



D. Mise en œuvre d'un chromatographe Girdel 75-CD/PT et 75-CD

double colonne avec et sans programmation, (voir également section F, programmeur de température)

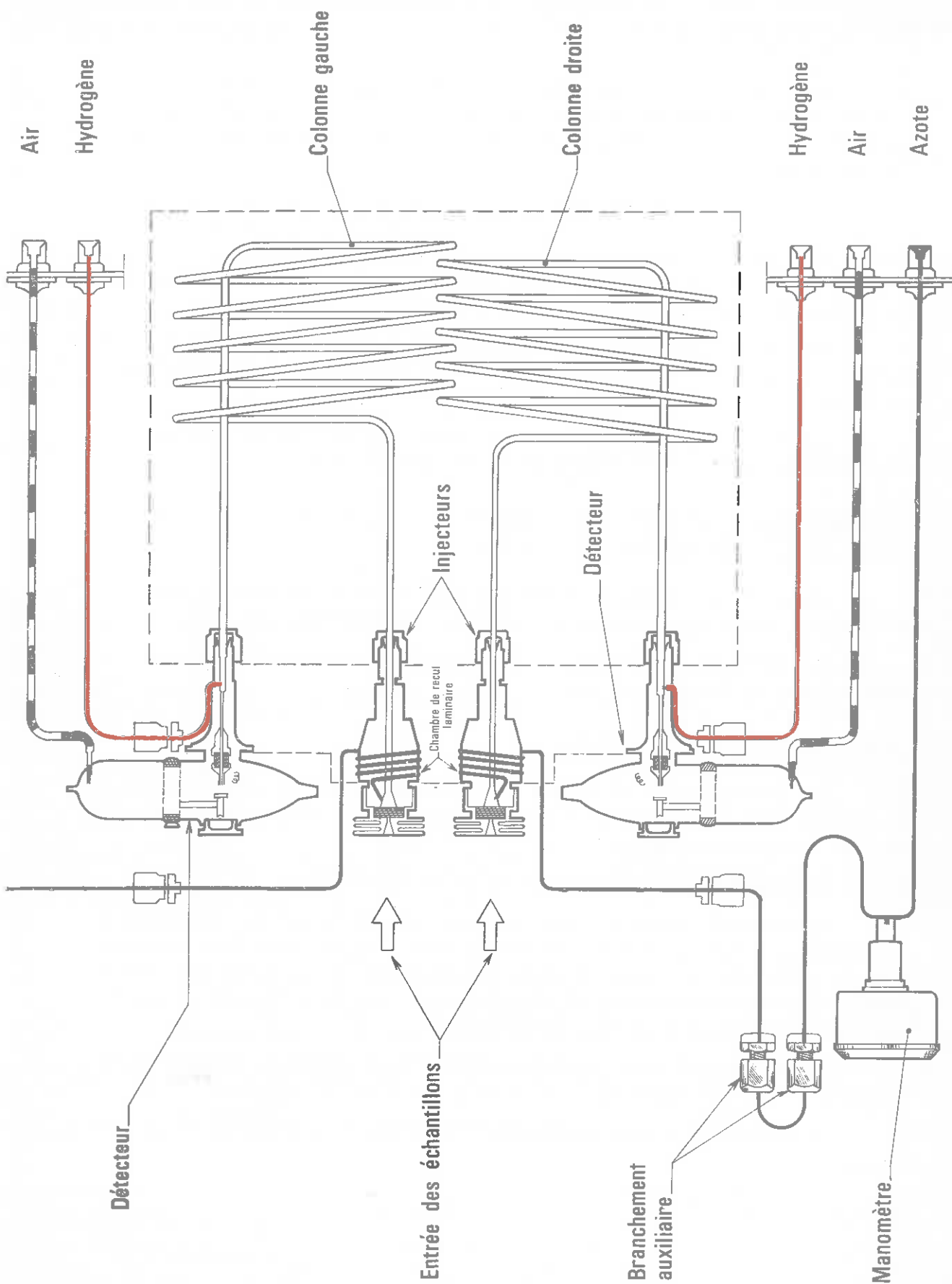


Fig.1 - FOUR GIRDEL 75 FD-1.- Schéma de principe des circuits des gaz.

BUT DE L'APPAREIL

Le premier avantage que présente l'appareil double est d'avoir à sa disposition deux colonnes pouvant être utilisées simultanément et indépendamment. On peut donc, pratiquement, doubler la quantité d'analyses.

L'utilisation simultanée est possible lorsqu'on possède deux enregistreurs, sinon on peut faire des analyses successives en commutant, par l'intermédiaire de la boîte de commutation 75-COM-1 (section G), l'enregistreur sur la sortie de l'un des électromètres puis sur la sortie de l'autre.

