



Spectra-Physics

SP 8700 SOLVENT DELIVERY SYSTEM Operating and Service Manual

Part Number A0099-088 (insert only)

Part Number A0099-087 (insert w/binder)

TABLE DES MATIERES

	Page
IERE PARTIE - MODE OPERATOIRE ET FONCTIONNEMENT	
1.1 Description générale	1
1.2 Mise en service	2
1.2.1 Vérification de l'intégrité de la livraison	2
1.2.2 Liste des éléments du SP 8700	2
1.2.3 Accessoires optionnels	4
1.2.4 Sélection du voltage	5
1.2.5 Vérifications	6
1.2.6 Préliminaires	8
1.2.7 Comment établir un fichier de paramètres pour des analyses en mode isocratique	8
1.2.8 Instructions nécessaires à la mise au point d'un fichier pour une analyse en gradient	9
1.3 Dégazage	10
1.3.1 Le dégazage de la phase mobile	10
1.3.2 Réservoirs à solvants	10
1.3.3 Rôle de l'Hélium dans le dégazage	11
1.3.4 Dégazage sous vide	12
1.4 Amorçage de la pompe	13
1.5 Fonctionnement pour les analyses en isocratique	16
1.5.1 Injection de l'échantillon	17
1.6 Analyses faisant appel à un gradient	19
1.6.1 Autre possibilité : changement de composition pas à pas	23
1.7 Changement automatique du débit	25
1.8 Entretien de l'appareillage	29
1.8.1 Entretien de l'injecteur	29
1.8.2 Entretien de la pompe	29
1.8.3 Entretien du détecteur	29
1.8.4 Entretien des filtres et frittés	30
1.9 Sélection d'un fichier inoccupé	30
1.10 Fichiers paramètres	30
1.10.1 Insertion d'une nouvelle donnée dans un fichier déjà existant	31
1.10.2 Modification du gradient pour une phase mobile déjà existante	33
1.10.3 Comment effacer une ligne d'un fichier déjà existant	34
1.10.4 Modification de la pression limite	35
1.10.5 Edition d'un fichier pendant une analyse	36
1.10.6 Codes erreurs	37

	Page
1.11	Comment intervenir pendant une analyse 39
1.11.1	Utilisation de la touche PAUSE 39
1.11.2	Utilisation de la touche CONTINUE 40
1.11.3	Modification du débit et de la pression maximum en cours d'analyse 40
1.11.4	Contrôle de la pression maximum et de la pression pendant l'analyse 41
1.11.5	Enchaînement des fichiers 42
1.12	Description du clavier et des voyants 43
1.12.1	Clavier 44
1.12.2	Verrouillage du clavier 46
1.12.3	Voyants 47
1.12.4	Sélecteurs intérieurs 47
1.12.5	Connecteurs externes 48
2EME PARTIE - DIAGNOSTICS	
3.1	Introduction B1
3.2	Procédures de détection de pannes B1
3.3	Autodiagnosics B5
3.3.1	Utilisation des diagnostics B5
	Test visu et voyants (test 100) B7
	Test mémoires ROM/RAM sur CPU Clavier (test 101) B7
	Test d'intégrité communication entre pompe et clavier (test 102) B8
	Numéro de la version du programme test (test 103) B9
	Test circuit électronique de la visualisation (test 104) B9
	Test circuit voyants (test 105) B10
	Test mémoires mortes sur carte CPU Pompe (test 200) B10
	Test mémoires vives sur carte CPU Pompe (test 201) B10
	Test de l'intégrité de communication entre CPU Pompe et CPU Clavier (test 202) B11
	Test de stabilité du contrôle débit (test 203) B12
	Test d'intégrité des valves (test 204) B12
	Performances de la pompe (test 205) B13
	Test de l'électronique de contrôle de la pompe (test 206) B13
	Test du moteur pas à pas (test 207) B14
	Test des solénoïdes de vanne ternaire (test 208) B14
3.4	Maintenance régulière B15
3.5	Codes erreurs B17

