obtenir l'absorbance maximale. Une fois optimisée pour obtenir une sensibilité maximale, cette position peut généralement être utilisée pour toutes les analyses.
- 5 Ajustez la position de la bille d'impact en tournant progressivement la vis d'ajustement de la bille d'impact d'abord dans le sens horaire, puis dans le sens antihoraire, pour trouver l'absorbance maximale.



Figure 36. Vis d'ajustement de la bille d'impact

CONSEIL

Vous pouvez trouver la position optimale de la bille d'impact pour la plupart des applications en aspirant une solution de 5 mg/L de cuivre.

Le système est maintenant optimisé. Vous pouvez ensuite effectuer des mesures, mesurer les mélanges étalon ou effectuer un repentage, comme décrit dans les sections suivantes.

Configuration du nébuliseur

Cette section suppose que vous ayez correctement assemblé le nébuliseur et installé l'ensemble nébuliseur-chambre de nébulisation dans le compartiment de l'échantillon.

Le nébuliseur est entièrement ajustable. Cela vous permet de changer la position du capillaire interne pour faire varier le débit de transfert de 0 à 8 mL/min, compensant ainsi l'alimentation de la flamme par les solvants organiques.

Le réglage de la molette détermine la proximité entre la bille d'impact et la sortie du capillaire. Cela vous permet d'optimiser la configuration du nébuliseur en fonction des caractéristiques de vos échantillons.



Figure 37. Emplacement de la molette. L'anneau de verrouillage se trouve entre la molette et le bloc nébuliseur.

Réglage pour vide poussé

Pour les échantillons ayant des teneurs relativement faibles en sels dissous, vous pouvez obtenir des performances optimales avec le nébuliseur en mode vide poussé. Dans ce cas, le capillaire est réglé pour assurer une perte de charge (un vide) maximale à l'extrémité du capillaire. Pour ce réglage, on utilise des capillaires en plastique à petit diamètre (0,38 mm de d.i.).

Avec un nébuliseur configuré de cette façon, le débit de transfert varie très peu avec la variation du niveau de liquide dans les tubes d'échantillons. Néanmoins, le nébuliseur est susceptible de se boucher à cause des dépôts de sels de l'échantillon.

Pour régler le nébuliseur en mode vide poussé :

- 1** Prenez une longueur du capillaire en plastique à petit diamètre (0,38 mm de d.i.) fourni avec votre nébuliseur.
- 2** Raccordez l'extrémité évasée de ce tube au capillaire du nébuliseur. Toute tentative de raccorder l'autre extrémité endommagera le tube.
- 3** Configurez l'instrument pour mesurer l'absorbance à l'aide d'un élément facilement atomisé (comme le cuivre) dans une flamme d'air/acétylène. Puisque le débit de transfert est faible, la sensibilité initiale est inférieure à la normale.
- 4** Configurez l'instrument en mode de mesures continues.
- 5** Mettez l'instrument à zéro en appuyant en même temps sur les touches **Alt** et **Read** (Mesure).
- 6** Desserrez l'anneau de verrouillage et tournez complètement l'anneau et la molette dans le sens horaire.
- 7** Observez l'absorbance pendant la nébulisation d'une solution d'étalon appropriée.
- 8** Tournez lentement et délicatement la molette dans le sens antihoraire jusqu'à ce que l'absorbance atteigne un maximum.
- 9** Tenez la molette de sorte qu'elle ne puisse pas tourner, puis tournez l'anneau de verrouillage jusqu'à ce qu'il soit fermement contre le corps de la chambre de nébulisation, bloquant la molette en position.

Le nébuliseur est maintenant prêt à l'emploi. Si vous venez d'installer le nébuliseur, vous devriez effectuer les Contrôles des performances page 90.

Réglage pour vide faible

En mode vide faible (le réglage pour les fortes teneurs en solides), la position du capillaire est ajustée près de l'extrémité de la gorge du venturi. L'espace plus important autour de l'extrémité du capillaire réduit les bouchages dus aux solutions à forte teneur en solides. Lors de l'utilisation de ce réglage, la chute de pression (le vide) à l'extrémité du capillaire est relativement faible. Vous devez donc utiliser le capillaire d'échantillonnage en plastique à large diamètre (0,64 mm de d.i.) pour atteindre les débits de transfert nécessaires à l'obtention d'une sensibilité maximale.

Puisque le débit de transfert est sensible à la pression hydrostatique du liquide dans le récipient de l'échantillon, veillez à minimiser les variations du niveau de liquide dans les récipients d'échantillons et d'étalons.

Utilisation

Pour régler le nébuliseur en mode vide faible :

- 1 Raccordez le tube à large diamètre (0,64 mm de d.i.) au capillaire.
- 2 Desserrez l'anneau de verrouillage et tournez complètement la molette (et l'anneau) dans le sens horaire.

Le nébuliseur est maintenant prêt à l'emploi.

REMARQUE

Puisqu'avec ce réglage, le débit de transfert est sensible à la pression hydrostatique du liquide dans le récipient de l'échantillon, veillez à minimiser les variations du niveau de liquide dans les récipients d'échantillons et d'étalons.

Configurez le débit de transfert nul – solvants organiques

Avant d'ajuster le nébuliseur pour une utilisation avec des solvants organiques, configurez le débit de transfert nul en utilisant de l'eau distillée comme solvant :

- 1 Raccordez le tube à large diamètre (0,64 mm de d.i.) au capillaire.
- 2 Tournez l'anneau de verrouillage dans le sens antihoraire jusqu'à ce qu'il soit contre la molette.
- 3 Tournez la molette dans le sens horaire aussi loin que possible.
- 4 En aspirant de l'eau distillée, tournez la molette dans le sens antihoraire jusqu'à ce que des bulles sortent de l'extrémité du capillaire.
- 5 Tournez la molette dans le sens horaire jusqu'à ce qu'il n'y ait plus de bulles.

C'est le point de transfert nul (aucune solution n'est aspirée à travers le nébuliseur).

Configurez le débit de transfert pour les solvants organiques

L'alimentation de la flamme par les solvants organiques nécessite d'ajuster soigneusement le débit de transfert du nébuliseur pour toutes les analyses impliquant des solutions organiques.

Configurez le débit de transfert comme suit avec une flamme d'air/acétylène et le solvant sélectionné :

- 1 Allumez la flamme et réglez le débit d'acétylène pour obtenir une flamme très pauvre.
- 2 Configurez le nébuliseur pour un transfert nul, comme décrit dans la section précédente.

- 3 Tournez lentement la molette dans le sens horaire jusqu'à ce que la flamme commence à être riche en combustible. Un peu de jaune peut y être observé.
- 4 Serrez l'anneau de verrouillage contre le bloc nébuliseur pour empêcher tout mouvement de la molette pendant le fonctionnement normal.
- 5 Mesurez et notez le débit de transfert.

Il doit être compris entre 3 et 6,5 mL/min.

Le nébuliseur est maintenant prêt à l'emploi. Si vous venez d'installer le nébuliseur, vous devriez effectuer les contrôles de performances décrits dans la section suivante.

Types de flamme

L'aspect de la flamme varie en fonction du mélange combustible/oxydant. Les flammes typiques sont présentées ci-dessous :

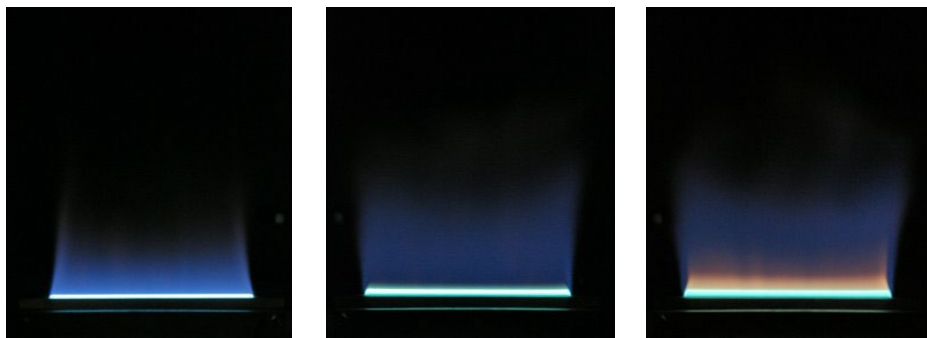


Figure 38. Flammes air/acétylène. De gauche à droite : pauvre, stœchiométrique et riche

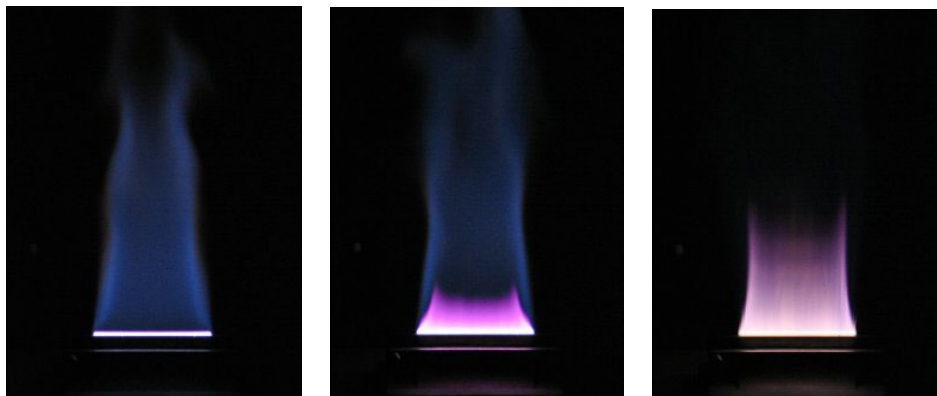


Figure 39. Flammes protoxyde d'azote/acétylène. De gauche à droite : pauvre, stœchiométrique et riche

Contrôles des performances

Vérifiez les performances de votre nébuliseur :

- À l'installation.
- Une fois par semaine.
- Lors de l'utilisation d'un nouveau type de solution.
- Après un démontage et remontage du nébuliseur.

Contrôlez les performances de votre nébuliseur :

Assurez-vous que le nébuliseur est bien installé et configuré. Configurez le nébuliseur en mode vide poussé conformément à la section 'Réglage pour vide poussé' page 86, ou si vous utilisez des solutions organiques, réglez le nébuliseur sur le débit de transfert maximal (molette tournée entièrement dans le sens horaire).

- 1 Préparez une solution aqueuse de cuivre à une concentration de 5 mg/mL.
- 2 Configurez l'instrument pour mesurer l'absorbance du cuivre dans une flamme air/acétylène.
- 3 Après avoir optimisé complètement le système comme décrit dans la section 'Optimisation' page 78, aspirez de l'eau distillée à partir d'une éprouvette graduée de 10 mL en chronométrant la durée nécessaire et calculez le débit de transfert. Il doit être compris entre 3 et 6,5 mL/min pour un réglage High Vacuum (Vide poussé).
- 4 Mettez l'instrument à zéro (en appuyant en même temps sur les touches **Alt** et **Read** (Mesure)).

- 5** Aspirez une solution de cuivre à 5 mg/mL et notez la valeur de l'absorbance.

Agilent garantit l'obtention d'une absorbance égale ou supérieure à 0,75 avec l'utilisation d'un système d'atomisation à flamme Mark 7 dans des conditions entièrement optimisées.

Étalonnez la méthode

Tous les étalonnages se font à l'aide de l'algorithme New Rational, qui fournit une ligne de meilleur ajustement pour la courbe Abs/Conc en fonction d'Abs par la méthode des moindres carrés :

$$A/C = a + b \cdot A + c \cdot A^2$$

(où A = absorbance, C = concentration et a,b,c sont les coefficients de la courbe).

Les mélanges étalon sont mesurés sur la page Calibration Parameters (Paramètres d'étalonnage). Vous pouvez mesurer les étalons manuellement ou utiliser le SIPS pour préparer et présenter les étalons automatiquement à partir de l'étalon mère.

REMARQUE

La remesure de Cal Zero (Étalonnage zéro) ajuste le signal de tous les étalons.

Si vous rencontrez une erreur due à un problème d'étalonnage, notez le numéro d'erreur et reportez-vous à la section Résolution des anomalies (voir page 143) pour une description du problème.

Mesure manuelle des étalons

Pour mesurer les mélanges étalon manuellement :

- 1** Définissez les étalons à utiliser pour la calibration.
- 2** Sélectionnez le Cal Blank (Blanc d'étalonnage) en mettant en surbrillance le champ 'Conc0', aspirez le blanc et appuyez sur la touche **Read** (Mesure).
- 3** Sélectionnez 'Conc1', aspirez le premier étalon et appuyez sur la touche **Read** (Mesure).
- 4** Répétez l'étape 3 pour les étalons restants.

Mesure des étalons à l'aide du SIPS 10

L'étalonnage automatique à partir d'un seul étalon peut être effectué à l'aide du SIPS 10.

Pour étalonner une méthode à l'aide du SIPS 10 :

- 1 Configurez le SIPS 10 comme décrit dans le manuel du SIPS.
- 2 Développez ou modifiez une méthode.
- 3 Activez le SIPS sur la page Options.
- 4 Dans le sous-menu SIPS, configurez les paramètres requis.
- 5 Appuyez sur le bouton **Calibrate** (Étalonner) pour afficher la page 'Calibration Parameters' (Paramètres d'étalonnage).
- 6 Entrez la concentration de l'étalon mère dans le champ Conc5. (Lorsque le SIPS est activé, le curseur est limité au champ d'entrée Conc5.) Les quatre premiers étalons sont calculés automatiquement, l'étalon de repentage étant défini sur Conc3.
- 7 Assurez-vous que le tube de diluant est relié au vase de Mariotte.
- 8 Assurez-vous que le tube de pompe est placé dans l'étalon mère et appuyez sur **Read** (Mesure). Les étalons 0–5 sont mesurés dans l'ordre. Le SIPS s'arrête lorsque l'étalonnage est terminé.

Affichage du graphique d'étalonnage

Pour afficher le graphique d'étalonnage, il faut que vous soyez sur la page 'Calibration Parameters' (Paramètres d'étalonnage), qu'au moins un étalon ait été défini et mesuré et que l'étalonnage soit valide (c.-à-d. que l'ajustement soit correct).

Vous pouvez afficher le graphique d'étalonnage en appuyant en même temps sur les touches **Alt** et **Calibrate** (Étalonner). Utilisez les touches fléchées pour déplacer le curseur réticule dans le graphique. Les nombres affichés indiquent le signal et la concentration actuels à l'emplacement du curseur réticule.

Correction de la pente d'étalonnage (repentage)

Les repentages sont un moyen rapide d'ajuster la pente de l'étalonnage actuel.

L'étalon sélectionné (indiqué par un astérisque sur la page Calibration Parameters (Paramètres d'étalonnage)) est remesuré. La concentration de l'étalon de

repentage est calculée (C_r) et comparée avec la précédente concentration connue de cet étalon (C_s).

Tous les résultats d'échantillons suivants sont multipliés par le facteur de correction de repentage C_s/C_r .