Les deux colonnes peuvent être différentes (l'une polaire, l'autre non polaire) mais elles sont, bien entendu, à la même température.

Le deuxième avantage réside dans l'utilisation en compensation (différentiel) en programmation de température.

UTILISATION D'UN APPAREIL DOUBLE COLONNE POUR EFFEC- TUER DEUX ANALYSES DISTINCTES.

Dans le cas présent d'utilisation, la mise en oeuvre est identique à celle de l'appareil à simple colonne (section C).

La boîte de commutation sera utilisée conformément aux instructions de la section G.

3 - TRAVAIL EN DIFFERENTIEL

Le travail en différentiel est effectué avec un chromatographe 75 CD/PT qui est composé d'un four double, de deux électromètres et d'un programmeur.

3 - 1 Principe :

L'appareil comporte une colonne supplémentaire, identique à la première et montée dans le même four. Cette deuxième colonne permet d'obtenir la compensation automatique de la ligne de base pendant la programmation de température. Ce procédé est illustré schématiquement par la fig. 2 ci-après.

Dans ce qui suit, le bouton (3 1) fig. 3 (réglage température du four) n'est plus utilisé.

L'inverseur "programmation", (1) fig. 3, est placé vers la droite.

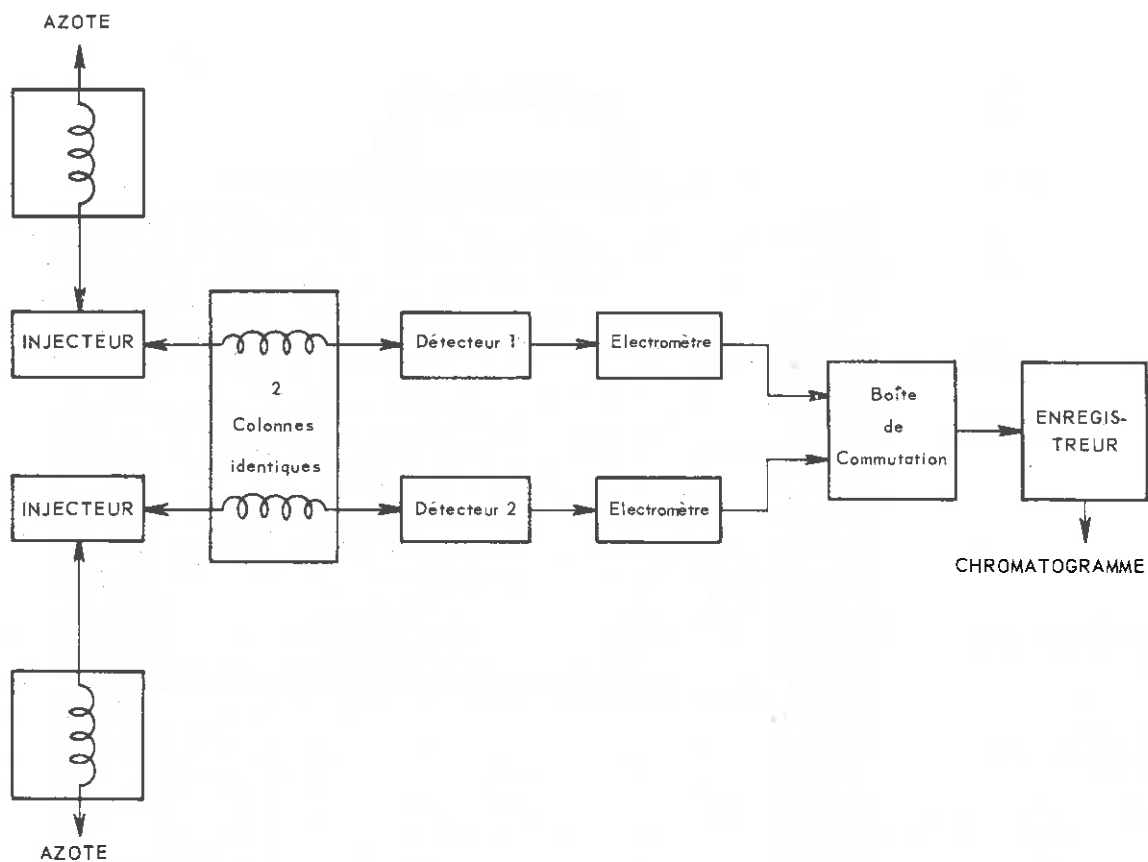


Fig. 2 - Schéma de principe du chromatographe GIRDEL 75-CD

Un signal correspondant à la décharge de la deuxième colonne, obtenu par l'intermédiaire d'un deuxième détecteur et amplifié par un deuxième électromètre, est mis en opposition au signal similaire provenant de la première colonne. Les deux signaux s'annulent et la ligne de base reste parfaitement stable. Les substances à analyser sont injectées dans la première colonne seulement.

