

Chromatographe en phase gazeuse 8890 Agilent

Dépannage



Notices

© Agilent Technologies, Inc. 2019

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

Référence du manuel

G3450-93016

Edition

Première édition, janvier 2019

Imprimé aux États-Unis

Agilent Technologies, Inc.
Wilmington, DE 19808-1610 USA
Wilmington, DE 19808-1610 USA

安捷伦科技（上海）有限公司
上海市浦东新区外高桥保税区
英伦路 412 号
联系电话：（800）820 3278

Garantie

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

Signalisation de la sécurité

ATTENTION

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

AVERTISSEMENT

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

Contenu

1 Principes fondamentaux et tâches générales

Principes fondamentaux	10
Effectuer un dépannage à l'aide de ce manuel	10
Utiliser les fonctionnalités de diagnostic du CPG	10
Systèmes qui incluent d'autres instruments	11
Éléments configurables à actualiser en permanence	12
Configuration des injecteurs et des détecteurs	12
Configuration de la colonne	12
Configuration de l'échantillonneur automatique de liquide	13
Configuration des gaz	13
Afficher le journal d'analyse, le journal de maintenance et le journal des événements	14
Journal d'analyse	14
Journal de maintenance	14
Journal système	14
Information à fournir en contactant l'Assistance Agilent	15

2 Symptômes de l'ALS et du détecteur

Erreurs au niveau du piston	18
Procédure	18
Flacon manipulé incorrectement par l'ALS (7693A)	19
Voyant d'alignement de la tourelle d'injecteur 7693A/7650A allumé	21
L'aiguille de la seringue se tord pendant l'injection dans l'injecteur	22
Échec du test du courant de fuite du NPD	23
Échec du test de la ligne de base du DIF	24
Le DIF ne s'allume pas	25
Le briquet du DIF ne luit pas pendant la séquence d'allumage	26
Corrosion dans le collecteur du DIF et dans le briquet d'allumage	28
Le FPD+ ne s'allume pas	29
Echec du processus de réglage du décalage du NPD	31
La buse du NPD ne s'allume pas	32
La température du FPD+ ne passe pas à l'état prêt	33
Dispositif arrêté (défectueux)	34

3 Symptômes chromatographiques

- Les temps de rétention ne sont pas reproductibles **37**
- La surface des pics n'est pas reproductible **38**
- Contamination ou transmission **39**
 - Isolez la source. **39**
 - Vérifiez-en les causes possibles (toutes les combinaisons injecteur-détecteur). **39**
- Les pics sont plus grands que prévu **41**
- Les pics ne sont pas affichés/Il n'y a pas de pic **42**
- La ligne de base augmente pendant le programme de température du four **43**
- Mauvaise résolution des pics **44**
- Traînées des pics **45**
 - Traînées des pics du NPD **46**
- Mesure du point d'ébullition d'un pic ou mauvaise résolution du poids moléculaire **47**
 - Pour tout injecteur fonctionnant en mode avec division en combinaison avec un détecteur **47**
 - Pour tout injecteur fonctionnant en mode sans division en combinaison avec un détecteur **47**
- Décomposition de l'échantillon dans l'injecteur/Pics absents **48**
- Front de pic **49**
- Détecteur bruyant, notamment pointes de dérive et de ligne de base. **50**
 - Ligne de base bruitée **50**
 - Gigue et dérive de la ligne de base. **52**
 - Transitions brusques de la ligne de base **53**
- Bruit et sensibilité du détecteur à capture d'électron Microcell (ECD) **55**
 - Évaluation du signal affiché **55**
 - Sensibilité **57**
 - Contamination (ligne de base élevée) **58**
- Faibles surface ou hauteur de pics (faible sensibilité) **59**
 - Résoudre les problèmes de faible sensibilité du DIF **60**
- La flamme du DIF s'éteint pendant une analyse et essaie de se rallumer **62**
- Sortie de la ligne de base du DIF supérieure à 20 pA **63**
- Sortie de ligne de base du DIF au maximum (~8 Millions) **64**
- La flamme du FPD+ s'éteint pendant une analyse et essaie de se rallumer **65**
- Inhibition/reproductibilité du FPD+ **66**
- Sortie du FPD+ trop élevée ou trop faible **67**

Surfaces des pics du FPD+ faibles	68
Largeur importante du pic à mi-hauteur du FPD+	69
Sortie de ligne de base FPD+ élevée, > 20 pA	70
Sortie chromatographique du FPD montrant des pics écrêtés	71
Inhibition du solvant dans le NPD	72
Réponse faible du NPD	73
Sortie de la ligne de base du NPD > 8 millions	74
La procédure de réglage du décalage du NPD ne fonctionne pas correctement	75
Sélectivité du NPD faible	76
Pics négatifs observés avec le TCD	77
La ligne de base du TCD affiche des traînées de pics de bruits sinusoidaux atténués (ligne de base à oscillations amorties)	78
Les pics du TCD présentent une inflexion négative au niveau de la queue	79

4 Symptômes Not Ready du CPG

Le CPG n'est jamais prêt	82
Le flux n'est jamais prêt	83
Le four ne refroidit jamais ou refroidit très lentement	84
Le four ne chauffe pas	85
La température n'est jamais prête	86
Impossible de régler le flux ou la pression	87
Un gaz n'atteint pas le point de consigne de la pression ou du flux	88
Un gaz dépasse la valeur de consigne de la pression ou du flux	89
La pression ou le flux dans l'injecteur fluctuent	90
Impossible de maintenir une pression aussi basse que la valeur de consigne dans un injecteur avec division	91
Le flux de colonne mesuré est différent du flux affiché	92
Le DIF ne s'allume pas	93
Le briquet du DIF ne luit pas pendant la séquence d'injection	94
Flux d'hydrogène et de gaz d'appoint mesurés dans le DIF ou le NPD très inférieurs à la valeur de consigne	96
Echec du processus de réglage du décalage du NPD	97
Le FPD+ ne s'allume pas	98

Vanne à l'état Not Ready	100
Vannes externes	100
Vannes d'échantillonnage de gaz	100
Vanne multiposition	100

5 Symptômes d'arrêt

Arrêts au niveau de la colonne	102
Arrêts de l'alimentation en hydrogène	103
Hydrogène utilisé dans les injecteurs et les flux de gaz auxiliaires	103
Capteur d'hydrogène	104
Arrêts du détecteur d'air	105
Arrêts du SM	106
Effacement de l'état Arrêt SM	107
Suite à la résolution d'un Arrêt SM	107
Arrêts thermiques	108

6 Dépannage de la partie électronique Symptômes de mise sous tension et de communication du CPG

Le CPG ne se met pas en marche	110
Le PC ne parvient pas à établir de communication avec le CPG	111
Le CPG ne peut pas communiquer avec un SM ou un échantillonneur configuré	112
Le CPG se met en marche, puis s'arrête pendant le démarrage (pendant l'autocontrôle)	113

7 Recherche de fuites

Conseils pour la recherche de fuites	118
Rechercher les fuites externes	119
Rechercher les fuites au niveau du CPG	121
Fuites au niveau des raccords de flux capillaire	122
Effectuer une recherche de fuite d'injecteur	123
Effectuer un test de perte de pression SS	124
Pour effectuer un test d'amortissement de la pression d'injecteur depuis le navigateur	124
Chercher manuellement des fuites dans un injecteur avec/sans division	126
Pour corriger les fuites dans l'injecteur avec/sans division	128
Chercher manuellement des fuites dans un injecteur multimode	129
Valeur de consigne de la pression impossible à atteindre	129
Faible sensibilité ou mauvaise reproductibilité	131

- Pour corriger les fuites dans l'injecteur multimode **132**
- Pour effectuer un test de perte de pression pour un injecteur purgé/rempli **133**
- Pour corriger des fuites dans l'injecteur rempli purgé **134**
- Pour corriger les fuites dans l'injecteur Cool On-Column **135**
- Pour corriger les fuites dans l'injecteur PTV **136**
- Pour corriger les fuites dans l'interface des produits volatils **137**

8 Tâches de dépannage

- Pour mesurer le débit d'une colonne **140**
 - Mesure du flux dans une colonne de DIF, TCD, ECD ou FPD+ **140**
 - Mesure du flux de colonne d'un NPD **142**
- Mesure du flux de fuite ou de la purge du septum **143**
- Mesure du flux dans un détecteur **145**
 - Mesure du flux dans un DIF, un TCD, un ECD ou un FPD+ **145**
 - Mesure des flux dans un NPD **147**
- Lancer l'auto-contrôle du CPG **148**
- Vérifier ou surveiller la contre-pression de la ligne de fuite **149**
- Exécutez le test de limitation de ligne de fuite. **150**
- Réglage du Lit Offset du DIF **151**
- Vérifier que la flamme du DIF est allumée **152**
- Vérification du fonctionnement du briquet pendant la séquence d'allumage **153**
- Mesure du courant de fuite du DIF **154**
- Mesure de la sortie de la ligne de base du DIF **155**
- Isoler la cause du bruit du DIF **156**
- Mesure du courant de fuite du NPD **157**
- Vérifier qu'un injecteur DIF n'est pas bouché **158**
- Vérifier qu'une buse NPD n'est pas bouchée **159**
- Vérifier que la buse du NPD est allumée **160**
- Vérifier que la flamme du FPD+ est allumée **161**
- Réglage du Lit Offset du FPD+ **162**
- Quand remplacer les purificateurs de gaz **163**
- Ignorer l'état de préparation d'un dispositif **164**

1

Principes fondamentaux et tâches générales

Principes fondamentaux 10

Systemes qui incluent d'autres instruments 11

Éléments configurables à actualiser en permanence 12

Afficher le journal d'analyse, le journal de maintenance et le journal des événements 14

Information à fournir en contactant l'Assistance Agilent 15

Principes fondamentaux

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

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

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

Effectuer un dépannage à l'aide de ce manuel

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

- 1 Observez les symptômes du problème.
- 2 Recherchez les symptômes dans le manuel ci-dessous en vous reportant à la table des matières ou à l'aide de l'outil **Search**. Consultez la liste des causes possibles du symptôme.
- 3 Vérifiez chaque cause possible ou effectuez un test reproduisant la liste des causes possibles jusqu'à ce que le symptôme soit résolu.

Utiliser les fonctionnalités de diagnostic du CPG

L'écran tactile et le navigateur de l'interface incluent des écrans d'Accueil  (Home) qui indiquent les températures, flux et autres données actuelles, y compris les mesures de signaux de sortie et d'autres signaux utiles pour le dépannage.

D'autre part :

- Allez dans Diagnostics pour obtenir tous les problèmes détectés par le CPG. Pour certains problèmes, le CPG peut fournir un dépannage automatisé. Le CPG fournit également divers tests de diagnostic automatisés, disponibles depuis Diagnostics > Diagnostic Tests.
- Le Rapport de santé du système disponible dans l'onglet Diagnostics, liste l'état actuel de tous les composants CPG et il inclut également les informations nécessaires au moment de contacter Agilent pour une assistance (version du micrologiciel de l'instrument, numéro de série et ainsi de suite). Le rapport liste également les résultats récents d'auto-diagnostic.
- Ouvrez Journaux pour voir le journal d'exécution et d'évènement

Systemes qui incluent d'autres instruments

Lorsque le CPG 8890B est configuré avec d'autres instruments assurant une amélioration des communications, par exemple un DDM 5977, un SM 7000C Triple Quadrupole et un échantillonneur d'espace de tête 7697, il interagit étroitement avec les instruments configurés. Les instruments ne se limitent pas à envoyer des commandes de début d'analyse et des informations générales d'état (prêt ou pas prêt), mais ils modifient leurs paramètres en fonction de leur état respectif. Par exemple :

- L'arrêt du CPG peut entraîner celui du SM (ou le SM peut activer une protection).
- La ventilation du SM provoque des modifications dans le CPG pour que ce dernier contribue à l'opération.
- L'arrêt du SM peut amener le CPG à modifier ses paramètres afin d'activer sa protection et celle du SM.
- La perte de communication entre les instruments peut provoquer des modifications sur l'un d'entre eux ou sur les deux.
- Le cycle de mise en veille/sortie de veille du CPG agit sur le même cycle du SM/de l'échantillonneur d'espace de tête (si disponible).
- La synchronisation d'un échantillonneur d'espace de tête configuré est fonction de la méthode chargée du CPG.

Du fait de cette interaction, vérifiez toujours l'affichage de tous les instruments et du système de données pour connaître l'état complet du système. L'affichage du CPG indique généralement les messages d'état des instruments configurés en plus de ses propres messages.

Éléments configurables à actualiser en permanence

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

Si vous disposez de l'accessoire en option Lecteur de codes barres G3494A ou G3494B, vous pouvez scanner directement les données des pièces (informations sur la colonne, le manchon et la seringue de l'ALS) dans le CPG sans avoir à les saisir à l'aide du clavier.

Configuration des injecteurs et des détecteurs

En passant d'une méthode à l'autre, assurez-vous de prendre en compte les pièces de consommables de l'injecteur et du détecteur qui doivent également changées. Un défaut d'installation des pièces consommables appropriées peut provoquer des résultats inattendus.

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

Filtres du FPD+ : Les filtres FPD+ nécessitent des débits de gaz différents pour fonctionner correctement. Fixez le flux selon le filtre du FPD+ installé (phosphore versus sulfure) et assurez-vous que le filtre correct est installé.

Configuration de la colonne

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

Configuration de l'échantillonneur automatique de liquide

Mettez également la configuration de l'échantillonneur automatique de liquide (ALS) régulièrement à jour afin d'assurer un fonctionnement correct. Les éléments concernés de l'ALS sont la position de l'injecteur, la dimension de la seringue installée et l'utilisation des bouteilles pour le solvant et les déchets.

Configuration des gaz

AVERTISSEMENT

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

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

Pour vérifier le type de gaz configuré pour un composant, allez à **Paramètres > Configuration**, puis sélectionnez le composant souhaité (l'injecteur ou le détecteur, par exemple).

Afficher le journal d'analyse, le journal de maintenance et le journal des événements

Le CPG maintient les Journaux d'événements internes. Ces journaux permettent de résoudre les problèmes, en particulier lorsqu'un message n'est plus affiché à l'écran.

Pour accéder aux journaux, allez à **Journaux** et sélectionnez **Exécuter le journal**, **Journal système**, ou **Journal de maintenance**.

Journal d'analyse

Le journal d'analyse consigne, pour chaque analyse, les déviations de la méthode prévue. Ce journal est écrasé au démarrage de chaque analyse. Les informations du journal d'analyse permettent d'appliquer les standards de bonnes pratiques de laboratoire et peuvent être chargées vers un système de données Agilent.

Journal de maintenance

Le journal de maintenance ajoute une entrée à chaque fois qu'une limite d'Early Maintenance Feedback est atteinte, réinitialisée ou modifiée. Le journal consigne l'élément du compteur, la valeur du compteur, la nouvelle valeur du compteur et si le compteur a été réinitialisé ou non (indication du remplacement d'une pièce). Le journal de maintenance comprend également des entrées pour chaque fois où une maintenance automatisée a été effectuée et pour toute condition trouvée par auto-diagnostics de l'instrument.

Journal système

Le journal système consigne les arrêts, les avertissements, les anomalies et les modifications d'état du CPG (lancement d'une analyse, arrêt d'une analyse, etc.) qui se produisent durant le fonctionnement du CPG. Le Journal système inclut les entrées pour la mise en route du système, les mises à jour de micrologiciel et les séquences.

Information à fournir en contactant l'Assistance Agilent

Générez si possible un Rapport de santé du système en utilisant l'interface du navigateur. Ce rapport contient la plupart des informations listées ci-dessous.

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

- Symptômes
- Description du problème
- Matériel installé et paramètres/configuration au moment où l'erreur s'est produite (échantillon, type de gaz d'alimentation, débits des gaz, détecteurs/injecteurs installés, etc.)
- Tout message apparaissant
- Le résultat des tests de dépannage que vous avez effectués
- Les informations sur l'instrument. Recherchez les informations suivantes :
 - Le numéro de série du CPG se trouve sur l'étiquette située sur le coin inférieur droit du CPG.
 - La révision du microprogramme du CPG située dans **Paramètres > A propos**
 - La configuration d'alimentation du CPG (sur un autocollant situé sur le panneau arrière du CPG)



- La configuration du four (chauffage rapide ou lent)

Vous trouverez le numéro de téléphone des interlocuteurs du service après-vente et du support sur la page Web d'Agilent, à l'adresse www.agilent.com/chem.

Erreurs au niveau du piston	18
Voyant d'alignement de la tourelle d'injecteur 7693A/7650A allumé	21
L'aiguille de la seringue se tord pendant l'injection dans l'injecteur	22
Échec du test du courant de fuite du NPD	23
Échec du test de la ligne de base du DIF	24
Le DIF ne s'allume pas	25
Le briquet du DIF ne luit pas pendant la séquence d'allumage	26
Corrosion dans le collecteur du DIF et dans le briquet d'allumage	28
Le FPD+ ne s'allume pas	29
Echec du processus de réglage du décalage du NPD	31
La buse du NPD ne s'allume pas	32
La température du FPD+ ne passe pas à l'état prêt	33
Dispositif arrêté (défectueux)	34

Erreurs au niveau du piston

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

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

Procédure

- 1 Retirez la seringue, puis vérifiez que le piston n'est pas coincé ou plié.
- 2 Remplacez la seringue si nécessaire. Reportez-vous à la documentation pour le **7693A** ou **7650A**, selon le cas.
- 3 Contrôlez la viscosité de l'échantillon par rapport au paramètre de viscosité sélectionné.
- 4 Modifiez le paramètre de viscosité si nécessaire.
- 5 Redémarrez la séquence.
- 6

Flacon manipulé incorrectement par l'ALS (7693A)

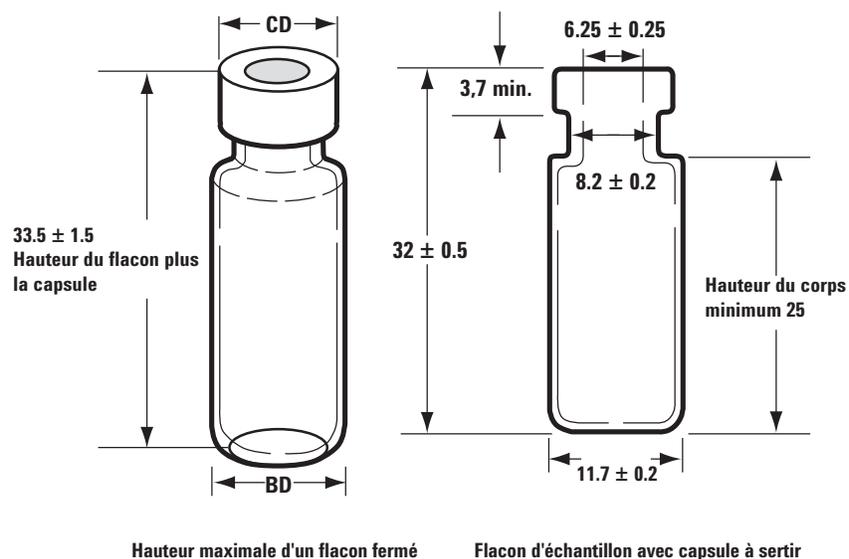
Pour toutes informations complémentaires, reportez-vous à la **documentation d'utilisation de votre échantillonneur**.