Pour effectuer un repentage :

- 1 Sur la page Calibration Parameters (Paramètres d'étalonnage), placez le curseur sur l'étalon que vous souhaitez utiliser comme étalon de repentage.
- 2 Appuyez sur la touche **Reslope** (Repentage) pour marquer la concentration à utiliser pour l'étalon de repentage.

REMARQUE Si vous utilisez le SIPS, l'étalon de repentage est Conc3 par défaut.

- 3 Aspirez l'étalon sélectionné (si vous utilisez le SIPS, l'étalon est préparé automatiquement).
- 4 Sur la page Results (Résultats), appuyez sur la touche **Reslope** (Repentage).

Le système va ensuite :

- mesurer l'étalon sélectionné dans la méthode,
- marquer cette mesure en tant qu'étalon de repentage et
- mettre à jour l'étalonnage existant.

REMARQUE Cal Zero (Étalonnage zéro) n'est pas remesuré quand on effectue un repentage.

Mesure des échantillons

Les mesures d'échantillons sont indiquées sur la page Results (Résultats). Vous pouvez mesurer les échantillons manuellement ou utiliser le SIPS pour faciliter la dilution en ligne des échantillons hors gamme.

Mesure manuelle des échantillons

Pour mesurer les échantillons manuellement :

- 1 Configurez les paramètres de mesure comme décrit page 76.
- 2 Appuyez sur la touche **Results** (Résultats).

Utilisation

- 3 Aspirez l'échantillon approprié (l'échantillon en surbrillance sur la page 'Results' (Résultats)) et appuyez sur la touche **Read** (Mesure).
- 4 Répétez l'étape précédente pour les échantillons restants.

Mesurez les échantillons avec le SIPS.

Vous pouvez utiliser le SIPS 10 pour effectuer une dilution automatique des échantillons hors gamme.

Si l'échantillon testé est hors gamme, le SIPS le dilue automatiquement et les mesures continuent. Le facteur de dilution utilisé est indiqué sur la page Results (Résultats) et la concentration finale corrigée en fonction de la dilution est rapportée.

Pour mesurer des échantillons à l'aide du SIPS 10 :

- 1 Configurez le SIPS 10 comme décrit dans le manuel du SIPS.
Sélectionnez le SIPS sur la Page Options et configurez les paramètres nécessaires – voir page 65.
- 2 Configurez les Instrument Parameters (Paramètres de l'instrument) restants comme décrit page 63.
- 3 Appuyez sur la touche **Results** (Résultats).
- 4 Assurez-vous que le tube de diluant est relié au vase de Mariotte.
- 5 Placez le tube de pompe dans l'échantillon approprié et appuyez sur la touche **Read** (Mesure).

Résultats

Les résultats de la solution sont indiqués sur la Page Results (Résultats) – voir page 69.

Impression des résultats

Vous pouvez imprimer les résultats de la solution sur une imprimante externe, en utilisant un câble RS-232 à 9 broches pour connecter l'instrument à votre PC ou imprimante.



Figure 40. Prise RS-232 à 9 broches située à l'arrière de l'instrument

Si l'imprimante n'est pas une imprimante série, utilisez un convertisseur série-parallèle.

Pour imprimer les résultats :

- 1 Accédez à la page **Options > Printer (Imprimante) > Text (Texte)**.
- 2 Configurez les paramètres 'Baud rate' (Débit en bauds) et 'Lines per page' (Lignes par page).
- 3 Assurez-vous que l'instrument est connecté à l'imprimante.
- 4 Appuyez sur la touche **Read** (Mesure) pour mesurer la solution actuelle.
À mesure que chaque solution est mesurée, le résultat est envoyé à l'imprimante.

Sortie vers le LIMS

Les résultats peuvent être envoyés vers un LIMS à l'aide de la sortie RS-232 située à l'arrière de l'instrument.

Pour la sortie vers un LIMS :

- 1 Connectez un câble RS-232 de l'arrière de l'instrument à l'entrée RS-232 du LIMS, par exemple le connecteur COM1 à l'arrière d'un PC.
- 2 Réglez le débit en bauds de la connexion sur celui du système de contrôle.
Cela s'effectue dans le sous-menu Serial Port (Port série) du menu Options.

Chaque fois que vous appuyez sur la touche Read (Lecture), des données sont transmises avec la disposition suivante :

Calibration Standard ID (Numéro d'identification de l'étalon), Concentration, Background Absorbance (Absorbance du bruit de fond), Mean Absorbance (Absorbance moyenne), Replicates Absorbances (Absorbances des réplicats).

Utilisation

Batch Number (Numéro de lot), Sample Number (Numéro d'échantillon), Concentration, Background Absorbance (Absorbance du bruit de fond), Mean Absorbance (Absorbance moyenne), Replicates Absorbances (Absorbances des réplicats).

Arrêt du système

Avant d'arrêter le système à la fin de la journée de travail, aspirez du solvant pur pendant 10 minutes.

Pour arrêter le système :

- 1** Arrêtez tous les accessoires conformément aux instructions dans leur manuel.
- 2** Éteignez l'instrument.
- 3** Coupez toutes les alimentations en gaz au niveau des régulateurs et des bouteilles de gaz.
- 4** Videz le récipient à déchets.
- 5** Éteignez le ventilateur d'extraction.
- 6** Déposez et nettoyez tout matériel conformément aux instructions du chapitre Maintenance – voir page 99.

6 Maintenance

Calendrier de maintenance – généralités	97
Calendrier de maintenance – nébuliseur et chambre de nébulisation	98
Nettoyage	99
Nébuliseur	100
Chambre de nébulisation	115
Assemblez la chambre de nébulisation et le bloc nébuliseur :	118
Installation de l'ensemble chambre de nébulisation-nébuliseur	121
Brûleurs	123
Alimentations en gaz	130
Lampes	130
Fusibles	134

Ce chapitre décrit comment procéder à la maintenance du système AA Agilent 55B.

Vous devriez noter toutes les opérations de maintenance effectuées dans le journal de l'instrument.

ATTENTION Avant de déposer tout matériel, vous devez arrêter l'instrument.

Calendrier de maintenance – généralités

Une fois par jour

- Vérifiez que le système d'extraction présente une extraction positive.
- Vérifiez les alimentations en gaz.
- Inspectez tous les tubes et raccords pour tout signe d'endommagement, de fuites et d'usure.
- Nettoyez l'instrument.

Maintenance

- Nettoyez le brûleur.
- Videz le récipient d'évacuation/déchets.
- Chambre de nébulisation et piège à liquide – détails ci-dessous.

Une fois par semaine

- Vérifiez que les joints toriques ne sont pas détériorés.
- Nettoyez les vitres de la lampe et du compartiment de l'échantillon.
- Vérifiez le filtre à air, la chambre de nébulisation et le piège à liquide.

Une fois par an

- Programmez la visite de maintenance préventive d'un technicien certifié Agilent.

Calendrier de maintenance – nébuliseur et chambre de nébulisation

Une fois par jour

- Nettoyez soigneusement l'ensemble nébuliseur-chambre de nébulisation à la fin de chaque journée de travail en aspirant au moins 50 mL du solvant approprié dans le système.
- Testez l'étanchéité de tous les raccords à l'aide d'une brosse et d'une solution savonneuse ou d'une solution commerciale de détection des fuites. N'utilisez jamais de flamme nue lors des tests d'étanchéité. Réparez toutes les fuites avant d'allumer la flamme.
- Testez l'étanchéité du nébuliseur. Si vous détectez une fuite, remplacez les joints toriques internes.

Une fois par mois

- Retirez et contrôlez le nébuliseur, réinstallez-le (comme décrit dans la section suivante) et mesurez le débit de transfert pour vérifier les performances du nébuliseur – voir page 90.

Nettoyage

Généralités

Nettoyez les surfaces de l'instrument :

- 1 Lorsque vous avez terminé, éteignez l'instrument et laissez-le refroidir.
- 2 Retirez tout matériel présent dans le compartiment de l'échantillon (reportez-vous aux instructions appropriées si nécessaire).
- 3 À l'aide d'un chiffon imbibé d'eau, nettoyez le compartiment de l'échantillon, le capot de l'instrument, le volet de protection de la flamme et la cheminée.

ATTENTION N'UTILISEZ PAS de nettoyant abrasif.

Si nécessaire, utilisez un détergent doux pour nettoyer le capot.

Vitres

Nettoyez les vitres :

- 1 Nettoyez la vitre du compartiment de l'échantillon et les vitres du compartiment des lampes à l'aide d'un faible jet de gaz inerte ou d'air filtré, ou à l'aide d'un pinceau équivalent à ceux utilisés pour nettoyer les objectifs d'appareil photo.
- 2 Si les vitres sont sales, essuyez-les à l'aide de tissu optique maintenu par des pinces en plastique et trempé dans une solution à 50% d'éthanol dans de l'eau.

Filtres

Si vous utilisez un compresseur d'air pour l'alimentation en air, vérifiez les filtres de la conduite d'alimentation et nettoyez-les si nécessaire.

Nébuliseur

Cette section décrit comment retirer, démonter, nettoyer et remonter votre nébuliseur.

Dépose du bloc nébuliseur

Pour retirer le nébuliseur :

- 1 Éteignez la flamme.
- 2 Laissez le brûleur refroidir.
- 3 Retirez le brûleur.
- 4 Retirez la longueur de capillaire du nébuliseur.
- 5 Versez environ 500 mL d'eau par le haut de la chambre de nébulisation pour éliminer les déchets toxiques ou corrosifs du tube d'évacuation de la chambre de nébulisation et du piège à liquide.

AVERTISSEMENT

Liquide corrosif ; risque toxique.



Tout contact avec des substances corrosives ou toxiques peut entraîner la mort, une blessure grave ou des brûlures.



Veillez à toujours porter un équipement de sécurité approprié et à jeter les déchets liquides conformément aux lois et réglementations locales en vigueur.

-
- 6 Détachez le tube de la sortie d'évacuation du piège à liquide. Le cas échéant, détachez le tube de la sortie vapeur du piège à liquide.
 - 7 Dévissez les deux vis de fixation moletées sur le côté du bloc nébuliseur.
 - 8 Tirez latéralement l'ensemble nébuliseur-chambre de nébulisation jusqu'à ce qu'il soit dégagé du support et retirez-le du compartiment de l'échantillon.
 - 9 Retirez le piège à liquide :
 - Tenez fermement l'ensemble nébuliseur-chambre de nébulisation d'une main.
 - Tournez le piège à liquide dans le sens antihoraire pour déverrouiller le support à baïonnette.

- 10 En tenant l'ensemble nébuliseur-chambre de nébulisation à l'envers, dévissez le tube d'évacuation en plastique de la base du bloc nébuliseur.
- 11 Séparez le bloc nébuliseur de la chambre de nébulisation.
 - Tenez fermement le bloc nébuliseur d'une main et tournez la chambre de nébulisation dans le sens antihoraire pour déverrouiller le support à baïonnette.
- 12 Démontez le nébuliseur comme décrit dans la section suivante.

Démontez le nébuliseur

Le nébuliseur est constitué de plusieurs composants.

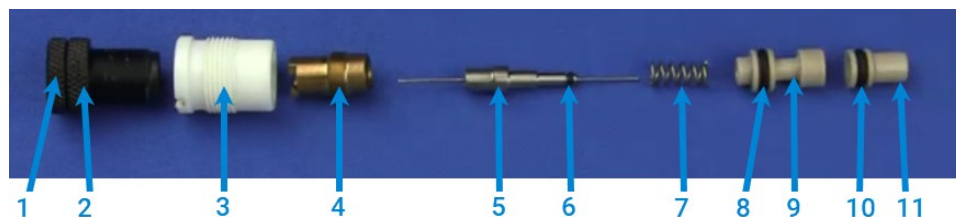


Figure 41. Composants du nébuliseur :

- | | |
|--|---|
| 1. Molette | 7. Ressort |
| 2. Anneau de verrouillage | 8. Joint torique, 3/16" de d.i. x 5/16" de d.e. x 1/16" |
| 3. Vis d'amortissement en Ertalyte (insert en plastique blanc) | 9. Guide pour capillaire |
| 4. Collier de serrage | 10. Joint torique, 3/16" de d.i. x 5/16" de d.e. x 1/16 |
| 5. Ensemble capillaire | 11. Venturi |
| 6. Joint torique, 1/32" de d.i. x 3/32" de d.e. x 1/32" | |

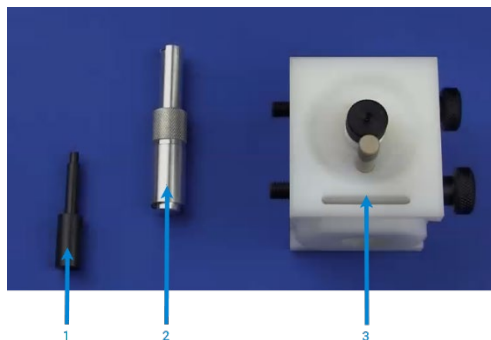


Figure 42. Bloc nébuliseur et outils spécifiques

Maintenance

1. Outil d'extraction de venturi
2. Outil pour nébuliseur
3. Bloc nébuliseur – face avant

Pour démonter le nébuliseur :

- 1 Tenez le nébuliseur en plaçant la face avant vers le haut.
- 2 Dévissez la molette dans le sens antihoraire et retirez la molette et l'anneau de verrouillage.

Utilisez la grosse extrémité de l'outil pour nébuliseur afin de dévisser l'insert en plastique blanc du corps du nébuliseur.

REMARQUE

Si l'insert en plastique blanc est effiloché, retirez l'ancien insert comme décrit ci-dessus et installez un nouvel insert en plastique blanc.

- 3 Utilisez l'extrémité fine de l'outil pour nébuliseur afin de dévisser le collier de serrage de l'insert en plastique blanc.
- 4 Retirez l'ensemble capillaire et le ressort.
- 5 Retournez le bloc nébuliseur pour accéder à la face arrière.
C'est là que vous pouvez accéder au venturi.

REMARQUE

Avant de retirer le venturi, vous devez retirer la bille d'impact ou l'éloigner du venturi. Pour ce faire, desserrez la vis de serrage maintenant la bille d'impact dans le bloc d'ajustement et déplacez la bille d'impact sur le côté (voir page 108).

- 6 Insérez l'extrémité fine de l'outil d'extraction du venturi dans le venturi.



Figure 43. Insertion de l'outil d'extraction du venturi dans le venturi

- 7 Appuyez sur l'outil d'extraction pour retirer le venturi et le guide pour capillaire.
- 8 Inspectez soigneusement tous les composants pour tout signe d'usure ou de corrosion. Remplacez les éléments défectueux. Les instructions de nettoyage d'un nébuliseur bouché sont indiquées ci-dessous.

Nettoyage d'un nébuliseur bouché

Vérifiez l'absence de corrosion sur le corps du nébuliseur, le capillaire et le venturi. Les problèmes de nébuliseur peuvent être atténués en aspirant 50 à 500 mL d'eau distillée à la fin de chaque journée de travail.

