



3. Opérations préliminaires relatives à la mise en œuvre des appareils

I - RACCORDEMENTS ELECTRIQUES

1. 1 - Alimentation secteur

Tous les appareils GIRDEL de la série 75 se branchent directement sur le secteur 220 V. 50 Hz.

UNE PRISE DE TERRE EST INDISPENSABLE : pour la sécurité
(toujours)
pour la stabilité
(quelquefois)

A cet effet, mettre à la masse la vis équipant la prise du cordon secteur, par exemple, à l'aide d'un fil portant une fiche banane femelle (ou une pince crocodile).

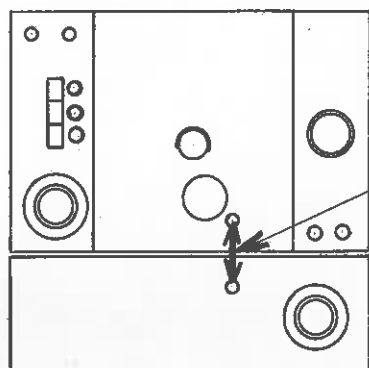
1. 2 - Liaisons entre organes

Les liaisons entre les différents ensembles composant le chromatographe sont effectuées par l'intermédiaire de câbles (1). Ces liaisons font l'objet des schémas représentés ci-après. Sur chacun de ces schémas les câbles nécessaires à l'installation considérée sont répertoriés.

ATTENTION : Les connections sont auto-verrouillables.
Ne jamais tirer sur le cordon pour extraire un connecteur. Tirer sur le corps de la prise, libérant le verrouillage.

(1) Ces câbles font partie de l'appareil considéré. Toutefois dans le cas de l'achat complémentaire d'un sous ensemble le (ou les) câble relatif à ce sous ensemble est livré séparément.

Vue avant

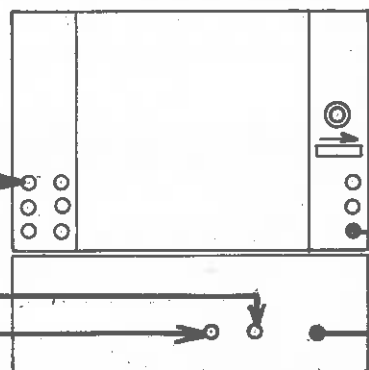


(A)

Four 75-FS-1

Electromètre 75-E-1

Vue arrière



(B)

(inverseur vers la gauche)

(C)



Secteur
220V 50Hz

Enregistreur 75-RG-1

Secteur 220 V 50 Hz

- Cordon détecteur (type 1 - Longueur 8 cm - réf. 5 767)
- Cordon polarisation et allumage (Longueur 50 cm - réf. 5 770)
- Cordon enregistreur (Longueur 200 cm - réf. 6 909) (1)

Fig. 1 - INSTALLATION D'UN CHROMATOGRAPHE GIRDEL 75-CS

1 Cordon équipé de deux connecteurs. Pour d'autres utilisations (par exemple anchement d'un autre enregistreur) un câble équipé d'un connecteur à une extrémité et non équipé à l'autre extrémité, est disponible (réf. 5 771).

Vue avant

A - Cordon détecteur
(type III, long. 21 cm,
réf. 5 769).

B - Cordon détecteur
(type II, long. 12 cm,
réf. 5 768).

C - Cordon polarisation et
allumage (long. 50 cm,
réf. 5 770).

D - Cordon enregistreur
(long. 200 cm, réf. 6 909).

Four 75-FD-1

Electromètre 75-E-1

Electromètre 75-E-1

Vue arrière

(inverseur vers la gauche)

Secteur
220V 50Hz

Enregistreur 75-RG-1 (facultatif)

Boîte de
commutation
75-COM-1

Enregistreur 75-RG-1

Secteur 220 V 50 Hz

Fig. 2 - INSTALLATION D'UN CHROMATOGRAPHE GIRDEL 75-CD

A - Cordon détecteur
(type III, long. 21 cm,
réf. 5 769).