Lorsque vous trouvez un flacon qui n'a pas été manipulé correctement, procédez comme suit :

- Vérifier l'absence de pli dans le bouchon, en particulier près du col du flacon d'échantillon.
- Utilisez les flacons d'échantillon conseillés par Agilent.

La figure ci-dessous présente les dimensions critiques des flacons d'échantillon et des joints de capsule de microflacon à utiliser avec le système ALS 7693A. Ces dimensions ne constituent pas la liste complète des caractéristiques.

Diamètre du corps (BD) = 11.7 ± 0.2
Diamètre du capuchon (CD) = $BD \times 1.03$ maximum
Toutes les dimensions en millimètres

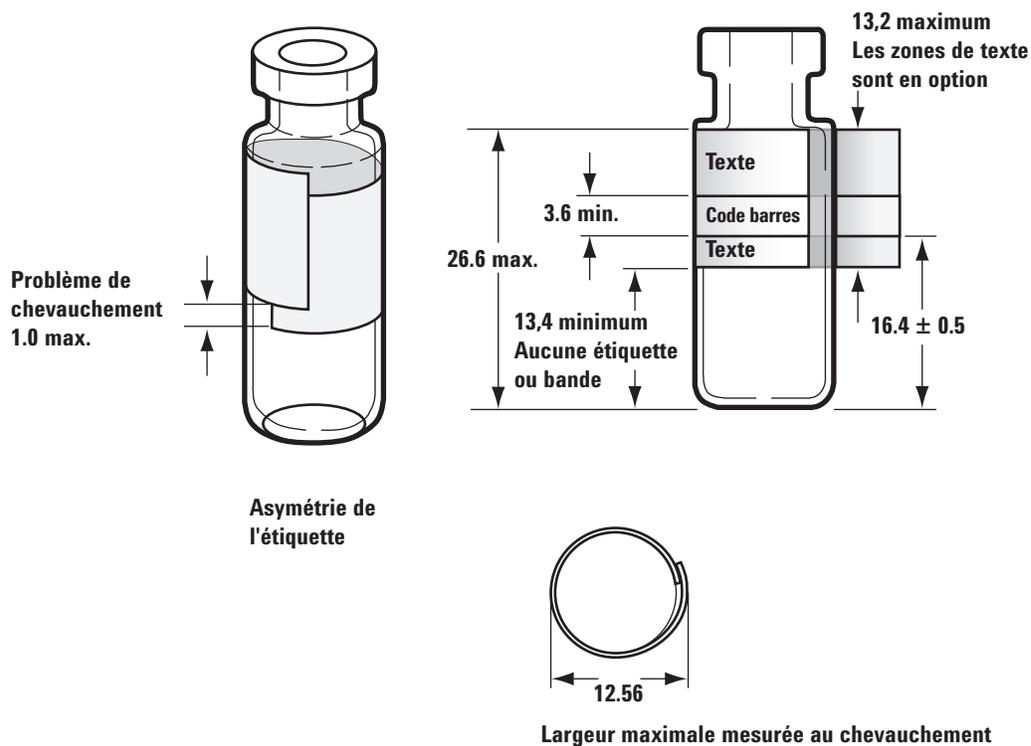


- Vérifiez que la tourelle de transfert est installée en cas d'utilisation du porte-échantillon G4514A.
- Contrôlez les étiquettes des échantillons (le cas échéant).
 - Vérifiez que leur dimension est correcte.
 - Vérifiez que les étiquettes ne gênent pas la pince.

2 Symptômes de l'ALS et du détecteur

Les flacons sont munis d'une zone inscriptible qui permet d'écrire dessus facilement. Si vous décidez de réaliser et de coller vos propres étiquettes, Agilent Technologies vous recommande de respecter l'emplacement et l'épaisseur maximale suivants (voir la figure ci-dessous).

Dimensions exprimées en mm



- Vérifiez que les racks de flacons du support sont propres et encliquetés dans la base du support.
- Etalonnez le système.

Voyant d'alignement de la tourelle d'injecteur 7693A/7650A allumé

Si le voyant du mode d'alignement est allumé, vérifiez d'abord que la tourelle est correctement installée. Appliquez ensuite la procédure d'alignement décrite dans les manuels 7693A Automatic Liquid Sampler Installation, Operation and Maintenance ou 7650A Automatic Liquid Sampler Installation, Operation and Maintenance manual.

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

AVERTISSEMENT

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

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

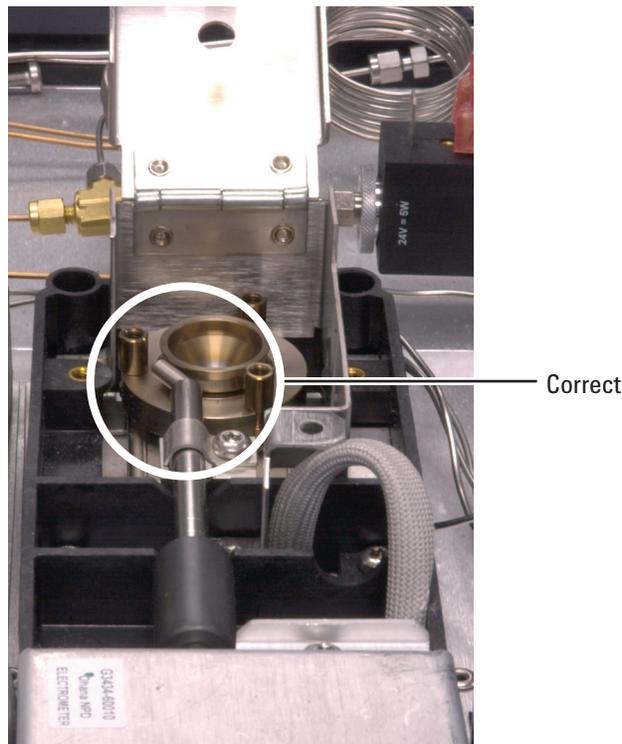
- Vérifiez que l'écrou de septum du CPG n'est pas trop serré.
- Vérifiez que la seringue est montée correctement dans le support chariot de la seringue.
- Vérifiez que le support et le guide de l'aiguille sont propres. Otez tout résidu ou dépôt dû au septum. Installez un nouveau pied de support d'aiguille si nécessaire.
- Si vous utilisez un injecteur Cool On-Column, vérifiez que l'insert installé correspond à la seringue.
- Vérifiez que vous utilisez la seringue appropriée. La longueur totale du cylindre de la seringue et de l'aiguille doit être d'environ 126,5 mm.
- Vérifiez que les dimensions du flacon d'échantillon sont conformes aux spécifications. Voir la section « **Flacon manipulé incorrectement par l'ALS (7693A)** ».
- Vérifiez que la capsule à sertir est installée correctement. Reportez-vous à la documentation de votre échantillonneur.

Échec du test du courant de fuite du NPD

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

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

- 1 Remplacez les isolants en céramique. Relancez le test.
- 2 Mettez la buse hors tension et examinez le résultat (courant de fuite).
- 3 Démontez la buse et rangez-la dans un emplacement sécurisé.
- 4 Retirez les trois vis qui maintiennent le couvercle, puis ôtez ce dernier.
- 5 Examinez le ressort d'interconnexion. Assurez-vous que le ressort d'interconnexion n'est pas endommagé, plié ou encrassé. Le ressort d'interconnexion doit toucher le bas du collecteur.



- 6 Si le ressort d'interconnexion n'est pas endommagé, plié ou encrassé, mais que le signal de sortie du détecteur reste élevé, appelez le service après-vente Agilent.

Échec du test de la ligne de base du DIF

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

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

- Vérifiez la pureté et la qualité du gaz.
- Remplacez les pièges chimiques encrassés/usés.
- Procédez au dégazage du détecteur.

Le DIF ne s'allume pas

- Vérifiez que Lit Offset est $\leq 2,0$ pA.
- Assurez-vous que la température du DIF est suffisamment élevée pour permettre l'allumage (> 150 °C). Agilent recommande une température supérieure à 300 °C.
- Vérifiez que le briquet du DIF luit pendant la séquence d'allumage. (voir la section « **Vérification du fonctionnement du briquet pendant la séquence d'allumage** » à la page 153).
- Essayez d'augmenter les pressions d'alimentation dans le module de régulation des gaz du DIF. La flamme s'allume plus facilement sans modifier les consignes.
- Augmentez le débit d'hydrogène et baissez, ou désactivez, le débit de gaz d'appoint jusqu'à l'allumage, puis réduisez-les aux valeurs habituelles. Recherchez quelles sont les meilleures valeurs.

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

- Vérifiez si une buse est raccordée ou raccordée partiellement. (voir la section « **Vérifier qu'un injecteur DIF n'est pas bouché** » à la page 158).
- Mesurez les débits dans le DIF. Les débits réels doivent être à $\pm 10\%$ du point de consigne. (Voir Conditions de démarrage du DIF dans le manuel d'utilisation 8890.) Le rapport hydrogène:air a une influence significative sur l'allumage. Un mauvais réglage du flux peut empêcher l'allumage de la flamme. (voir la section « **Mesure du flux dans un détecteur** » à la page 145).
- Si la flamme ne s'allume toujours pas, il y a peut-être une fuite importante dans le système. Les fuites importantes sont causées par des débits mesurés différents des débits réels ; il en résulte de mauvaises conditions d'allumage. Recherchez les fuites de manière approfondie dans tout le système, en particulier au niveau du raccord de colonne sur le DIF. (Voir la section « **Recherche de fuites** » à la page 117).
- Vérifiez le débit dans la colonne. (voir la section « **Pour mesure le débit d'une colonne** » à la page 140). Le flux d'hydrogène doit être supérieur à la somme du flux dans la colonne et du flux d'appoint.
- Vérifiez l'absence de fuite au niveau du raccord de colonne sur le DIF.
- Assurez-vous que la température du DIF est suffisamment élevée pour permettre l'allumage (> 150 °C).
- Si l'analyse le permet, remplacez l'azote par de l'hélium (pour le gaz vecteur et d'appoint).
-

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

AVERTISSEMENT

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

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

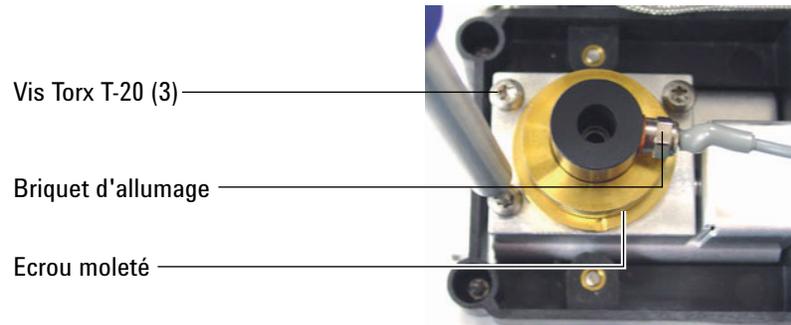


Si le test échoue, vérifiez-en les causes possibles :

- Le briquet est peut-être endommagé ; remplacez-le. (voir la section « **Vérification du fonctionnement du briquet pendant la séquence d'allumage** » à la page 153).
- La température du détecteur est réglée sur < 150 °C. Agilent conseille d'utiliser le DIF à une température > 300 °C.
- Le branchement à la terre du briquet est peut-être mauvais :
 - Resserrez fermement le briquet sur la tourelle du DIF.
 - Resserrez les trois vis Torx T-20 qui maintiennent le collecteur en place.
 - Resserrez l'écrou moleté en laiton qui maintient la tourelle du DIF en place.

2 Symptômes de l'ALS et du détecteur

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



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

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

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

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

Le FPD+ ne s'allume pas

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

Tableau 1 Débits recommandés pour le FPD+

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

- Mesurez les flux réels dans le détecteur.
- La colonne a peut-être été installée sur une position trop élevée sur le détecteur.
- Vérifiez le bon fonctionnement du briquet du FPD+.
- Pendant la séquence d'allumage, affichez le flux d'air. Le débit d'air doit s'élever à 400 ml/min lors de la séquence d'allumage. Si ce n'est pas le cas, la pression d'alimentation en air est insuffisante.
- Vérifiez le débit dans la colonne et celui du gaz d'appoint.
- Assurez-vous que la condensation qui se forme dans le tube de mise à l'air ne s'écoule pas dans le détecteur. Le tube de mise à l'air flexible en plastique qui sort du détecteur doit être dirigé dans un récipient, sans s'affaisser, afin d'y canaliser correctement la condensation d'eau. L'extrémité ouverte du tube doit rester hors de l'eau contenue dans le récipient.
- Contrôlez la valeur de **Lit offset**. La valeur typique de **Lit offset** est 2,0. Si la valeur est à zéro, cela signifie que l'auto-allumage n'est pas activé. Si la valeur est trop importante, le logiciel ne reconnaîtra pas que la flamme est allumée et éteindra alors le détecteur.
- Si la flamme n'est toujours pas allumée, cela peut être dû à une fuite plus importante dans le système. Cela peut être provoqué par des débits mesurés différents des débits réels ; il en résulte de mauvaises conditions d'allumage. Recherchez les fuites de manière approfondie dans tout le système. (voir la section « **Recherche de fuites** » à la page 117).
- Essayer d'augmenter les pressions d'alimentation dans le module de régulation des gaz du FPD+. La flamme s'allume plus facilement sans modifier les consignes.

2 Symptômes de l'ALS et du détecteur

- Contrôlez la valeur de **Lit offset**. Si la valeur est à zéro, cela signifie que l'auto-allumage n'est pas activé. Si la valeur est trop importante, le logiciel ne reconnaîtra pas que la flamme est allumée et éteindra alors le détecteur.
- Sous certaines conditions d'utilisation, la flamme s'allumera plus facilement si le tube de mise à l'air est retiré. Après l'allumage de la flamme, installez à nouveau le tube de mise à l'air.
- Vérifiez les connexions des câbles au couplage, la connexion du couplage à l'allumeur, serrez l'allumeur.

Echec du processus de réglage du décalage du NPD

- Inspectez la buse pour contrôler si elle bouchée.
- Mesurez les flux réels dans le détecteur. Si les flux d'hydrogène ou de gaz d'appoint sont nuls ou beaucoup plus faibles que le flux affiché, suspectez une buse bouchée.
- Vérifiez l'état de la buse. Remplacez-la le cas échéant.
- Vérifiez que le réglage des flux est correct.
- Si le processus échoue toujours, cela peut être dû à une fuite plus importante dans le système. Le débit mesuré est donc différent du débit véritable. Vérifiez soigneusement la possibilité d'une fuite dans tout le système, en particulier le raccord de colonne du détecteur. (voir la section « **Recherche de fuites** » à la page 117).

La buse du NPD ne s'allume pas

- Vérifiez que le réglage des flux est correct et approprié.
- Si le processus échoue toujours, cela peut être dû à une fuite plus importante dans le système. Le débit mesuré est donc différent du débit véritable. Recherchez les fuites de manière approfondie dans tout le système, en particulier au niveau du raccord de colonne sur le détecteur. (voir la section « **Recherche de fuites** » à la page 117).
- Vérifiez les messages relatant des défauts. Appuyez sur **Diagnostics**, et vérifiez les journaux du CPG. Vous pouvez aussi lire le courant de la buse.
- Vérifiez l'état de la buse.
- Inspectez la buse pour contrôler si elle bouchée. (voir la section « **Vérifier qu'une buse NPD n'est pas bouchée** » à la page 159).
- Mesurez les flux réels dans le détecteur. (voir la section « **Mesure du flux dans un détecteur** » à la page 145). Si les flux d'hydrogène ou de gaz d'appoint sont nuls ou beaucoup plus faibles que le flux affiché, suspectez une buse bouchée.

La température du FPD+ ne passe pas à l'état prêt

Si la température du bloc d'émission FPD+ ne passe pas à l'état prêt :

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

Dispositif arrêté (défectueux)

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

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

Pour ignorer l'état d'un dispositif :

- 1 Désactivez le chauffage du dispositif et les débits de gaz s'il y a lieu. (Vérifiez que cela ne peut constituer un risque pour la sécurité.)
- 2 Allez à **Paramètres > Configuration**, puis sélectionnez le composant et désactivez **Préparation**. La même tâche peut être effectuée depuis un éditeur de méthode de système de données.

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

ATTENTION

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

Assurez-vous de réactiver Préparation après que l'appareil a été réparé. Sinon, son état (température, débit, pression, etc.) continuera à être ignoré, même si ce dispositif est utilisé lors d'une analyse.

Les temps de rétention ne sont pas reproductibles	37
La surface des pics n'est pas reproductible	38
Contamination ou transmission	39
Les pics sont plus grands que prévu	41
Les pics ne sont pas affichés/Il n'y a pas de pic	42
La ligne de base augmente pendant le programme de température du four	43
Mauvaise résolution des pics	44
Traînées des pics	45
Mesure du point d'ébullition d'un pic ou mauvaise résolution du poids moléculaire	47
Décomposition de l'échantillon dans l'injecteur/Pics absents	48
Front de pic	49
Détecteur bruyant, notamment pointes de dérive et de ligne de base.	50
Bruit et sensibilité du détecteur à capture d'électron Microcell (ECD)	55
Faibles surface ou hauteur de pics (faible sensibilité)	59
La flamme du DIF s'éteint pendant une analyse et essaie de se rallumer	62
Sortie de la ligne de base du DIF supérieure à 20 pA	63
Sortie de ligne de base du DIF au maximum (~8 Millions)	64
La flamme du FPD+ s'éteint pendant une analyse et essaie de se rallumer	65
Inhibition/reproductibilité du FPD+	66
Sortie du FPD+ trop élevée ou trop faible	67
Surfaces des pics du FPD+ faibles	68
Largeur importante du pic à mi-hauteur du FPD+	69
Sortie de ligne de base FPD+ élevée, > 20 pA	70
Sortie chromatographique du FPD montrant des pics écrêtés	71
Inhibition du solvant dans le NPD	72
Réponse faible du NPD	73
Sortie de la ligne de base du NPD > 8 millions	74
La procédure de réglage du décalage du NPD ne fonctionne pas correctement	75
Sélectivité du NPD faible	76
Pics négatifs observés avec le TCD	77

3 Symptômes chromatographiques

La ligne de base du TCD affiche des traînées de pics de bruits sinusoidaux atténués (ligne de base à oscillations amorties) 78

Les pics du TCD présentent une inflexion négative au niveau de la queue 79

Les temps de rétention ne sont pas reproductibles

- Remplacez le septum.
- Vérifiez l'absence de fuite au niveau des connexions de l'injecteur, du manchon (le cas échéant) et de la colonne. (voir la section « **Recherche de fuites** »).
 - « **Effectuer une recherche de fuite d'injecteur** » à la page 123
 - « **Effectuer un test de perte de pression SS** » à la page 124
- Vérifiez que la pression de l'alimentation en gaz vecteur est suffisante. La pression fournie au CPG doit être au moins 40 kPa (10 psi) supérieure à la pression maximum de l'injecteur requise à la température finale du four.
- Lancez des reproductions de standards connus pour vérifier le problème.
- Vérifiez que vous utilisez un type de manchon approprié à l'échantillon injecté.
- S'il s'agit de la première analyse, tenez-en compte. (Le CPG s'est-il stabilisé ?)
- Si vous utilisez un DIF ou un NPD et que les temps de rétention augmentent (dérive), vérifiez que la buse n'est pas contaminée ou remplacez-la.