- 1 Éteignez la flamme et l'instrument.
- 2 Retirez le capillaire en plastique du nébuliseur.
- 3 Retirez et démontez le nébuliseur pour en vérifier les composants.
- 4 Placez les composants du nébuliseur dans un bain à ultra-sons contenant une solution de détergent liquide à 0,5 % pendant 5 à 10 minutes.
- 5 Si le bain à ultra-sons ne suffit pas à éliminer le bouchage, faites passer soigneusement un fil de nettoyage sans bavures pour nébuliseur (fourni avec le nébuliseur) à travers le capillaire, puis répétez la procédure de nettoyage aux ultra-sons.
- 6 Rincez les composants du nébuliseur à l'eau distillée, puis laissez-les sécher.
- 7 Vérifiez l'absence de bouchage à la jonction entre le capillaire en plastique et l'ensemble capillaire. En cas de bouchage flagrant, coupez la partie bouchée du capillaire en plastique ou installez-en un autre. Assurez-vous que le capillaire en plastique est bien fixé sur le capillaire du nébuliseur.

Ne coupez que la quantité de capillaire en plastique nécessaire pour éliminer le bouchage.

REMARQUE

Après avoir coupé la partie bouchée, vous devrez peut-être 'évaser' l'extrémité du capillaire avant de le monter sur le nébuliseur. Vous pouvez le faire avec une aiguille chauffée.

Remontez le nébuliseur.

AVERTISSEMENT

Risque d'incendie, risque d'explosion.



Le montage ou le raccordement incorrect du nébuliseur est susceptible de causer des risques d'explosion et des risques d'incendie pouvant entraîner une blessure grave et endommager l'équipement et les installations.

REMARQUE

Lorsque vous installez un nouvel ensemble capillaire, vous devriez aussi installer un nouveau guide pour capillaire et un nouveau ressort.

Lorsque vous installez un nouveau venturi, remplacez tous les joints toriques. Remplacez toujours tous les joints toriques en même temps. Si vous utilisez des solutions organiques, assurez-vous d'installer le kit de joints toriques spécifiques aux solutions organiques.

Pour remonter les composants du nébuliseur :

- 1 Tenez le bloc nébuliseur avec la face avant vers le haut.
- 2 Placez le venturi dans le corps du nébuliseur, en commençant par l'extrémité fine.

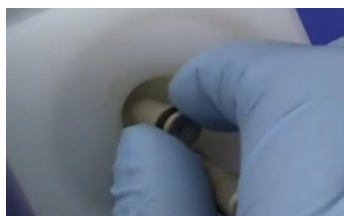


Figure 44. Insérez le venturi dans le bloc nébuliseur

- 3 Placez le guide pour capillaire dans le corps du nébuliseur, en commençant par l'extrémité à joint torique.

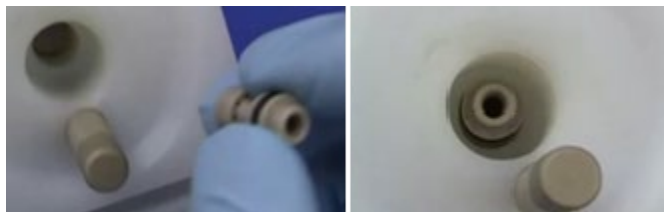


Figure 45. Insertion du guide pour capillaire dans le bloc nébuliseur

- 4 Placez la grosse extrémité de l'outil d'extraction du venturi au-dessus du guide pour capillaire.
- 5 Appuyez sur le guide pour capillaire et le venturi.
Le venturi doit dépasser de l'extrémité opposée du bloc nébuliseur.



Figure 46. Dépassement du venturi de la face arrière du bloc nébuliseur

- 6 Insérez l'extrémité à joint torique de l'ensemble capillaire dans le ressort.

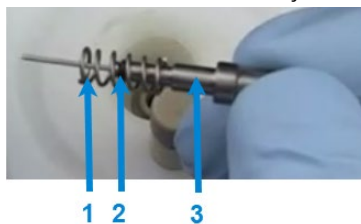


Figure 47. Insertion du ressort au-dessus de l'ensemble capillaire

1. Ressort
2. Joint torique
3. Ensemble capillaire

Maintenance

- 7 Insérez l'ensemble capillaire et le ressort dans le guide pour capillaire.



Figure 48. Insertion de l'ensemble capillaire et du ressort dans le guide pour capillaire.

- 8 Vissez l'insert en plastique blanc dans le bloc nébuliseur à l'aide de la grosse extrémité de l'outil pour nébuliseur.

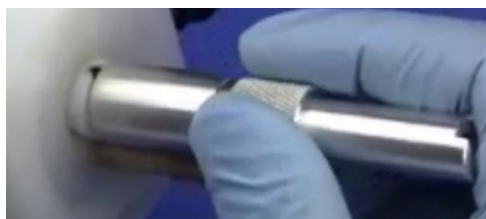


Figure 49. Vissage de l'insert en plastique blanc dans le bloc nébuliseur

REMARQUE

Ne forcez pas sur l'insert en plastique blanc. Il peut s'avérer nécessaire de visser d'abord dans le sens antihoraire pour trouver le début de pas de vis.

- 9 Placez le collier de serrage, en commençant par l'extrémité filetée, dans le corps du nébuliseur.



Figure 50. Insertion du collier de serrage dans le bloc nébuliseur.

- 10 Vissez le collier de serrage dans l'insert en plastique blanc à l'aide de l'extrémité fine de l'outil pour nébuliseur. Ne serrez pas trop.
- 11 Vérifiez que le ressort est opérationnel en poussant l'ensemble capillaire avec un tournevis. L'ensemble doit pouvoir entrer et sortir librement.



Figure 51. Vérification du caractère fonctionnel du ressort

12 Enfilez la molette et l'anneau de verrouillage sur le capillaire.

13 Vissez la molette sur le corps du nébuliseur.

Les instructions de réglage du nébuliseur sont détaillées dans la section 'Configuration du nébuliseur' page 86.

La bille d'impact

REMARQUE

Les billes d'impact en verre sont les plus courantes et conviennent à la plupart des solvants. Une bille d'impact en PTFE est disponible pour l'utilisation avec de l'acide fluorhydrique. Les instructions sont valides pour les deux types de billes d'impact.

L'extrémité sphérique de la bille d'impact se positionne au-dessus de la gorge du venturi du nébuliseur. La bille d'impact permet de séparer les grosses gouttelettes de l'aérosol de l'échantillon. Sa position et son ajustement ont un effet important sur les performances de l'instrument en matière de bruit et de sensibilité.

Cette section décrit comment retirer et remplacer la bille d'impact.

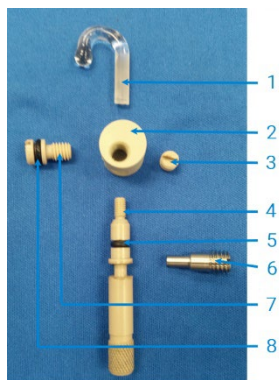


Figure 52. Composants de la bille d'impact

- | | |
|--|------------------------------------|
| 1 : La bille d'impact | 5 : Joint torique |
| 2 : bloc d'ajustement de la bille d'impact | 6 : vis d'immobilisation |
| 3 : vis de fixation de la bille d'impact | 7 : vis de serrage |
| 4 : Vis d'ajustement de la bille d'impact | 8 : joint torique de 3/16" de d.i. |

Vérifiez l'absence d'usure ou d'endommagement sur la bille d'impact. Si la bille est cassée ou endommagée, installez-en une autre.

Dépose de la bille d'impact

- 1 Retirez le bloc nébuliseur du compartiment de l'échantillon.
- 2 Isolez le bloc nébuliseur en retirant le bloc nébuliseur, le piège à liquide, le tube d'évacuation et la chambre de nébulisation – voir page 100.
- 3 Desserrez d'environ deux tours la vis de fixation de la bille d'impact.

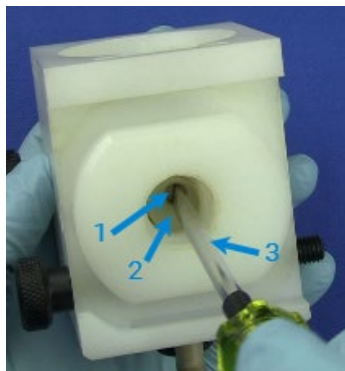


Figure 53. Desserrage de la vis de fixation de la bille d'impact – base du bloc nébuliseur

- 1. vis de fixation de la bille d'impact
- 2. bloc d'ajustement de la bille d'impact
- 3. Tournevis plat

- 4 Faites un léger mouvement de torsion pour retirer la bille d'impact du bloc nébuliseur.

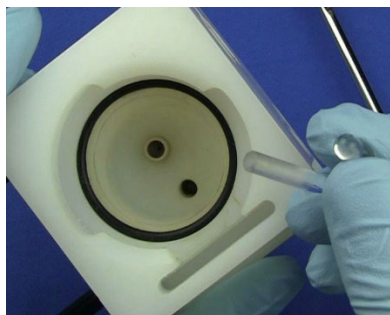


Figure 54. Bille d'impact en verre retirée de l'arrière du bloc nébuliseur

REMARQUE

N'exécutez le reste de cette procédure que si la bille est cassée et coincée dans le bloc d'ajustement.

- 5 Desserrez la vis d'immobilisation de 3–4 tours.
La vis d'immobilisation retient la vis d'ajustement de la bille d'impact dans le bloc nébuliseur.

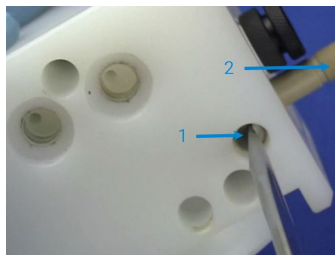


Figure 55. Desserrage de la vis d'immobilisation – côté admission de gaz du bloc nébuliseur

1. vis d'immobilisation

2. Vis d'ajustement de la bille d'impact

- 6 Dévissez la vis d'ajustement de la bille d'impact et retirez-la du bloc nébuliseur. Il peut être nécessaire de forcer pour la tirer au-delà du joint torique.

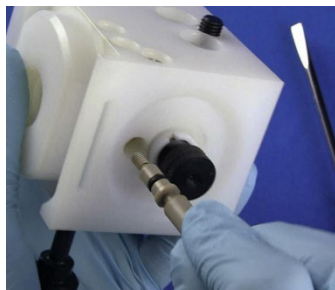


Figure 56. Dépose de la vis d'ajustement de la bille d'impact – face avant du nébuliseur

- 7 Desserrez la vis de serrage pour retirer la bille d'impact du bloc d'ajustement de la bille d'impact.



Figure 57. Desserrage de la vis de serrage – côté du nébuliseur.

- 8 Retirez le bloc d'ajustement de la bille d'impact du bloc nébuliseur. Il devrait tomber une fois que la vis de serrage est suffisamment desserrée.

AVERTISSEMENT**Risque pour les yeux**

Cette procédure peut déloger de petits morceaux de verre. Portez toujours des lunettes de protection lorsque vous suivez cette procédure afin de vous protéger les yeux des éclats de verre.

- 9 Poussez avec précaution la partie cassée de la bille d'impact pour la faire sortir du bloc d'ajustement de la bille d'impact.

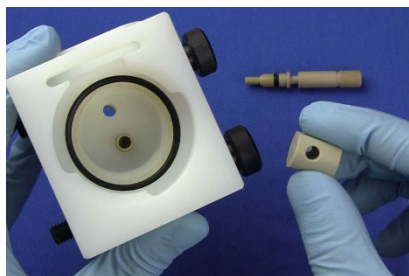


Figure 58. Bloc d'ajustement de la bille d'impact retiré du bloc nébuliseur

Remise en place de la bille d'impact

- 1 Insérez le bloc d'ajustement de la bille d'impact dans la base du bloc nébuliseur.

Assurez-vous que le trou du bloc d'ajustement de la bille d'impact est aligné avec l'ouverture dans le bloc nébuliseur. Cela permet d'installer la vis d'ajustement de la bille d'impact.

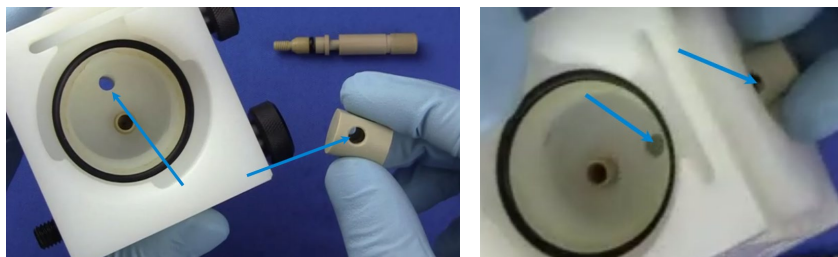


Figure 59. Alignement des trous pour permettre l'installation de la vis d'ajustement de la bille d'impact

- 2 Remettez la vis d'ajustement de la bille d'impact en poussant doucement au-delà du joint torique.

Maintenance



Figure 60. Insertion de la vis d'ajustement de la bille d'impact

- 3 Tournez la vis d'ajustement de la bille d'impact jusqu'à ce qu'elle s'engage dans le bloc d'ajustement de la bille d'impact.
- 4 Serrez la vis d'immobilisation dans le sens horaire autant que possible. Ne serrez pas trop.



Figure 61. Serrage de la vis d'immobilisation – côté admission de gaz du nébuliseur

- 5 Desserrez la vis d'immobilisation d'un tour.
Cela permet à la vis d'ajustement de la bille d'impact de bouger librement.
- 6 Serrez la vis de serrage dans le sens horaire jusqu'à ce qu'elle soit en léger contact avec le bloc d'ajustement de la bille d'impact. Ne serrez pas trop.



Figure 62. Serrage de la vis de serrage – côté du nébuliseur

- 7 Desserrez la vis de serrage d'un huitième de tour.
Cela limite les mouvements horizontaux du bloc d'ajustement de la bille d'impact.



Figure 63. Vis de serrage en contact avec le bloc d'ajustement de la bille d'impact

Assurez-vous du libre mouvement du bloc d'ajustement de la bille d'impact, qui doit pouvoir se déplacer sans forcer sur la vis d'ajustement de la bille d'impact.



Figure 64. Gamme de mouvement du bloc d'ajustement de la bille d'impact

- 8** Tournez complètement la vis d'ajustement de la bille d'impact dans le sens horaire. (Image de droite dans la Figure 64 ci-dessus.)

À partir de cette position, le bloc d'ajustement de la bille d'impact ne peut être ajusté qu'à l'écart du venturi.

Avant d'installer une nouvelle bille d'impact ou de remplacer le nébuliseur :

- Inspectez toujours la bille d'impact pour toute marque, fissure ou cassure.
Les fissures, les marques et l'accumulation de dépôts solides sur la surface de la bille d'impact peuvent nuire à son efficacité. La baisse d'efficacité de la bille d'impact peut entraîner la diminution des valeurs d'absorbance et l'augmentation du bruit du signal.
 - Assurez-vous que la vis d'ajustement de la bille d'impact fonctionne correctement.
- 9** Si nécessaire, retirez l'ancienne bille d'impact comme décrit dans la section précédente.