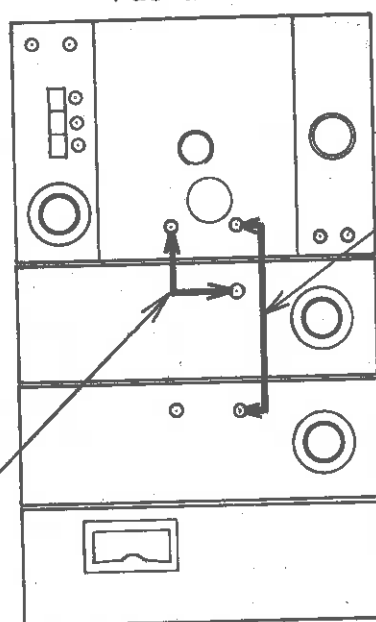
B - Cordon détecteur
(type II, long. 12 cm,
réf. 5 768).

C - Cordon polarisation et
allumage (long. 50 cm,
réf. 5 770).

D - Cordon enregistreur
(long. 200 cm, réf. 6 909).

E - Cordon programmation
(long. 60 cm, réf. 5 772)

Vue avant



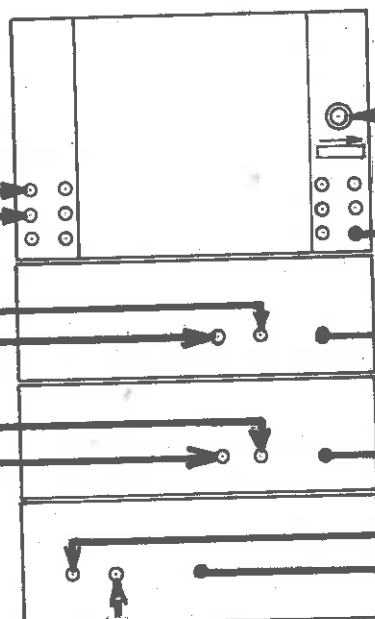
Four 75-CD-1

Electromètre 75-E-1

Electromètre 75-E-1

Programmateurs 75-PT-1

Vue arrière



(inverseur vers la droite)

Secteur
220V. 50Hz

Boîte de
commutation
75-COM-1

Enregistreur (facultatif)

Minuterie (facultative)

Enregistreur 75-RG-1

Secteur 220 V. 50 Hz

INSTALLATION D'UN CHROMATOGRAPHE GIRDEL 75 CD/PT

II - ALIMENTATION EN GAZ

2. 1 - Raccordements

Les tuyaux d'arrivée des gaz doivent être branchés à l'aide de raccords du type "Swagelok" sur les embases placées sur la face arrière du four (fig. 4).

NOTA : Précautions à prendre avec les raccords "Swagelok" : pour leur assurer une longue durée d'utilisation, ces raccords doivent être serrés modérément. Un quart de tour avec une clé suffit lorsqu'il n'est plus possible de les serrer à la main (voir section R).

2. 2 - Considérations générales

Pour des raisons théoriques, le débit des différents gaz devrait être maintenu rigoureusement constant.

Le bruit de fond du détecteur à flamme dépend, notamment, directement des variations de débit de l'hydrogène et de l'air et, indirectement, des impuretés toujours présentes dans ces gaz.

Le bruit de fond global dépend principalement de la décharge de la colonne (produits de décomposition et évaporation de la phase stationnaire entraînés par le gaz vecteur). Les variations de débit du gaz vecteur constituent une sorte de modulation lente de ce bruit de fond et sont la cause des déviations de la ligne de base.

Dans le cas de programmation de température (élévation lente de la température pendant l'analyse) on observe, à la fois, une augmentation progressive de la décharge et une diminution du débit.

Le pouvoir de séparation de la colonne est également affecté par des variations excessives de débit. D'ailleurs, dans la démonstration mathématique du phénomène de séparation, les débits sont supposés constants.

Comme toute la chromatographie est basée sur un ensemble de compromis, le choix des valeurs des débits, constitue aussi un critère de performances.

Généralement, on choisira l'efficacité des moyens de régulation des débits en fonction des exigences dictées par le travail lui-même.

Il en est de même avec leur réglage et leur mesure : il est souvent utile qu'un débit constant puisse être facilement ajusté à la valeur voulue et que ce débit puisse être mesuré sans trop de difficultés.