La surface des pics n'est pas reproductible

Vérifiez le fonctionnement de la seringue de l'ALS. (Reportez-vous à la section de dépannage du manuel d'utilisation de l'échantillonneur)

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

Dans le cas d'un injecteur avec division/sans division ou multimode en mode division, vérifiez également :

- Une limitation anormale de la ligne de fuite. Voir **Exécutez le test de limitation de ligne de fuite**.
- Pour résoudre les problèmes concernant les petites fuites d'un injecteur multimode ou avec/sans division, voir **Chercher manuellement des fuites dans un injecteur avec/sans division** ou **Chercher manuellement des fuites dans un injecteur multimode**.

Contamination ou transmission

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

Isolez la source.

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

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

Injecteur, échantillonneur, échantillon, alimentation en gaz

- Vérifiez le type et le montage du septum. Le septum du flacon se dissout peut-être dans l'échantillon. Assurez-vous que le septum du flacon est suffisamment résistant au solvant que vous utilisez. Vérifiez également que le septum du flacon est bien plat. Si le septum du flacon n'est pas plat, l'aiguille aura tendance à percer le septum et des morceaux de septum risquent de tomber dans l'échantillon, entraînant une contamination et des pics fantômes.
- Procédez à la maintenance complète de l'injecteur : Remplacez toutes les pièces consommables et procédez au dégazage de l'injecteur.
- Vérifiez l'absence de transmission d'échantillon d'analyses précédentes. Effectuez plusieurs analyses à blanc sans injection et regardez si les pics fantômes disparaissent ou deviennent plus petits.
- Vérifiez le flux de purge du septum. S'il est trop faible, le septum peut avoir accumulé de la contamination ou de la condensation est peut-être bloquée dans la ligne de purge. Pour les injecteurs SS, MMI, PTV et PP : Réglez le débit de la purge sur au moins 3 ml/min pour maintenir le septum propre. Pour les injecteurs COC, définissez le débit de purge du septum sur au moins 15 ml/min. Mesurez ensuite le débit. Voir « **Pour mesure le débit d'une colonne** ».
- Vérifiez les indicateurs et la date des pièges à gaz.
- Vérifiez la pureté des gaz. Effectuez des analyses répétées, plusieurs à intervalles rapprochés et plusieurs à intervalles espacés. Si les pics de contamination sont supérieurs pour les analyses effectuées à intervalles plus espacés, suspectez un gaz contaminé : la contamination dispose de plus de temps pour se déposer sur la colonne et le liner.
- Vérifiez que les conduites d'alimentation et leurs raccords ne sont pas contaminés.
- Si vous suspectez une contamination de l'injecteur, lancez la procédure de dégazage.
- Vérifiez le fonctionnement des injecteurs. Pour nettoyer l'injecteur et remplacer les pièces contaminées de l'injecteur.

- Vérifiez le niveau de solvant dans les bouteilles de rinçage de l'ALS.
- Remplacez la seringue de l'ALS si nécessaire.
- Vérifiez le volume de l'injection d'échantillon. Vérifiez que l'ALS injecte suffisamment d'échantillon dans l'injecteur. Utilisez le calculateur de volume de vapeur du solvant pour déterminer la quantité d'échantillons à injecter.
- Les pics fantômes sont parfois causés par des flacons d'échantillon contaminés. Essayez d'utiliser des flacons neufs ou propres pour voir si les pics fantômes disparaissent.
- Les propriétés de certains échantillons changent sous l'effet de la chaleur ou des ultraviolets. Contrôlez la stabilité de l'échantillon.

Colonne, méthode

- Effectuez la maintenance de la colonne : Procédez au dégazage de la colonne, retirez en la partie contaminée située près de l'injecteur, puis effectuez l'inversion et le dégazage de la colonne si besoin est.
- Si vous suspectez une contamination de la colonne, lancez la procédure de dégazage.
- Vérifiez que la température et le temps programmés pour le four suffisent à l'injection des échantillons. Les pics fantômes plus larges que les pics d'échantillon adjacents peuvent provenir d'une analyse antérieure.
- Vérifiez si la colonne est contaminée. Les échantillons à forte masse moléculaire contenant des résidus peuvent contaminer la seringue, le manchon de l'injecteur ou le bas de la colonne.
- Installez un système de refoulement de colonne Agilent.
-

Détecteur, alimentation en gaz du détecteur

- Vérifiez les indicateurs et la date des pièges à gaz.
- Vérifiez la pureté des gaz. Effectuez des analyses répétées, plusieurs à intervalles rapprochés et plusieurs à intervalles espacés. Si les pics de contamination sont supérieurs pour les analyses effectuées à intervalles plus espacés, suspectez un gaz contaminé : la contamination dispose de plus de temps pour se déposer sur la colonne et le liner.
- Vérifiez que les conduites d'alimentation et leurs raccords ne sont pas contaminés.
- Si vous suspectez une contamination du détecteur, lancez la procédure de dégazage.
- Vérifiez le fonctionnement des détecteurs. Remplacez les pièces contaminées du détecteur.

Les pics sont plus grands que prévu

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

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

- Si vous utilisez un passeur d'échantillons :
 - Assurez-vous que le flacon contient de l'échantillon.
 - Vérifiez que le support chariot du piston de l'ALS est fixé correctement au piston de la seringue.
 - Vérifiez que la seringue est installée correctement et aspire de l'échantillon.
 - Vérifiez que la seringue est installée correctement et aspire de l'échantillon.
 - Vérifiez que le chargement de la tourelle/le support est effectué correctement et que les injections ne proviennent pas de flacons non concernés par la séquence.
 - Observez le processus pour vous assurer que l'échantillon est introduit dans la seringue.
- Vérifiez que le détecteur utilisé est affecté à un signal.
- Vérifiez que la colonne est installée correctement.
- Assurez-vous que la colonne n'est pas bouchée. (voir la section « **Pour mesure le débit d'une colonne** »). Effectuez la maintenance de la colonne :
- Vérifiez qu'il n'y a pas de fuite. (voir la section « **Recherche de fuites** »).
- Contrôlez la configuration des flux puis mesurez les flux réels dans le détecteur. (voir la section « **Mesure du flux dans un détecteur** »).
- Les propriétés de certains échantillons changent sous l'effet de la chaleur ou des ultraviolets. Contrôlez la stabilité de l'échantillon.
- Vérifiez le niveau d'échantillon dans le flacon.
- Si l'échantillon est visqueux, essayez les solutions suivantes :
 - Augmentez le délai de viscosité.
 - Diluez l'échantillon dans un solvant à faible viscosité approprié.
 - Mettez hors tension la tourelle.
 - Pour l'ALS 7693A, utilisez le dispositif de chauffage de flacons (accessoire G4514A lecteur de codes barres/mélangeur/chauffage) pour chauffer le flacon d'échantillon.

Si le problème est lié au détecteur, voir **Tableau 2**.

Tableau 2 Dépannage du détecteur

Détecteur	Solution
DIF, FPD+	<ul style="list-style-type: none"> • Vérifiez que l'électromètre est en marche. • Vérifiez que la flamme est toujours allumée.
TCD	<ul style="list-style-type: none"> • Vérifiez que le filament est sous tension. • Vérifiez que le gaz de référence n'est pas réglé sur zéro. (Le filament ne s'allume pas si le débit du gaz de référence est à zéro.)
NPD, ECD	Vérifiez que l'électromètre est en marche.

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

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

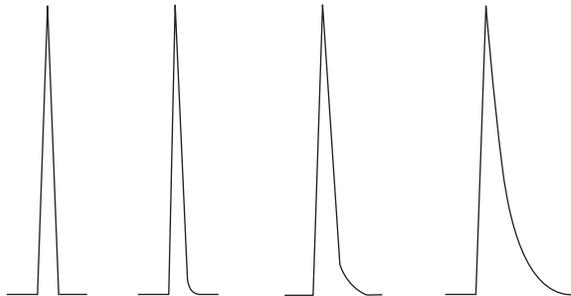
Mauvaise résolution des pics

- Réglez le flux de colonne pour optimiser la vitesse linéaire.
- Installez et utilisez des pièces consommables désactivées dans l'injecteur (par exemple, un manchon).
- Effectuez la maintenance de la colonne : Procédez au dégazage de la colonne, retirez en la partie contaminée située près de l'injecteur, puis effectuez l'inversion et le dégazage de la colonne si besoin est.
- Vérifiez l'installation de la colonne à ses deux extrémités.
- Sélectionnez une colonne de meilleure résolution.

Traînées des pics

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

- Quels sont les pics présentant une traînée ?
- Les traînées de pics correspondent-elles à des composants actifs, à tous les composants ou représente-t-elles des tendances (par exemple des élués en avance ou des élués tardifs) ?



- Vérifiez que la colonne ne présente pas de contamination importante.
 - Si vous utilisez une colonne capillaire, retirez 1/2 à 1 mètre à partir de l'avant de la colonne.
 - Pour les phases liées et croisées, rincez la colonne au solvant.
 - Vérifiez l'éventuelle contamination de l'injecteur. Les traînées augmentent parfois avec la rétention des composés. Nettoyez l'injecteur et remplacez les pièces contaminées de l'injecteur. (Reportez-vous au manuel de maintenance.)
- Prenez en compte la phase stationnaire de la colonne (colonne active). Cela affecte uniquement les composés actifs. Une colonne active produit généralement des traînées qui augmentent avec le temps de rétention.
- Coupez
 - à 1 mètre à partir de l'avant de la colonne.
 - Remplacez la colonne.
- Vérifiez que la colonne a été coupée et installée correctement.
 - Coupez de nouveau et réinstallez la colonne dans l'injecteur, puis remplacez les ferrules. Réalisez une découpe carrée et propre, à l'aide d'un outil de confiance.
 - Assurez-vous que l'installation ne présente aucune fuite. S'il existe une fuite au niveau du raccord de la colonne, vous verrez davantage de traînées pour les pics élués en premier. (voir la section « Recherche de fuites »).
- Prenez en compte le type des raccords, des manchons et des joints d'étanchéité de l'injecteur utilisés. L'un de ces éléments est peut-être contaminé ou actif.
 - Utilisez un manchon nouveau et désactivé. Cela affecte uniquement les composés actifs.
 - Nettoyez ou remplacez le joint d'étanchéité de l'injecteur.

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

Traînées des pics du NPD

Dans le cas du NPD, procédez comme suit :

- Vérifiez que vous utilisez une buse appropriée à l'échantillon analysé. Si vous procédez à l'analyse de phosphore, installez une buse noire. Les buses blanches peuvent entraîner la génération de traînées de pics lors de l'analyse de phosphore.
- Vérifiez que la bonne buse est installée. Utilisez une buse étendue.
- Remplacez les isolants en céramique.

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

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

- Vérifiez l'absence de contamination dans l'injecteur. Nettoyez ou remplacez le manchon le cas échéant. Remplacez toutes les pièces consommables de l'injecteur. Reportez-vous au manuel de maintenance.
- Réglez la température de l'injecteur.
- Effectuez des analyses par rapport à une méthode connue afin de déterminer les performances attendues.

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

- Vérifiez le type du manchon. Utilisez un manchon optimisé pour l'analyse avec division—une contenant de la laine de verre ou un autre emballage de zone de surface pour permettre une vaporisation complète de l'échantillon.
- Augmentez la température de l'injecteur et vérifiez que la coupelle d'isolation est en place et contient de l'isolant.
- Vérifiez la découpe et le montage de la colonne dans l'injecteur.

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

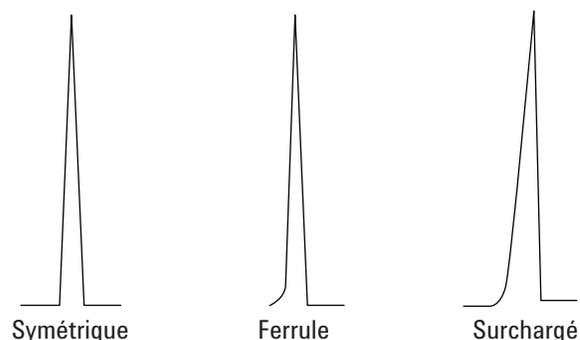
- Vérifiez l'absence de fuite dans l'injecteur. (voir la section « **Recherche de fuites** »).
- Vérifiez le type du manchon. Utilisez un manchon optimisé pour l'analyse sans division (volume important, désactivé).
- Vérifiez que la température de départ du four est inférieure au point d'ébullition du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

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

- Diminuez la température de l'injecteur.
- Vérifiez l'absence d'air ou d'eau dans le gaz vecteur, vérifiez la pureté des gaz et le fonctionnement des pièges.
- Vérifiez que le manchon installé est approprié à l'échantillon analysé.
- Procédez à la maintenance complète de l'injecteur : Remplacez toutes les pièces consommables et procédez au dégazage de l'injecteur.
- Installez un manchon désactivé (si un manchon est utilisé).
- Vérifiez l'absence de fuite au niveau des raccords de septum, de manchon et de colonne. (voir la section « **Recherche de fuites** »).
- Installez un manchon à raccord direct Agilent.
- Utilisez une méthode à pression pulsée pour accélérer le transfert d'échantillon dans la colonne.
- Procédez au dégazage de l'injecteur.
- Nettoyez l'injecteur.

Front de pic

La figure ci-dessus représente des exemples de trois types de pics : symétrique, front et surcharge.



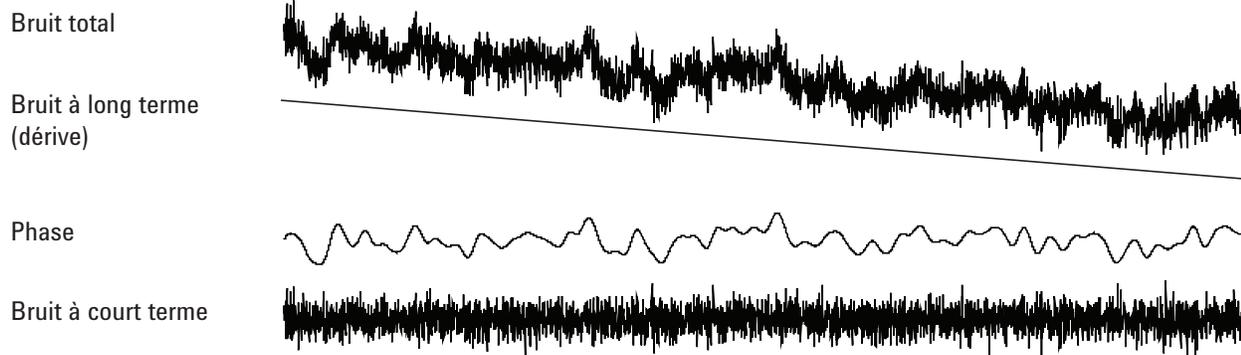
Si un front ou une surcharge de pic apparaît, essayez la procédure suivante :

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

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

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

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



Ligne de base bruitée

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

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

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

- Prenez en compte les modifications récentes apportées au système.
- Procédez au dégazage de l'injecteur.

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

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

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

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

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

- Procédez au dégazage du détecteur.
- Vérifiez l'absence de contamination du détecteur. Remplacez les pièces selon les besoins. (Reportez-vous au manuel de maintenance.)
- Vérifiez l'absence de contamination dans la colonne et l'injecteur.
- Vérifiez l'absence de contamination dans le DIF ou le NPD.
 - **Vérifier qu'un injecteur DIF n'est pas bouché**
 - **Vérifier qu'une buse NPD n'est pas bouchée**
- Vérifiez que le tube du photomultiplicateur du FPD+ est monté correctement. Si ce n'est pas le cas, de faibles fuites et en conséquence du bruit peuvent en résulter.

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

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

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

Pour supprimer ces types de dépôts, démontez le détecteur et frottez avec une petite brosse. Un solvant (peu importe lequel) aide à mieux éliminer les particules. Agilent conseille de remplacer les pièces encrassées de collecteur et d'isolant.

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

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

Gigue et dérive de la ligne de base.

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

Si une gigue de la ligne de base apparaît, vérifiez l'absence de fuite, en particulier au niveau du septum et de la colonne. (voir la section « **Recherche de fuites** » à la page 117). Si la fuite se situe au niveau à l'extrémité de la colonne où se trouve le détecteur, les temps de rétention sont stables d'une analyse à l'autre, mais la sensibilité est réduite. Si elle se situe à l'extrémité de l'injecteur, la sensibilité est réduite et les temps de rétention augmentés.

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

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

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

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

Transitions brusques de la ligne de base

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

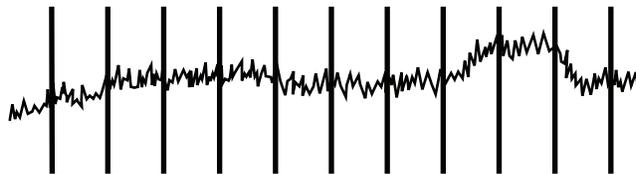


Figure 1. Transition cyclique

La transition cyclique peut être provoquée par les éléments suivants :

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

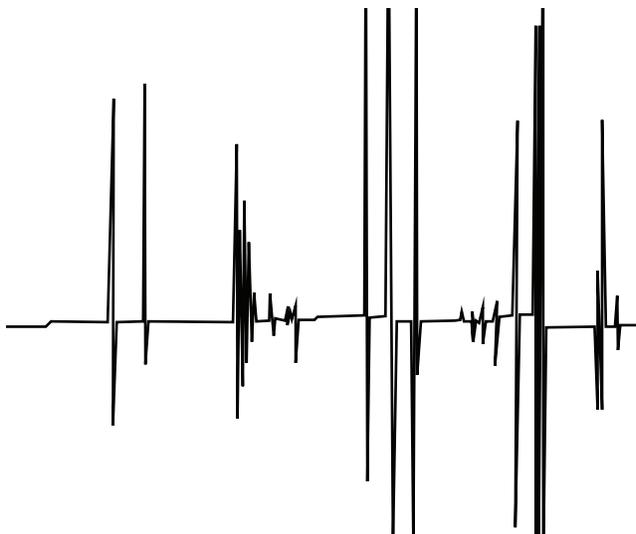


Figure 2. Transition aléatoire

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

-
- Vérifiez qu'aucun détecteur n'est contaminé. Dans un DIF extrêmement encrassé, les particules de carbone ou de dioxyde de silicium peuvent se briser et tomber dans la zone de détection.

3 Symptômes chromatographiques

- Dans le cas d'une colonne remplie, vérifiez que la sortie de celle-ci est convenablement obturée à l'aide de laine de verre. Les particules de remplissage sont alors aspirées dans le détecteur. Une fiche de laine de verre défectueuse ou absente à la sortie de la colonne remplie provoquera ce comportement. Cela peut se produire avec n'importe quel détecteur, mais un détecteur à flamme y est particulièrement sensible en raison de l'orifice étroit de la buse.
- Vérifiez le montage de la colonne remplie. Le bas de la buse ou l'extrémité d'un tube de transfert pénètre dans l'extrémité de la colonne. En cas de contact avec une fiche de laine de verre, des pointes se produisent.
- Vérifiez que la buse utilisée est la bonne.
- Vérifiez que la température du détecteur n'est pas trop basse.