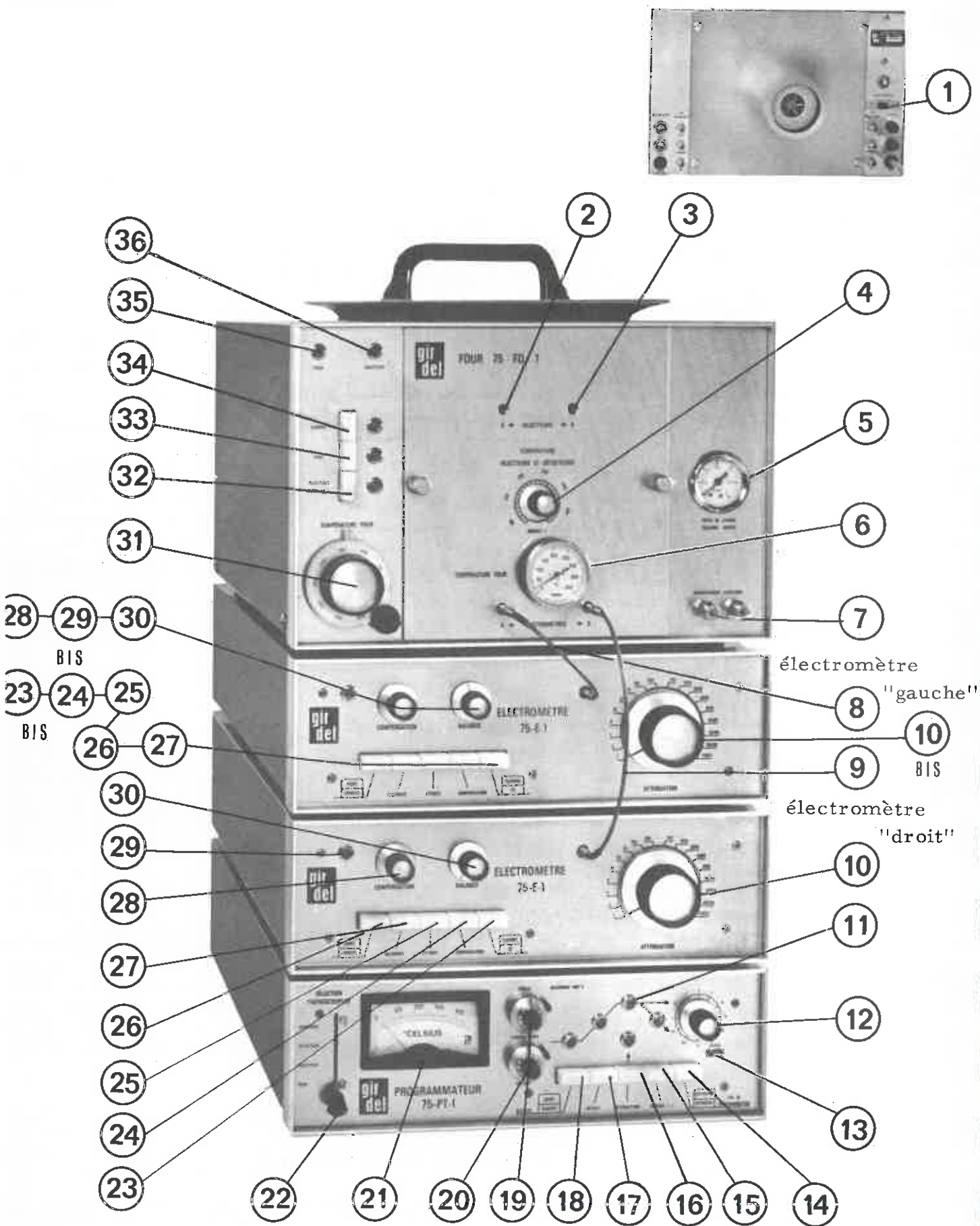


Fig. 3 - Chromatographe 75-CD/PT

- 1 Inverseur "programmation"
- 2 Injecteur gauche
- 3 Injecteur droit
- 4 Affichage température "bloc injecteur/détecteur"
- 5 Manomètre de contrôle de la pression d'entrée, colonne droite
- 6 Thermomètre à cadran de contrôle de la température du four
- 7 Boucle amovible prévue pour le branchement d'un dispositif auxiliaire
- 8 Cordon électromètre type II
- 9 Cordon électromètre type III
- 10 Bouton d'atténuation électromètre "droit"
- 10 bis Bouton d'atténuation électromètre "gauche"
- 11 Chaine de voyants permettant le contrôle du programme
- 12 Commutateur d'affichage de la vitesse de programmation (dix vitesses
pré-sélectionnées, avec position auxiliaire pour d'autres vitesses)
- 13 Connecteur prévu pour le branchement de fiches auxiliaires permettant
d'obtenir des vitesses de programmation différentes des dix vitesses
pré-sélectionnées
- 14 Touche de commande du mode opératoire en fin de programmation :
- isotherme (on reste sur la température finale) touche relâchée, refroidie
(retour aux conditions initiales) touche enclenchée
- 15 Touche de retour température initiale
- 16 Touche commandant l'interruption du programme
- 17 Touche d'impulsion commandant le départ de la programmation
- 18 Touche de mise sous tension et arrêt de l'appareil
- 19 Potentiomètre 4 tours d'affichage de la température finale
- 20 Potentiomètre 4 tours, gradué en degrés Celsius, pour l'affichage de la
température initiale, pourvu d'un dispositif de blocage
- 21 Pyromètre électrique pour la lecture des thermocouples
- 22 Levier de sélection des thermocouples pour lecture de température sur
le pyromètre
- 23 Touche du signal de sortie marquée "détecteur à flamme" "capture d'électrons"
électromètre "droit", (elle inverse la sortie)
- 23 bis Touche du signal de sortie marquée "détecteur à flamme" "capture d'électrons"
électromètre "gauche", (elle inverse la sortie)
- 24 Touche compensation, électromètre "droit" elle multiplie la compensation
par 40 à partir de l'atténuation 128
- 24 bis Touche compensation, électromètre "gauche" elle multiplie la compensation
par 40 à partir de l'atténuation 128
- 25 Touche attente, électromètre "droit")
- 25 bis Touche attente, électromètre "gauche") elle met la sortie en court circuit
- 26 Touche "marche-arrêt" électromètre "droit"