- 1 - Embases pour raccordement de l'azote, l'hydrogène et l'air de la colonne droite.
- 2 - Embases pour raccordement de l'azote, l'hydrogène et l'air de la colonne gauche.
- 3 - Inverseur (avec ou sans programmation).

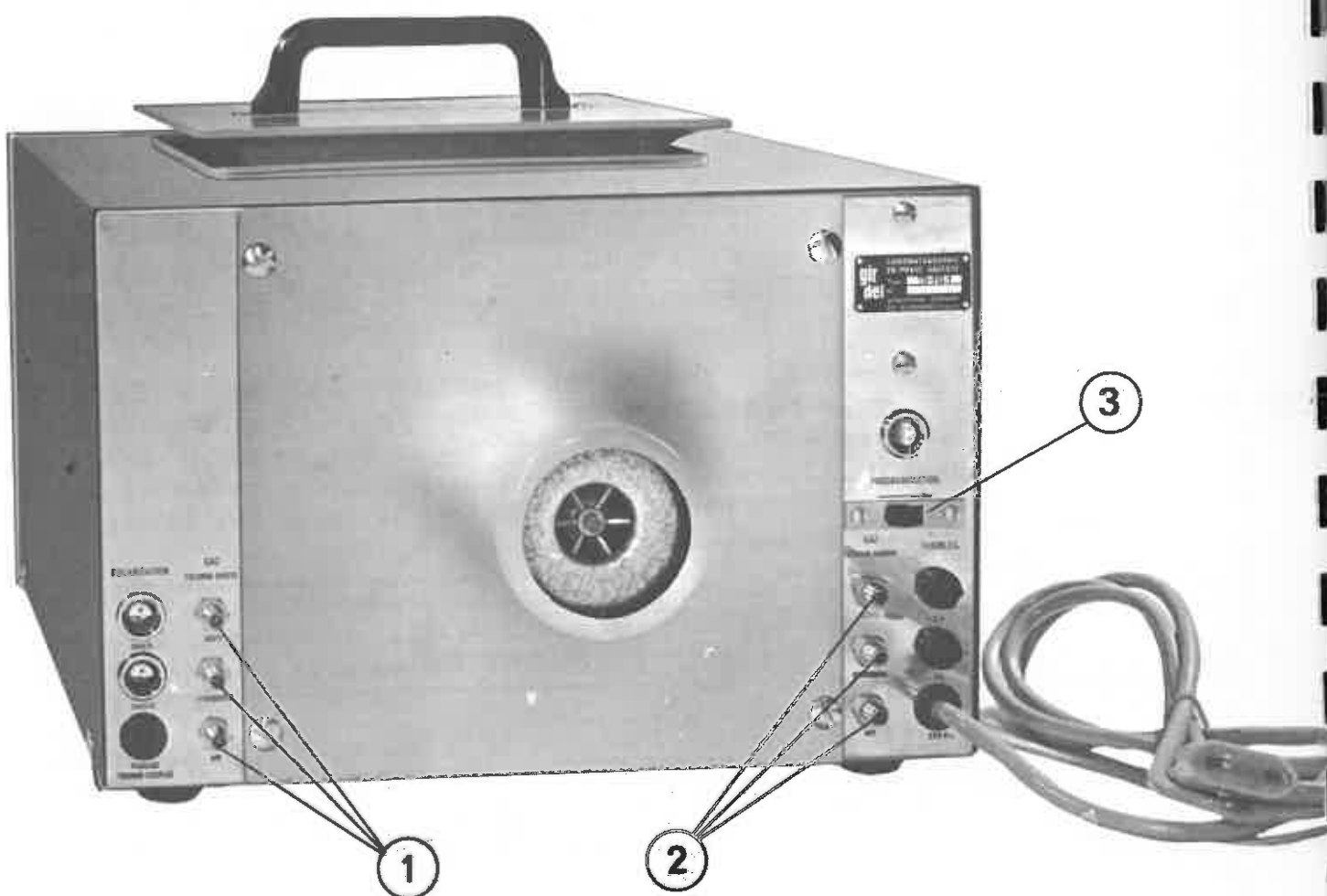


Fig. 4 - FACE ARRIERE DU FOUR GIRDEL 75-FD-1 -

(RACCORDEMENT DES ARRIVEES DE GAZ PAR RACCORDS TYPE SWAGelok).

