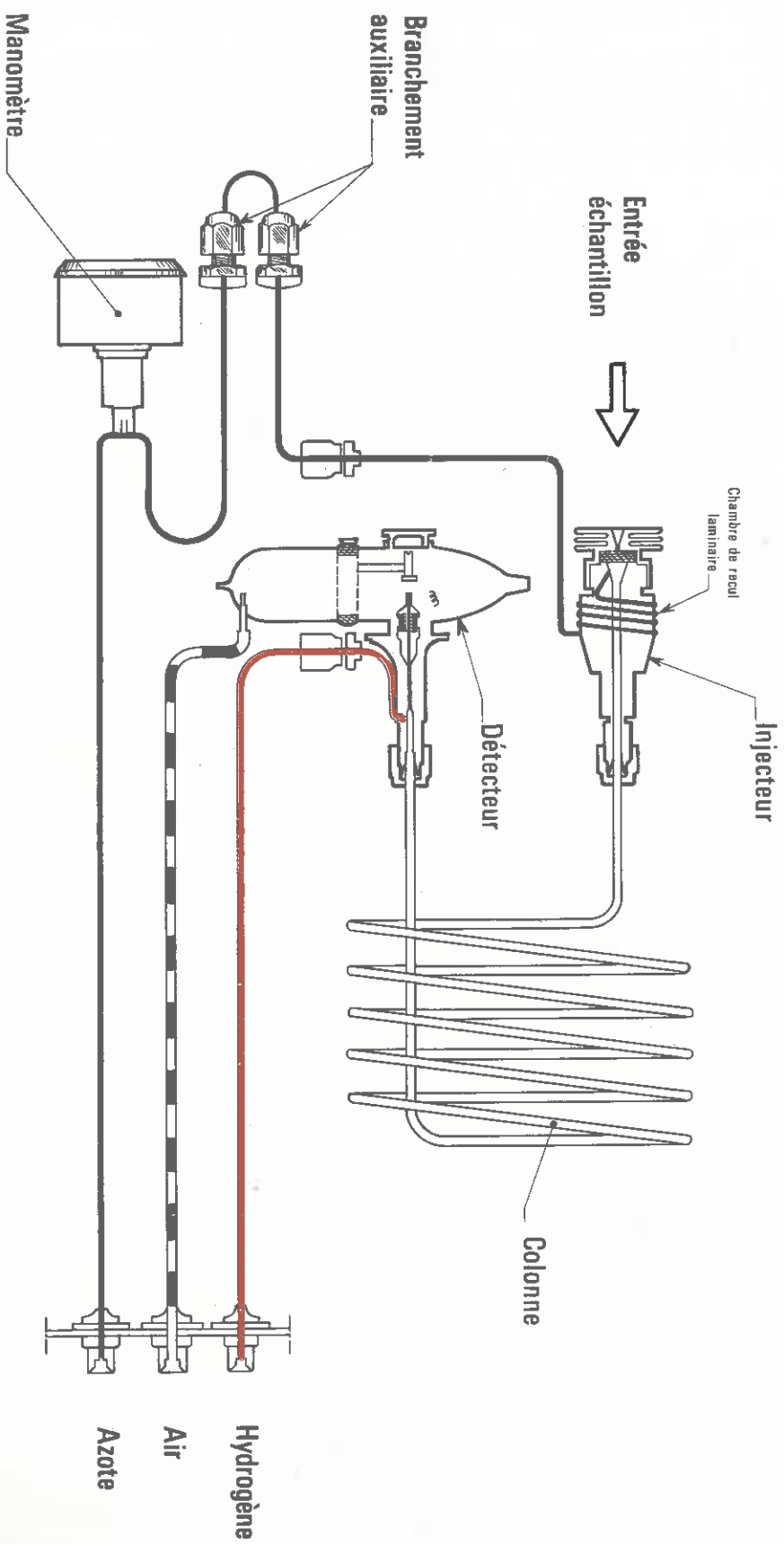




C. Mise en œuvre d'un chromatographe Girdel 75-CS et 75-CDS

appareils avec un seul électromètre et un four simple ou double colonne (pour la programmation de température, voir section F)



UTILISATION DE L'APPAREIL 75-GDS

Cet appareil est composé d'un four double colonne 75-FD-1 dont la description est donnée dans la section D, et d'un seul électromètre. Avantage : on peut utiliser deux colonnes alternativement.