REMARQUE

Le bloc d'ajustement de la bille d'impact doit être placé aussi loin que possible du bord le plus proche de la vis d'ajustement de la bille d'impact. Reportez-vous à l'image de droite dans la Figure 64 ci-dessus.

Cela permet d'éviter de briser la bille d'impact après installation.

- 10 Insérez avec précaution la queue de la bille d'impact dans le bloc d'ajustement de la bille d'impact à travers le trou du bloc nébuliseur.

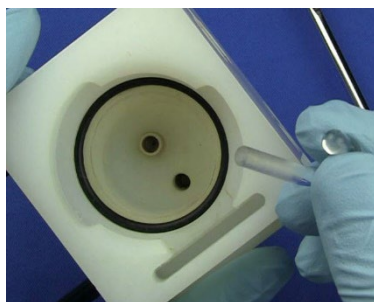


Figure 65. Insertion du socle de la bille d'impact dans le bloc nébuliseur

- 11 Poussez la bille d'impact aussi loin que possible de manière à ce qu'elle soit à l'intérieur du venturi.
- 12 Centrez la bille d'impact dans le venturi de façon à ce qu'il y ait un petit espace homogène d'environ 0,5 mm entre la bille d'impact et la paroi interne du venturi.



Figure 66. Espace homogène d'environ 0,5 mm entre la bille d'impact et la paroi interne du venturi

- 13 Serrez avec précaution la vis de fixation de la bille d'impact.
Vérifiez que la bille d'impact ne tourne pas en cas d'application d'une légère pression.
- 14 Tournez la vis d'ajustement de la bille d'impact dans le sens antihoraire jusqu'à ce que le bloc soit à mi-chemin de l'orifice du bloc nébuliseur.



Figure 67. Bloc d'ajustement de la bille d'impact centré

- 15** Réassemblez le nébuliseur et les composants de la chambre de nébulisation, et installez l'ensemble dans le compartiment de l'échantillon – voir chapitre 3 page 45.

L'emplacement de la bille d'impact est proche de la position de sensibilité maximale pour les éléments facilement atomisés.

Pour le confirmer, aspirez un étalon de cuivre à 5 ppm et mesurez l'évolution de l'absorbance. Tournez progressivement la vis d'ajustement de la bille d'impact d'abord dans le sens horaire, puis dans le sens antihoraire, jusqu'à l'obtention du signal maximal.

Améliorez le rapport signal sur bruit en diminuant le réglage de la sensibilité. Pour ce faire, tournez la vis d'ajustement de la bille d'impact dans le sens horaire jusqu'à ce que le signal soit à environ 40 % du signal maximal.

Chambre de nébulisation

La chambre de nébulisation doit être nettoyée comme décrit dans le Tableau 8.

Tableau 8. Calendrier de nettoyage de la chambre de nébulisation

Matériel testé	Fréquence	Méthode de nettoyage
Organique ou dangereux	Après chaque analyse	Démontez et nettoyez.
Solutions inorganiques, non dangereuses ou aqueuses	À la fin de chaque journée	Aspirez une solution de détergent à 0,1 % pendant 10 minutes
Solutions inorganiques, non dangereuses ou aqueuses	Toutes les 1–4 semaines en fonction de l'utilisation	Démontez et nettoyez

À la fin de chaque journée de travail en aspirant au moins 50 mL du solvant approprié à travers le système.

Démontez la chambre de nébulisation

REMARQUE Utilisez une graisse à vide poussé pour légèrement lubrifier les joints toriques, en essuyant immédiatement le surplus avec un chiffon propre.

N'utilisez pas de graisse à base d'hydrocarbures ou de silicone.

Les kits de remplacement de joints toriques sont disponibles auprès d'Agilent (reportez-vous aux informations pour commander dans le chapitre Pièces de rechange).

Pour démonter la chambre de nébulisation :

- 1 Retirez l'ensemble bloc nébuliseur-chambre de nébulisation du compartiment de l'échantillon.
- 2 Séparez la chambre de nébulisation du bloc nébuliseur – voir page 100.
- 3 Tournez et tirez le bouchon de surpression de l'arrière de la chambre de nébulisation. Inspectez le joint torique et remplacez-le s'il est fissuré ou déformé.
- 4 Insérez un objet inerte et non pointu à travers la face avant de la chambre de nébulisation.
- 5 Poussez sur la bosse des palettes de mélange pour les retirer.

Pour nettoyer la chambre de nébulisation :

- 1 Retirez l'ensemble nébuliseur-chambre de nébulisation du compartiment de l'échantillon. Démontez la chambre de nébulisation et le piège à liquide.
- 2 Rincez les composants de la chambre de nébulisation avec un solvant approprié, puis lavez-les soigneusement à l'aide d'un détergent de laboratoire et d'eau chaude.
- 3 Utilisez un écouvillon à bouteille pour nettoyer l'intérieur de la chambre de nébulisation.
- 4 Si nécessaire, nettoyez les palettes de mélange dans un bain à ultra-sons.
- 5 Rincez soigneusement toutes les pièces à l'eau distillée et séchez soigneusement.
- 6 Inspectez tous les joints toriques et remplacez ceux qui sont fissurés ou déformés. Les joints toriques sont plus faciles à remplacer s'ils sont humectés d'eau distillée.
- 7 Remontez la chambre de nébulisation en suivant les instructions ci-dessous.

Pour monter la chambre de nébulisation

REMARQUE Tout contact ou contamination d'une partie des hélices de mélange entraînerait une dégradation des performances de la chambre de nébulisation. Pour les instructions de nettoyage, voir la section 'Pour nettoyer la chambre de nébulisation' – page 116.

- 1 Positionnez la face avant (la face avec la bosse) des hélices de mélange dans l'ouverture à l'arrière (la face du bouchon de surpression) de la chambre de nébulisation, en prenant soin de ne pas les contaminer.
- 2 Alignez les hélices de mélange de sorte que les bords d'une paire de pales soient verticaux après l'installation.

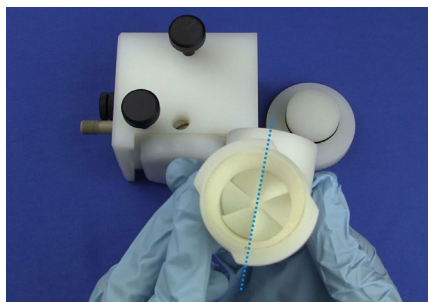


Figure 68. Hélices de mélange avec l'ouverture en bas de la chambre de nébulisation

REMARQUE Le liquide peut se condenser sur les surfaces horizontales et entraîner des « pics » aléatoires de %RSD. L'alignement des pales à la verticale assure que les autres pales ne sont aussi pas horizontales, diminuant le bruit.

- 3 Glissez les hélices dans la chambre de nébulisation jusqu'à ce que la palette arrière soit sur le point d'entrer dans la chambre de nébulisation.
- 4 Vérifiez que les hélices sont toujours positionnées avec les bords des pales à la verticale, puis poussez délicatement la palette arrière dans la chambre de nébulisation à l'aide d'un objet inerte, propre et non pointu (par exemple, un barreau d'agitation en plastique) jusqu'à ce que la palette avant soit contre l'épaulement à l'avant de la chambre de nébulisation.
- 5 Humectez le joint torique du bouchon de surpression avec de l'eau distillée.

Maintenance

- 6 Insérez le bouchon de surpression à l'arrière de la chambre de nébulisation.
En effectuant un léger mouvement de torsion, poussez fermement sur le bouchon de surpression pour l'enfoncer aussi loin que possible dans la chambre de nébulisation.

Assemblez la chambre de nébulisation et le bloc nébuliseur :

Assurez-vous que les pièces de la chambre de nébulisation et du bloc nébuliseur sont bien installées et alignées. Les exigences à respecter sont décrites dans les deux sections précédentes.

- 1 Placez le joint torique dans le renfonceur sur la face avant du bloc nébuliseur, comme illustré ci-dessous.

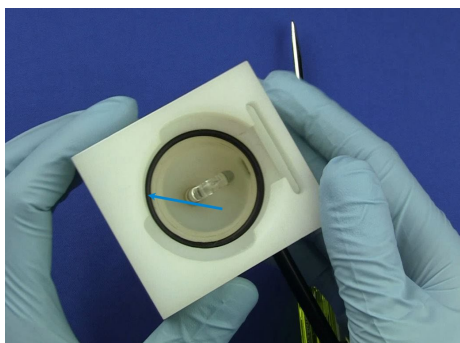


Figure 69. Joint torique dans le renfonceur du bloc nébuliseur

- 2 En tenant le bloc nébuliseur d'une main, insérez l'extrémité antérieure (le support à baïonnette) de la chambre de nébulisation dans l'arrière du bloc nébuliseur. Tournez la chambre de nébulisation de $\frac{1}{4}$ de tour dans le sens horaire pour verrouiller le support à baïonnette.

Fixez le tube d'évacuation/flotteur/piège à liquide au bloc nébuliseur.

Cette instruction concerne les produits qui ont pour numéro de série 0110xxxx ou un numéro supérieur.

- 1 Tenez l'ensemble bloc nébuliseur-chambre de nébulisation à l'envers de façon à ce que le flotteur s'éloigne de la main et vissez le nouveau tube d'évacuation dans le bloc nébuliseur – voir la Figure 72 page 120.

AVERTISSEMENT**Risque d'explosion.**

La non-installation du tube d'évacuation entraînerait une explosion violente et très bruyante dans le piège à liquide et le récipient à déchets lors de l'allumage de la flamme. Cette explosion peut être suffisamment forte pour entraîner la mort, une blessure ou l'endommagement de l'instrument ou du laboratoire.



Figure 70. Vissage du tube d'évacuation dans le bloc nébuliseur

- 2 Abaissez le tube d'évacuation dans le piège, en vous assurant que le flotteur tombe dans l'espace entre les deux rebords qui sont en face des deux embouts d'évacuation – voir Figure 71 ci-dessous.

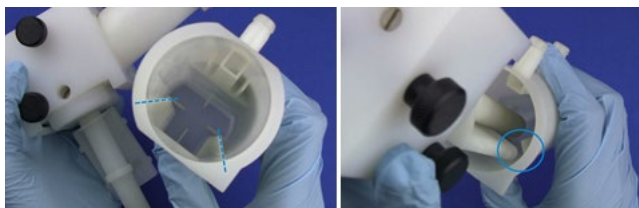


Figure 71. Abaissement du tube d'évacuation et du flotteur dans le piège

Maintenance

- 3 Poussez le piège à l'intérieur et tournez-le de 1/4 de tour dans le sens horaire pour le verrouiller en position – voir la Figure 74 ci-dessous.



Figure 72. Verrouillage du piège en position

AVERTISSEMENT



Risque d'explosion

Le non-remplissage du tube d'évacuation entraînerait une explosion violente et très bruyante dans le piège à liquide et le récipient à déchets lors de l'allumage de la flamme. Cette explosion peut être suffisamment forte pour entraîner la mort, une blessure ou l'endommagement de l'instrument ou du laboratoire.

N'ESSAYEZ JAMAIS d'allumer la flamme sauf si le piège à liquide est rempli de solvant pour que le flotteur commence à se déplacer.



Figure 73. Ensemble nébuliseur-chambre de nébulisation complet

L'ensemble chambre de nébulisation-nébuliseur (reportez-vous à la Figure 73 ci-dessus) est prêt pour l'installation dans le compartiment de l'échantillon de l'instrument.

Installation de l'ensemble chambre de nébulisation-nébuliseur

ATTENTION Vérifiez toujours l'ensemble avant d'installer la chambre de nébulisation dans le compartiment de l'échantillon. Vérifiez en particulier le bon positionnement du mélange.

Pour installer l'ensemble chambre de nébulisation-nébuliseur :

- 1 Placez l'ensemble chambre de nébulisation-nébuliseur en position dans le compartiment de l'échantillon de façon à ce que les embouts de sortie du combustible et de l'oxydant sur le dispositif de réglage du brûleur. (Voir la Figure 74 ci-dessous) soient engagés dans les ports du combustible et de l'oxydant sur le côté du bloc nébuliseur.



Figure 74. Embouts de sortie du combustible et de l'oxydant

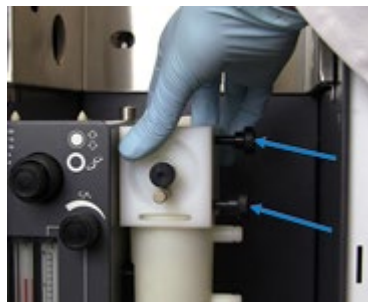


Figure 75. Vis de fixation

- 2 Poussez fermement l'ensemble sur le côté. Serrez les vis de fixation moletées en alternance, d'un tour à la fois, de façon à ce que l'ensemble remonte régulièrement jusqu'à atteindre sa position finale (voir la Figure 75 ci-dessus). Serrez les deux vis fermement, mais uniquement avec les doigts.

Maintenance

- 3** Placez un récipient à déchets à large ouverture dans un endroit approprié au niveau du sol.
- Le récipient à déchets doit être constitué d'un matériau autre que le verre, qui ne risque pas de se briser en cas d'incendie ou de backflush.
 - Placez votre récipient à déchets dans un endroit ouvert et bien ventilé où vous pouvez le voir.
 - Ne placez jamais le récipient à déchets dans un espace confiné.
 - Utilisez des petits récipients stables et videz-les fréquemment.

AVERTISSEMENT



Risque d'incendie.

Ne laissez pas s'accumuler de grands volumes de liquide inflammable.

Jetez les liquides inflammables conformément aux réglementations locales.

-
- 4** Fixez une longueur de tube de 9 mm de d.i. à la sortie inférieure du piège à liquide.
- 5** Dirigez l'extrémité libre de ce tube vers votre récipient à déchets.
- Assurez-vous que le tube est relativement droit et qu'il n'est pas plié, courbé ou incliné vers le haut afin que les déchets liquides puissent s'écouler librement dans le récipient à déchets.
 - L'extrémité libre du tube doit toujours rester au-dessus du niveau de liquide dans le récipient.

AVERTISSEMENT



Risque d'incendie, risque d'explosion.

Tout défaut dans le raccordement du tube d'évacuation peut entraîner une explosion ou un backflush dans le récipient à déchets.

Assurez-vous que le tube est configuré comme décrit à l'étape précédente.

Utilisez des récipients fabriqués dans un matériau qui ne risque pas de se briser en cas de backflush.

N'utilisez pas de récipients en verre.

-
- 6** Si vous utilisez des matériaux dégageant des vapeurs dangereuses ou inflammables, fixez une longueur de tube de 9 mm de d.i. à la sortie supérieure du piège à liquide.

- 7 Dirigez l'extrémité libre du tube vers l'extérieur du compartiment de l'échantillon, parallèlement au tube d'évacuation.
- Le tube doit être dirigé vers le bas sur toute sa longueur pour éviter qu'il ne se bouche en cas de déversement de liquide par l'évent de vapeur.
 - Dirigez le tube vers un système d'évacuation actif.
 - Ne dirigez pas le tube à vapeur vers le récipient à déchets.

AVERTISSEMENT

Risque d'incendie, risque d'explosion.