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

ATTENTION

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

AVERTISSEMENT

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

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

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

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

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

Voir aussi :

« Évaluation du signal affiché »

« Sensibilité »

Évaluation du signal affiché

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

Tableau 3 Évaluation du signal ECD

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

REMARQUE

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

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

Étapes du cycle de vie ECD typique :

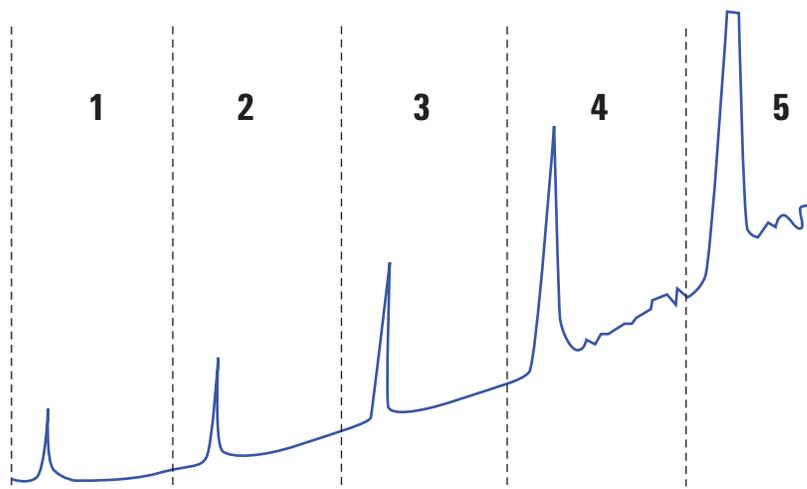


Figure 3. Cycle de vie ECD typique

3 Symptômes chromatographiques

Étape 1 : Nouvelle cellule

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

Étape 2 : 6 mois – 1 an

Bruit de fond = 180 Hz. Réponse augmentée.

Étape 3 : 1–2 ans

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

Étape 4 : 2-4 ans

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

Étape 5 : 4-10 ans

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

Figure 3. Cycle de vie ECD typique

Sensibilité

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

- 1 Si vous utilisez un injecteur en modes avec/sans division, vérifiez que le mode n'a pas changé et que la vanne de division fonctionne. Pour ce faire, vérifiez la modification correspondante dans la réponse en réalisant une injection avec division, puis une autre sans division, en conservant les autres paramètres de méthode. Si vous utilisez le mode avec division, vérifiez le débit de division à l'aide d'un débitmètre.
- 2 Contrôlez tous les débits. Voir la section « **Mesure du flux dans un DIF, un TCD, un ECD ou un FPD+** ».
- 3 Assurez-vous qu'une maintenance complète de l'injecteur a été réalisée. Cette opération inclut la découpe et la réinstallation de la colonne.
- 4 Vérifiez le bon fonctionnement du dispositif d'injection. Si la méthode utilise une vanne d'échantillonnage, réalisez une injection directe par seringue d'une concentration similaire à celle introduite par la vanne. Excluez tout problème avec la vanne.
- 5 Inspectez le manchon mélangeur dans le raccord de gaz d'appoint. Un petit morceau de graphite ou une légère contamination de l'échantillon réduisent la sensibilité.

Contamination (ligne de base élevée)

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

- Excluez toutes les autres causes possibles. Voir « **Sensibilité** » ci-dessus. Vérifiez également les alimentations en gaz vecteur et du détecteur, les pièges à gaz et la colonne.
- Inspectez le manchon mélangeur dans le raccord de gaz d'appoint. Un petit morceau de graphite peut contaminer les résultats.
- Si la ligne de base du détecteur est > 500 Hz, quel que soit l'âge du détecteur, dégazez le détecteur. Laissez-le fonctionner pendant 1 à 2 jours.

Faibles surface ou hauteur de pics (faible sensibilité)

- Si vous utilisez un injecteur en mode avec division, vérifiez le rapport de division.
- Vérifiez qu'il n'y a pas de fuite. (voir la section « **Recherche de fuites** »). Pour résoudre les problèmes concernant les petites fuites d'un injecteur multimode ou avec/sans division, voir **Chercher manuellement des fuites dans un injecteur avec/sans division** ou **Chercher manuellement des fuites dans un injecteur multimode**.
- Vérifiez l'absence de contamination dans l'injecteur. (voir la section « **Contamination ou transmission** »).
- Contrôlez toutes les colonnes et vérifiez qu'elles ont été découpées et montées correctement à chaque extrémité.
- Vérifiez que le type de colonne est le bon.
- Effectuez la maintenance de la colonne : Procédez au dégazage de la colonne, retirez en la partie contaminée située près de l'injecteur, puis effectuez l'inversion et le dégazage de la colonne si besoin est.
- Vérifiez que le type de manchon installé est approprié à l'échantillon.
- Vérifiez que le réglage des flux dans le détecteur est correct.

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

- **Mesure du flux dans un détecteur**
- **Vérifier qu'un injecteur DIF n'est pas bouché**
- **Vérifier qu'une buse NPD n'est pas bouchée**
- Vérifiez la pureté des gaz de l'alimentation.
- Vérifiez les indicateurs et la date de l'ensemble des pièges.
- Vérifiez que les paramètres de la méthode sont corrects.
- Les propriétés de certains échantillons changent sous l'effet de la chaleur ou des ultraviolets. Contrôlez la stabilité de l'échantillon.
- Vérifiez la configuration de la dimension de la seringue. La dimension de certaines seringues est indiquée à demi-capacité. Si le volume maximum de la seringue est marqué à mi-hauteur du cylindre, entrez le **double** du volume indiqué lorsque vous configurez la dimension de la seringue.
- Si la réduction de la surface ou de la hauteur du pic se produit graduellement en raison d'une augmentation de la ligne de base, plutôt qu'une variation soudaine, vérifiez que le détecteur ne présente pas de contamination. Procédez au dégazage du détecteur.

Si vous utilisez un DIF :

- Vérifiez que la bonne buse est installée.
- Vérifiez que les buses sont propres.
- Vérifiez qu'aucune pièce du détecteur n'est contaminée.
 - **Vérifier qu'un injecteur DIF n'est pas bouché**

Si vous utilisez un ECD :

- Remplacer le manchon mélangeur rainuré en silice fondue.
- Remplacez la colonne et remettez-la en place.
- Nettoyez le raccord du gaz d'appoint.

Si vous utilisez un NPD :

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

Si vous utilisez un FPD+ :

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

Résoudre les problèmes de faible sensibilité du DIF

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

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

- 1 Vérifiez les paramètres de débit du détecteur.

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

- 2 Mesurez les flux réels dans le détecteur. Voir la section « **Mesure du flux dans un détecteur** ». Si les débits réels d'hydrogène, d'appoint et de la colonne capillaire sont inférieurs à l'affichage, la buse commence à se boucher. Voir la section « **Vérifier qu'un injecteur DIF n'est pas bouché** ». Remplacez la buse.

3

- 4 Vérifiez que la colonne est installée correctement. Réinstallez-la. Assurez-vous que la colonne est installée correctement sur toute sa longueur et retirée sur 1–2 mm (DI de la colonne > 100 µm).

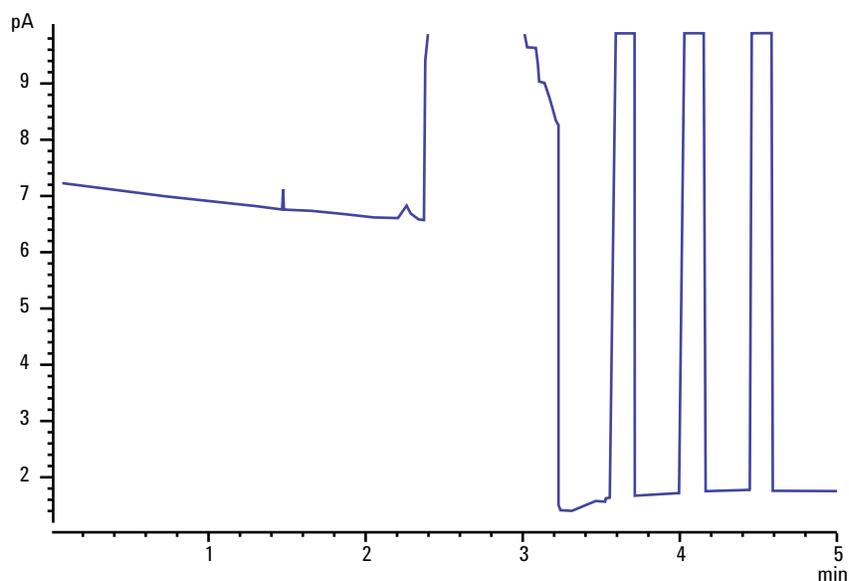
- 5 Vérifiez les paramètres de l'injecteur qui contrôlent la ventilation, tels que le rapport de division et le délai de purge sans division. Assurez-vous que l'échantillon n'est pas ventilé par inadvertance.

3 Symptômes chromatographiques

- 6 Réalisez la maintenance de l'injecteur (remplacez toutes les pièces consommables), puis effectuez un test de pression sur l'injecteur. Reportez-vous au manuel de maintenance et à « **Recherche de fuites** ».
- 7 Procédez à la maintenance complète du DIF. Démontez le DIF et nettoyez ou remplacez toutes les pièces.

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

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



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

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

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

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

- Vérifiez que le paramètre **Lit offset** du DIF est approprié à l'analyse (typiquement <2.0 pA).
- Vérifiez si un pic aromatique ou de l'eau n'ont pas éteint la flamme.
- Vérifiez que les buses ne sont pas partiellement bouchées. Mesurez les flux réels de l'hydrogène, de l'air et du gaz d'appoint dans le détecteur. (voir la section « **Mesure du flux dans un détecteur** »). Remplacez la buse si nécessaire.
- Vérifiez que la colonne est installée correctement. Réinstallez-la. Assurez-vous que la colonne est installée correctement sur toute sa longueur et retirée sur 1–2 mm (DI de la colonne > 100 µm).
- Vérifiez l'absence de fuite au niveau du raccord de colonne sur le détecteur. (voir la section « **Recherche de fuites** »).

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

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

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

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

- 1** Vérifiez si le ressort d'interconnexion est plié. Retirez l'assemblage du collecteur et inspectez le ressort.
- 2** Démontez l'assemblage du collecteur et recherchez une éventuelle accumulation de rouille sur les pièces. Remplacez les pièces selon les besoins. Pour éviter ce problème, maintenez la température du détecteur > 300 °C.
- 3** Vérifiez la présence éventuelle de carbonisation dans le détecteur provoquée par l'injection ou des solvants chlorés ou aromatiques. Pour éviter ce problème, utilisez le détecteur à une température >300 °C. Remontez et installez le collecteur et utilisez le détecteur avec des débits élevés d'air et d'hydrogène (air à 450 ml/min, hydrogène à 35 ml/min).

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

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

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

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

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

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

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

Réinitialisez la valeur **Lit offset** sur 2.0.

Inhibition/reproductibilité du FPD+

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

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

Pour remédier à l'inhibition des hydrocarbures :

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

Sortie du FPD+ trop élevée ou trop faible

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

Tableau 4

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

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

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

Surfaces des pics du FPD+ faibles

- Contrôlez la configuration des flux puis mesurez les flux réels dans le détecteur. (voir la section « **Mesure du flux dans un détecteur** »).
- Procédez à la maintenance complète de l'injecteur : Remplacez toutes les pièces consommables et procédez au dégazage de l'injecteur.
- Effectuez la maintenance de la colonne : Procédez au dégazage de la colonne, retirez en la partie contaminée située près de l'injecteur, puis effectuez l'inversion et le dégazage de la colonne si besoin est.
- Vérifiez que la colonne est montée correctement.
- Prenez en compte le type de filtre (soufre ou phosphore).
- Vérifiez que le système ne présente pas de fuite. (voir la section « **Recherche de fuites** »).
- Vérifiez que les réglages de la méthode sont appropriés.
- Contrôlez les débits.
- Contrôlez le type du gaz d'appoint.

Largeur importante du pic à mi-hauteur du FPD+

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

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

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

- Vérifiez la pureté des gaz de l'alimentation.
- Vérifiez les indicateurs et la date de l'ensemble des pièges.
- Vérifiez l'absence de contamination dans le détecteur.
- Vérifiez qu'il n'y a pas de fuite faible au niveau du tube du photomultiplicateur (PMT), resserrez le PMT s'il est desserré.
- Procédez à la maintenance complète de l'injecteur : Remplacez toutes les pièces consommables et procédez au dégazage de l'injecteur.
- Effectuez la maintenance de la colonne : Procédez au dégazage si besoin est.

Sortie chromatographique du FPD montrant des pics écrêtés

Si vous disposez d'une application dans la limite supérieure de la plage dynamique (particulièrement avec le soufre), vous devez peut-être désensibiliser votre instrument. Remplacez le filtre soufre 1000-1437 par la pièce de filtre 19256-80000. Puis fixez les débits de gaz du détecteur sur les valeurs utilisées dans la méthode de vérification du phosphore. Cela augmente la ligne de base, mais avec quelques pertes dans le rapport signal/bruit.

Il devrait n'y avoir aucun problème avec la solution et l'utilisation de l'hydrogène. Cependant, veuillez tenir compte de l'avertissement suivant.

AVERTISSEMENT

L'hydrogène est un gaz inflammable et potentiellement explosif. Assurez-vous de désactiver la gaz d'hydrogène à la source jusqu'à réaliser tous les raccords. De même, testez l'étanchéité des raccords, des conduites et des vannes avant de vous servir ou d'effectuer la maintenance de l'instrument.

Inhibition du solvant dans le NPD

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

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

Réponse faible du NPD

- Procédez à la maintenance complète de l'injecteur : Remplacez toutes les pièces consommables et procédez au dégazage de l'injecteur.
- Effectuez la maintenance de la colonne : Procédez au dégazage si besoin est. Vérifiez la bonne installation de la colonne.
- Une concentration importante de solvant a éteint le plasma d'hydrogène/air. Démarrez le gaz d'appoint à un débit de 5 ml/min.
- Vérifiez que de l'hydrogène provient de l'alimentation externe. Vérifiez que le débit et la pression sont activés sur le clavier. Le début d'hydrogène doit se situer entre 1 et 5,5 ml/min. Mesurez le flux de gaz réel dans le détecteur. (voir la section « **Mesure du flux dans un détecteur** »).
- Vérifiez que les buses ne sont pas partiellement bouchées. Voir la section **Vérifier qu'un injecteur DIF n'est pas bouché**.
- Vérifiez que la buse est activée. Utilisez un miroir pour regarder à travers l'orifice de mise à l'air sur le couvercle du détecteur et vérifiez que la buse luit d'une couleur orange. Si la buse ne luit pas, vérifiez le signal d'arrière-plan du détecteur. Mettez la buse hors tension pour établir un niveau de référence, puis allumez la buse et observez une forte augmentation dans la sortie, ce qui indique que l'allumage s'est produit. Si une tension 4 V est fournie à la buse mais qu'elle ne s'allume pas, (visible dans **Paramètres > Mode Service > Détecteurs > Signal**), elle est certainement brûlée. Remplacez la buse.

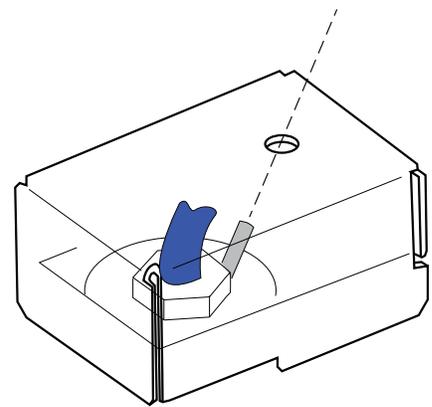
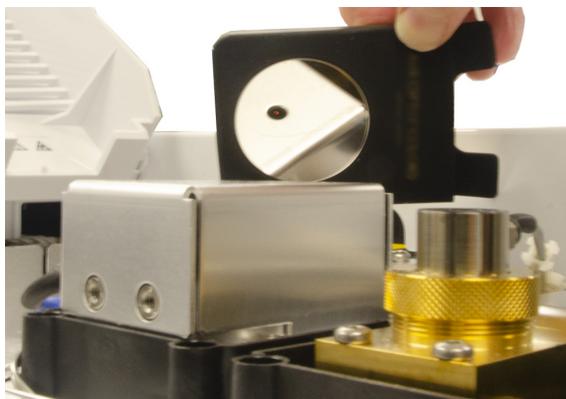


Figure 4. Buse blois allumée

AVERTISSEMENT

Les émissions du détecteur peuvent devenir très chauds et provoquer de graves brûlures. Utilisez une protection adéquate comme des lunettes de sécurité ou un miroir en vérifiant si la buse s'allume.

- Remplacez les isolants/le collecteur.
- Vérifiez la présence éventuelle d'une contamination de phase liquide (phases polaires).

Sortie de la ligne de base du NPD > 8 millions

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

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

- Inspectez la buse pour contrôler si elle bouchée. (voir la section « **Vérifier qu'une buse NPD n'est pas bouchée** » à la page 159).
- Mesurez les flux réels dans le détecteur. (voir la section « **Mesure du flux dans un détecteur** » à la page 145). Si les flux d'hydrogène ou de gaz d'appoint sont nuls ou beaucoup plus faibles que le flux affiché, suspectez une buse bouchée.
- Vérifiez l'état de la buse. Remplacez-la le cas échéant.
- Vérifiez que le réglage des flux est correct.
- Si le processus échoue toujours, cela peut être dû à une fuite plus importante dans le système. Le débit mesuré est donc différent du débit véritable. Vérifiez soigneusement la possibilité d'une fuite dans tout le système, en particulier le raccord de colonne du détecteur. (voir la section « **Recherche de fuites** » à la page 117).
-

Sélectivité du NPD faible

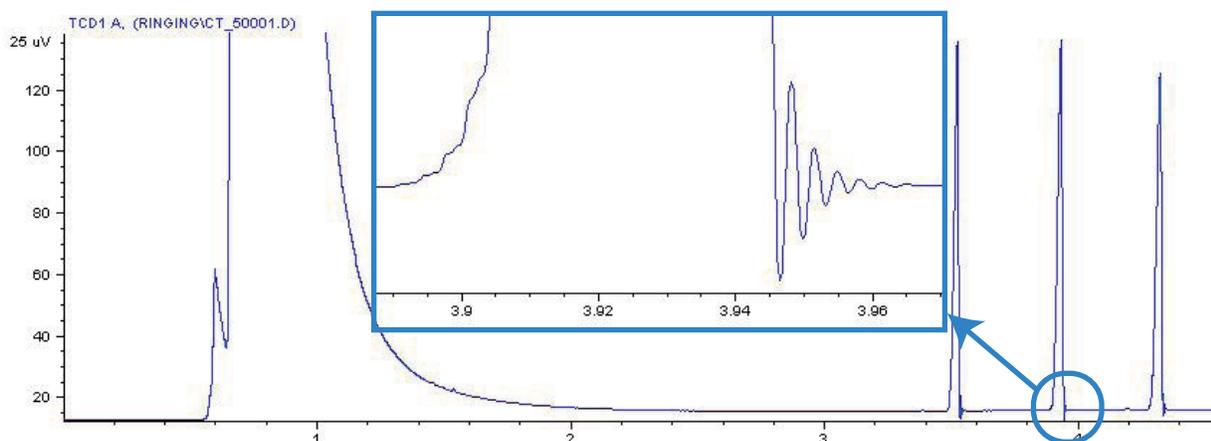
(Forte réponse aux hydrocarbures par rapport à l'azote ou au phosphore.)