L'utilisation de l'une ou de l'autre colonne se fait en connectant l'entrée de l'électromètre sur la sortie de l'un ou de l'autre détecteur. On utilise, à cet effet, un câble de signal du type II, légèrement plus long que la câble type I, du moins pour brancher le détecteur gauche.

Sinon, toutes les opérations sont semblables à celles décrites pour la mise en œuvre de l'appareil 75-CS.

I - CHROMATOGRAPHIE ISOTHERME D'UN ECHANTILLON D'ESTERS METHYLIQUES

Avant d'injecter l'échantillon, on se placera dans les conditions opératoires exigées par l'analyse à effectuer, par exemple, identiques à l'un de nos chromatogrammes standard (Fig. 4).

Après avoir effectué les raccordements électriques et branché les arrivées de gaz et de l'air, conformément aux indications de la section B, on procèdera dans l'ordre :

- au réglage des débits,
- à l'affichage des températures
- au réglage de la balance de l'électromètre

1.1 - Réglage des débits

Un restricteur étant placé en série, le réglage de débit du gaz vecteur doit être effectué à partir du manodétendeur. Ce débit pourra être contrôlé avec un débitmètre à film de savon, par exemple (voir B.2-6). Dans notre cas, le débit est de 15 ml/min.

1.1.1- Cas particulier

Si l'on a déjà utilisé la colonne, il n'est plus nécessaire de mesurer le débit. On ajuste simplement la pression d'entrée (indiquée par le manomètre) à la valeur habituelle, pour une température de travail donnée.