PREMIERE PARTIE

- :-

MODE OPERATOIRE ET FONCTIONNEMENT

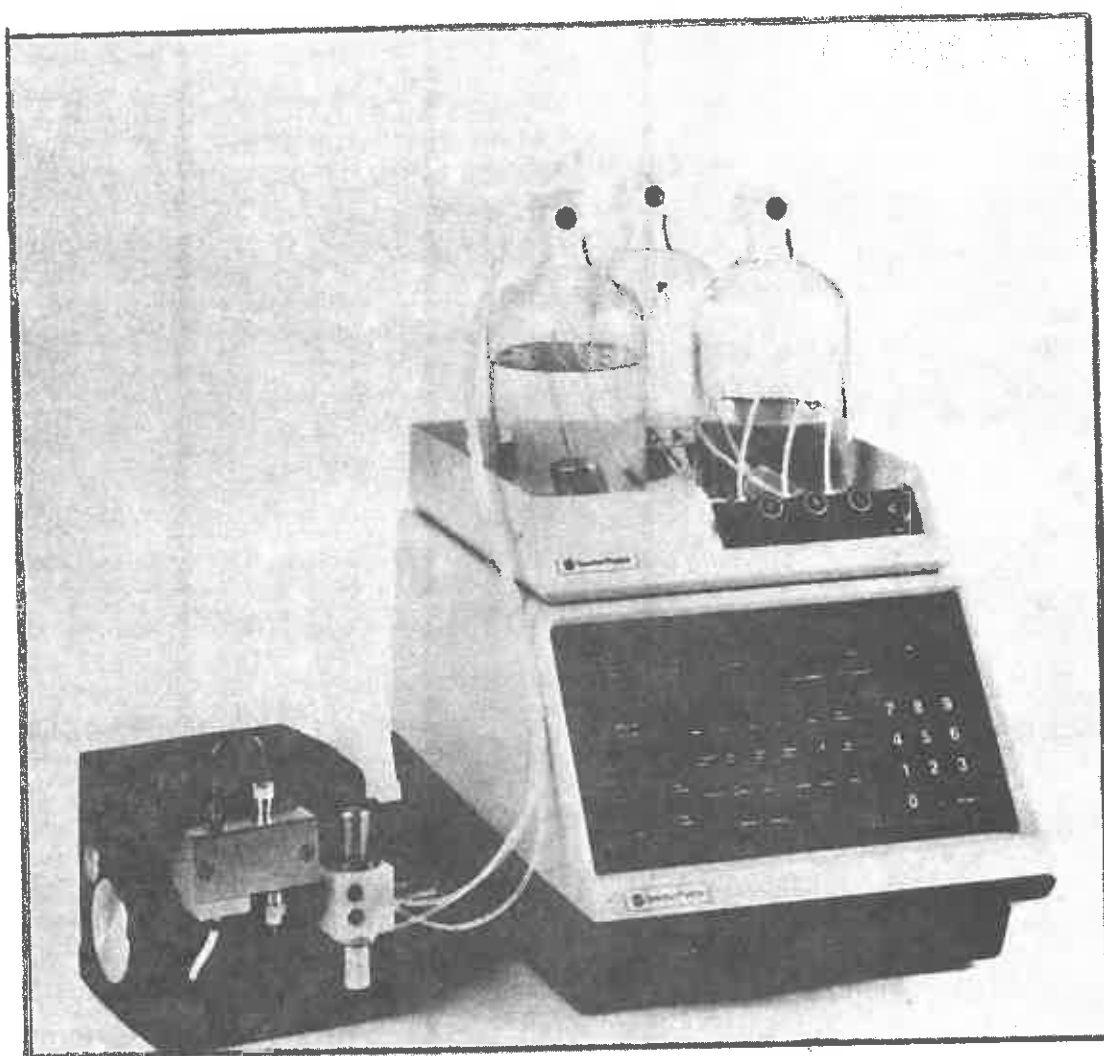


FIG.1.1. DESCRIPTION GENERALE

1.1. DESCRIPTION GENERALE:

Le SP 8700 est un chromatographe contrôlé par plusieurs microprocesseurs. On peut pomper jusqu'à trois solvants dans des proportions très précises, à un débit et une pression eux aussi très strictement contrôlés.

1.2. MISE EN SERVICE:

1.2.1. VERIFICATION DE L'INTEGRITE DE LA LIVRAISON:

A la réception du matériel, contrôlez que le SP 8700 n'a subi aucun dommage lors de son transport.
Le transporteur est seul responsable des dommages subis pendant le transport.
Vérifiez ensuite le contenu de la livraison.

Tous les éléments sont décrits ci-dessous.

1.2.2. LISTE DES ELEMENTS DU SP 8700:

1.2.2.1. UNITE CENTRALE (N° A1678-010)

C'est par l'intermédiaire de cette unité centrale que l'on va ajuster, comme désiré, la composition de phase mobile et le débit.

Des touches digitales sensibles permettent l'entrée des données.
Des affichages numériques donnent un contrôle permanent des paramètres.

Deux câbles relient l'unité centrale:

- l'un au secteur
- l'autre au module pompe.



FIG.1.2.: UNITE CENTRALE ET PLATEAU SUPPORT SOLVANTS.

1.2.2.2. PLATEAU SUPPORT SOLVANTS ET SYSTEME DE DEGAZAGE à L'HELIUM (N° A1746-010)

Le plateau support solvants, qui comprend aussi le circuit de dégazage, sert à poser les trois flacons de solvants.

Le système de dégazage se compose de trois vannes s'ouvrant indépendamment les unes des autres pour laisser circuler l'Hélium à travers trois tuyaux en téflon.