On est ainsi souvent amené à utiliser des dispositifs permettant de contrôler et de régler ces débits.

2.3 - Réglage, contrôle et mesure des débits

a) Pression constante en tête de colonne

Le débit dépend de la pression et de la résistance (perméabilité) de la colonne. Une pression constante en tête de la colonne est obtenue avec un manodétendeur à simple ou à double étage.

Les variations de température de la colonne, volontaires (programmation) ou involontaire (inexistantes sur nos appareils) provoquent autant de variations de débit.

Pour un travail à faible sensibilité, cela n'a pas d'importance. On peut régler le débit du gaz vecteur en jouant sur la pression d'entrée. Le débit peut être mesuré à la sortie de la colonne, à froid. Etant donné que le débit diminue lorsque la température de la colonne augmente, il doit être mesuré à la sortie du brûleur si on désire le connaître avec une grande précision. Pour le réglage de la pression, il est préférable, d'utiliser des manodétendeurs à double étage, en raison de leur plus grande précision, bien que, souvent, un détendeur simple suffit (par exemple pour l'alimentation en air). Le choix du détendeur est donc dicté par les exigences du travail.

b) Utilisation des restricteurs.

Un restricteur fixe, placé dans le circuit des gaz, permet d'obtenir une certaine indépendance des débits par rapport aux paramètres variables et assure une meilleure stabilité de la ligne de base, dans le cas de la programmation de température.

Les débits d'air et d'hydrogène sont, en effet, difficiles à régler sans restricteur parce que ces gaz ne rencontrent que très peu de contre-pression. Un détendeur normal, même à double étage, ne permet pas de régler avec suffisamment de précision les faibles pressions rencontrées. Un détendeur spécial serait nécessaire si l'on n'avait pas recours aux restricteurs.

Les débits, réglés par la pression, peuvent être mesurés comme indiqué au par. c. Les restricteurs GIRDEL sont calibrés pour donner des débits d'hydrogène, d'azote ou d'air dans les gammes voulues, aux pressions indiquées.

Un restricteur peut également être variable, par exemple sous la forme d'une vanne de précision. Dans ce cas, les réglages sont facilités mais les débits obtenus sont moins constants. Tout restricteur à, d'ailleurs, une certaine sensibilité à la température ambiante, aussi nous préférons les restricteurs fixes.

Restricteurs GIRDEL

couleur	gaz	Pression en Bars	Débit en cm ³
rouge	H ₂	2	20
noir	N ₂	4	20
noir/blanc	Air	2	400

Ce tableau donne les caractéristiques et les débits approximatifs des restricteurs GIRDEL.

c) Régulateur différentiel de débit (section H).

Le régulateur différentiel de débit fait l'objet de la section H. Il permet d'obtenir un débit rigoureusement constant dont la valeur peut être ajustée avec grande précision, par une vanne incorporée très précise. Le débit est alors totalement indépendant des variations de température de la colonne. Toutefois, il est à signaler que l'action de régulation est relativement lente en raison du volume mort entre le régulateur et la colonne (tuyaux, etc.). C'est la raison pour laquelle dans certains cas, spécifiés dans notre tableau, il est préférable d'utiliser le système "restricteur".

Il est à noter que le volume mort dans nos appareils est très réduit en raison de la faible section des tuyaux utilisés pour les canalisations des gaz. Les régulateurs différentiels sont spécialement recommandés pour régler les débits d'hydrogène afin d'obtenir une parfaite compensation en programmation, en double colonne.

Le tableau ci-dessous donne un résumé des utilisations préconisées.