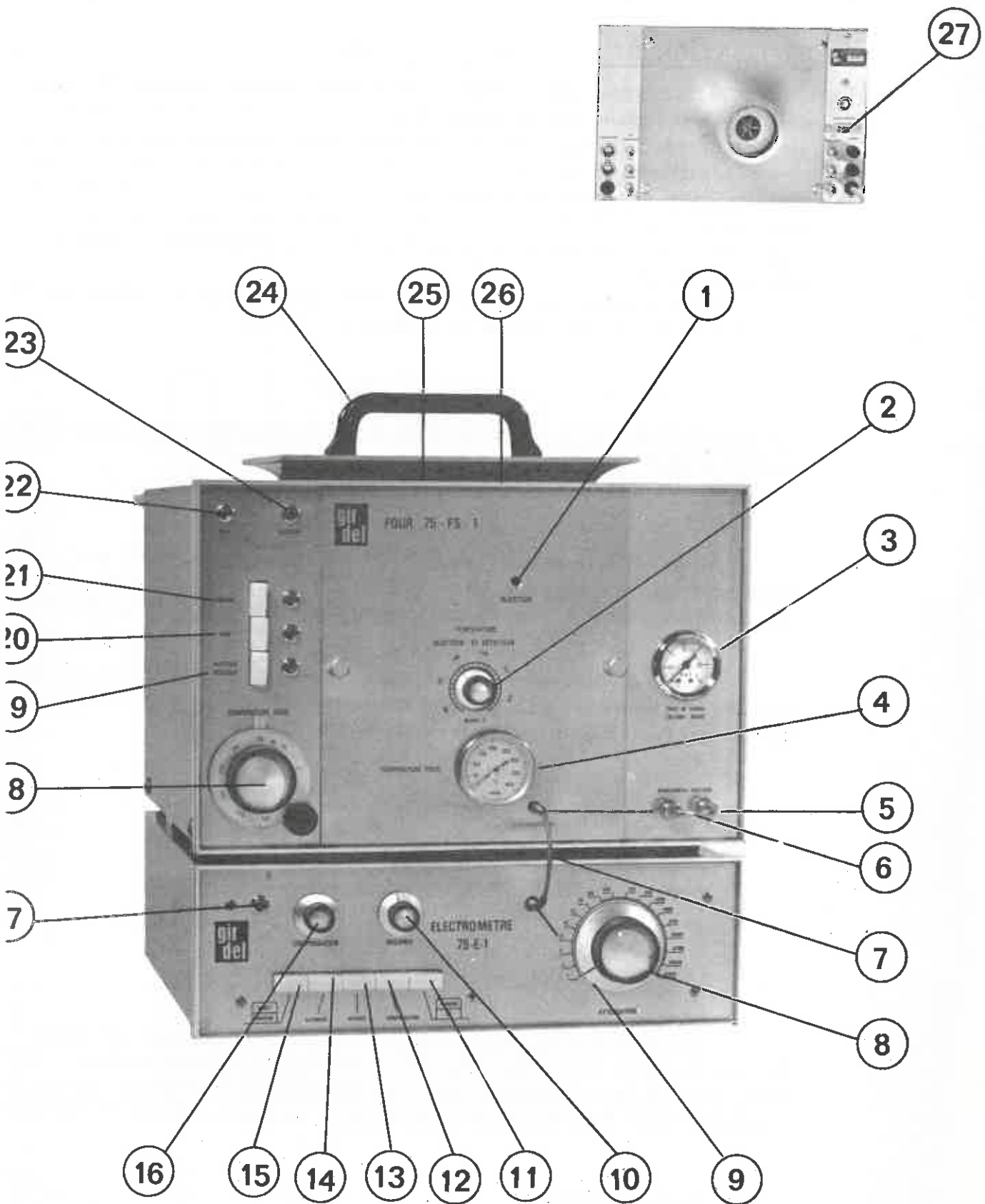


Fig. 2 - Chromatographe GIRDEL 75-C5

1. Injecteur.
2. Affichage température "bloc injecteur/détecteur".
3. Manomètre de contrôle de la pression d'entrée.
4. Thermomètre à cadran de contrôle de la température du four.
5. Embase de sortie du signal détecteur.
6. Boucle prévue pour le branchement d'un dispositif auxiliaire.
7. Cordon Electromètre, type 1
8. Bouton d'atténuation.
9. Embase de raccordement électromètre.
10. Bouton de réglage de la Balance.
11. Touche du signal de sortie, marquée "détecteur à flamme"
"capture d'électrons". (Elle inverse la sortie).
12. Touche compensation. (Elle multiplie la compensation par 40 à partir
de l'atténuation 128).
13. Touche attente. (Elle met la sortie en court-circuit).
14. Touche allumage de la flamme.
15. Touche "marche-arrêt".
16. Bouton "compensation".
17. Voyant témoin de mise sous tension.
18. Bouton affichage température du four avec dispositif de blocage.
19. Touche et voyant de contrôle mise en route du bloc "injecteur-
détecteur".
20. Mise en route "chauffage four" avec voyant témoin.
21. Mise en route de la turbine, avec voyant témoin.
22. Voyant de contrôle de la régulation de température du four.
23. Voyant de contrôle de la régulation de température du bloc
"injecteur-détecteur".
24. Couvercle pourvu d'une poignée isolée permettant d'accéder au four
de la colonne.
- 25-26. Trou pour thermomètre de contrôle de la température du bloc
injecteur/détecteur, accessible sans enlever le capot et trou (taraudé)
d'éjection pour cartouche chauffante, accessible après avoir retiré le
capot.
27. Inverseur "Programmation".