- 26 bis Touche "marche-arrêt" électromètre "gauche"
- 27 Touche allumage de la flamme électromètre "droit"
- 27 bis Touche allumage de la flamme électromètre "gauche"
- 28 Bouton compensation électromètre "droit"
- 28 bis Bouton compensation électromètre "gauche"
- 29 Voyant témoin de mise sous tension électromètre "droit"
- 29 bis Voyant témoin de mise sous tension électromètre "gauche"
- 30 Bouton de réglage de la balance, électromètre "droit"
- 30 bis Bouton de réglage de la balance, électromètre "gauche"
- 31 Bouton d'affichage de température du four avec dispositif de blocage
- 32 Touche et voyant de contrôle mise en route du bloc "injecteur/détecteur"
- 33 Mise en route chauffage du four avec voyant de contrôle
- 34 Mise en route de la turbine avec voyant de contrôle
- 35 Voyant de contrôle de la régulation de température du four
- 36 Voyant de contrôle de la régulation de température du bloc "injecteur/détecteur"

. 2 - Mise en œuvre :

3.2.1 - Opérations préliminaires

Effectuer les raccordements électriques (★) entre les différents éléments du chromatographe 75-CD/PT (fig. 3) et brancher les arrivées de gaz et d'air conformément aux indications de la section B. Procéder ensuite à l'affichage des températures et au réglage des débits et des balances des électromètres.

3.2.2 - Affichage des températures (Voir aussi section F)

Après s'être assuré que les potentiomètres "température initiale" (20) fig. 3 et "température finale" (19) fig. 3 sont au zéro, procéder, dans l'ordre, aux opérations suivantes :

- Mise en route de la turbine à l'aide du poussoir^v (34) fig. 3. Le voyant correspondant s'allume.

- Placer l'inverseur "programmation" (1) fig. 3 vers la droite. (position programmation).

- Procéder à la mise sous tension du programmeur en appuyant sur la touche "marche-arrêt" (18) fig. 3. Le voyant I₁ du programmeur doit s'allumer.

- Placer la touche "fin de programmation" (14) fig. 3 dans la position désirée :

 - "refroidie" (touche enclenchée) ou
 - "isotherme" (touche relachée)

- Afficher à l'aide du potentiomètre (20) fig. 3 la température initiale. Bloquer le bouton.

- Afficher à l'aide du potentiomètre (19) fig. 3 la température finale désirée à la fin du programme. Bloquer le bouton.

- Mise en route du chauffage du four à l'aide du poussoir (33) fig. 3. Le voyant correspondant s'allume.