EQUIPEMENT RECOMMANDÉ

GENRE DU TRAVAIL	SIMPLE COLONNE			DIFFÉRENTIEL		
	GAZ Vecteur	Hydrogène	Air	Vecteur 2 débits	Hydrogène 2 débits	Air 2 débits
Sensibilités moyennes	DD + R	DD + R	D + R			
Haute sensibilité	DD + RDD	DD + RDD	DD + R			
Programmation	DD + RDD	DD + RDD	DD + R	DD+R(×2)	DD+RDD (×2)	DD+R (×2)
"Agrément"	75 - RG - 1		DD+R+RM	75-RG-1	75-RG-1	DD+R+RM (×2)

R = restricteur

D = détendeur simple

DD = double détendeur

RDD = régulateur différentiel de débit

75-RG-1 = boîte contenant 2 régulateurs différentiel de débit et 2 rotamètres

RM = rotamètre

2. 4 - Branchement des restricteurs

Les restricteurs sont simplement intercalés entre l'arrivée des gaz et le raccord d'entrée.

2. 5 - Débits recommandés

Azote : Entre 10 et 25 ml/min. selon la colonne utilisée.

La perte de charge ne doit pas être trop élevée. Lorsque la perte de charge dépasse deux bars, il est avantageux d'utiliser l'hélium. Une perte de charge trop importante entraîne une diminution du pouvoir de séparation. On peut également, dans ce cas, inverser les gaz : hydrogène comme gaz vecteur et l'azote par l'entrée "hydrogène".

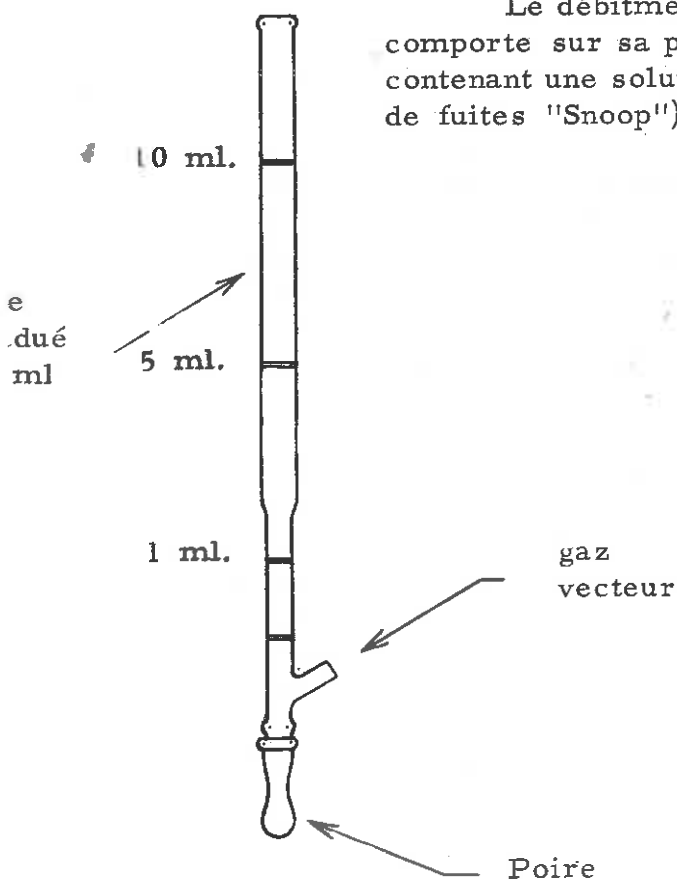
Hydrogène : environ 20 ml/min.

Air : environ 400 ml/min.

2. 6 - Mesure des débits

2.6.1- Le débitmètre à film de savon

Le débitmètre GIRDEL, schématisé ci-dessous, comporte sur sa partie inférieure, une poire en caoutchouc contenant une solution moussante. (on utilise le détecteur de fuites "Snoop").



Une action sur la poire donne naissance à un film de savon qui se déplace dans le tube sous l'influence du gaz vecteur.

Le tube étant gradué en ml, il est alors aisé de mesurer la vitesse de déplacement du film de savon et de là, obtenir le débit.

Il y a lieu de remarquer la partie inférieure du tube, beaucoup plus étroite qui permet de mesurer de très faibles débits (pour colonnes capillaires).

Les grands débits peuvent être mesurés par un cylindre gradué rempli d'eau, placé à l'envers dans un bac.

fig. 5 - Principe du débitmètre à film de savon.