2 - Affichage des températures

Procéder, dans l'ordre, aux opérations suivantes :

- Mise en route de la turbine à l'aide du poussoir (21) fig.2. Le voyant correspondant s'allume.
- L'inverseur "programmation" placé sur la face arrière du four (27) fig.2, étant poussé vers l'intérieur, afficher la température du four avec le bouton de commande manuelle (18) fig. 2. (Dans notre cas, $T = 110^{\circ} \text{C}$). Bloquer le bouton de commande sur la position choisie.
- Mise en route du chauffage du four à l'aide du poussoir (20) fig.2. Le voyant correspondant s'allume. La courbe faisant l'objet de la planche 3, montre un exemple de montée en température du four.
- Afficher la température du bloc "injecteur-détecteur" à l'aide du bouton (2) fig.2. Dans notre cas, $T = 150^{\circ} \text{C}$. (La lecture du bouton est peu précise et demande une calibration individuelle préalable.) Contrôle de la température du bloc par le thermomètre à cadran, placé dans le trou prévu à cet effet (15), (éventuellement régler la butée du thermostat).
- Mise en route du chauffage du bloc "injecteur-détecteur" à l'aide du poussoir (19) fig.2. Le voyant correspondant s'allume, le temps de chauffage du bloc est relativement long.
- La température de l'injecteur doit être égale à celle de la colonne dans la majorité des cas. Le système est spécialement conçu pour permettre cela. Il en résulte moins de traînées des pics et moins de décomposition. Dans le cas d'une programmation, la température peut être plus élevée, au maximum, égale à la température de la fin de programmation.
Etant donné, le contact direct et court entre détecteurs et colonne d'une part, et injecteur et colonne d'autre part (en vue d'une diminution de volume mort et injection directe en tête de colonne) un transfert directe de calories est inévitable. La température de l'injecteur sera choisie en conséquence, toujours le plus bas possible.