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

Pics négatifs observés avec le TCD

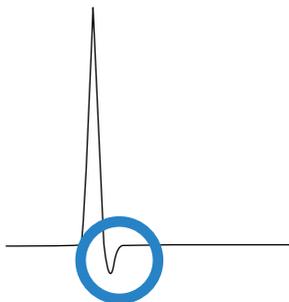
- Vérifiez que le type de gaz utilisé est le bon.
- Recherchez une fuite éventuelle dans le système, en particulier au niveau du raccord de colonne sur le détecteur. (voir la section « **Recherche de fuites** » à la page 117).
- Tenez compte de la conductivité thermique des analyses par rapport au vecteur.
- Prenez en compte la sensibilité des analyses.
- Contrôlez la configuration des flux puis mesurez les flux réels dans le détecteur. (voir la section « **Mesure du flux dans un détecteur** » à la page 145).

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



Le débit des données sélectionné dans le système de données est incorrect. Dans le cas du TCD, le débit des données doit être ≤ 5 Hz.

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



- Vérifiez l'absence de fuite au niveau du raccord de colonne sur le détecteur. (voir la section « **Recherche de fuites** » à la page 117).
- Améliorez le détecteur en installant un filament passivé.

Symptômes Not Ready du CPG

Le CPG n'est jamais prêt 82

Le flux n'est jamais prêt 83

Le four ne refroidit jamais ou refroidit très lentement 84

Le four ne chauffe pas 85

La température n'est jamais prête 86

Impossible de régler le flux ou la pression 87

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

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

La pression ou le flux dans l'injecteur fluctuent 90

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

Le flux de colonne mesuré est différent du flux affiché 92

Le DIF ne s'allume pas 93

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

Flux d'hydrogène et de gaz d'appoint mesurés dans le DIF ou le NPD très inférieurs à la valeur de consigne 96

Echec du processus de réglage du décalage du NPD 97

Le FPD+ ne s'allume pas 98

Vanne à l'état Not Ready 100

La présente section traite des anomalies et des symptômes se produisant lorsque le CPG est en marche mais ne parvient pas à effectuer des analyses. Cela se traduit par l'affichage d'un avertissement « Not Ready », de messages d'erreur ou d'autres symptômes.

Le CPG n'est jamais prêt

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

- Sélectionnez le plateau d'état/de commande, ou un composant dans **Méthode** pour voir les points ou les conditions qui ne sont pas prêts.
- Vérifiez qu'aucun échantillon ne cause de problème.
- Vérifiez si le système de données présente un problème.
- Si vous effectuez des injections manuelles en mode sans division ou en mode d'économie de gaz, vous devrez sans doute sélectionner  pour préparer l'injecteur pour l'injection. Effectuez cette procédure, par exemple, pour :
 - Actionner la vanne de purge de l'injecteur avant une injection en mode sans division
 - Effectuer les préparatifs d'une injection pulsée
 - Désactiver l'économiseur de gaz.

Pour plus d'informations sur , reportez-vous au Manuel d'utilisation CPG Agilent 8890.

Le flux n'est jamais prêt

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

- Vérifiez que l'alimentation en gaz délivre une pression d'alimentation suffisante.
- Vérifiez les restricteurs installés dans le module EPC Aux (le cas échéant).
- Vérifiez le type du gaz configuré. Celui-ci doit correspondre au gaz réellement introduit dans le CPG.
- Vérifiez l'absence de fuite dans les conduites d'alimentation en gaz et dans le CPG. (voir la section « **Recherche de fuites** » à la page 117).

Le four ne refroidit jamais ou refroidit très lentement

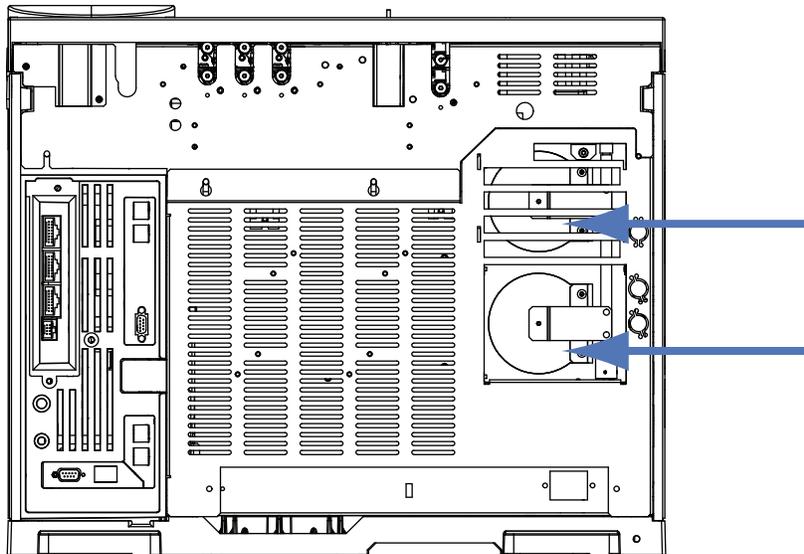
Si le four ne se refroidit pas ou se refroidit très lentement, procédez comme suit :

AVERTISSEMENT

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

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

Si les volets ne fonctionnent pas sans à-coups, prenez contact avec le service après-vente Agilent.



Si vous utilisez un refroidissement cryogénique :

- Vérifiez qu'il y a suffisamment de refroidisseur cryogénique.
- Vérifiez que les limites d'utilisation ne sont pas atteintes.
-

Le four ne chauffe pas

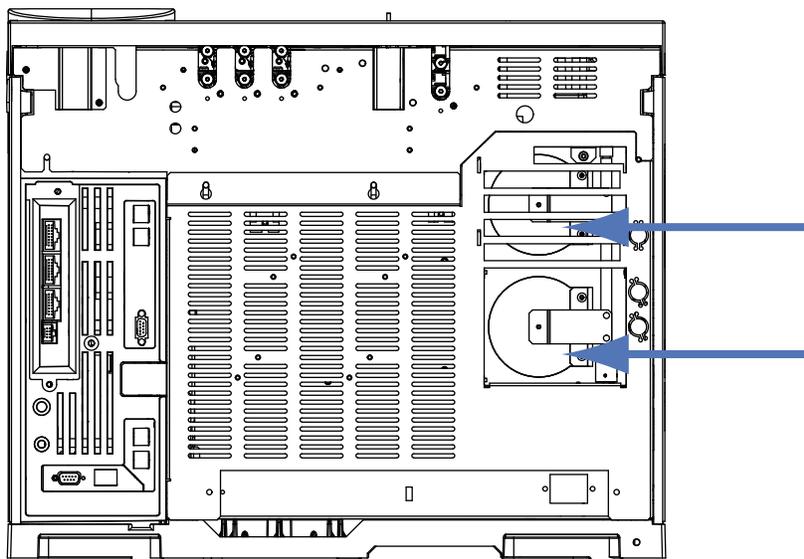
- Sélectionnez **Diagnostics** pour vérifier les erreurs à signaler à Agilent.

AVERTISSEMENT

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

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

Si un volet est coincé en position ouverte ou si les volets sont fermés et que le four ne chauffe toujours pas, prenez contact avec Agilent.



3

La température n'est jamais prête

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

- Vérifiez qu'il ne manque pas une coupelle d'isolation sur un injecteur ou un détecteur.
- Recherchez les éventuelles différences de température importantes entre le four et l'injecteur ou le détecteur.
- Vérifiez qu'il ne manque pas un isolant autour de l'injecteur ou du détecteur.
- Si vous utilisez le refroidissement cryogénique d'injecteur (COC, PTV ou MMI) :
 - Vérifiez le niveau de refroidisseur cryogénique.
 - Vérifiez que les limites d'utilisation ne sont pas atteintes. Si, par exemple, vous utilisez le CPG dans une pièce chaude avec une température de four élevée et une température d'injecteur très basse, un injecteur risque de ne pas pouvoir atteindre la température souhaitée.

Impossible de régler le flux ou la pression

Si vous ne parvenez pas à régler le flux ou la pression lorsque vous utilisez des injecteurs avec/sans division, MMI, PTV, VI ou cool on-column, procédez comme suit :

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

Si vous ne parvenez pas à régler le flux ou la pression lorsque vous utilisez un injecteur rempli purgé, procédez comme suit :

- Vérifiez le mode de la colonne.
- Vérifiez que le flux est établi.
- Vérifiez le mode de l'injecteur. En cas d'utilisation d'une régulation du flux d'injecteur, vous pouvez définir que des modes de régulation de flux pour les colonnes. En cas d'utilisation d'une régulation de pression d'injecteur, vous pouvez définir des modes de régulation à la fois de flux et de pression pour les colonnes.

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

Si un injecteur n'atteint pas sa valeur de consigne pour la pression, il s'éteint après un délai fonction du type de l'injecteur. Procédez comme suit :

- Vérifiez que la pression de l'alimentation en gaz est suffisante. La pression de l'alimentation doit être d'au moins 10 psi supérieure à celle de la valeur de consigne souhaitée.
- Vérifiez qu'il n'y a pas de fuite. (voir la section « **Recherche de fuites** » à la page 117). Le système présente peut-être une fuite importante. Utilisez le détecteur de fuites électronique, puis remédiez au problème de fuite. N'oubliez pas de vérifier la colonne : une colonne cassée constitue une grande fuite.
- Pour résoudre les problèmes concernant l'injecteur multimode ou avec/sans division, voir « **Chercher manuellement des fuites dans un injecteur multimode** » à la page 129 ou « **Chercher manuellement des fuites dans un injecteur avec/sans division** » à la page 126.
- Si vous utilisez l'économiseur de gaz, assurez-vous que le débit correspondant est suffisamment élevé pour maintenir la pression en tête de colonne maximum.
- Vérifiez qu'aucune colonne n'a été mal montée.
- Vérifiez si un injecteur ou un capteur de pression du détecteur est défectueux.

Si vous utilisez un injecteur avec/sans division, un injecteur MMI, un injecteur PTV ou une interface pour produits volatils :

- Vérifiez le rapport de division. Augmentez le flux de division.

Un gaz dépasse la valeur de consigne de la pression ou du flux

Si un gaz dépasse sa valeur de consigne pour la pression ou le flux, procédez comme suit :

Si vous utilisez un injecteur avec/sans division, un injecteur MMI, un injecteur PTV ou une interface pour produits volatils :

- Diminuez le rapport de division.
- Remplacez le filtre de fuite. Consultez la procédure pour SS, MMI, PTV ou VI.
- Vérifiez que la ligne du piège de fuite n'est pas affectée par une contamination ou un étranglement anormal. Exécutez le test d'étranglement des utilitaires pour instruments Agilent, si disponible, ou à partir du panneau avant du CPG. Cf.
 - **Vérifier ou surveiller la contre-pression de la ligne de fuite**
 - **Exécutez le test de limitation de ligne de fuite.**
- Remplacez le tube et le piège de ligne de fuite. Reportez-vous au manuel d'entretien.
- Vérifiez que le manchon correct a été sélectionné (s'il y en a un).
- Vérifiez que les paramètres de pression de la méthode pour l'injecteur SS soient au-dessus des paramètres minimaux viables disponibles sur le CPG. Voir la section **Tableau 5** à la page 91.
- Vérifiez que le joint d'étanchéité en or n'est pas contaminé (injecteur avec/sans division).
- Pour un injecteur avec/sans division, si vous utilisez un manchon entraînant un étranglement, installez un joint doré à débit élevé.

Si vous utilisez un DIF ou un NPD :

- Vérifiez que les buses ne sont pas bouchées. Voir « **Vérifier qu'un injecteur DIF n'est pas bouché** » à la page 158 ou « **Vérifier qu'une buse NPD n'est pas bouchée** » à la page 159.

Vannes :

- Vérifiez si un rotor n'est pas mal aligné. Aligned le rotor, le cas échéant.

La pression ou le flux dans l'injecteur fluctuent

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

- Vérifiez que le purificateur de gaz ou le générateur de gaz ne fonctionnent pas à plein rendement ou proche du plein rendement.
- Vérifiez que l'alimentation en gaz délivre une pression d'alimentation suffisante.
- vérifiez que le régulateur de pression d'alimentation fonctionne correctement. Les systèmes dotés de tubes d'alimentation longs peuvent avoir besoin d'un régulateur décroissant à proximité du CPG. De même, utilisez un régulateur supplémentaire pour lisser les fluctuations provoquées par les générateurs de gaz.
- Vérifiez qu'il n'y a pas de fuite. (voir la section « **Recherche de fuites** » à la page 117). Le système présente peut-être une fuite importante. Utilisez le détecteur de fuites électronique, puis remédiez au problème de fuite. N'oubliez pas de vérifier la colonne : une colonne cassée constitue une grande fuite.
- Vérifiez l'absence d'étranglement important dans le manchon d'injecteur ou le piège de fuite.
- Vérifiez que le bon manchon est installé. Certains manchons présentent d'importantes chutes de pression en raison de leur conception ou d'un emballage serré.
- Surveillez les changements extrêmes de température de la salle pendant les analyses. Remédiez au problème de température du laboratoire ou déplacez les instruments vers un emplacement mieux adapté.
- Vérifiez l'absence d'étranglement dans l'espace de tête, la purge, le piège et tout autre appareil d'échantillonnage externe.
- Vérifiez que la fonction Auto Flow Zero est activée.

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

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

- Utilisez un manchon conçu pour l'analyse avec division.
- Le paramètre de pression de la méthode (ou la pression résultant d'un paramètre de débit) est trop faible pour le type de gaz vecteur. Voir la section **Tableau 5**.

Tableau 5 Pressions d'injecteur minimales viables (approximatives) pour l'injecteur en mode division, en psi (avec/sans division, multimode)

	Débit de fuite (ml/min)			
	50-100	100-200	200-400	400-600
Hélium et hydrogène comme gaz vecteurs				
Manchons avec division - 5183-4647, 19251-60540	2,5	3,5	4,5	6,0
Manchons sans division - 5062-3587, 5181-8818	4,0	5,5	8,0	11,0
Azote comme gaz vecteur				
Manchons avec division - 19251-60540, 5183-4647	3,0	4,0	—	—
Manchons sans division - 5062-3587, 5181-8818	4,0	6,0	—	—

- Vérifiez que les manchons ne sont pas bouchés.
- Vérifiez que la ligne de fuite n'est pas contaminée. Prenez contact avec le service après-vente Agilent pour en effectuer le remplacement le cas échéant.
- **« Vérifier ou surveiller la contre-pression de la ligne de fuite »** à la page 151
 - **« Exécutez le test de limitation de ligne de fuite. »** à la page 152
 -
- Pour l'injecteur avec/sans division, remplacez le scellage or.

Le flux de colonne mesuré est différent du flux affiché

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

- Vérifiez que les flux mesurés sont convertis pour 25 °C et 1 atmosphère.
- Vérifiez la précision de la configuration des dimensions de la colonne, notamment de la longueur réelle (coupée) de la colonne.
- Une colonne courte WCOT DI (<15 m) 0,58 à 0,75 mm est utilisée avec un injecteur capillaire avec/sans division. Le contrôleur de débit total est défini sur une valeur élevée, ce qui génère de la pression dans l'injecteur et entraîne un débit dans la colonne, même avec une pression de point de consigne de zéro. (Dans ces situations, une pression réelle peut être apparaître sur l'affichage, même avec un point de consigne de zéro.) Avec des colonnes courtes, de 530 à 750 mm, maintenez aussi bas que possible le débit total (par exemple, 20 à 30 ml/min). Installez une colonne plus longue offrant une résistance supérieure (par exemple, de 15 à 30 m).
- La ligne ou le piège de fuite sont peut-être bouchés, créant une pression réelle dans l'injecteur supérieure à la pression de consigne. Vérifiez que la ligne de fuite n'est pas entravée. Voir la section « **Exécutez le test de limitation de ligne de fuite.** » à la page 150.
- Si vous utilisez un détecteur de message, vérifiez que la sortie de colonne pour la ligne de transfert est définie sur **MSD**.
- Assurez-vous que la fonction Auto flow zero est activée. Le cas échéant, remettez à zéro le capteur de débit et pression du module de régulation. Si cela ne résout pas le problème, remplacez le module de régulation.

Le DIF ne s'allume pas

- Vérifiez que Lit Offset est $\leq 2,0$ pA.
- Assurez-vous que la température du DIF est suffisamment élevée pour permettre l'allumage (> 150 °C). Agilent recommande une température supérieure à 300 °C.
- Vérifiez que le briquet du DIF luit pendant la séquence d'allumage. (voir la section « **Vérification du fonctionnement du briquet pendant la séquence d'allumage** » à la page 153).
- Essayez d'augmenter les pressions d'alimentation dans le module de régulation des gaz du DIF. La flamme s'allume plus facilement sans modifier les consignes.
- Augmentez le débit d'hydrogène et baissez, ou désactivez, le débit de gaz d'appoint jusqu'à l'allumage, puis réduisez-les aux valeurs habituelles. Recherchez quelles sont les meilleures valeurs.

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

- Vérifiez si une buse est raccordée ou raccordée partiellement. (voir la section « **Vérifier qu'un injecteur DIF n'est pas bouché** » à la page 158).
- Mesurez les débits dans le DIF. Les débits réels doivent être à $\pm 10\%$ du point de consigne. (Voir Conditions de démarrage du DIF.) Le rapport hydrogène:air a une influence significative sur l'allumage. Un mauvais réglage du flux peut empêcher l'allumage de la flamme. (voir la section « **Mesure du flux dans un détecteur** » à la page 145).
- Si la flamme ne s'allume toujours pas, il y a peut-être une fuite importante dans le système. Les fuites importantes sont causées par des débits mesurés différents des débits réels ; il en résulte de mauvaises conditions d'allumage. Recherchez les fuites de manière approfondie dans tout le système, en particulier au niveau du raccord de colonne sur le DIF. (Voir la section « **Recherche de fuites** » à la page 117).
- Vérifiez le débit dans la colonne. (voir la section « **Pour mesure le débit d'une colonne** » à la page 140). Le flux d'hydrogène doit être supérieur à la somme du flux dans la colonne et du flux d'appoint.
- Vérifiez l'absence de fuite au niveau du raccord de colonne sur le DIF.
- Assurez-vous que la température du DIF est suffisamment élevée pour permettre l'allumage (> 150 °C).
- Si l'analyse le permet, remplacez l'azote par de l'hélium (pour le gaz vecteur et d'appoint).
-

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

AVERTISSEMENT

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

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

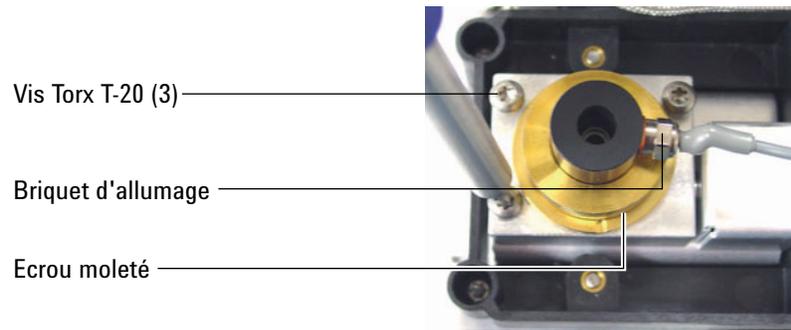


Si le test échoue, vérifiez-en les causes possibles :

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

4 Symptômes Not Ready du CPG

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



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

- Vérifiez si une buse est bouchée (même partiellement). Une buse bouchée crée une contre-pression. Comme le module de régulation utilise le contrôle de la pression, la contre-pression augmentée simule le débit correct. Le débit réel baissera, mais le CPG reste fonctionnel. Cf.
 - « **Vérifier qu'un injecteur DIF n'est pas bouché** » à la page 158
 - « **Vérifier qu'une buse NPD n'est pas bouchée** » à la page 159
- Vérifiez la présence éventuelle de fuite au niveau du raccord de colonne à la base du détecteur.
- Remplacez la buse du ou du NPD.