- Afficher la température du bloc "injecteur-détecteur" à l'aide du bouton (4) fig. 3. La lecture de ce bouton est peu précise et le temps de chauffage du bloc est relativement lent. (Contrôle par le pyromètre ou par thermomètre, placé dans le trou prévu à cet effet, (25), Fig. 2, section C, calibrer par trait de crayon.

Si un seul enregistreur est utilisé, il doit être raccordé à l'embase registreur 2" de la boîte de commutation.

- Mise en route du chauffage du bloc "injecteur/dé-
tecteur" à l'aide du poussoir (32) fig. 3. Le voyant corres-
pondant s'allume.

- Afficher à l'aide du commutateur à douze positions
(12) fig. 3, la vitesse de programmation en °C/mn.
Lorsque la température du four a atteint la température
initiale affichée procéder au réglage des débits.

3.2.3 - Réglage des débits

1° - Lorsque la température du four a atteint la
température affichée initialement :

- régler identiquement les deux débits d'azote,
- régler les deux débits d'hydrogène (dans les
limites de 15 à 20 ml/min).

2° - Faire une programmation à blanc (sans injection) :
pour cela appuyer sur la touche départ (17) fig. 3.
Cette programmation est effectuée dans les mêmes
conditions que celles désirées pour l'analyse
(même vitesse de programmation et température
finale identique).

S'il y a une dérive en fin de programmation, la
compenser en diminuant ou en augmentant le débit d'azote
de la colonne de compensation et régler, à nouveau, le dé-
bit d'hydrogène pour avoir toujours le maximum de sensibi-
lité. (Ces réglages ne peuvent être faits qu'après les opérations
du paragraphe 3.2.4).

3.2.4 - Réglage de la balance des électromètres et allumage de la flamme des détecteurs.

- Placer le contacteur de la boîte de commutation
(section G) sur la position G → 1

D → 2

- Procéder à la mise sous tension de l'électromètre
correspondant à la colonne droite en appuyant sur la touche
(25) fig. 3. Le voyant (29) fig. 3, s'allume.

- Débrancher le câble (9) "électromètre" et appuyer
sur la touche attente (25) fig. 3. La plume de l'enregistreur
doit se trouver sur le zéro. Dans le cas contraire, procéder
au réglage du zéro sur l'enregistreur (sur enregistreur
GIRDEL 75-RS-1, bouton "origine"). (Voir manuel séparé
de cet appareil).

- Tourner le bouton 10 tours "compensation" (28) fig. 3 en sens inverse des aiguilles d'une montre, jusqu'en butée.

- Amener le commutateur "atténuation" (10) fig. 3 sur position 1.

- Relâcher la touche "attente" (25) fig. 3.

- Ramener la plume de l'enregistreur sur le zéro en agissant sur le bouton "balance" (30) fig. 3.

- Le réglage ainsi effectué, le bouton balance ne doit plus être retouché pendant les opérations qui suivent.

On ne doit pas observer de décalage de la plume de l'enregistreur lorsque l'on tourne le bouton "atténuation" (10) fig. 3, vers une atténuation plus élevés.

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.

La balance étant réglée, procéder à l'allumage de la flamme :

- S'assurer que le débit d'air est correct (attention, si le débit d'air est insuffisant il y a risque d'explosion).

- En appuyant sur la touche correspondante (27) fig. 3 de l'électromètre, l'allumage de la flamme s'effectue normalement et se caractérise par un léger "plouf" et un décalage positif de la plume de l'enregistreur (après branchement du câble signal). 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).(*)

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

- Rebrancher le câble "électromètre" (9) fig. 3, compenser (remise à zéro de la plume) avec le bouton compensation. Attendre que tout se stabilise et parfaire le réglage.

Si ce réglage ne peut être obtenu, la colonne provoquant trop de courant d'ionisation, placer le bouton "atténuation" (10) fig. 3, sur la sensibilité "128", appuyer sur la touche compensation (24) fig. 3, et ramener la plume de l'enregistreur sur le zéro avec le bouton compensation (28) fig. 3. (Valable pour atténuations de 128 et plus).

De toutes façons, la sensibilité est beaucoup trop grande car, normalement, on travaille sur la position 128 ou plus.

- Placer le contacteur de la boîte de commutation sur  et procéder de manière identique pour régler la balance du deuxième électromètre et allumer la flamme du second détecteur.

De même, attendre que la ligne de base se soit stabilisée et ramener sur le zéro la plume de l'enregistreur avec le bouton compensation.

- Placer le commutateur de la boîte de commutation 75-COM-1 sur "D - G". On ne doit pas observer de décalage de la ligne de base. Un léger décalage peut être compensé par le bouton correspondant.