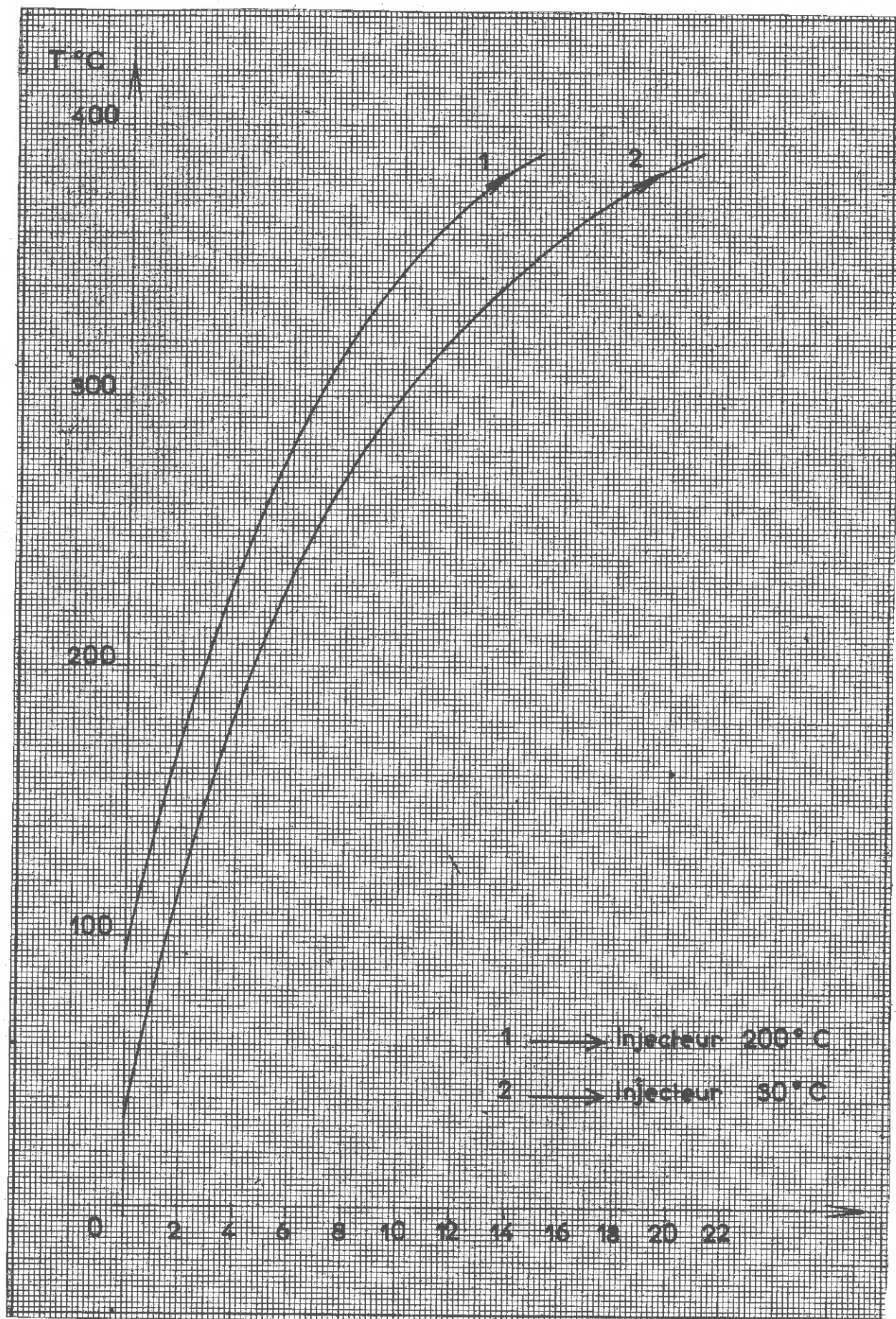


Fig. 3 - Exemple de montée en température du four GIRDEL 75-FD-1

1.3 - Réglage de la balance de l'électromètre

- Procéder à la mise sous tension de l'électromètre en appuyant sur la touche (15) fig. 2. Le voyant (17) fig. 2 s'allume.

- Débrancher de l'embase (9) fig. 2 le câble "électromètre" et appuyer sur la touche attente (13) fig. 2. La plume de l'enregistreur doit se trouver sur le zéro. Dans le cas contraire, procéder au réglage du zéro sur l'enregistreur (Bouton "origine" sur l'enregistreur GIRDEL 75-RS-1).

- Tourner le bouton 10 tours, marqué "compensation" (16) fig. 2 en sens inverse des aiguilles d'une montre jusqu'en butée.

- Amener le commutateur "atténuation" (8) fig. 2 sur la position "1".

- Relâcher la touche "attente" (13) fig. 2.

- Ramener la plume de l'enregistreur sur le zéro en agissant sur le bouton "balance" (10) fig. 2. Le réglage ainsi effectué, le bouton balance ne doit plus être touché lors des opérations suivantes.

On ne doit pas observer de décalage de la plume de l'enregistreur lorsque l'on tourne le bouton "atténuation" (8) fig. 2 vers une atténuation plus élevée. Dans le cas contraire, refaire le réglage de la balance de l'électromètre. Il est possible que le "bon" réglage, c'est-à-dire celui qui correspond à une manœuvre de l'atténuateur sans variation correspondante de la ligne de base, ne corresponde pas au zéro du papier. Cela n'a guère d'importance mais si on le juge utile, on peut corriger le zéro de l'enregistreur.

1.4 - Allumage de la flamme

- S'assurer que le débit d'air est correct pour éviter tous risques d'explosion. Régler également le débit d'hydrogène.