Echec du processus de réglage du décalage du NPD

- Inspectez la buse pour contrôler si elle bouchée. (Reportez-vous à Vérifier qu'une buse NPD n'est pas bouchée.)
- Mesurez les flux réels dans le détecteur. (Voir Mesure du flux dans un détecteur.) Si les flux d'hydrogène ou de gaz d'appoint sont nuls ou beaucoup plus faibles que le flux affiché, suspectez une buse bouchée.
- Vérifiez l'état de la buse. Remplacez-la le cas échéant.
- Vérifiez que le réglage des flux est correct.
- Si le processus échoue toujours, cela peut être dû à une fuite plus importante dans le système. Le débit mesuré est donc différent du débit véritable. Vérifiez soigneusement la possibilité d'une fuite dans tout le système, en particulier le raccord de colonne du détecteur. (voir la section « **Recherche de fuites** » à la page 117).
-

Le FPD+ ne s'allume pas

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

Tableau 6 Débits recommandés pour le FPD+

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

- Mesurez les flux réels dans le détecteur.
- La colonne a peut-être été installée sur une position trop élevée sur le détecteur.
- Vérifiez le bon fonctionnement du briquet du FPD+.
- Pendant la séquence d'allumage, affichez le flux d'air. Le débit d'air doit s'élever à 400 ml/min lors de la séquence d'allumage. Si ce n'est pas le cas, la pression d'alimentation en air est insuffisante.
- Vérifiez le débit dans la colonne et celui du gaz d'appoint.
- Assurez-vous que la condensation qui se forme dans le tube de mise à l'air ne s'écoule pas dans le détecteur. Le tube de mise à l'air flexible en plastique qui sort du détecteur doit être dirigé dans un récipient, sans s'affaisser, afin d'y canaliser correctement la condensation d'eau. L'extrémité ouverte du tube doit rester hors de l'eau contenue dans le récipient.
- Contrôlez la valeur de **Lit offset**. La valeur typique de **Lit offset** est 2,0. Si la valeur est à zéro, cela signifie que l'auto-allumage n'est pas activé. Si la valeur est trop importante, le logiciel ne reconnaîtra pas que la flamme est allumée et éteindra alors le détecteur.
- Si la flamme n'est toujours pas allumée, cela peut être dû à une fuite plus importante dans le système. Cela peut être provoqué par des débits mesurés différents des débits réels ; il en résulte de mauvaises conditions d'allumage. Recherchez les fuites de manière approfondie dans tout le système. (voir la section « **Recherche de fuites** » à la page 117).
- Essayer d'augmenter les pressions d'alimentation dans le module de régulation des gaz du FPD+. La flamme s'allume plus facilement sans modifier les consignes.

4 Symptômes Not Ready du CPG

- Contrôlez la valeur de **Lit offset**. Si la valeur est à zéro, cela signifie que l'auto-allumage n'est pas activé. Si la valeur est trop importante, le logiciel ne reconnaîtra pas que la flamme est allumée et éteindra alors le détecteur.
- Sous certaines conditions d'utilisation, la flamme s'allumera plus facilement si le tube de mise à l'air est retiré. Après l'allumage de la flamme, installez à nouveau le tube de mise à l'air.
- Vérifiez les connexions des câbles au couplage, la connexion du couplage à l'allumeur, serrez l'allumeur.

Vanne à l'état Not Ready

Le dépannage dépend du type de la vanne.

Vannes externes

Les vannes externes sont connectées au CPG via les mises à l'air externes ou les connecteurs BCD sur le panneau arrière

Cet état Not Ready signifie que l'alimentation +24 V vers les vannes pneumatiques est inférieure, réellement, à +16,5 V. Toutes les vannes sont désactivées pour éviter tout fonctionnement incorrect.

Lorsque la tension complète est rétablie, le CPG revient à l'état prêt.

Cet état Not Ready peut indiquer un problème matériel dans la vanne externe ou dans la carte analogique ou d'alimentation du CPG.

Vannes d'échantillonnage de gaz

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

Vanne multiposition

Une vanne multiposition peut faire passer le CPG à l'état Not Ready pour l'une des raisons suivantes :

- La vanne multiposition ne se trouve pas sur la position du point de consigne. Le CPG reste à l'état Not Ready jusqu'à ce que la vanne atteigne le point de consigne.
- Le câble BCD est absent ou n'est pas branché à la prise. Si le câble est absent, la vanne ne sera jamais prête.
- Le point de consigne BCD est incorrect pour la polarité de sortie BCD. La vanne risque de s'éteindre avec des erreurs Illegal Position ou Not Switching.
- Si la vanne est branchée ou si l'échantillon est visqueux, le temps de basculement peut être trop court pour la vanne. Augmentez le délai de basculement.

Arrêts au niveau de la colonne 102

Arrêts de l'alimentation en hydrogène 103

Arrêts du détecteur d'air 105

Arrêts du SM 106

Arrêts thermiques 108

Arrêts au niveau de la colonne

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

- Indique **Front inlet pressure shutdown** (Chute de pression de l'injecteur avant).
- S'éteint pour éviter d'endommager la colonne.
- Ouvre les volets du four, situés à l'arrière de ce dernier, en position médiane.
- Coupe tous les flux pour la colonne. Les paramètres correspondants clignotent en position **Off**. Par exemple, les flux de colonne ou de purge de septum pour l'injecteur avec/sans division seraient interrompus.
- Arrête tous les autres chauffages. Les paramètres de température correspondants clignotent en position **Off**.
- Toute tentative de remise en marche d'une zone arrêtée échoue et génère un message d'erreur.
- Eteint le filament du TCD.
- Éteint le briquet d'allumage du DIF ou du FPD+ et coupe les flux d'air et de gaz combustible.
- Eteint la buse du NPD et les flux d'air et de gaz combustible.
- 8890 : Communique avec le SM configuré le cas échéant, pour que ce dernier réagisse à l'événement d'arrêt.

Pour revenir à la normale, procédez comme suit.

- 1 Éliminez la cause de l'arrêt. Vérifiez l'alimentation en gaz vecteur. Le CPG exige une pression de gaz de 70 kPa (10 psi) supérieure à la plus haute pression utilisée dans l'analyse. Reportez-vous au Guide de préparation du CPG, du CPG/SM Agilent, et du Site ALS.
 - Vérifiez qu'une colonne n'est pas cassée près de l'injecteur.
 - Vérifiez qu'il n'y a pas de fuite.
 - Remplacez le septum de l'injecteur.
 - Remplacez le joint torique de l'injecteur.
 - Vérifiez la pression d'alimentation.
- 2 Sélectionnez **Diagnostics**. Sélectionnez l'alerte. Sélectionnez **Effacer Arrêt - On** pour effacer l'alerte et allumer toutes les zones. Sélectionnez **Effacer Arrêt - Off** pour effacer l'alerte et allumer toutes les zones à l'exception de la zone d'arrêt.

Arrêts de l'alimentation en hydrogène

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

Hydrogène utilisé dans les injecteurs et les flux de gaz auxiliaires

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

- Il affiche **Hydrogen Safety Shutdown**.
- Il ferme la vanne d'alimentation en gaz vecteur de l'injecteur et interrompt les contrôles de pression et de flux.
- Il ouvre les vannes de fuite dans les injecteurs avec/sans division et PTV.
- Il éteint le chauffage et le ventilateur du four et en ouvre les volets.
- Il éteint tous les chauffages (notamment celui des appareils branchés aux contrôles de chauffage auxiliaire, tels que les chauffages des compartiments à vanne et ceux des lignes de transfert).
- Eteint le filament du TCD.
- Éteint le briquet d'allumage du DIF ou du FPD+ et coupe les flux d'air et de gaz combustible.
- Eteint la buse du NPD et les flux d'air et de gaz combustible.
- Déclenche une alarme sonore.
- 8890 : Communique avec le SM configuré le cas échéant, pour que ce dernier réagisse à l'événement d'arrêt.

AVERTISSEMENT

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

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

- 1 Éliminez la cause de l'arrêt.
 - Remplacez le septum de l'injecteur. Reportez-vous au Manuel de maintenance.
 - Remplacez le joint torique de l'injecteur. Reportez-vous au Manuel de maintenance.
 - Vérifiez qu'aucune colonne n'est cassée.
 - Vérifiez la pression d'alimentation. Assurez-vous que l'alimentation en gaz satisfait aux recommandations de pression indiquées dans le Guide de préparation CPG, CPG/SM et ALS Agilent.
 - Vérifiez que le système ne présente pas de fuite. Voir la section **Conseils pour la recherche de fuites**.

- 2 Coupez puis remettez l'alimentation du CPG.
- 3 Sélectionnez **Diagnostics**. Sélectionnez l'alerte. Sélectionnez **Effacer Arrêt - On** pour effacer l'alerte et allumer toutes les zones. Sélectionnez **Effacer Arrêt - Off** pour effacer l'alerte et allumer toutes les zones à l'exception de la zone d'arrêt.

Capteur d'hydrogène

S'il est équipé du capteur d'hydrogène disponible en option, le CPG effectuera un arrêt de sécurité de l'alimentation en hydrogène si le capteur mesure une concentration d'hydrogène imbrûlé d'environ 1% dans le four (environ 25% de la limite explosive inférieure pour l'hydrogène).

Arrêts du détecteur d'air

Lorsque de l'air est utilisé pour brûler un gaz combustible (hydrogène) dans un détecteur, une alimentation insuffisante en air entraînera un arrêt du canal d'air. Par ailleurs, les flux **Air** et **Hydrogen** du détecteur associé seront mis sur **Off**.

Pour revenir à la normale, procédez comme suit.

- 1 Éliminez la cause de l'arrêt. Vérifiez l'alimentation en air. Le DIF et le NPD nécessitent la fourniture d'une pression de gaz de 380 à 690 kPa (55–100 psi). Le FPD+ nécessite la fourniture d'une pression de gaz de 690 à 827 kPa (100 à 120 psi). Reportez-vous au Guide de préparation du CPG, du CPG/SM Agilent, et du Site ALS.
- 2 Sélectionnez **Diagnostics**. Sélectionnez l'alerte. Sélectionnez **Effacer Arrêt - On** pour effacer l'alerte et allumer toutes les zones. Sélectionnez **Effacer Arrêt - Off** pour effacer l'alerte et allumer toutes les zones à l'exception de la zone d'arrêt.

Arrêts du SM

Si le CPG reçoit un événement d'arrêt d'un SM configuré ou qu'il perd la communication avec celui-ci, le CPG réagit par des changements. Par exemple :

- Mise hors tension du four de la colonne.
- Définition de faibles pressions/débits pour le trajet de débit du SM.
- Désactivation du débit de gaz vecteur (hydrogène), si utilisé.
- Annulation de l'analyse en cours.
- Arrêt du chauffage de la ligne de transfert SM.
- Blocage de toutes les modifications de points de consigne.

Les changements exacts dépendent de l'événement ayant déclenché l'arrêt. Par exemple, le CPG peut réagir différemment face à une perte de communication ou face à une défaillance dans la pompe secondaire du SM.

Lors du dépannage d'un événement Arrêt du DDM :

- 1 Vérifiez tous les événements et journaux du CPG, du SM et du système de données.
Le CPG passe à l'état Arrêt SM dans les cas suivants :

- Le CPG ne peut pas maintenir le débit du gaz vecteur dans le SM.
- Le SM signale un arrêt ou une défaillance.
- Les CPG et le SM perdent la communication établie entre eux.

- 2 Vérifiez l'état actuel des communications.

5977A, 7000C, 7010 :

a Sélectionnez **Paramètres > Configuration > Détecteur**.

b La case **Activer Communication** doit être cochée. Si ce n'est pas le cas, vérifiez les adresses IP saisies pour le CPG et le SM dans le CPG, le SM et le PC. Les adresses IP du CPG et du SM doivent être identiques aux trois emplacements.

c Vérifiez les connexions réseau du CPG et du SM. Le concentrateur ou le commutateur réseau fonctionne-t-il ?

5977B :

a Sélectionnez **Paramètres > Configuration > Détecteur**.

b La case **Activer Communication** doit être cochée..

c Vérifiez les connexions réseau du CPG et du SM. Le concentrateur ou le commutateur réseau fonctionne-t-il ?

Effacement de l'état Arrêt SM

Contrairement aux autres arrêts, vous ne pouvez pas effacer cet état en désactivant un point de consigne (car les changements de point de consigne sont bloqués). Vous devez donc effacer cet état en désactivant les communications du CPG vers le SM.

- 1 Sélectionnez **Paramètres> Configuration > Détecteur**.
- 2 Sélectionnez la case **Activer Communication** pour la décocher.

Si le CPG a initié l'arrêt, vous pouvez maintenant résoudre le problème et remédier à la défaillance du CPG.

Suite à la résolution d'un Arrêt SM

Suite à la résolution du problème sur le CPG ou le SM, rétablissez toujours les communications entre le CPG et le SM.

- 1 Sélectionnez **Paramètres> Configuration > Détecteur**.
- 2 Sélectionnez la case **Activer Communication** pour la cocher.

Arrêts thermiques

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

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

Pour revenir à la normale, procédez comme suit :

- 1 Eliminez la cause de l'arrêt.
 - Vérifiez qu'il ne manque pas un isolant.
- 2 La plupart des arrêts thermiques peuvent être résolus en éteignant la zone thermique.

6

Dépannage de la partie électronique Symptômes de mise sous tension et de communication du CPG

Le CPG ne se met pas en marche 110

Le PC ne parvient pas à établir de communication avec le CPG 111

Le CPG ne peut pas communiquer avec un SM ou un échantillonneur configuré 112

Le CPG se met en marche, puis s'arrête pendant le démarrage (pendant l'autocontrôle) 113

Le CPG ne se met pas en marche

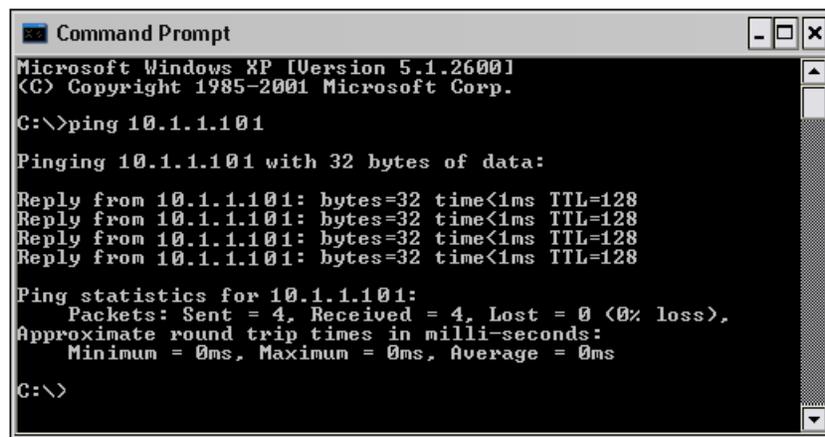
Si le CPG ne se met pas en marche, procédez comme suit :

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

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

- Procédez à un test **Ping**

La commande MS-DOS **ping** permet de vérifier l'état des communications dans une connexion TCP/IP. Pour l'utiliser, ouvrez la fenêtre d'invite de commandes. Saisissez **ping** suivi d'une adresse IP. Par exemple, si l'adresse IP est 10.1.1.101, saisissez **ping 10.1.1.101**. Si les communications du réseau local fonctionnent correctement, la réponse affichera un message de succès. Par exemple :



```

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

C:\>ping 10.1.1.101

Pinging 10.1.1.101 with 32 bytes of data:

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

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

C:\>

```

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

Si le système de données ne peut pas communiquer avec le CPG, vérifiez qu'un autre PC peut contrôler le CPG. Sur le clavier du CPG, sélectionnez **Settings > System Settings > Network**. Si un ordinateur est connecté au CPG, son nom dans le réseau apparaîtra en dessous de la ligne **Enable DHCP**.

Si le test Ping a échoué, procédez comme suit :

- Vérifiez le câblage du réseau local.
- Vérifiez l'adresse IP, le masque de sous-réseau et les adresses de passerelle.
- Assurez-vous que tous les dispositifs réseau (concentrateurs, commutateurs, etc.) sont activés, correctement connectés et qu'ils fonctionnent.
- Assurez-vous que la carte réseau du PC n'est pas défectueuse.
- En cas de liaison directe entre le PC et le CPG, veillez à utiliser un câble réseau à connexions croisées. Si vous utilisez une configuration avec un concentrateur ou un commutateur (ce qui est généralement le cas pour la connexion à un LAN d'un bâtiment ou d'un site), veillez à ne PAS utiliser de câble réseau à connexions croisées.

Le CPG ne peut pas communiquer avec un SM ou un échantillonneur configuré

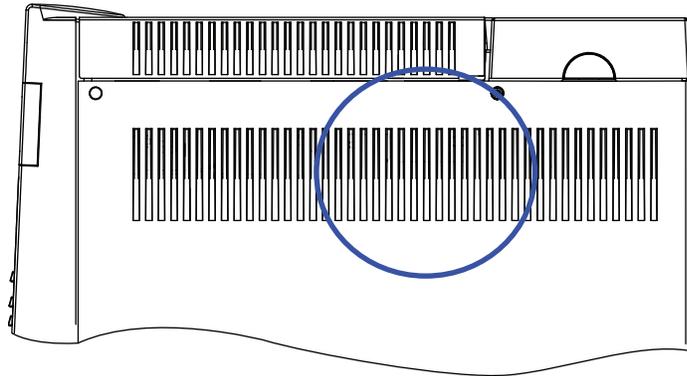
- 1 Vérifiez d'abord que les communications entre le CPG et le SM (ou le CPG et l'échantillonneur) sont actives.
Pour un SM ou un SMD :
 - a Sélectionnez **Paramètres > Configuration > Détecteur**.
 - b Faites défiler jusqu'à la case **Enable Communication**.Pour un échantillonneur :
 - a Sélectionnez **Paramètres > Configuration > Headspace**.
 - b Faites défiler jusqu'à la case **Enable Communication**.Si la case **Enable communication** n'est pas cochée, sélectionnez-la.
Si la case est cochée, mais que le CPG ne peut toujours pas communiquer, poursuivez le dépannage.
- 2 Vérifiez que l'adresse IP du CPG est saisie correctement et apportez les modifications nécessaires, au besoin. L'adresse IP du CPG se trouve dans **Paramètres > Paramètres du système > Réseau**.
- 3 **5977A, 7000C, 7010** : Vérifiez que l'adresse IP du SM ou de l'échantillonneur est saisie correctement dans le CPG. Comparez cette entrée avec l'adresse IP qui apparaît sur l'affichage du SM ou de l'échantillonneur.
5977B : Vérifiez que l'adresse IP du SM est saisie correctement dans le CPG.
- 4 **5977A, 7000C, 7010** : Si vous utilisez un SM, utilisez le clavier du SM pour vérifier les adresses IP du SM et du CPG saisies dans le SM. Elles doivent être identiques à celles saisies dans le CPG.
- 5 Si vous utilisez un échantillonneur, utilisez le clavier de l'échantillonneur pour vérifier les adresses IP de l'échantillonneur et du CPG saisies dans l'échantillonneur. Elles doivent être identiques à celles saisies dans le CPG.
- 6 Si les adresses sont correctement saisies à la fois dans le GPC et le SM ou bien dans l'échantillonneur, envoyez la commande **ping** à chaque instrument à partir d'un ordinateur situé sur le même réseau local. (Voir « **Le PC ne parvient pas à établir de communication avec le CPG** » pour plus d'informations sur la commande PC **ping**).
- 7 Si vous utilisez un système de données Agilent, vérifiez les adresses IP du CPG, de l'échantillonneur et du SM saisies dans le logiciel du système de données. Encore une fois, elles doivent être identiques à celles saisies dans chacun des instruments.