3.2.5 - Injection

Injecter l'échantillon dans l'injecteur droit.

- Procéder au départ de la programmation par action sur la touche "départ" (17) fig. 3, le voyant I_2 (11) fig. 3 de la chaîne s'allume.

- Les mêmes réglages peuvent être faits dans la position "D - G". Dans ce cas, injecter dans la colonne gauche.



2. Principes de fonctionnement et utilisation de la boîte de commutation 75 COM I

1 - PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT ET BUT DE LA BOITE DE COMMUTATION

La boîte de commutation 75-COM-1 permet de sélectionner, par l'intermédiaire d'un commutateur, quatre modes opératoires différents :

première position : $\begin{array}{l} G \longrightarrow 1 \\ D \longrightarrow 2 \end{array}$

La sortie de l'électromètre gauche (par conséquent la colonne et le détecteur gauches) est branché sur la sortie 1.

De même, l'électromètre droit est raccordé à la sortie 2.

deuxième position : $\begin{array}{l} G \searrow 1 \\ D \swarrow 2 \end{array}$

Les branchements sont inversés. Cette inversion, inutile lorsqu'on a branché deux enregistreurs, est prévue pour l'utilisation d'un seul enregistreur.

Un enregistreur branché sur l'une des deux sorties peut être, au choix, connecté avec l'électromètre (c'est-à-dire avec la colonne) droit ou gauche, par une simple manipulation du contacteur. Il est préférable d'utiliser pour cela la sortie 2, parce que cette sortie est celle que l'on doit utiliser pour le travail en différentiel.

Les deux premières positions permettent ainsi d'utiliser un seul enregistreur pour enregistrer, alternativement, les analyses de l'une ou de l'autre colonne. Si l'utilisateur dispose de deux enregistreurs (ou d'un enregistreur à double piste) l'emploi de cette boîte n'est pas nécessaire pour l'utilisation des simples colonnes indépendantes, mais elle permet de passer rapidement de ce mode opératoire en travail différentiel, pour lequel elle est toujours indispensable.

Ces remarques s'appliquent également pour le travail en double voie : deux détecteurs différents sont branchés sur une seule colonne, suivie de deux électromètres et de deux enregistreurs (ou un enregistreur à double piste). (✱)

Dans ce mode de travail la boîte de commutation peut être utilisée pour inverser les deux voies.

(✱) chacune des pistes de l'enregistreur double est raccordée à une des sorties de la boîte de commutation.

troisième et quatrième position : $D - G \rightarrow 2$ et $G - D \rightarrow 2$

Signification des symboles : le signal provenant de la colonne (détecteur, électromètre) droite, diminué de celui de la colonne gauche, est branché sur la sortie deux. De même, le signal issu de la colonne gauche, diminué de celui de la colonne droite est branché sur la sortie 2, lorsque le commutateur est sur cette dernière position.

Ces deux positions sont destinées uniquement pour le travail en différentiel : compensation de la ligne de base d'une des colonnes par l'autre. Les deux positions $D - G$ et $G - D$ sont directement reliées à la possibilité dont on dispose, en principe, d'injecter l'échantillon, indifféremment, sur la colonne droite ou gauche. Dans les deux cas, le signal différentiel est obtenu sur la sortie 2, qui sera raccordée avec l'enregistreur. La sortie 1 est court circuitée sur ces positions, pour ne pas laisser ouverte une piste ou une autre entrée d'enregistreur branché à la sortie.

2 - MISE EN OEUVRE

Les instructions données ci-dessous se rattachent uniquement à un enregistreur ayant le zéro à droite. (On pourra facilement rétablir les opérations en cas d'un enregistreur ayant le zéro à gauche).

2.1 - UTILISATION des COLONNES SIMPLES, INDEPENDANTES, AVEC UN SEUL ENREGISTREUR

- Brancher le câble de l'enregistreur sur la prise "enregistreur 2" de la boîte de commutation.
- Raccorder les câbles G (gauche) et D (droit) de la boîte de commutation aux électromètres. Bien repérer l'électromètre correspondant à la colonne droite ou gauche.
- Sur la face avant des électromètres, débrancher les câbles de signal.
- S'assurer du bon raccordement :

Sur la position : $D \rightarrow 1$
 $G \rightarrow 2$

on doit observer un déplacement vers la droite de la plume de l'enregistreur lorsqu'on tourne le bouton de compensation de l'électromètre "droit" dans le sens des aiguilles d'une montre.

L'électromètre gauche n'étant pas raccordé avec l'enregistreur, son bouton de compensation ne peut agir.