- Lorsqu'on appuie sur la touche correspondante de l'électromètre (11) fig. 2 l'allumage de la flamme s'effectue normalement et se caractérise par un léger "plouf" ainsi que par un décalage positif de la plume de l'enregistreur (après rebranchement du câble, voir plus loin). Ce décalage est d'autant plus important que la sensibilité est grande. Ne pas confondre avec une déviation temporaire causée par l'allumage lui-même. Autre contrôle : la condensation de la vapeur d'eau (rosée) sur une clé chromée froide, tendue au-dessus du détecteur.

On facilite l'allumage de la flamme en augmentant momentanément le débit d'hydrogène. La flamme une fois allumée, revenir au débit initial.

- Rebrancher sur l'embase (9) fig. 2 le cable "électromètre". Compenser (remise à zéro de la plume) avec le bouton "compensation" (voir aussi la remarque en fin du par. 1-3).

- Dans certains cas (décharge élevée de la colonne) il est impossible d'obtenir un réglage ou une stabilité sur la position 1 de l'atténuateur. Ceci n'est, d'ailleurs, nullement indispensable : choisir une atténuation plus élevée.

Si ce réglage ne peut être obtenu, la colonne provoquant trop de courant d'ionisation, placer le bouton atténuation (8) fig. 2 sur la sensibilité "128", appuyer sur la touche compensation (12) Fig. 2 et ramener la plume de l'enregistreur à zéro avec le bouton "compensation" (16) fig. 2. (Valable pour des atténuations de 128 et plus).

Dans la plupart des cas, la sensibilité, est beaucoup trop grande et on travaille normalement sur les positions 128 et plus.

1.5 - Injection de l'échantillon

Avant d'injecter l'échantillon, on affiche une atténuation convenable et on retouche si nécessaire le réglage de la ligne de base.

Injecter la quantité prévue d'échantillon (0,1 μ l, par exemple) en enfonçant l'aiguille de la seringue à fond dans l'injecteur (1) fig. 2. La technique d'injection et l'utilisation reproductible des microseringues est un sujet à part, qui demande une certaine expérience.

Si les conditions opératoires prescrites ont été respectées, le chromatogramme obtenu doit être identique à celui fourni avec l'appareil présenté ci-après (fig. 4).

2 - Analyse avec programmation de température

Si l'analyse exige une programmation de la température du four, il est possible d'utiliser un programmeur GIRDEL 75-PT-1 (Voir section F pour la mise en œuvre de cet appareil).