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

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

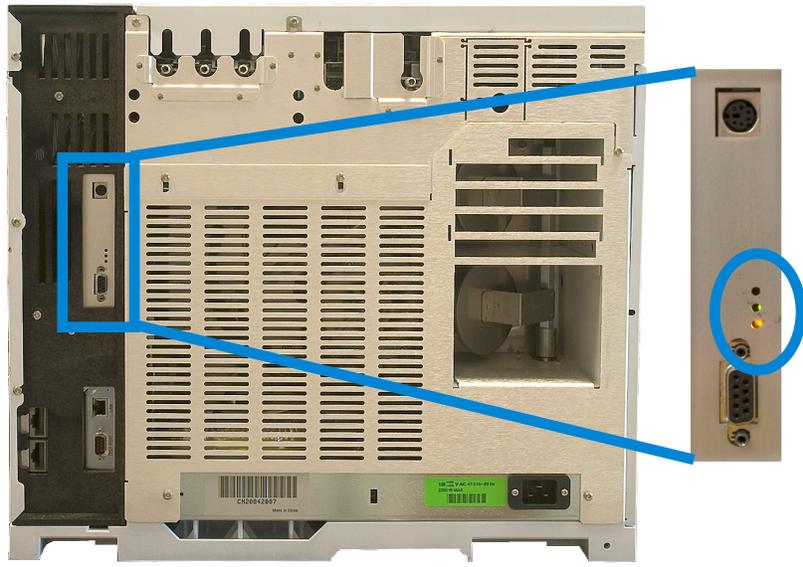
- 1 Mettez le CPG **hors tension**. Attendez une minute, puis mettez le CPG **sous tension**.
- 2 Si le CPG ne revient pas à la normale, notez les messages qui apparaissent à l'écran. Observez le panneau arrière du CPG et les voyants allumés (en vert, jaunes ou rouge) au-dessus du connecteur REMOTE, et notez ceux qui clignotent ou ceux qui sont fixes. (Pour les CPG plus anciens, regardez à travers les fentes situées sur le panneau latéral droit comme illustré ci-dessous.) Prenez contact avec le service après-vente Agilent et communiquez les informations de l'affichage aux techniciens Agilent. (Voir aussi « **Information à fournir en contactant l'Assistance Agilent** » à la page 15".)

6 Dépannage de la partie électronique Symptômes de mise sous tension et de communication du CPG



Modèles de CPG plus anciens : Les voyants sont visibles à travers le panneau latéral.

6 Dépannage de la partie électronique Symptômes de mise sous tension et de communication du CPG



- Conseils pour la recherche de fuites 118
- Rechercher les fuites externes 119
- Rechercher les fuites au niveau du CPG 121
- Fuites au niveau des raccords de flux capillaire 122
- Effectuer une recherche de fuite d'injecteur 123
- Effectuer un test de perte de pression SS 124
- Chercher manuellement des fuites dans un injecteur avec/sans division 126
- Chercher manuellement des fuites dans un injecteur multimode 129
- Pour corriger les fuites dans l'injecteur multimode 132
- Pour effectuer un test de perte de pression pour un injecteur purgé/rempli 133
- Pour corriger des fuites dans l'injecteur rempli purgé 134
- Pour corriger les fuites dans l'injecteur Cool On-Column 135
- Pour corriger les fuites dans l'injecteur PTV 136
- Pour corriger les fuites dans l'interface des produits volatils 137

Conseils pour la recherche de fuites

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

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

AVERTISSEMENT

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

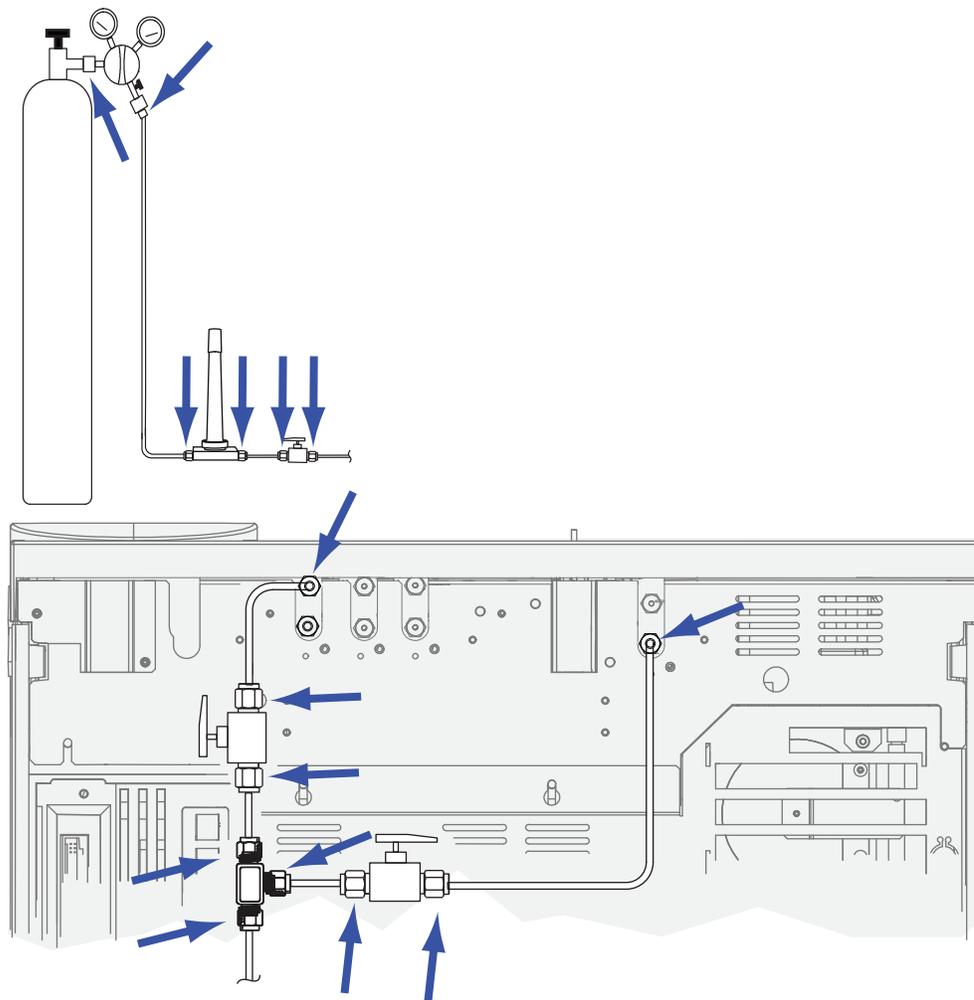
AVERTISSEMENT

Des gaz d'échantillon dangereux peuvent être présents.

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

Rechercher les fuites externes

Recherchez les fuites au niveau des connexions suivantes :



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

Effectuez un test à basse pression.

- 1 Mettez le CPG hors tension.
- 2 Réglez la pression du régulateur sur 415 kPa (60 psi).

7 Recherche de fuites

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

Rechercher les fuites au niveau du CPG

Recherchez les fuites au niveau des connexions suivantes :

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

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

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

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

- **Effectuer un test de perte de pression SS**

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

- **Chercher manuellement des fuites dans un injecteur avec/sans division**
- **Chercher manuellement des fuites dans un injecteur multimode**
- **Fuites au niveau des raccords de flux capillaire**
-

Fuites au niveau des raccords de flux capillaire

Une fuite au niveau des raccords de flux capillaire indique généralement que le serrage du raccord a été exagéré. Ne le serrez pas plus, sauf s'il est visiblement desserré. Démontez plutôt la connexion, coupez l'extrémité de la colonne et installez-la à nouveau.

Inspectez également la plaque et la connexion à recherche de pointe de colonne brisée.

Effectuer une recherche de fuite d'injecteur

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

Ce test détecte les fuites au niveau :

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

Pour exécuter le test :

- 1 Sélectionnez **Diagnostics > Tests Diagnostic > Injecteurs**, sélectionnez l'injecteur souhaité, et sélectionnez **Test de fuite et de limitation**.
- 2 Sélectionnez **Démarrer le test**.

REMARQUE

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

3 Si le test échoue encore :

4 Remplacer

- le septum
- Réinstallez la colonne dans l'injecteur.
- Remplacez le manchon et le joint torique du manchon
- Ouvrez le piège de fuite et vérifiez la mise en place du joint torique. Remplacez le piège de fuite, si nécessaire.

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

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

Effectuer un test de perte de pression SS

Utilisez le Test de Fuite et Restriction de l'injecteur pour déterminer si l'injecteur fuit. Ouvrez le logiciel, sélectionnez le CPG et lancez le test de l'injecteur. Voir « **Effectuer une recherche de fuite d'injecteur** » à la page 123 et « **Exécutez le test de limitation de ligne de fuite.** » à la page 150.

Si le test échoue :

- Vérifiez le raccord de la colonne branchée et le bouchon de la purge du septum.
- Vérifiez la tête du septum. Resserrez-la, au besoin.
- Remplacez le septum, si nécessaire.
- Inspectez le manchon et, s'il fuit, remplacez-le.
- Serrez le piège de fuite, si nécessaire, ou installez une nouvelle cartouche et de nouveaux joints toriques.
- Serrez la connexion entre la ligne de fuite et le corps de l'injecteur.

Pour effectuer un test d'amortissement de la pression d'injecteur depuis le navigateur

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

Suite à une opération de maintenance, recherchez d'abord des fuites dans les zones accessibles depuis l'extérieur. Voir la section « **Rechercher les fuites externes** ».

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

Ce test parvient/ne parvient pas à trouver les types de fuite suivants :

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

Les matériaux suivants peuvent être requis pour effectuer ce test :

- Ferrule pleine
- Clé plate de 1/4 de pouce
- Gants thermorésistants (si l'injecteur est chaud)
- Écrou de colonne
- Nouveau septum
- Joint torique
- Bouchon de détecteur ECD/TCD (pièce n° 5060-9055)

5 Sélectionnez **Diagnostics > Tests Diagnostic > Injecteurs**.

6 Sélectionnez **Test d'amortissement de la pression d'injecteur**.

7 Sélectionnez **Démarrer le test**.

8 Suivez les instructions présentées dans l'interface.

9 Lorsque l'injecteur réussit le test, rétablissez les conditions de fonctionnement normales du CPG.

- Restaurez les pressions de la source.
- Retirez les bouchons/obturateurs.
- Remontez la colonne.
- Rétablissez la configuration correcte de colonne.
- Chargez la méthode de fonctionnement.

Chercher manuellement des fuites dans un injecteur avec/sans division

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

Impossible d'atteindre le point de consigne de pression

Si l'injecteur avec/sans division n'atteint pas sa valeur de consigne de pression, le CPG passe à l'état « Not Ready ». L'indicateur d'état sous de l'écran tactile et le plateau d'état sur l'écran tactile sera orange. Le CPG s'arrête environ 5,5 minutes plus tard si l'injecteur ne parvient pas à se mettre sous pression et à se contrôler.

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

- 1 Vérifiez la pression d'alimentation en gaz délivrée au CPG et vérifiez qu'aucune fuite ne s'est produite dans l'alimentation en gaz (voir **Rechercher les fuites externes**). L'injecteur exige une valeur de 70 kPa (10 psi) supérieure à la plus forte pression utilisée dans la méthode.
 - 120 psi maximum pour injecteur 0-100 psi
 - 170 psi maximum pour injecteur 0-150 psi
- 2 Vérifiez le paramètre de débit total. Le débit total doit être suffisamment élevé pour maintenir la pression de l'injecteur tout au long de l'analyse. Les colonnes à orifice large demandent des débits plus élevés. Un débit de 50 ml/min est généralement suffisant. Pour augmenter le débit total :
 - En mode division, augmentez le rapport de division
 - En mode sans division, augmentez le débit de purge
- 3 Si la pression reste basse, passez à l'étape suivante.
- 4 Effectuez la vérification de fuite de l'injecteur. Voir la section « **Effectuer une recherche de fuite d'injecteur** ». Le débit total fournit une indication quant à l'ampleur de la fuite. Surveillez le débit total tout en vérifiant/resserrant les raccords :
 - Écrou de septum
 - Colonne
 - Piège de fuite/joints toriques
 - Manchon/joints toriques
 - du joint doré,
 - Connexion de la ligne de fuite au corps de l'injecteur
 - Raccord de blocage de débit sur le collecteur de débit

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

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

AVERTISSEMENT

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

Faible sensibilité ou mauvaise reproductibilité

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

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

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

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

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

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

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

Chercher manuellement des fuites dans un injecteur multimode

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

Valeur de consigne de la pression impossible à atteindre

Si l'injecteur EPC multimode division n'atteint pas sa valeur de consigne de pression, le CPG passe à l'état « Not Ready ». Le CPG s'arrête environ 5,5 minutes plus tard si l'injecteur ne parvient pas à se mettre sous pression et à se contrôler.

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

- 1 Vérifiez que le gaz est alimenté vers le CPG avec une pression suffisante (voir le Guide de préparation CPG, CPG/SM et ALS Agilent), et assurez-vous qu'aucune fuite n'existe au niveau de cette alimentation (voir « **Rechercher les fuites externes** » à la page 119). L'injecteur exige une valeur de 70 kPa (10 psi) supérieure à la plus forte pression utilisée dans la méthode.
 - 120 psi maximum pour injecteur 0-100 psi
 - 170 psi maximum pour injecteur 0-150 psi
- 2 Vérifiez le paramètre de débit total. Le débit total doit être suffisamment élevé pour maintenir la pression de l'injecteur tout au long de l'analyse. Les colonnes à orifice large demandent des débits plus élevés. Un débit de 50 ml/min est généralement suffisant. Pour augmenter le débit total :
 - En mode division, augmentez le rapport de division
 - En mode sans division, augmentez le débit de purge
- 3 Placez votre pouce (ou un septum) sur l'évacuation de la mise à l'air. Si la pression de l'injecteur commence à augmenter vers le point de consigne, appelez le service après-vente Agilent. Si la pression de l'injecteur commence à augmenter vers le point de consigne, **remplacez** la vanne proportionnelle de mise à l'air dans le module de régulation de l'injecteur. Si la pression reste basse, passez à l'étape suivante.
- 4 Exécutez le test de détection de fuite sur l'injecteur. Voir la section « **Effectuer une recherche de fuite d'injecteur** ». Le débit total fournit une indication quant à l'ampleur de la fuite. Surveillez le débit total tout en vérifiant/resserrant les raccords :
 - Écrou de septum
 - Colonne
 - Piège de fuite/joints toriques
 - Manchon/joints toriques
 - Connexion de la ligne de fuite au corps de l'injecteur
 - Raccord de blocage de débit sur le collecteur de débit

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

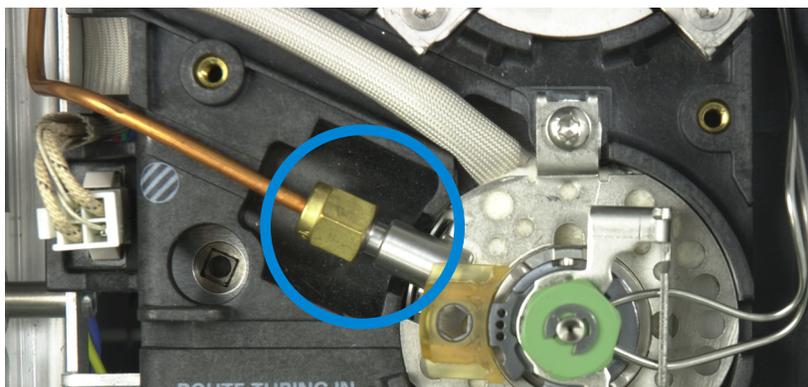
Si ces vérifications ne permettent pas de résoudre le problème, prenez contact avec le service après-vente Agilent.

Si ces vérifications ne permettent pas de résoudre le problème, passez aux étapes suivantes.

AVERTISSEMENT

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

- 5 **Désactivez** la température de l'injecteur pour lui permettre de se refroidir.
- 6 Mettez l'injecteur en mode **Division**.
- 7 Définissez la pression de l'injecteur sur 25 psi et le débit total sur 400 ml/min.
- 8 Retirez la soudure d'insert et maintenez fermement un septum au-dessus de l'ouverture inférieure.
 - Si le débit total baisse vers 0 ml/min et que la pression augmente vers le point de consigne, la soudure de l'insert, ses conduits et les connexions vers le module de régulation ne présentent aucune fuite. La fuite se situe quelque part dans le corps de l'injecteur ou de la mise à l'air. Passez à **étape 9**.
 - Si la pression reste basse et que le débit total est très élevé, utilisez un détecteur électronique de fuites pour rechercher des fuites à l'intérieur et autour du septum, des fissures dans les conduits de la soudure de l'injecteur (ligne du gaz vecteur et ligne de purge du septum), et des fuites dans les connexions des conduits menant au module de régulation. Passez à **étape 9**.
- 9 Recherchez des fuites dans la soudure de l'insert et ses conduits.
 - a Vérifiez le septum.
 - b Vérifiez la présence éventuelle de fissures dans les conduits de la soudure de l'insert. En cas de fuite, remplacez la soudure de l'insert.
 - c Recherchez les fuites au niveau des connexions menant au module de régulation. En cas de fuite, resserrez les connexions. Si les fuites persistent, remplacez les joints toriques. Assurez-vous de nettoyer la surface d'étanchéité avant d'installer un nouveau joint torique.



- d Vérifiez le piège de fuite. Assurez-vous que les joints toriques sur la cartouche de filtre sont bien mis en place et que l'écrou moleté est bien serré.

10 Lorsque le problème est résolu, effectuez un test de perte de pression de l'injecteur.

Faible sensibilité ou mauvaise reproductibilité

Une petite fuite dans l'injecteur EPC multimode peut provoquer une faible sensibilité ou une mauvaise reproductibilité. Vérifiez la présence éventuelle de cette petite fuite et identifiez-la, comme décrit ci-dessous.

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

- 1** Effectuez un test de perte de pression de l'injecteur. Si le test réussit, vous pouvez considérer que l'injecteur ne présente aucune fuite. Recherchez d'autres causes possibles à la faible sensibilité ou la mauvaise reproductibilité.
- 2** Si le test de perte de pression échoue, faites passer l'injecteur en mode division. Définissez un débit de colonne de 3 ml/min, un débit de purge de septum de 3 ml/min et un débit de purge de 50 ml/min. Appuyez sur . Surveillez le débit total de l'injecteur. Si le débit total est largement supérieur à 6 ml/min, vérifiez/resserrez les raccords suivants :
 - Écrou de septum
 - Colonne
 - Piège de fuite
 - Manchon/joint torique
 - Connexion de la ligne de fuite au corps de l'injecteur
 - Raccord de blocage de débit sur le collecteur de débit

Si le problème persiste, la fuite est peut-être de petite taille.

- 3** Utilisez un détecteur de fuites électronique pour vérifier les raccords/connexions.