Tout défaut dans le raccordement du tube de l'évent de vapeur peut entraîner une explosion ou un backflush. Assurez-vous que le tube est configuré comme décrit à l'étape précédente.

Brûleurs

Les brûleurs doivent être nettoyés après chaque journée d'utilisation, en particulier si les solutions analysées ont une forte teneur en sels dissous ou si une flamme de protoxyde d'azote/acétylène a été utilisée.

S'ils ne sont pas nettoyés régulièrement, des dépôts durcis difficiles à éliminer peuvent s'accumuler. L'utilisation de solvants organiques avec une flamme protoxyde d'azote/acétylène augmente la possibilité d'accumulation de carbone.

Inspectez le joint torique sur le brûleur, et remplacez-le immédiatement s'il est usé ou endommagé.

CONSEIL

À l'œil nu, il est impossible de déterminer si l'intérieur d'un brûleur est propre. Même une loupe d'inspection de faible puissance ne suffit pas à détecter de faibles niveaux de contamination. Le mieux est d'utiliser un stéréomicroscope pour pouvoir regarder à l'intérieur de la fente du brûleur.

AVERTISSEMENT

Risque d'explosion.



Le brûleur est correctement assemblé, scellé et testé sous pression pendant la fabrication. Pour éviter les fuites de gaz et les backflush, le brûleur ne doit JAMAIS être démonté, modifié ni manié de façon incorrecte.

Respectez TOUJOURS la procédure recommandée pour nettoyer la fente du brûleur, car l'utilisation d'un brûleur avec une fente surdimensionnée peut entraîner un backflush.

Le non-respect des procédures appropriées peut entraîner la mort, une blessure ou l'endommagement des installations.

Pour installer un brûleur :

- 1 Vérifiez le joint torique sur le brûleur. Il doit être souple et exempt d'entailles ou de fissures pour garantir l'étanchéité entre le brûleur et la chambre de nébulisation. Remplacez immédiatement tout joint torique usé ou endommagé.
- 2 Mettez le brûleur dans le compartiment de l'échantillon, en positionnant la fente le long du trajet optique et la plaque d'avertissement vers l'avant de l'instrument.

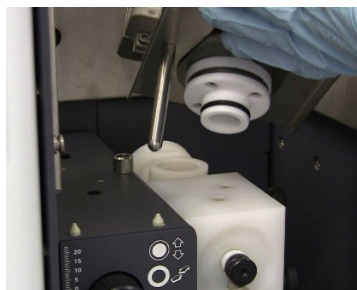


Figure 76. Cheville d'alignement et joint torique du col du brûleur

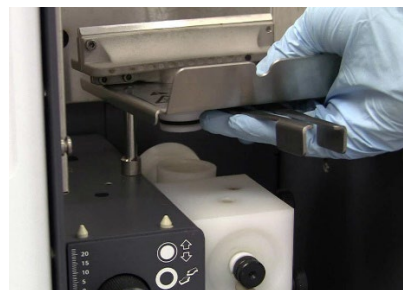


Figure 77. Abaissement du brûleur en position

- 3 Positionnez la cheville d'alignement (voir la Figure 76 ci-dessus) au-dessus du guide dans le dispositif de réglage du brûleur.

- 4 Abaissez le brûleur de façon à ce que la clé de verrouillage de sécurité entre dans le guide du dispositif de réglage du brûleur et que le col du brûleur soit inséré dans le haut de la chambre de nébulisation. Voir la Figure 77 ci-dessus.
- 5 En exerçant un léger mouvement tournant, poussez le brûleur vers le bas aussi loin que possible.
 - Ne touchez pas à la fente du brûleur.
- 6 Assurez-vous que le col et le joint torique sont complètement insérés dans la chambre de nébulisation.
- 7 Mettez le brûleur dans le compartiment de l'échantillon en alignant la fente du brûleur avec le trajet optique (Figure 78 ci-dessous) et en plaçant la plaque d'avertissement vers l'avant de l'instrument.
- 8 Serrez ensemble les pattes de la poignée de rotation pour déplacer la poignée vers la gauche ou vers la droite afin de faire pivoter le brûleur pour l'aligner (Figure 79 ci-dessous).

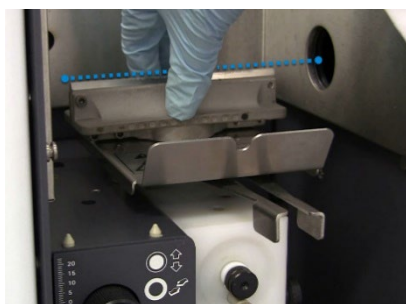


Figure 78. Poussez le brûleur vers le bas, en évitant de toucher à la fente du brûleur, et alignez la fente le long du trajet optique.



Figure 79. Serrage de la poignée de rotation pour faire tourner le brûleur

Après l'installation, Alignement du brûleur (voir page 80).

AVERTISSEMENT



Risque d'incendie, risque d'explosion.

Les fuites de mélanges gazeux peuvent exploser ou s'enflammer et entraîner des blessures ou des dégâts.

Veillez à ne pas endommager le joint torique lorsque vous installez le brûleur.

Nettoyez le brûleur

AVERTISSEMENT

Surface brûlante, risque chimique.



Le brûleur et le compartiment de la flamme deviennent extrêmement chauds pendant le fonctionnement de l'instrument. Laissez le brûleur et le compartiment de la flamme refroidir pendant au moins vingt-cinq minutes avant d'essayer de retirer le brûleur.

L'acide nitrique et l'acide chlorhydrique sont très corrosifs et peuvent causer des brûlures graves en cas de contact avec la peau. La préparation et l'utilisation de solutions acides de trempage doivent s'effectuer sous hotte aspirante. Il est essentiel de porter des vêtements de protection appropriés pendant la manipulation des acides. Si de l'acide entre en contact avec la peau, rincez abondamment avec de l'eau et consultez un médecin immédiatement.

Pour nettoyer le brûleur :

- 1 Éteignez la flamme.
- 2 Laissez refroidir les surfaces autour du compartiment de la flamme.
- 3 Retirez de l'instrument le volet de protection de la flamme et le panneau avant du compartiment de l'échantillon.
- 4 Pour retirer le brûleur, tournez doucement l'ensemble brûleur en le soulevant pour le sortir de la chambre de nébulisation.
- 5 À l'aide d'une carte Agilent de nettoyage et d'alignement du brûleur, grattez doucement les dépôts excessifs de carbone dans la fente du brûleur.

REMARQUE

Le trempage du brûleur dans l'acide nitrique et l'utilisation d'un bain à ultra-sons permettent d'éliminer efficacement les dépôts souples de produits chimiques sur l'intérieur de la fente. L'élimination des dépôts de carbone durcis nécessite un effort physique plus important.

- 6 Préparez un bain de solution d'acide nitrique à 5 % v/v dans un récipient pouvant contenir un brûleur à l'envers.
- 7 Immergez uniquement la partie fendue du brûleur dans l'acide.

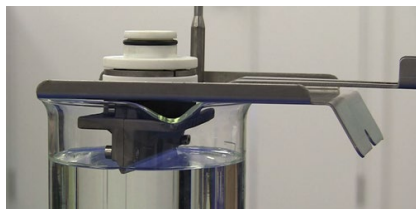


Figure 80. Fente du brûleur trempant dans l'acide

- 8 Laissez tremper toute la nuit pour ramollir les dépôts.
- 9 Rincez à l'eau distillée et mettez le brûleur à l'envers dans un bain à ultra-sons contenant un détergent de laboratoire dilué pendant environ 10 minutes.
- 10 Rincez à l'eau distillée et laissez sécher.

CONSEIL

Pour accélérer le séchage, séchez le brûleur avec un essuie-tout ou un chiffon non pelucheux, puis utilisez du gaz inerte ou de l'air comprimé sans huile.

REMARQUE

Dans les étapes suivantes, assurez-vous que la carte ne se déchire pas et ne se désagrège pas. Cela pourrait boucher la fente du brûleur et entraîner une atomisation irrégulière dans la flamme, affectant la sensibilité. Utilisez plusieurs cartes de nettoyage si nécessaire.

ATTENTION

Ne faites jamais glisser la carte latéralement dans la fente du brûleur.

- 11 Insérez la carte Agilent de nettoyage et d'alignement du brûleur dans la fente du brûleur.
- 12 Utilisez un compte-gouttes pour verser une faible quantité de liquide nettoyant pour les métaux sur chaque côté de la carte de nettoyage du brûleur, juste au-dessus de la fente du brûleur.

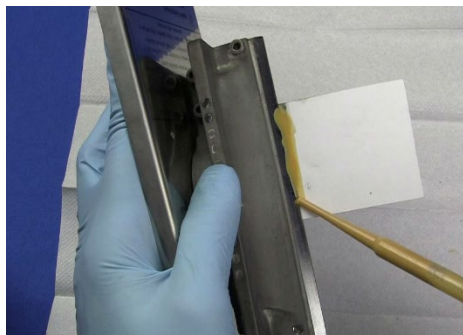


Figure 81. Application de liquide nettoyant sur la carte de nettoyage du brûleur

- 13** Faites glisser la carte en va-et-vient dans et hors de la fente (perpendiculairement au haut de la fente) pour éliminer tout dépôt éventuel.
- a** Assurez-vous de nettoyer aussi les extrémités de la fente.



Figure 82. Glissement de la carte de nettoyage du brûleur en va-et-vient dans et hors de la fente

REMARQUE

Si les dépôts ont durci, leur élimination peut nécessiter un certain effort, et plusieurs cartes peuvent s'avérer nécessaires.

ATTENTION

Il ne faut utiliser en aucun cas une carte ou un outil métallique pour nettoyer la fente du brûleur, car cela rayerait la surface et favoriserait l'accumulation rapide de carbone ou d'autres solides.

- 14** Mettez un peu de liquide nettoyant pour les métaux sur la carte et nettoyez les surfaces **externes** le long du haut de la fente du brûleur.



Figure 83. Lustrage de la surface externe de la fente du brûleur

- 15 Rincez le brûleur à l'eau distillée.
- 16 Lavez et rincez le brûleur avec une solution diluée à 10 % v/v de détergent alcalin pour éliminer toute trace de liquide nettoyant pour les métaux.
- 17 Séchez le brûleur. Utilisez de l'air comprimé pour accélérer le processus de séchage.

REMARQUE Le haut de la fente du brûleur doit être propre et brillant si tous les dépôts ont été éliminés.

- 18 Si nécessaire, répétez tout ou partie des étapes précédentes jusqu'à ce que la fente du brûleur soit propre.

REMARQUE Pour les applications avec des dépôts abondants, il est recommandé d'exécuter des procédures de nettoyage du brûleur supplémentaires. Contactez un représentant Agilent pour obtenir ces recommandations.

Tableau 9. Largeur maximale autorisée de la fente du brûleur

	N ₂ O	Air
Mark VIA	0,47 mm (0,0185")	
Mark 7	0,46 mm (0,0181")	0,54 mm (0,021")

Les brûleurs ne peuvent être remis à neuf et doivent être remplacés lorsque les largeurs de fente maximales sont dépassées.

Alimentations en gaz

Remplacez les bouteilles de gaz conformément aux instructions du fabricant. Reportez-vous aussi au chapitre Risques et pratiques de sécurité au début de ce manuel – voir page 17.

Lors du remplacement d'une bouteille de gaz, inspectez tous les tubes de gaz. Les tuyaux présentant des signes de dommages ou de détérioration doivent être remplacés immédiatement. Cette opération doit être effectuée par un représentant Agilent qualifié.

Testez l'étanchéité de tous les raccords à l'aide d'une solution de test d'étanchéité commerciale, d'un détergent doux ou d'un détecteur de fuite électronique.

Lors du remplacement de bouteilles de gaz :

- 1 Vérifiez l'absence de fuite sur tous les tuyaux et tubes d'alimentation en gaz.
- 2 Testez le fonctionnement de tous les régulateurs.
- 3 Assurez-vous du bon fonctionnement des vannes d'arrêt.

Lampes

ATTENTION Faites attention lorsque vous manipulez les lampes. Tenez toujours la lampe par la base. Veillez à ne pas toucher à la vitre de quartz à l'autre bout de la lampe. Tout contact avec l'enveloppe en verre entraînerait une baisse d'efficacité de la lampe.

Pour installer une lampe à cathode creuse :

- 1 Ouvrez la porte du compartiment des lampes.
- 2 Assurez-vous d'éteindre la position de lampe requise.

L'extinction est pilotée depuis la page Instrument Parameters (Paramètres de l'instrument) sur l'écran LCD. Pour éteindre la lampe, réglez le champ 'Active current' (Courant actif) sur zéro (pour plus d'informations, voir 'Page Instrument Parameters (Paramètres de l'instrument)' page 63).

- 3 Tenez la lampe par la base et alignez la base de la lampe de façon à ce que l'arête de la broche de positionnement (voir la Figure 84 ci-dessous) corresponde à l'encoche dans la douille (voir Figure 85 ci-dessous).

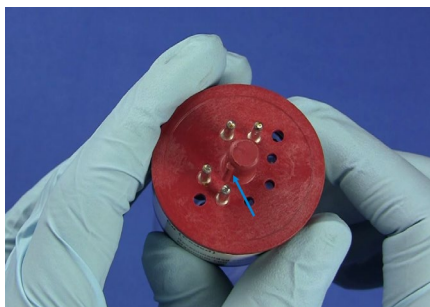


Figure 84. Arête de la broche de positionnement



Figure 85. Douille de lampe avec indication de l'encoche

- 4 Maintenez appuyé le bouton blanc situé sous la douille (voir Figure 86 page 132).
- 5 Relâchez lentement le bouton tout en poussant la lampe jusqu'à ce qu'elle soit fixée complètement.

ATTENTION

Tenez la lampe par la base. Veillez à ne pas toucher à la vitre de quartz à l'autre bout de la lampe.

Dépose de lampes à cathode creuse

Pour retirer une lampe à cathode creuse :

- 1 Ouvrez la porte du compartiment des lampes.
- 2 Assurez-vous que la lampe est éteinte.

L'extinction est pilotée depuis la page Instrument Parameters (Paramètres de l'instrument) sur l'écran LCD. Réglez le champ 'Active current' (Courant actif) sur zéro (pour plus d'informations, voir 'Page Instrument Parameters (Paramètres de l'instrument)' page 63).

AVERTISSEMENT**Surface brûlante.**

La lampe devient brûlante lors de l'utilisation et entraîne de graves brûlures en cas de contact avec la peau. Laissez à la lampe le temps de refroidir.

Portez toujours des gants de protection lorsque vous manipulez une lampe chaude.

- 3 Tenez la lampe par la base.
- 4 Maintenez appuyé le bouton blanc en dessous de la douille pour libérer la lampe.

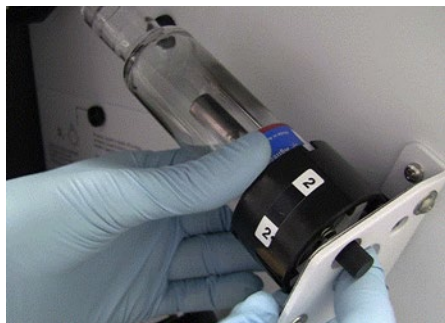


Figure 86. Support de lampe à cathode creuse

- 5 Retirez délicatement la lampe de la douille et relâchez le bouton blanc.