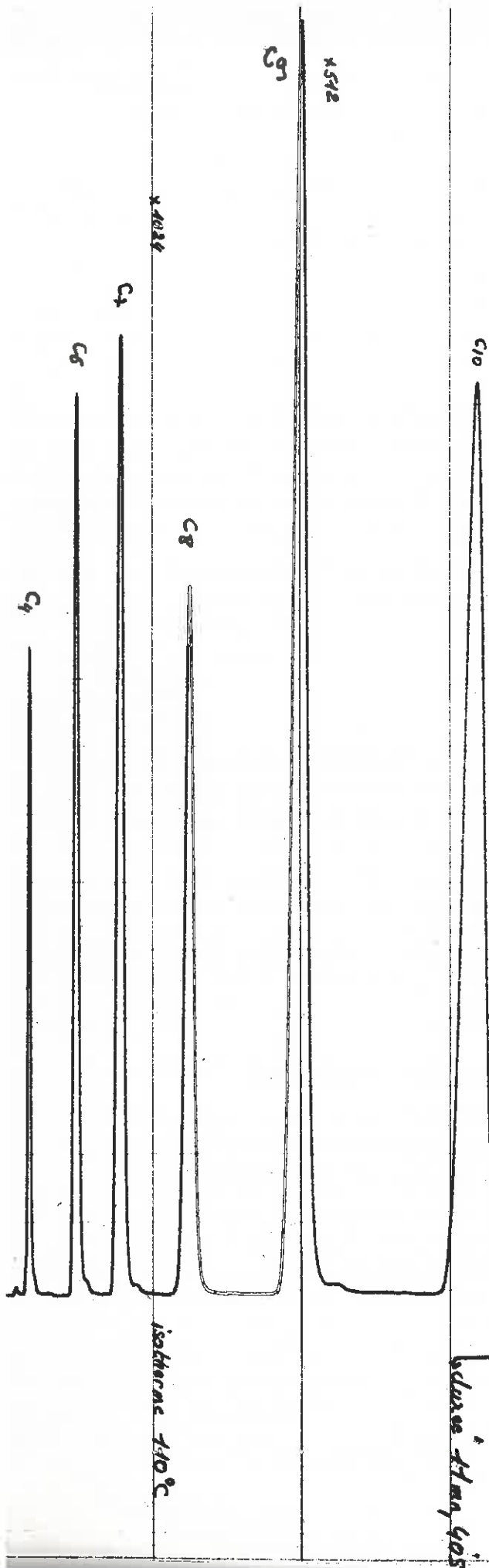


Fig. 4

Chromatogramme d'Esters Méthyliques
d'Acides Gras C₄ à C₁₀ normaux.

Mélange synthétique contenant également
des traces d'impuretés, visibles entre
les grands pics.

Analyse isotherme, effectuée à 110°.

Durée totale d'analyse : 11 min, 40 sec.

Echantillon : Esters méthyliques C₄-C₆-C₈-C₉-C₁₀

Origine :

Opérateur :

Type d'appareil : GIRDEL 75/CS

DÉTECTEUR : ionisation de flamme

COLONNE : 300cm - 4% DEGS sur G-BMDES

T° colonne : 110°C

T° détecteur

20/100

T° injecteur : 150°C

T° collecteur

PROGRAMMATION : non

Gaz porteur : azote

Débit : 15 ml/min

Volume Injecté : 0,1 ml

ENREGISTREUR : Honeywell 1mV

Déroutement : 20"/heure

Sensibilité : 1/1034 - 1/512

27-5-1966 GIRAVIONS DORAND - PARIS

3 - Réglage de la température du bloc injecteur/détecteur

Mode d'emploi concernant le réglage électronique de la puissance de chauffe sur les fours de la série 75-2 (75-FS-2, 75-FD-2, 75-FH-2) et sur les fours de la série 75-1 modifiés. Voir les photos (A) et (B).

Ce mode d'emploi est un complément à celui donné dans les paragraphes 1 et 2 (alinéas 4, 5, 6 de la Section C) du Manuel d'Utilisation et dans les autres paragraphes traitant du réglage de la température du bloc injecteur/détecteur.

Le thermostat, illustré dans le manuel par, la figure 2 entre autres, sert dorénavant uniquement pour limiter la température à une valeur convenable. Pendant la période de montée en température du bloc après la mise sous tension, il assure la tranquillité d'esprit de l'opérateur au cas où il devrait s'absenter un moment.

Le régulateur électronique de puissance permet d'afficher la puissance de chauffe et d'obtenir une température très stable sans à-coups ou 'pompages'.

Réglage (Nous nous référons à la figure 2 du manuel et aux figures (A) et (B) du présent complément).

- Le thermostat (2) doit être réglé à une température convenable, légèrement au-dessus de la température à laquelle on veut travailler. Comme le calibrage du bouton est peu précis, on doit faire quelques essais lors de la première mise en route. On peut procéder de la façon décrite plus loin.
- Fonction du voyant (23). Dans tous les cas, on se sert du voyant (23) pour contrôler le réglage du thermostat. Le voyant est allumé normalement, s'éteignant lorsqu'on tourne le bouton du thermostat (2) vers la gauche.
- Les opérations préliminaires sont faites, comme d'habitude, par exemple la mise sous tension par la touche (19). Voir pour cela les sections correspondantes du manuel.
- Afficher une puissance de chauffe maximale par le bouton (b) fig. A, situé à l'arrière du four. S'assurer que le thermostat est réglé, de sorte que le voyant (23) soit allumé.
- Attendre que la température désirée soit atteinte. Contrôler avec le thermomètre placé dans l'orifice (25 - 26), ou par le Pyromètre électrique, si l'on dispose d'un programmeur.
- Régler le bouton thermostat (2) un peu au-dessus du point où le voyant (23) s'allume.