Sur la position : 

on observe un déplacement de la plume vers la droite lorsqu'on agit sur la compensation de l'électromètre gauche.

Le bouton de compensation de l'électromètre n'a aucune action.

- Régler le zéro électrique comme d'habitude ; les câbles de signal étant toujours débranchés, chaque électromètre est réglé séparément : le bouton "compensation" étant en butée vers la gauche, le zéro est réglé avec le bouton "balance".
- Rebrancher les câbles "signal" sur la face avant des appareils.
- Régler la compensation. Ce réglage est possible uniquement lorsque les flammes des détecteurs sont allumées, et après une période de stabilisation thermique. Régler séparément chaque électromètre avec son bouton de compensation. Test final : la ligne de base ne doit pas bouger lorsqu'on tourne le bouton "atténuation" sinon déplacer la plume, en tournant le bouton compensation.

2.2 - UTILISATION EN TRAVAIL DIFFERENTIEL

Les réglages du zéro sont effectués séparément comme indiqué ci-dessus et l'enregistreur doit toujours être branché sur la sortie 2.

Commuter sur l'une des positions D - G ou G - D.

Position D - G : on injecte l'échantillon sur la colonne droite.

La compensation de l'électromètre "droit" agit normalement vers la droite si le bouton est tourné dans le sens de l'horloge. Par contre, la compensation de l'électromètre "gauche" agit maintenant en sens inverse sur l'enregistreur : la plume va vers la gauche lorsqu'on tourne le bouton de l'électromètre dans le sens horaire.

Le réglage fin du zéro final est fait avec le bouton compensation de l'électromètre "droit".

Position G - D : on injecte sur la colonne de gauche, la compensation de l'électromètre correspondant (gauche) agit normalement et la compensation de l'électromètre droit agit en sens inverse.

Le réglage fin du zéro est fait avec le bouton compensation gauche.

Dans tous les cas, il faut afficher la même atténuation, sur chaque électromètre, identique à celle d'utilisation.

- 1 - Cordon de raccordement électromètre (colonne gauche)
- 2 - embase de raccordement à l'enregistreur 1
- 3 - embase de raccordement à l'enregistreur 2
- 4 - cordon de raccordement électromètre (colonne droite)
- 5 - commutateur pour la sélection des modes opératoires.