Dans la pratique, on mesure le débit du gaz vecteur une fois pour toute, pour une colonne donnée, et on note la pression d'entrée nécessaire à la température de travail. Par la suite, le manomètre placé à l'avant de l'appareil, permet de retrouver rapidement les mêmes conditions. En principe, la mesure doit être faite à chaud (le débit mesuré à froid, à la sortie de la colonne, diminuera en chauffant) donc, à la sortie du brûleur. On doit pour cela enlever les deux vis de fixation du détecteur et le basculer en avant. Il faut fermer l'arrivée de l'hydrogène pendant la mesure.

Le débit de l'hydrogène peut être mesuré, directement, à la sortie du restricteur et on notera la pression nécessaire.

Le débit de l'air peut être mesuré à l'aide d'un cylindre gradué, rempli d'eau et placé, à l'envers, dans un bac plein d'eau. On peut également se munir d'un débitmètre pour grands débits (voir notre catalogue d'accessoires).

2. 6. 2. - Utilisation des boîtes de régulation 75-RG-1

Etant donné qu'avec ces appareils le débit est constant, il est permis de mesurer ce débit à la sortie du régulateur en ce qui concerne l'hydrogène. On peut en même temps calibrer les rotamètres incorporés (chaque calibration n'est valable que pour un gaz et une pression donnée !). Par la suite, les débits sont lus directement et sans perte de temps, en consultant les rotamètres.

2. 7 - Remplacement éventuel de la membrane d'injection

Après un certain nombre de piqûres, selon la température de l'injecteur et l'état de l'extrémité de la seringue utilisée pour l'injection des échantillons, une fuite peut se produire et a pour conséquence une perte de produits injectés ainsi qu'une baisse de pression à l'entrée de la colonne. (Toute fuite se manifeste généralement par une déviation de la ligne de base vers la droite). Attention : la seringue elle-même peut fuir également ! la contrôler avec le détecteur de fuites, lorsqu'elle est introduite dans l'injecteur.

Pour échanger la pastille d'injection, procéder comme indiqué ci-après :

- retirer le thermomètre à cadran (4) fig. 2 section C.
- enlever le panneau amovible de la façade
(éventuellement, débrancher le câble de signal (5) fig. 2 section C..
- dévisser le bouchon de l'injecteur et remplacer la pastille.
- revisser à la main le bouchon de l'injecteur en serrant très modérément, surtout si l'injecteur doit être utilisé à haute température.

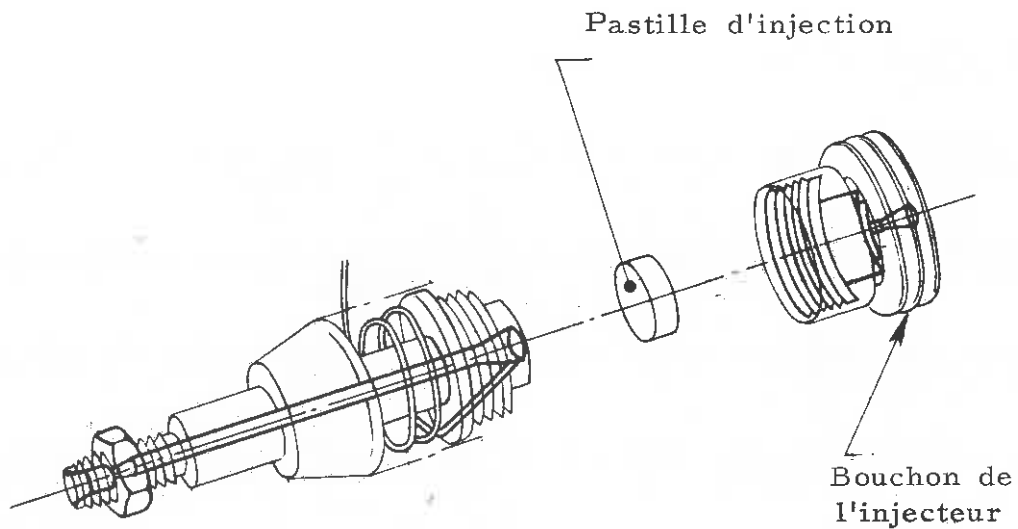


Fig. 6 - Injecteur GIRDEL