- Diminuer l'affichage du bouton (b) à l'arrière du four jusqu'à ce que l'on obtienne une température constante. Cela demandera quelques essais au début. Par la suite, on marquera les points de réglage du bouton (b). Le voyant (23) doit rester allumé en permanence. Si la température du bloc diminue trop, augmenter un peu le réglage, toujours par le bouton (b) à l'arrière du four.

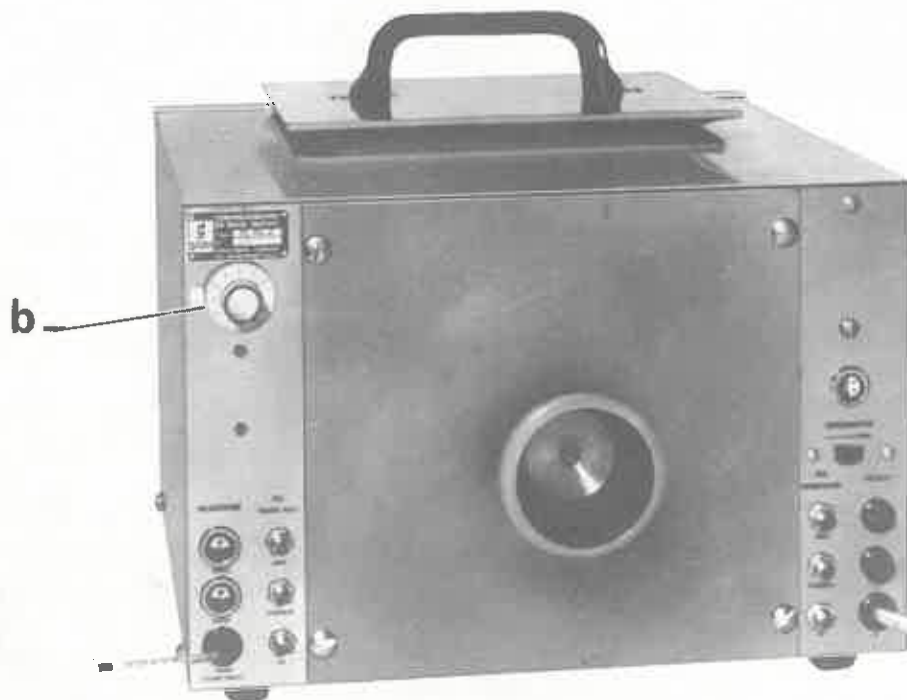


Photo (A)

Vue arrière des fours 75 équipés du système de régulation de la puissance de chauffage du bloc injecteur/détecteur. Le cadran du bouton d'affichage permet de retrouver les températures de travail habituelles.

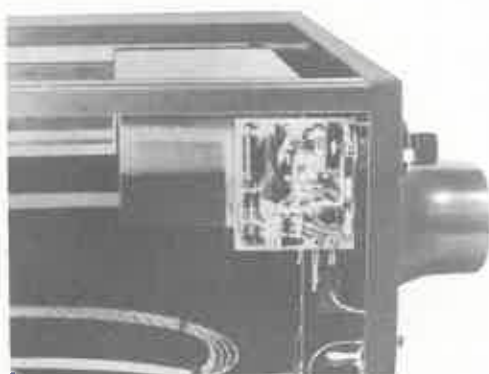


Photo (B)

Même four que celui montré sur la photo (A) vu de côté, capot enlevé. Le circuit imprimé est solidaire du potentiomètre de réglage. Le montage est donc très simple. Branchement électrique par clips (type Faston) en bas de la plaquette.