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

Pour corriger les fuites dans l'injecteur multimode

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

- Vérifiez les bouchons/obturateurs utilisés dans le test. Assurez-vous qu'ils sont installés correctement et bien serrés.
- Si vous avez effectué le test des fuites suite à une opération de maintenance, assurez-vous d'avoir réinstallé correctement les pièces manipulées pendant la maintenance.
- Assurez-vous que l'écrou du septum est bien serré.
- Vérifiez le septum. S'il est vieux ou endommagé, remplacez-le.
- Vérifiez l'installation de l'ensemble de l'insert.
- Vérifiez le joint torique et le manchon.
- Assurez-vous que la température de l'injecteur reste constante durant le test.

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

Utilisez le Test d'amortissement de la pression d'injecteur pour déterminer si un injecteur purgé/rempli fuit.

Si le test échoue :

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

Pour corriger des fuites dans l'injecteur rempli purgé

- 1 Si l'injecteur échoue à un test de fuite, vérifiez les éléments suivants :
 - Vérifiez les bouchons/obturateurs utilisés dans le test. Assurez-vous qu'ils sont installés correctement et bien serrés.
 - Si vous avez effectué le test des fuites suite à une opération de maintenance, assurez-vous d'avoir réinstallé correctement les pièces manipulées pendant la maintenance.
 - Assurez-vous que l'écrou du septum est bien serré.
 - Vérifiez le septum. S'il est vieux ou endommagé, remplacez-le.
 - Vérifiez que la soudure de l'insert supérieur est bien installée et serrée.
 - Remplacez le joint torique.
 - Vérifiez également l'insert de verre.
 - Remplacez le joint de ferrule sur l'adaptateur.
 - Assurez-vous que la température de l'injecteur reste constante durant le test.
- 2 Si ces éléments ne permettent pas de résoudre le problème, prenez contact avec le service après-vente Agilent.

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

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

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

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

Pour corriger les fuites dans l'injecteur PTV

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

- Vérifiez les bouchons/obturateurs utilisés dans le test. Assurez-vous qu'ils sont installés correctement et bien serrés.
- Si vous avez effectué le test des fuites suite à une opération de maintenance, assurez-vous d'avoir réinstallé correctement les pièces manipulées pendant la maintenance.
- Si vous utilisez une tête de septum, vérifiez que l'écrou du septum est bien serré.
- Si vous utilisez une tête de septum, vérifiez le septum. S'il est vieux ou endommagé, remplacez-le.
- Vérifiez que l'ensemble de la tête avec/sans septum est bien installé et serré.
- Remplacez le manchon et la ferrule Graphpak 3D.
- Vérifiez le joint de l'adaptateur Graphpak contre le corps de l'injecteur. Remplacez le joint d'étanchéité en argent et réinstallez l'adaptateur, si nécessaire.
- Si vous utilisez une tête sans septum, recherchez les fuites autour du capuchon du guide. Remplacez la ferrule PTFE dans le capuchon de guide.
- Recherchez les fuites au niveau du piège de fuite. Resserrez au besoin. Remplacez le filtre de fuite et les joints toriques.
- Assurez-vous que la température de l'injecteur reste constante durant le test.

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

Pour corriger les fuites dans l'interface des produits volatils

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

- Bouchons/obturateurs utilisés dans le test. Assurez-vous qu'ils sont installés correctement et bien serrés.
- Si vous avez effectué le test des fuites suite à une opération de maintenance, assurez-vous d'avoir réinstallé correctement les pièces manipulées pendant la maintenance.
- Retirez les connexions de détection de pression et fuite à l'interface.
- La connexion de l'échantillonneur à l'interface.
- L'échantillonneur.

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

- Pour mesure le débit d'une colonne 140
- Mesure du flux de fuite ou de la purge du septum 143
- Mesure du flux dans un détecteur 145
- Lancer l'auto-contrôle du CPG 148
- Vérifier ou surveiller la contre-pression de la ligne de fuite 149
- Exécutez le test de limitation de ligne de fuite. 150
- Réglage du Lit Offset du DIF 151
- Vérifier que la flamme du DIF est allumée 152
- Vérification du fonctionnement du briquet pendant la séquence d'allumage 153
- Mesure du courant de fuite du DIF 154
- Mesure de la sortie de la ligne de base du DIF 155
- Isoler la cause du bruit du DIF 156
- Mesure du courant de fuite du NPD 157
- Vérifier qu'un injecteur DIF n'est pas bouché 158
- Vérifier qu'une buse NPD n'est pas bouchée 159
- Vérifier que la buse du NPD est allumée 160
- Vérifier que la flamme du FPD+ est allumée 161
- Réglage du Lit Offset du FPD+ 162
- Quand remplacer les purificateurs de gaz 163
- Ignorer l'état de préparation d'un dispositif 164

Pour mesure le débit d'une colonne

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

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

AVERTISSEMENT

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

AVERTISSEMENT

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

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

REMARQUE

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

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

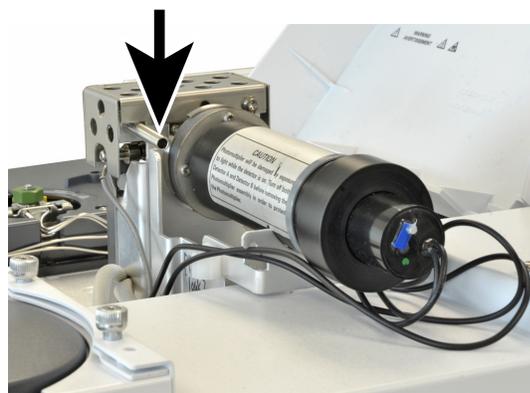


Un raccord distinct (19301-60660) est fourni pour le DIF. Insérez le raccord dans le système d'évacuation du détecteur, aussi loin que possible. Vous sentirez une résistance lorsque le joint torique du raccord est poussé dans le système d'évacuation du détecteur. Faites tourner le raccord en le poussant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



8 Tâches de dépannage

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



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

Mesure du flux de colonne d'un NPD

- 1 Munissez-vous des éléments suivants :
 - Outil de raccord de débitmètre pour NPD (G1 534-60640)



- Insert pour mesure de flux (19301-60660)
 - Débitmètre électronique étalonné pour les gaz et les flux concernés
- 2 Mettez la buse hors tension.
 - 3 Faites refroidir le détecteur jusqu'à 100 °C.

AVERTISSEMENT

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

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



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

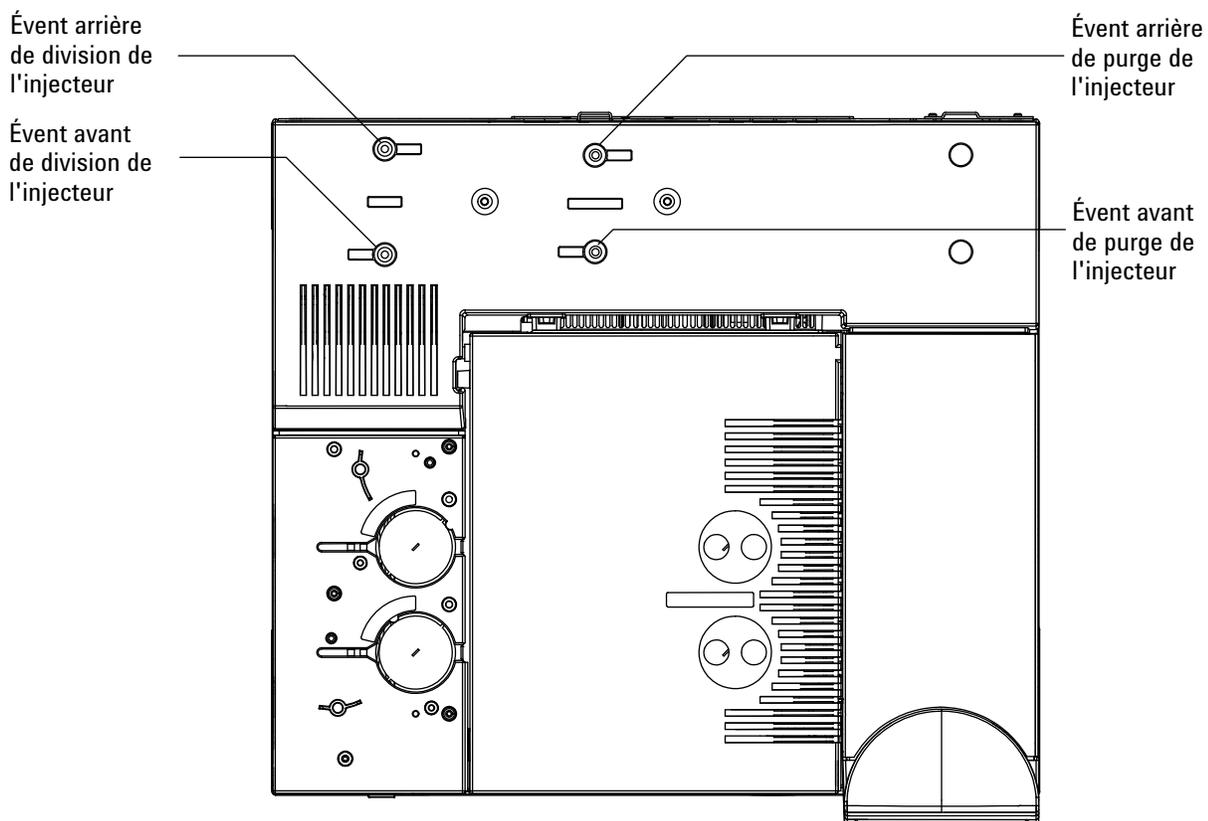
Mesure du flux de fuite ou de la purge du septum

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

AVERTISSEMENT

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

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



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

- Le flux de fuite a un raccord fileté Swagelok 1/8 de pouce. Les évacuations possèdent un raccord fileté Swagelok de 1/8 pouce. Fabriquez et utilisez un adaptateur de tube de 1/8 po (voir ci-dessous) afin de convertir le raccord fileté de 1/8 po en un tube de 1/8 po. Ce système empêche la formation de fuites entre la conduite en caoutchouc du débitmètre et le filetage qui engendrerait une mesure incorrecte.



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

Mesure du flux dans un détecteur

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

- Obstructions dans la ligne d'alimentation, provoquant l'affichage du message **Not Ready** sur l'écran du CPG (tous les détecteurs)
- Fuites sur la colonne ou le raccord d'adaptateur de colonne (tous les détecteurs)
- Buse bouchée (DIF, NPD).
- Fuite au niveau de la chambre de combustion, du joint de fenêtre ou du joint du briquet (FPD+)
- Capteur de pression ayant besoin d'être remis à zéro.
- Vanne EPC ne fonctionnant pas correctement.

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

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

AVERTISSEMENT

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

- 1 Munissez-vous des éléments suivants :
 - Tube de raccord de débitmètre approprié (fourni avec le CPG)
 - Débitmètre électronique étalonné pour les gaz et les flux concernés

ATTENTION

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

- 2 Réglez la température du four sur la température ambiante (35 °C).
- 3 Interrompez le flux et la pression dans la colonne.
- 4 Coupez tous les gaz du détecteur.
- 5 Éteignez (le cas échéant) : la flamme du DIF, du FPD+ et le filament du TCD.
- 6 Faites refroidir le détecteur.
- 7 Connectez le raccord approprié au système d'évacuation du détecteur.

REMARQUE

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

8 Tâches de dépannage

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



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



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



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

Mesure des flux dans un NPD

- 1 Munissez-vous des éléments suivants :
 - Outil de raccord de débitmètre pour NPD (G1 534-60640)



- Insert pour mesure de flux (19301-60660)
 - Débitmètre électronique étalonné pour les gaz et les flux concernés
- 2 Mettez la buse hors tension.
 - 3 Faites refroidir le détecteur jusqu'à 100 °C.

AVERTISSEMENT

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

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



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

Lancer l'auto-contrôle du CPG

- 1 Eteignez le CPG.
- 2 Attendez une minute, puis mettez le CPG sous tension. Si l'écran d'état principal du CPG apparaît, le CPG a réussi l'auto-contrôle.

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

Agilent propose un test intégré qui mesure la contre-pression dans le piège et la ligne de fuite pour les injecteurs avec/sans division, multimode, PTV et VI. Le test mesure la pression développée dans le trajet de débit de fuite pour un flux donné et sélectionné par l'utilisateur. Ce flux peut être la valeur de consigne du **flux de fuite** de votre méthode, ou la valeur par défaut de 400 ml/min utilisée par Agilent pour comparer des valeurs « nominales ».

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

La pression mesurée par le test dépend :

- du manchon installé,
- du flux utilisé.

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

Le test recherche :

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

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

Exécutez le test de limitation de ligne de fuite.

Les matériaux suivants peuvent être requis pour effectuer ce test :

- Ferrule pleine (5020-8294) et écrou de colonne (5181-8130), ou écrou aveugle pour colonne capillaire (5020-8294)
- Clé plate de 1/4 de pouce

Gants thermorésistants (si l'injecteur est chaud)

Depuis le LUI :

- 1 Sélectionnez **Diagnostics > Tests Diagnostic > Injecteurs.**
- 2 Sélectionnez **Test d'étranglement de ligne de fuite.**
- 3 Suivez les instructions présentées dans l'interface.

Réglage du Lit Offset du DIF

Réglage du **Lit offset** du DIF :

- 1 Sélectionnez **Settings > Configuration > Detector**.
- 2 Touchez la valeur **Lit offset** pour afficher un clavier. Utilisez le clavier pour saisir la valeur souhaitée.
- 3 La valeur Lit offset doit être < 2 pA ou inférieure à la valeur de sortie normale du DIF lorsqu'il est allumé.
- 4 Sélectionnez **Apply** pour sauvegarder vos changements.

Vérifier que la flamme du DIF est allumée

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

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

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

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

Vérification du fonctionnement du briquet pendant la séquence d'allumage

AVERTISSEMENT

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

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

Mesure du courant de fuite du DIF

- 1 Chargez la méthode analytique.
 - Vérifiez que les flux sont appropriés pour l'allumage.
 - Chauffez le détecteur à la température d'utilisation ou à 300 °C.
- 2 Eteignez la flamme du DIF.
- 3 Vérifiez que l'électromètre du DIF est en marche.
- 4 Sélectionnez **Méthode > Détecteurs**, puis faites défiler jusqu'à ce que **Spécificités détecteur** soit visible.
- 5 Vérifiez que la sortie est constante et < 1 pA.

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

- 6 Allumez la flamme.

Mesure de la sortie de la ligne de base du DIF

- 1 La colonne étant installée, chargez la méthode de vérification.
- 2 Réglez la température du four sur 35 °C.
- 3 Sélectionnez **Méthode > Détecteurs**, puis faites défiler jusqu'à ce que **Spécificités détecteur** soit visible.
- 4 Lorsque la flamme est allumée et que le CPG est prêt, vérifiez que la sortie est constante et < 20 pA (cela peut prendre un certain temps).
- 5 Si la sortie n'est pas constante ou > 20 pA, le système ou le gaz sont peut-être contaminés. Si la contamination est confinée dans le détecteur, procédez au dégazage du DIF.

Isoler la cause du bruit du DIF

Le bruit du DIF provient de facteurs mécaniques, électriques et chimiques. Le bruit du DIF est un paramètre subjectif. Souvent, le bruit de la ligne de base du FID est perçu en fonction de l'historique d'un détecteur donné ou de la comparaison avec un autre détecteur du laboratoire. Pour établir un diagnostic correct, il est important d'évaluer le bruit du détecteur en conditions connues par rapport à des normes établies. Obtenez des informations plus détaillées à propos du bruit dans « **Détecteur bruyant, notamment pointes de dérive et de ligne de base.** » à la page 50.

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

Pour isoler la cause du bruit du DIF :

- 1 Si le test du bruit échoue, retirez la colonne et réévaluez le bruit du détecteur avec le DIF bouché et allumé uniquement à l'aide de H₂/air et de gaz de détecteur d'appoint. Si le test réussit, suspectez une contamination de la colonne/du gaz vecteur.
- 2 Si le test échoue alors qu'aucune colonne n'est installée, répétez le test du bruit uniquement avec du H₂ et de l'air ; définissez le débit d'appoint sur « Off ». Si le test réussit, suspectez une contamination du gaz d'appoint.
- 3 Si le test du bruit échoue encore, voir **Mesure du courant de fuite du DIF**.
- 4 Si le test des fuites échoue, remplacez ou nettoyez le collecteur et les isolants PTFE, le ressort d'interconnexion, et/ou l'ensemble complet de l'électromètre du FID.
- 5 Si le test du courant de fuite est OK, suspectez une buse contaminée ou une contamination des alimentations en gaz du détecteur H₂ ou Air (gaz, conduits, pièges), particulièrement si le bruit de fond du détecteur allumé est > 20 pA.

Mesure du courant de fuite du NPD

- 1 Chargez la méthode analytique.
- 2 Réglez **NPD Adjust Offset** sur **Off** et mettez la buse hors tension.
 - Laissez le NPD à la température d'utilisation.
 - Laissez telle quelle la circulation des flux.
- 3 Sélectionnez **Méthode > Détecteurs**, puis faites défiler jusqu'à ce que **Spécificités détecteur** soit visible.
- 4 Vérifiez que la sortie (courant de fuite) est constante et < 1 pA.
- 5 La sortie devrait passer lentement à 0 pA, puis se stabiliser dans les dixièmes de picoampères. Un courant > 2 pA indique qu'il y a un problème.

Vérifier qu'un injecteur DIF n'est pas bouché

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

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

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

Si le débit d'appoint indique une valeur supérieure à 1,0 ml/min, cela indique que la buse est bouchée ou partiellement bouchée ; la pression revient du canal H₂ dans le canal d'appoint du système EPC, provoquant une indication erroné de débit sur le canal d'appoint.

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

Vérifier qu'une buse NPD n'est pas bouchée

Le module EPC contrôle le débit en maintenant une pression en gaz calibrée par rapport à un étranglement fixe. Une buse bouchée provoquera des lectures de débit imprécises.

Pour vérifier si une buse NPD est bouchée, mesurez les débits réels d'hydrogène et d'appoint. (voir la section **Mesure des flux dans un NPD**). Si les débits sont inférieurs aux valeurs affichées, remplacez la buse.

Vérifier que la buse du NPD est allumée

AVERTISSEMENT

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

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



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

Vérifier que la flamme du FPD+ est allumée

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

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

Réglage du Lit Offset du FPD+

Réglage du **Lit offset** du FPD+ :

- 1 Sélectionnez **Settings > Configuration > Detector**.
- 2 Touchez la valeur **Lit offset** pour afficher un clavier. Utilisez le clavier pour saisir la valeur souhaitée.
- 3 La valeur Lit offset doit être < 2 pA ou inférieure à la valeur de sortie normale du FPD+ lorsqu'il est allumé.
- 4 Sélectionnez **Apply** pour sauvegarder vos changements.

Quand remplacer les purificateurs de gaz

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

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

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

Ignorer l'état de préparation d'un dispositif

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

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

Pour ignorer l'état d'un dispositif :

- 1 Désactivez le chauffage du dispositif et les débits de gaz s'il y a lieu. (Vérifiez que cela ne peut constituer un risque pour la sécurité.)
- 2 Sélectionnez **Paramètres > Configuration**, puis sélectionnez l'élément.
- 3 Désélectionnez la case **Activer** dans le champ **Préparation**.

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

ATTENTION

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

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

Pour vérifier la disponibilité du dispositif, réglez le paramètre **Ignore Ready** sur **False**.