Lampe D₂

La lampe D₂ doit être remplacée toutes les 1 000 heures de fonctionnement environ. Si vous avez besoin de remplacer les lampes D₂ plus fréquemment, contactez un technicien certifié Agilent pour vous faire conseiller.

AVERTISSEMENT**Surface brûlante.**

La lampe D₂ et son capot deviennent brûlants pendant l'utilisation.

Pour éviter les brûlures cutanées, laissez l'ensemble refroidir avant la dépose.

ATTENTION

Ne manipulez pas les surfaces optiques de la lampe D₂ ou de la lampe à cathode creuse à main nue.

Pour remplacer une lampe D₂ :

- 1 Éteignez l'instrument et débranchez-le de la source d'alimentation.
- 2 Laissez à la lampe D₂ et à son compartiment le temps de refroidir.
- 3 Si vous avez monté une lampe à cathode creuse en position 1, retirez-la.
- 4 Enlevez la vis moletée en haut du compartiment des lampes D₂.
- 5 Soulevez l'ensemble lampe et sortez-le du compartiment des lampes à l'aide des deux vis d'alignement de la lampe.
- 6 Débranchez la fiche blanche à l'extrémité du fil de la lampe D₂ et retirez l'ensemble lampe D₂ de l'instrument.
- 7 Desserrez la vis à tête cruciforme dans l'ensemble support de lampe (1 dans la Figure 87) et faites glisser la lampe vers l'extérieur.
- 8 Faites glisser la lampe D₂ à travers la pince jusqu'à ce que l'encoche dans la plaque de soutien (2) soit alignée avec l'ouverture optique de la lampe (3), comme illustré dans la Figure 87.

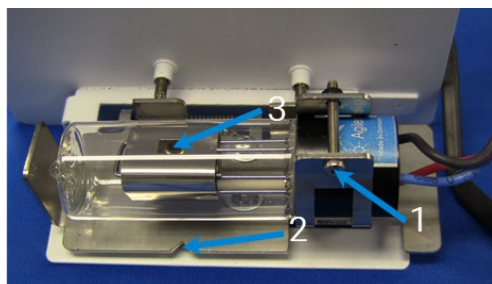


Figure 87. Alignement de la lampe D₂ (vue du dessus)

- 9 Faites tourner la lampe de sorte que la face avec l'ouverture optique (4) soit parallèle au bord supérieur du support (5) – voir Figure 88 ci-dessous.

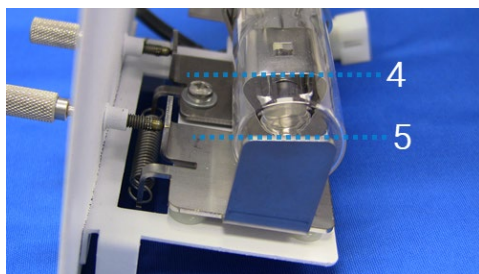


Figure 88. Alignement de la lampe D₂ (vue de l'extrémité)

Maintenance

- 10 Serrez la vis à tête cruciforme pour fixer la lampe dans le support.
- 11 Rebranchez la fiche de la lampe D₂.
- 12 Remettez l'ensemble lampe dans le compartiment des lampes.
- 13 Remettez la vis moletée en haut du compartiment des lampes D₂.

REMARQUE

Toute nouvelle lampe D₂ doit être alignée après installation. Reportez-vous à la section Optimisation pour les instructions d'alignement des lampes – voir page 78.

Fusibles

Le spectromètre contient deux fusibles accessibles à l'opérateur, qui sont situés à l'arrière de l'instrument. Pour remplacer un fusible, vous devez débrancher l'instrument de l'alimentation électrique et remplacer le fusible grillé par un fusible du type et du calibre indiqués dans la section Spécifications page 36.

Un code est indiqué sur le capuchon des fusibles (p. ex. T 2.5A H250V). Il s'agit des caractéristiques des fusibles ('T' =temporisé (time lag), 'F' = rapide (fast acting)), du calibre actuel (en ampères), du pouvoir de coupure ('H' = élevé (heavy), 'L' = faible (low)) et de la tension nominale (en volts). Ce code doit correspondre au code figurant à côté du porte-fusibles.

AVERTISSEMENT

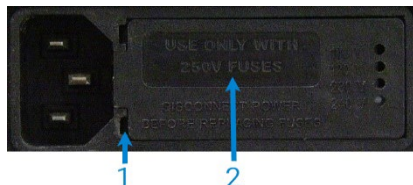
Risque de choc électrique, risque d'incendie, surface brûlante.



Pour éviter que la protection de sécurité soit altérée ou qu'il se produise des coupures indésirables, vérifiez TOUJOURS que le code sur le capuchon du fusible correspond aux informations indiquées en regard des porte-fusibles.

Pour vérifier un fusible :

- 1 Débranchez l'instrument de l'alimentation secteur.
- 2 Retirez le porte-fusibles, situé à droite de la prise d'alimentation secteur, comme illustré dans la Figure 89 ci-dessous.
- 3 Placez la pointe d'un tournevis plat dans la fente (1).

**Figure 89.** Couverture des fusibles

1. Fente de dépose

2. Porte-fusibles

- 4 Par effet de levier, retirez délicatement le porte-fusibles (2) de l'instrument.
- 5 Vérifiez que les fusibles sont du type approprié et ne sont pas endommagés. Remplacez-les si nécessaire.
- 6 Remettez le porte-fusibles dans l'instrument et rebranchez l'instrument sur l'alimentation secteur.

REMARQUE

Si un fusible grille de manière répétée, cela peut indiquer d'autres problèmes avec l'instrument. Contactez un distributeur Agilent agréé et programmez un appel de service.

Maintenance

Cette page a été laissée vierge intentionnellement.

7

Pièces de rechange

Listes de pièces relatives au traitement d'échantillons	137
Autre	140
Capots/portes	140
Fusibles	140
Divers	141

Ce chapitre contient des informations sur les pièces de rechange de l'AA Agilent 55B. Sauf indication contraire, seules les pièces fournies par Agilent doivent être utilisées. Voir le site d'Agilent à l'adresse www.agilent.com pour les références et les informations pour commander.

Listes de pièces relatives au traitement d'échantillons

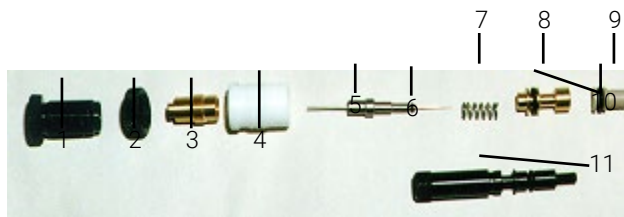


Figure 90. Composants du nébuliseur

- 1 Molette, dispositif d'ajustement du capillaire
- 2 Anneau de verrouillage
- 3 Collier de serrage
- 4 Vis d'amortissement en Ertalyte
- 5 Ensemble capillaire
- 6 Joint torique, 1/32" de d.i. × 3/32" de d.e. × 1/32" en nitrile
- 7 Ressort
- 8 Guide pour capillaire
- 9 Venturi
- 10 Joint torique, 3/16" de d.i. × 5/16" de d.e. × 1/16" en nitrile
Joint torique, 3/16" de d.i. × 5/16" de d.e. × 1/16" pour utilisation avec des solvants organiques
- 11 Vis d'ajustement de la balle d'impact

Pièces de rechange

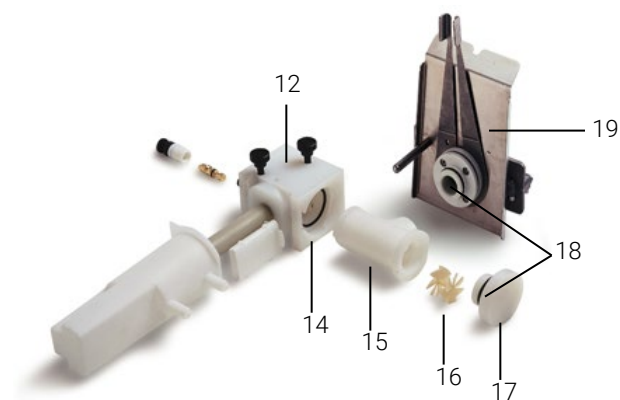


Figure 91. Ensemble chambre de nébulisation-nébuliseur avec brûleur Mark 7. (Le tube d'évacuation, le flotteur et le piège à liquide sont des anciens modèles. Voir image suivante pour les nouveaux tubes d'évacuation/flotteur/piège à liquide.)

- 12 Kit de bloc nébuliseur Mark 7
- 13 Kit, système de piège à liquide intégré (comprenant flotteur, piège à liquide et tube d'évacuation)
- 14 Joint torique, nitrile
Joint torique, solutions organiques
- 15 Chambre de nébulisation, moulage fluoré
- 16 Hélices de mélange
- 17 Bouchon de surpression
- 18 Joint torique, bouchon de surpression, nitrile
Joint torique, bouchon de surpression, solutions organiques
- 19 Brûleur air/acétylène, Mark 7
Brûleur N₂O/acétylène, Mark 7

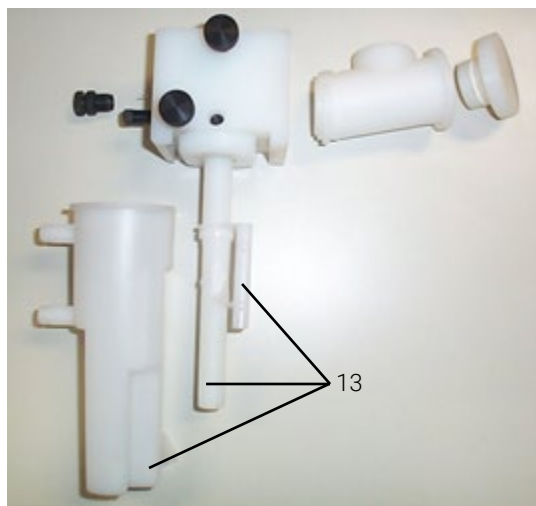


Figure 92. Ensemble chambre de nébulisation-nébuliseur avec nouveaux tube d'évacuation/flotteur/piège à liquide

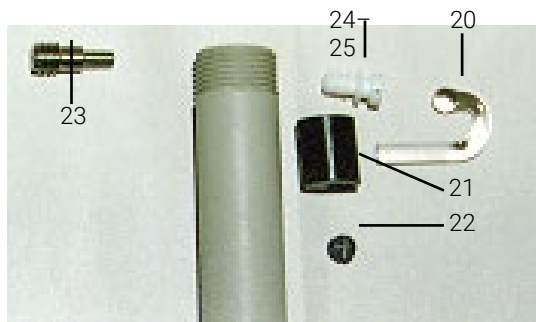


Figure 93. Divers composants du bloc nébuliseur

- 20 Bille d'impact – verre ou PTFE (paquet de 5)
- 21 Bloc de maintien de la bille d'impact
- 22 Vis de fixation de la bille d'impact (PEEK)
- 23 Vis d'immobilisation (inox)
- 24 Bouchon en PEEK gris
- 25 Joint torique de 3/16" de d.i.

Autre

Ensemble chambre de nébulisation universelle Mark 7 complet. Comprend bloc nébuliseur ainsi que chambre de nébulisation, bouchon de surpression de chambre de nébulisation et piège à liquide.

Kit de joints toriques pour solutions aqueuses

Kit de joints toriques pour solvants organiques

Capillaire, ordinaire

Capillaire, vide poussé

Outil pour nébuliseur – extraction de capillaire

Outil pour nébuliseur – extraction de venturi

Carte de nettoyage et d'alignement du brûleur (paquet de 100)

Fil de nettoyage de nébuliseur

Capots/portes

Volet de protection de la flamme

Panneau avant du compartiment de l'échantillon (bas)

Fenêtre de protection de la flamme

Fusibles

T2.5 A H 250 V

Divers

Plateau ramasse-gouttes

Cheminée

Convertisseur série-parallèle	240 V
	110 V

Tapis de souris SpectrAA

Kit de films à superposer sur le
clavier du système AA Agilent

*Comprend des films à superposer permettant la traduction des touches en français,
l'allemand, l'italien et l'espagnol*

Kit de support de chambre de
nébulisation

Pédale de mesure à distance

Pièces de rechange

Cette page a été laissée vierge intentionnellement.

8

Résolution des anomalies et erreurs

Problèmes courants

143

Messages d'erreur

146

Problèmes courants

Le tableau de résolution des anomalies suivant présente les solutions aux problèmes courants que vous pouvez rencontrer pendant des analyses de routine avec le système AA.

Notez que cette liste n'est pas exhaustive.

Tableau 10. Défauts courants

Défaut	Points à contrôler
1 Faible pression d'oxydant	a) Vérifiez la pression de l'alimentation en gaz.
2 Défaut du brûleur	a) Vérifiez que le type de brûleur est approprié pour le type de flamme sélectionné et qu'il est installé correctement.
3 Défaut du piège à liquide	a) Vérifiez que le piège à liquide est plein et que le flotteur peut se déplacer librement. b) Vérifiez le fonctionnement du verrouillage de sécurité du piège à liquide dans le dispositif de réglage du brûleur.
4 Défaut du bouchon de surpression de la chambre de nébulisation	a) Vérifiez que le bouchon de surpression est bien installé dans la chambre de nébulisation. b) Vérifiez le fonctionnement du verrouillage de sécurité du bouchon de surpression.
5 Problème de contrôle des flux gazeux	a) Effectuez la même vérification qu'en 1a). b) Vérifiez l'absence de bouchages dans les lignes d'alimentation en gaz.

Résolution des anomalies et erreurs

6	Débit d'oxydant élevé	<ul style="list-style-type: none"> a) Vérifiez les joints toriques dans le bloc nébuliseur. b) Vérifiez que le nébuliseur est bien monté et bien ajusté. c) Vérifiez l'absence de fuites.
7	Flamme détectée en l'absence de flamme	<ul style="list-style-type: none"> a) Trop de lumière dans le compartiment de l'échantillon. Assurez-vous que la cheminée et les volets de protection de la flamme sont installés. Éteignez l'éclairage avoisinant. b) Capteur de flamme défectueux.
8	Briquet d'allumage de la flamme trop court	<ul style="list-style-type: none"> a) Faible pression d'acétylène ; vérifiez l'alimentation. b) Vérifiez que le solénoïde du dispositif d'allumage fonctionne correctement. c) Vérifiez l'absence de bouchage et de carbone dans le capillaire du dispositif d'allumage.
9	Le dispositif d'allumage ne fonctionne pas	<ul style="list-style-type: none"> a) Vérifiez qu'il y a une étincelle pour allumer la flamme. Dans le cas contraire, appelez un technicien certifié Agilent. b) Vérifiez le bon fonctionnement du bouton d'allumage de la flamme. c) Effectuez les mêmes vérifications que pour le défaut 8.
10	La flamme ne s'allume pas	<ul style="list-style-type: none"> a) Le débit d'oxydant est peut-être trop élevé – voir défaut 5. Il est possible qu'il n'y ait pas de message d'erreur. b) Effectuez les mêmes vérifications que pour les défauts 1, 2, 3 et 8. c) Vérifiez le bon fonctionnement du bouton d'allumage de la flamme. d) Si le message d'erreur « flame sensed » (flamme détectée) s'affiche, effectuez les mêmes vérifications que pour le défaut 7. e) Vérifiez le verrouillage de sécurité du volet de protection de la flamme.
11	Faible débit de lumière	<ul style="list-style-type: none"> a) Vérifiez l'alignement de la lampe. b) Nettoyez les vitres de la lampe.
12	Valeurs à gain élevé	<ul style="list-style-type: none"> a) Vérifiez l'alimentation du PMT. b) Remplacez la lampe à cathode creuse. c) Effectuez les mêmes vérifications que pour le défaut 11.