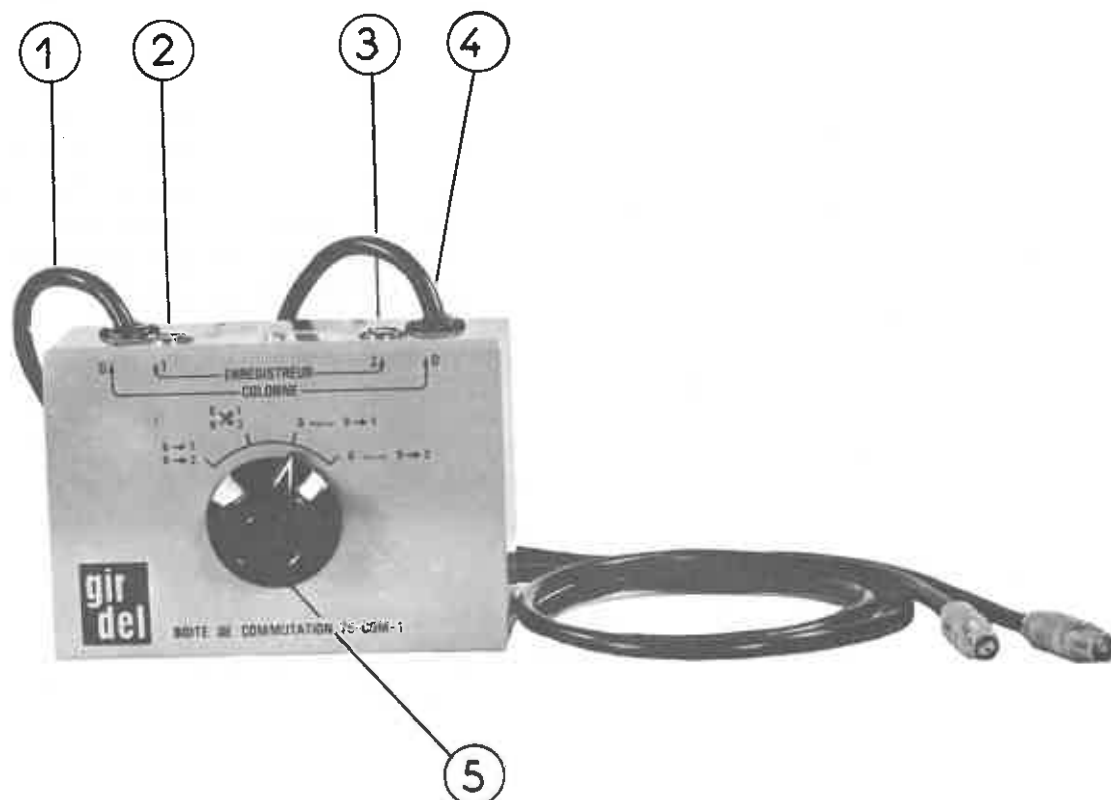


Fig 1 - BOITE DE COMMUTATION 75-COM-1

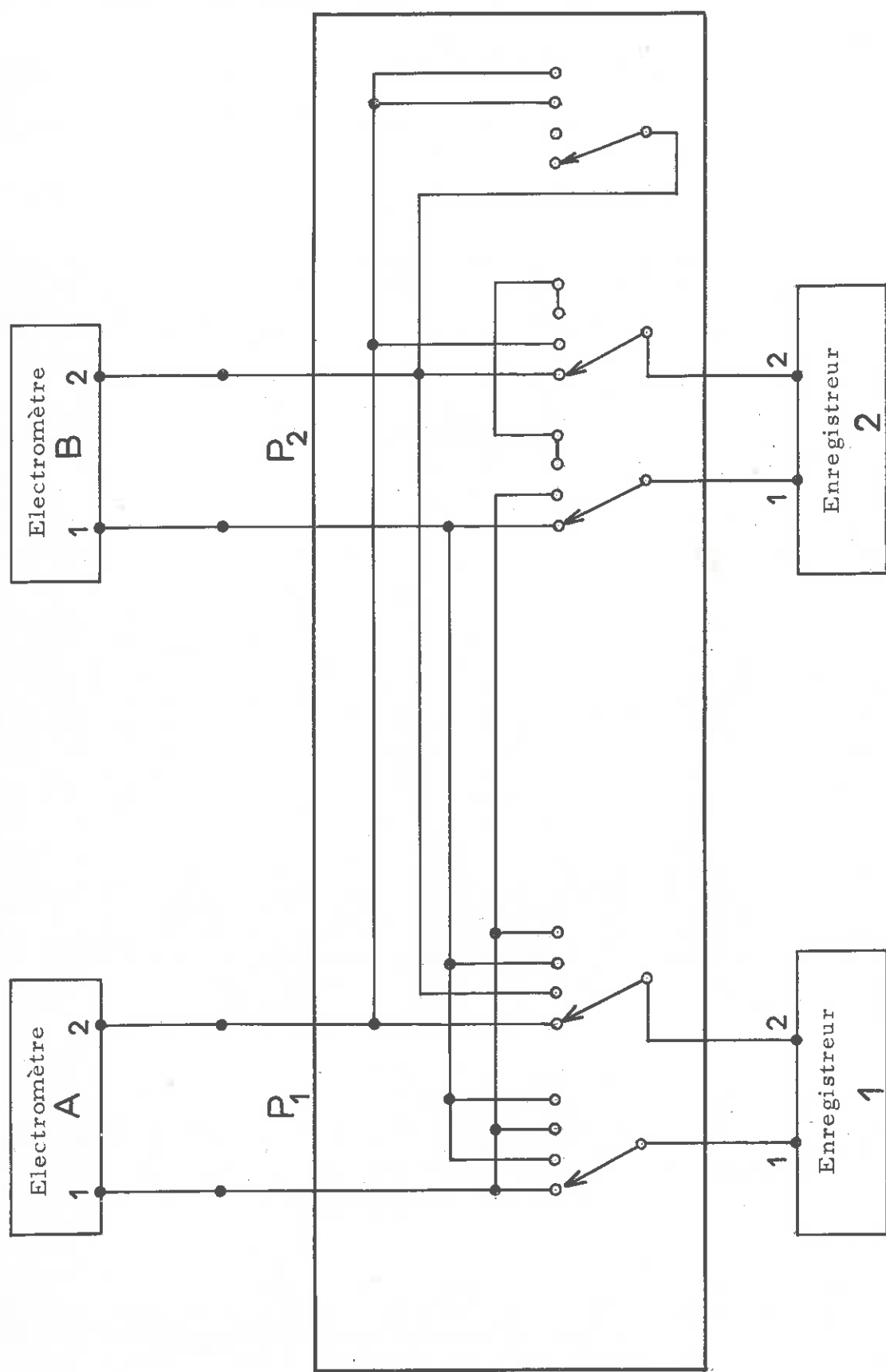


Fig. 2 ■ Schéma de principe de la boîte de Commutation 75-COM-1