13 Faible sensibilit� et pr�sence d'une flamme	a) V�rifiez le d�bit de transfert du n�buliseur. b) V�rifiez que le capillaire du n�buliseur n'est pas bouch�. c) V�rifiez l'alignement de la bille d'impact. d) V�rifiez l'absence d'interf�rences chimiques. e) V�rifiez que le rapport combustible/oxydant est correct. f) V�rifiez que le br�leur est propre et exempt de d�p�ts. g) V�rifiez que les solutions n'ont pas expir�. h) V�rifiez la s�lection de la longueur d'onde et l'�talonnage.
14 Signaux instables et pr�sence d'une flamme	a) V�rifiez l'alignement du br�leur. b) V�rifiez que le volet de protection de la flamme et le panneau avant sont install�s dans le compartiment de l'�chantillon. c) V�rifiez la puret� des alimentations en gaz. Pas d'humidit� ni d'huile dans l'alimentation en air. d) V�rifiez que le n�buliseur, le br�leur, la chambre de n�bulisation et les h�lices sont propres. e) Effectuez les v�rifications sans que les h�lices de m�lange soient install�es. L'absence de changement dans la stabilit� du signal indique que le probl�me se situe avant la chambre de n�bulisation. f) V�rifiez que le n�buliseur est bien configur� et que le bon capillaire en plastique (petit ou large diam�tre) est utilis�. g) V�rifiez l'ajustement de la bille d'impact. h) V�rifiez que la pression dans la bouteille d'ac�tyl�ne est > 700 kPa et que de l'ac�tone n'est pas entr�e dans l'instrument.
15 Lors de l'utilisation du SIPS, la courbe d'�talonnage est presque horizontale	a) V�rifiez que le d�bit de transfert du n�buliseur est plus rapide que le plus rapide des r�gimes de pompage du SIPS.
16 Aucun pic trouv�	a) Effectuez les m�mes v�rifications que pour le d�faut 11. b) V�rifiez que la longueur d'onde s�lectionn�e est correcte. c) Pour l'�mission de flamme, v�rifiez que la concentration de la solution est suffisante et que l'�talon le plus concentr� est utilis� pour l'optimisation. d) V�rifiez que la bonne lampe � cathode creuse est utilis�e.

17 Faible énergie de lampe D ₂	<ul style="list-style-type: none"> a) Effectuez les mêmes vérifications que pour le défaut 11. b) Diminuez le courant de la lampe à cathode creuse. c) Augmentez la largeur de fente. d) Remplacez la lampe D₂.
18 Forte énergie de lampe D ₂	<ul style="list-style-type: none"> a) Vérifiez l'énergie de la lampe à cathode creuse. b) Diminuez la largeur de fente.
19 Le signal n'augmente pas et la courbure est excessive	<ul style="list-style-type: none"> a) Vérifiez les solutions d'étalons (en particulier l'étalon le plus concentré). b) Sélectionnez une autre longueur d'onde. c) Diminuez le courant de la lampe. d) Diminuez la largeur de fente. e) Respectez la gamme de fonctionnement (Abs de 0,1 à 0,8).

Messages d'erreur

Cette section liste tous les messages d'erreur et comprend certaines raisons possibles de leur survenue.

Les messages d'erreur apparaissent en bas de l'écran et y restent affichés pendant cinq secondes. Ils consistent en un code de gravité à une seule lettre suivie d'un numéro à quatre chiffres et d'un court message.

Par exemple :

W1234 Check HC lamp selection (Vérifiez la sélection de la lampe à cathode creuse).

Les codes de gravité sont listés ci-dessous.

Tableau 11. Codes de gravité

Code	Signification	Explication
I	Informations	Ce type de message ne contient que des informations, invitant par exemple l'utilisateur à effectuer une certaine action.
W	Avertissement (Warning).	Contient des informations sur une difficulté, ou une difficulté potentielle, du système dont l'utilisateur doit avoir conscience.

E	Erreur	Message sur une condition qui va entraîner la fin de l'opération en cours. Le système va continuer de fonctionner, mais l'opération va échouer.
---	--------	---

0804 LIMS port error (0804 Erreur de port LIMS)

Une erreur ou un problème de communication a été identifié en lien avec le LIMS (système de gestion des informations de laboratoire, Laboratory Information Management System) via le port série RS-232C.

2851 SIPS comms error (2851 Erreur de communication du SIPS)

Il y a eu un problème de communication en lien avec le module de pompes d'introduction d'échantillons SIPS. Vérifiez que tous les câbles de ce module sont bien connectés.

3800 EEPROM stockage error (3800 Erreur de stockage dans l'EEPROM)

Un problème en lien avec le dispositif de stockage des méthodes a été identifié. Les paramètres de la méthode n'ont pu être stockés ou ont été récupérés accompagnés d'une erreur et donc ignorés.

5004 Signals not increasing (5004 Les signaux n'augmentent pas)

L'étalonnage a échoué. Les valeurs du signal des solutions de mélanges étalon n'ont pas augmenté dans l'ordre prévu. L'instrument ne peut faire l'étalonnage à l'aide de cette séquence d'étalons.

Actions suggérées :

Déplacez le curseur sur le dernier étalon mesuré et appuyez sur Enter (Entrée) pour effacer le champ et supprimer la concentration non valide de l'étalonnage. Si plus d'un étalon a été mesuré, l'étalonnage doit maintenant être valide, comme indiqué par le symbole **Cal** en bas à droite de l'écran d'affichage.

Vous pouvez aussi remesurer l'étalon précédent (en vous assurant d'utiliser le bon étalon) en remettant le curseur sur le champ approprié et en appuyant sur **Read** (Mesure).

5005 Slope test failure (5005 Échec du test de pente d'étalonnage)

L'étalonnage a échoué. La pente de la courbe d'étalonnage change trop entre les mesures du signal d'étalons successifs.

5006 Calibration fit failure (5006 Échec de l'obtention d'une courbe d'étalonnage)

L'étalonnage a échoué. Aucune courbe d'étalonnage n'a pu être obtenue à partir des étalons mesurés. La réussite de l'étalonnage est indiquée par le symbole **Cal** en bas à droite de l'écran d'affichage.

5008 Reslope signal out of range (5008 Signal de repentage hors gamme)

La correction de la pente d'étalonnage a échoué. La valeur du signal de l'étalon de repentage différait de plus de 25 % de la valeur d'origine.

6000 Check HC lamp selection (6000 Vérifiez la sélection de la lampe à cathode creuse)

Ce message ne s'affiche qu'à titre d'information. Il est destiné à inviter l'opérateur à s'assurer que le levier de sélection de la lampe est dans la position appropriée pour l'élément de la méthode sélectionné et le courant de la lampe.

9159 EEPROM checksum zero wl (9159 Somme de contrôle EEPROM zéro pour la longueur d'onde)

Le démarrage de l'instrument va prendre plusieurs minutes, mais cela n'aura aucun effet sur son fonctionnement. Si l'erreur persiste, il sera peut-être nécessaire de d'effectuer une demande de réparation de l'équipement.

9160 EEPROM checksum mono correction (9160 Somme de contrôle EEPROM de correction du monochromateur)

La longueur d'onde du monochromateur manque peut-être d'exactitude. À cause de cela, l'instrument échoue peut-être à trouver une certaine ligne de résonance de la lampe à cathode creuse, entraînant des erreurs **No Peak Detected** (Pas de pic détecté). Si l'erreur persiste, il sera peut-être nécessaire de d'effectuer une demande de réparation de l'équipement.

9307 RBC/Mains frequency below 48Hz. (9307 Fréquence RBC/secteur inférieure à 48 Hz.)

L'instrument a détecté un problème d'alimentation secteur : Faible fréquence secteur.

Les causes possibles comprennent :

- Problème d'alimentation électrique.
- RBC (mélangeur de faisceaux rotatif, Rotating Beam Combiner) défectueux, uniquement sur les instruments à double faisceau.
- Problème d'alimentation secteur de l'instrument.

Si l'erreur persiste, il sera peut-être nécessaire de d'effectuer une demande de réparation de l'équipement.

9308 RBC/Mains frequency (9308 Fréquence RBC/secteur)

L'instrument a détecté un problème d'alimentation secteur : Fréquence secteur hors gamme.

Les causes possibles comprennent :

- Problème d'alimentation électrique.
- RBC (mélangeur de faisceaux rotatif, Rotating Beam Combiner) défectueux, uniquement sur les instruments à double faisceau.
- Problème d'alimentation secteur de l'instrument.

Si l'erreur persiste, il sera peut-être nécessaire de d'effectuer une demande de réparation de l'équipement.

9309 RBC/Mains frequency above 62Hz (9309 Fréquence RBC/secteur au-dessus de 62 Hz)

L'instrument a détecté un problème d'alimentation secteur : Fréquence secteur élevée.

Les causes possibles comprennent :

- Problème d'alimentation électrique.
- RBC (mélangeur de faisceaux rotatif, Rotating Beam Combiner) défectueux, uniquement sur les instruments à double faisceau.
- Problème d'alimentation secteur de l'instrument.

Si l'erreur persiste, il sera peut-être nécessaire de d'effectuer une demande de réparation de l'équipement.

9310 Optical RBC frequency (9310 Fréquence RBC optique)

Défaut de l'instrument. L'instrument a détecté un problème en lien avec le RBC. Il peut être nécessaire d'effectuer une demande de réparation de l'équipement.

Le capteur optique ou les circuits associés sont peut-être défectueux.

9311 Instrument fault +12V PSU (9311 Défaut de l'instrument lié au bloc d'alimentation +12 V)

Défaut de l'instrument. L'instrument a détecté un problème lié au bloc d'alimentation +12 V. Il peut être nécessaire d'effectuer une demande de réparation de l'équipement.

9312 Instrument fault -12V PSU (9311 Défaut de l'instrument lié au bloc d'alimentation -12 V)

Défaut de l'instrument. L'instrument a détecté un problème lié au bloc d'alimentation -12 V. Il peut être nécessaire d'effectuer une demande de réparation de l'équipement.

9313 Instrument fault 5V PSU (9311 Défaut de l'instrument lié au bloc d'alimentation 5V)

Défaut de l'instrument. L'instrument a détecté un problème lié au bloc d'alimentation 5 V. Il peut être nécessaire d'effectuer une demande de réparation de l'équipement.

9316 Wavelength out of range (9316 Longueur d'onde hors gamme)

L'instrument signale que la longueur d'onde spécifiée dans la méthode en cours d'utilisation est hors gamme pour le tube photomultiplicateur (PMT).

Les causes possibles comprennent :

- Une longueur d'onde appropriée pour le PMT à large gamme a été spécifiée dans la méthode, mais l'instrument est actuellement équipé d'un PMT à courte gamme. Utilisez une longueur d'onde valide.

PMT actuellement disponibles :

- Large gamme : jusqu'à 900 nm.

9317 No peak: low HC lamp energy (9317 Pas de pic : faible énergie de lampe à cathode creuse)

Faible énergie de lampe à cathode creuse.

Le gain de l'instrument a été augmenté au maximum, mais le signal de la lampe à cathode creuse était trop faible.

Les causes possibles comprennent :

- La lampe à cathode creuse est mal alignée.
- Le trajet optique est obstrué dans le compartiment de l'échantillon.
- La lampe à cathode creuse est défectueuse.
- Le PMT ou les circuits associés sont défectueux.

9318 No peak: high HC lamp energy (9318 Pas de pic : forte énergie de lampe à cathode creuse)

Forte énergie de lampe à cathode creuse.

Le gain de l'instrument a été diminué jusqu'au minimum, mais le signal de la lampe à cathode creuse était trop élevé.

Les causes possibles comprennent :

- La lampe à cathode creuse est mal alignée.
- La lampe à cathode creuse est défectueuse.
- Le PMT ou les circuits associés sont défectueux.

9319 No peak: low BC lamp energy (9319 Pas de pic : faible énergie de lampe de correction du bruit de fond)

Faible énergie de lampe de correction du bruit de fond (D_2).

Les causes possibles comprennent :

- La lampe D_2 est mal alignée.
- Le trajet optique est obstrué.
- La lampe D_2 ou les circuits sont défectueux.

9320 No peak: high BC lamp energy (9320 Pas de pic : forte énergie de lampe de correction de bruit de fond)

Forte énergie de lampe de correction de bruit de fond (D_2).

Les causes possibles comprennent :

- La lampe D_2 est mal alignée.
- La lampe D_2 est défectueuse.
- Le PMT ou les circuits associés sont défectueux.

9321 No peak: low HC lamp energy (9317 Pas de pic : faible énergie de lampe à cathode creuse)

Faible énergie de lampe à cathode creuse. La longueur d'onde de référence du monochromateur n'a pu être trouvée.

Le gain de l'instrument a été augmenté au maximum, mais le signal de la lampe à cathode creuse était trop faible.

Les causes possibles comprennent :

- La lampe à cathode creuse est mal alignée.
- Le trajet optique est obstrué.
- La lampe à cathode creuse est défectueuse.

Action suggérée :

Vérifiez que le trajet optique n'est pas obstrué dans le compartiment de l'échantillon. Quittez la page/fenêtre Optimization (Optimisation), puis réaccédez-y. L'instrument va ensuite réessayer d'optimiser les pics.

9322 No peak: high HC lamp energy (9318 Pas de pic : forte énergie de lampe à cathode creuse)

Forte énergie de lampe à cathode creuse. La longueur d'onde de référence du monochromateur n'a pu être trouvée. Le gain de l'instrument a été diminué jusqu'au minimum, mais le signal de la lampe à cathode creuse était trop élevé.

Les causes possibles comprennent :

- La lampe à cathode creuse est mal alignée.
- La lampe à cathode creuse est défectueuse.
- Le circuit EHT (extra haute tension) est défectueux.

9323 Low emission: no peak (9323 Faible émission : pas de pic)

L'instrument n'a pu détecter de pics à la longueur d'onde sélectionnée. Faible énergie d'émission à la longueur d'onde sélectionnée. Le gain de l'instrument a été augmenté au maximum, mais le signal était trop faible.

Les causes possibles comprennent :

- La flamme n'est pas allumée, ou alignée correctement.
- La longueur d'onde sélectionnée est incorrecte.
- La solution d'étalon aspirée est faiblement concentrée.
- L'*Emission Setup* (Configuration de l'émission) n'a pas été effectuée.
- Le PMT ou les circuits associés sont défectueux.

9324 High emission: no peak (9324 Forte émission : pas de pic)

L'instrument n'a pu détecter de pics à la longueur d'onde d'émission sélectionnée. Le gain de l'instrument a été diminué jusqu'au minimum, mais le signal était trop fort.

Les causes possibles comprennent :

- L'*Emission Setup* (Configuration de l'émission) n'a pas été effectuée.
- La longueur d'onde sélectionnée est incorrecte.
- Le PMT ou le circuit associé est défectueux.
- La solution d'étalon aspirée est fortement concentrée.

9329 No peak detected (9329 Pas de pic détecté)

L'instrument n'a pu détecter de pics à la longueur d'onde sélectionnée. Le gain de l'instrument a été augmenté au maximum, mais le signal de la lampe à cathode creuse était trop faible. Les mesures vont comporter des erreurs ou un bruit élevé si l'instrument n'est pas réoptimisé.

Les causes possibles comprennent :

- La lampe à cathode creuse est inappropriée pour cet élément.
- La lampe à cathode creuse est mal alignée, ou le trajet optique est obstrué.
- La lampe à cathode creuse est défectueuse.
- Le courant de la lampe a été réglé sur zéro ou sur une valeur trop faible.
- La position de lampe de la méthode est incorrecte.

Action suggérée :

Vérifiez que le trajet optique n'est pas obstrué dans le compartiment de l'échantillon. Quittez la page/fenêtre Optimization (Optimisation), puis réaccédez-y. L'instrument va ensuite réessayer d'optimiser les pics.

9330 No peak detected (9329 Pas de pic détecté)

L'instrument n'a pu détecter de pics à la longueur d'onde sélectionnée. Il y a peut-être un autre pic à proximité de cette longueur d'onde. Les mesures vont comporter des erreurs ou un bruit élevé si l'instrument n'est pas réoptimisé.

Les causes possibles comprennent :

- La lampe à cathode creuse est inappropriée.
- La longueur d'onde ou la méthode sélectionnée est incorrecte.
- La sélection de la largeur de fente (SBW) est incorrecte.
- La position de lampe de la méthode est incorrecte.

Il y a un défaut de correction de longueur d'onde. L'erreur **9621 Instrument Fault: Wl correction** (9621 Défaut de l'instrument : Correction de la longueur d'onde) est survenue avant cette erreur.

Action suggérée :

Vérifiez que le trajet optique n'est pas obstrué dans le compartiment de l'échantillon. Remédiez aux causes possibles indiquées ci-dessus. Quittez la page/fenêtre Optimization (Optimisation), puis réaccédez-y. L'instrument va ensuite réessayer d'optimiser les pics.

9337 Instrument fault 310V PSU (9311 Défaut de l'instrument lié au bloc d'alimentation 310V)

Défaut de l'instrument. L'instrument a détecté un problème lié au bloc d'alimentation 310 volts sur la carte de contrôle. Il peut être nécessaire d'effectuer une demande de réparation de l'équipement.

9339 Mono resetting (9339 Reconfiguration du monochromateur).**Patientez**

Ce message ne s'affiche qu'à titre d'information. Il ne peut apparaître qu'à la mise sous tension de l'instrument. Si ce message s'affiche à ce moment-là, l'instrument va avoir besoin de plusieurs minutes pour trouver sa référence de longueur d'onde. L'instrument fonctionnera correctement après ce délai. Si ce message continue de s'afficher et que le délai de démarrage pose problème, il est alors nécessaire d'effectuer une demande de réparation de l'équipement.

9415 Instrument fault: lamp code (9415 Défaut de l'instrument : code de lampe)

L'instrument n'a pu reconnaître le code de lampe pour l'une des lampes à cathode creuse installées.

Les causes possibles comprennent :

- L'une des lampes à cathode creuse installées est défectueuse.
- Il y a un défaut électronique dans le circuit de reconnaissance de la lampe.

9422 Instrument fault: lamp current (9422 Défaut de l'instrument : courant de lampe)

L'instrument n'a pu détecter aucun courant de lampe pour la lampe à cathode creuse sélectionnée.

Les causes possibles comprennent :

- Il n'y a pas de lampe à cathode creuse installée dans la position de lampe sélectionnée.
- La lampe à cathode creuse est défectueuse.
- Les circuits d'alimentation de la lampe sont défectueux.

9514 Instrument signal saturation (9514 Saturation du signal de l'instrument)

Le signal de l'instrument a atteint la saturation pour une ou plusieurs valeurs de signal. Le signal a soit diminué en dessous de $-0,3$ (Abs) soit trop augmenté (au-dessus de 130 %) dans une méthode d'émission de flamme.

Action suggérée :

Réoptimisez l'instrument (ou, pour une méthode d'émission de flamme, réeffectuez l'*Emission Setup* (Configuration de l'émission)).

9517 Low HC lamp energy (9517 Faible énergie de lampe à cathode creuse)

Faible énergie de lampe à cathode creuse.

Le gain de l'instrument a été augmenté au maximum, mais le signal de la lampe à cathode creuse était trop faible.

Les causes possibles comprennent :

- La lampe à cathode creuse est mal alignée.
- Le trajet optique est obstrué.
- La lampe à cathode creuse est défectueuse.
- La position de lampe de la méthode est incorrecte.

9518 High HC lamp energy (9518 Forte énergie de lampe à cathode creuse)

Forte énergie de lampe à cathode creuse.

Le gain de l'instrument a été diminué jusqu'au minimum, mais le signal de la lampe à cathode creuse était trop élevé.

Les causes possibles comprennent :

- La lampe à cathode creuse est mal alignée.
- La lampe à cathode creuse est défectueuse.
- Le PMT ou les circuits sont défectueux.
- La lampe était dans la mauvaise position quand l'instrument a été optimisé.

9524 Low BC lamp energy (9524 Faible énergie de lampe de correction du bruit de fond)

Faible énergie de lampe de correction du bruit de fond (D_2).

Les causes possibles comprennent :

- La lampe D_2 est mal alignée.
- La longueur d'onde sélectionnée est inappropriée pour la correction du bruit de fond au D_2 .
- Le trajet optique est obstrué dans le compartiment de l'échantillon.
- La lampe D_2 est défectueuse.

9525 High BC lamp energy (9525 Forte énergie de lampe de correction du bruit de fond)

Forte énergie de lampe de correction du bruit de fond (D_2).

Les causes possibles comprennent :

- La lampe D_2 est mal alignée.
- L'énergie de la lampe à cathode creuse est trop faible.
- La lampe D_2 est défectueuse.
- Le circuit EHT (haute tension) est défectueux.

9527 Instrument fault: EHT failed (9527 Défaut de l'instrument : échec du module EHT)

Défaut de l'instrument. L'instrument a détecté un problème en lien avec l'alimentation EHT (haute tension). Redémarrez l'instrument. Si le problème persiste, il sera peut-être nécessaire d'effectuer une demande de réparation de l'équipement.

9528 Background lamp failed (9528 Échec de la lampe de correction du bruit de fond)

Défaut de l'instrument. L'instrument a détecté un problème en lien avec la lampe de correction du bruit de fond (D_2). Aucun courant de lampe n'a été détecté et la lampe D_2 est présumée défectueuse. Remplacez la lampe D_2 comme décrit dans le chapitre 6. Si le problème persiste, il sera peut-être nécessaire d'effectuer une demande de réparation de l'équipement.

9529 Background lamp interlock (9529 Verrouillage de sécurité de la lampe de correction du bruit de fond)

Défaut de l'instrument. L'instrument a détecté un problème en lien avec la lampe de correction du bruit de fond (D_2). Le commutateur de verrouillage de sécurité suggère que la lampe D_2 n'est pas installée de façon sécurisée dans l'instrument. La lampe ne peut s'allumer dans cette position. Retirez et réinstallez le support de la lampe D_2 comme décrit dans le chapitre 6. Si le problème persiste, il sera peut-être nécessaire d'effectuer une demande de réparation de l'équipement.

9530 Instrument fault: signal diagnostics (9530 Défaut de l'instrument : diagnostics du signal)

Défaut de l'instrument. L'instrument a détecté un problème en lien avec l'électronique du signal sur la carte de contrôle. Redémarrez l'instrument. Si le problème persiste, il sera peut-être nécessaire d'effectuer une demande de réparation de l'équipement.

9531 No lamp current detected (9531 Pas de courant de lampe détecté)

L'instrument n'a pu détecter aucun courant de lampe pour la lampe à cathode creuse sélectionnée et a abandonné l'optimisation des pics. Corrigez le problème et optimisez l'instrument.

Les causes possibles comprennent :

- Il n'y a pas de lampe à cathode creuse dans la position de lampe sélectionnée.
- La lampe à cathode creuse est défectueuse.

9602 Instrument fault: mono datum (9602 Défaut de l'instrument : données de monochromateur)

Défaut de l'instrument. L'instrument a détecté un problème en lien avec le monochromateur. Redémarrez l'instrument. Si le problème persiste, il sera peut-être nécessaire d'effectuer une demande de réparation de l'équipement.

9911 No burner fitted (9911 Aucun brûleur installé)

Il y a eu une tentative d'allumer la flamme sans qu'aucun brûleur soit installé dans le compartiment de l'échantillon.

9912 N₂O burner not fitted (9912 brûleur N₂O non installé)

Le brûleur installé est incorrect. Remplacez-le par un brûleur N₂O/acétylène.

Les causes possibles comprennent :

Le brûleur installé est incorrect. Le brûleur installé est du type air/acétylène, mais une flamme N₂O/acétylène est nécessaire.

Le circuit de détection du brûleur est défectueux.

9914 No gas control unit (9914 Pas de module de contrôle des gaz)

Il n'y a pas de module de contrôle de la flamme installé dans l'instrument. Il y a eu une tentative de charger une méthode de flamme.

9915 Flame shield open (9915 Volet de protection de la flamme ouvert)

Le volet de protection de la flamme a été détecté comme ouvert ou déposé quand le module de gaz a tenté d'allumer la flamme.

9916 Fault: gas pressure sensor (9916 Défaut : détecteur de pression de gaz)

La pression de gaz oxydant dans le réservoir est détectée lorsque l'on appuie sur le bouton d'allumage, mais le contrôle de gaz est arrêté. Il s'agit d'un défaut de l'électronique de la carte de contrôle ou du détecteur de pression.

9917 No oxidant gas pressure (9917 Pas de pression de gaz oxydant)

La pression d'oxydant dans le réservoir n'a pu atteindre la pression de fonctionnement requise pendant la séquence d'allumage ou a chuté de façon inattendue pendant l'utilisation de la flamme. Cette erreur peut aussi s'afficher en mode Air Only (Air seulement).

Les causes possibles comprennent :

- Les bouteilles d'air ou de N₂O sont vides ou fermées.
- Le détecteur de pression est défectueux.
- La régulation de l'alimentation en gaz est défectueuse.

9920 Fault: flame detected (9920 Défaut : flamme détectée)

Après appui sur le bouton d'allumage, le détecteur de flamme a détecté la présence d'une flamme avant la séquence d'allumage. Pour des raisons de sécurité, cette erreur empêche l'allumage de la flamme. Les causes possibles comprennent :

- Il y a trop de lumière dans le compartiment de l'échantillon.
- Le capteur de flamme est défectueux.
- Le commutateur de service de neutralisation de la flamme est dans la position de détection de flamme.

9921 Flame out detected (9921 Extinction de flamme détectée)

Après l'allumage de la flamme, la flamme a été détectée par le capteur de flamme, mais elle n'est plus détectée. Cette situation est inattendue puisqu'aucune commande Flame Off (Extinction de la flamme) n'a été exécutée. Les causes possibles comprennent :

- Le débit d'acétylène est peut-être trop faible pour que la flamme se maintienne.
- Le débit d'oxydant est peut-être trop élevé pour que la flamme se maintienne.
- Le détecteur est peut-être défectueux.

9922 Flame shutdown: gas type (9922 Extinction de la flamme : type de gaz)

Il s'agit d'une erreur système interne. Si une flamme était présente, cette erreur entraînerait l'extinction de la flamme pour des raisons de sécurité.

9923 Flame ignition timeout (9923 Délai d'allumage de la flamme expiré)

La flamme n'a pu être allumée pendant les 7 secondes imparties dans la séquence d'allumage. Patientez pendant au moins 4 secondes pour que les gaz se dispersent, puis réessayez. Les causes possibles comprennent :

- La bouteille d'acétylène est vide ou fermée.
- Le débit de combustible est trop faible (uniquement sur le module de gaz MANUAL (MANUEL)).
- Le dispositif d'allumage a mal fonctionné.

9934 Flame shutdown: host offline (9934 Extinction de la flamme : hôte hors ligne)

La flamme s'est éteinte en raison d'un défaut interne ou d'une panne d'alimentation électrique.

9937 Flame pressure relief bung (9937 Bouchon de surpression de la flamme)

La non-installation du bouchon de surpression est détectée soit pendant une tentative d'allumage de la flamme, soit pendant qu'une flamme est active. Le bouchon de surpression est situé à l'arrière de l'ensemble nébuliseur dans le compartiment de l'échantillon.

9938 Liquid trap not ready (9938 Piège à liquide non prêt)

Le piège à liquide raccordé en bas de l'ensemble nébuliseur ne contient pas assez de liquide. Les causes possibles comprennent :

- Il n'y a pas assez de liquide dans le piège.
- Le flotteur dans le piège à liquide s'est coincé ou a été inséré de façon incorrecte.
- Capteur défectueux.

9xxx GPIB fault (9xxx Défaut GPIB)

Il s'agit d'un défaut interne de l'instrument. Si un module SIPS est raccordé, vérifiez que le câble est installé correctement. Redémarrez l'instrument. Si l'erreur persiste, contactez un ingénieur de maintenance Agilent.

9xxx Instrument error (9xxx Erreur d'instrument)

Il s'agit d'une erreur interne de l'instrument, qui ne devrait pas se produire.

Notez le numéro d'erreur (p. ex. 9903), et redémarrez l'instrument. Si l'erreur persiste, contactez un technicien certifié Agilent.

9xxx SpectrAA error (9xxx Erreur de SpectrAA)

Il s'agit d'une erreur interne de l'instrument, qui ne devrait pas se produire.

Notez le numéro d'erreur (p. ex. 9903). Redémarrez l'instrument. Si l'erreur persiste, contactez un technicien certifié Agilent.

Cette page a été laissée vierge intentionnellement.

Contenu de ce manuel

Ce manuel traite des sujets suivants :

- Introduction
- Exigences et spécifications du site
- Installation du matériel et du logiciel
- Utilisation du matériel et du logiciel
- Procédures de maintenance
- Nettoyage de l'instrument
- Pièces de rechange
- Résolution des anomalies

www.agilent.com

© Agilent Technologies, Inc. 1997, 2000, 2002, 2009-2010, 2012-2013, 2016-2017, 2019, 2021, 2022

15^e édition, 06/22



G8430-93000
DE48287921