Chacun des tubes reliant les flacons au collecteur est équipé d'un filtre de 2 microns

Les frittés sont à introduire à l'intérieur des flacons.

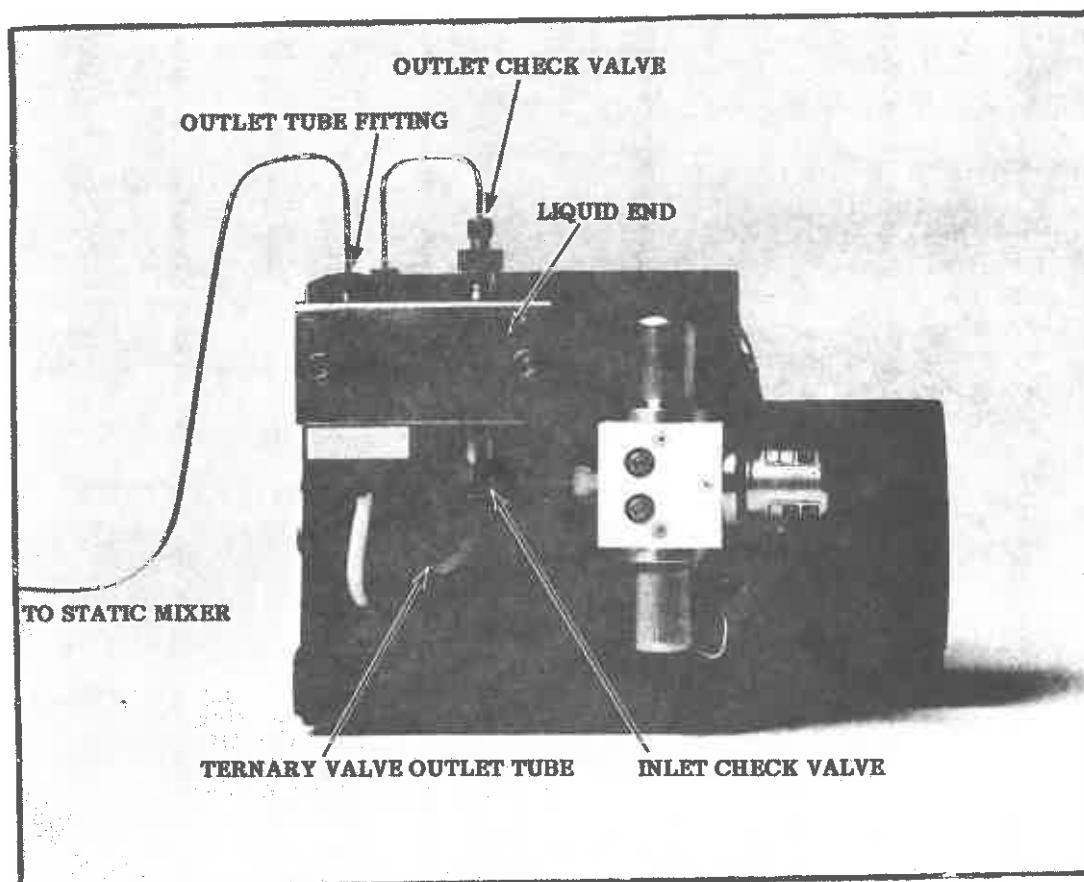


FIG.1.3.MODULE POMPE

1.2.2.3. MODULE DE POMPE (A1687-010)

Tout d'abord, connectez ce module à l'unité centrale à l'aide du câble destiné à cet usage.

On fixera également les tuyaux venant des flacons de solvants sur l'électrovanne de mélange (dans l'ordre indiqué: A,B,C). De l'autre côté, un tube métallique permettra la connection entre la pompe et le reste du système (Fig. 1.3.)

1.2.2.4. ACCESSOIRES:

TABLEAU 1.1.: ACCESSOIRES DU SP.8700

QUANTITE	REFERENCE	DESCRIPTION
3	A 1766-010	Etiquettes solvant
1	A 0099-087	Manuel d'instruction
1	5401-0420	Clé 1/2" x 9/16"
1	5401-0410	Clé 3/8" x 7/16"
1	5401-0400	Clé 1/4" x 5/16"
1	5401-0080	Clé allen 8-32 (9/16")
1	5401-0070	Clé allen 10-32 (5/32")
1	5401-0100	Clé allen 1/4-20 (3/16")
1	6003-0160	Cordon secteur
1	A 1752-010	Tube sortie (*)
1	3301-0010	Seringue 5 c.c.
3	3115-0090	Bouteilles-1 litre (*)
1	0415-3220	Règle de calcul

(*): inclus dans le plateau support solvants.

1.2.3. ACCESSOIRES OPTIONNELS:1.2.3.1.: MODULE "ORGANIZER" (N° A 1772-010):

Ce module sert à poser certains accessoires du SP 8700, tels que la colonne et la vanne "bypass".

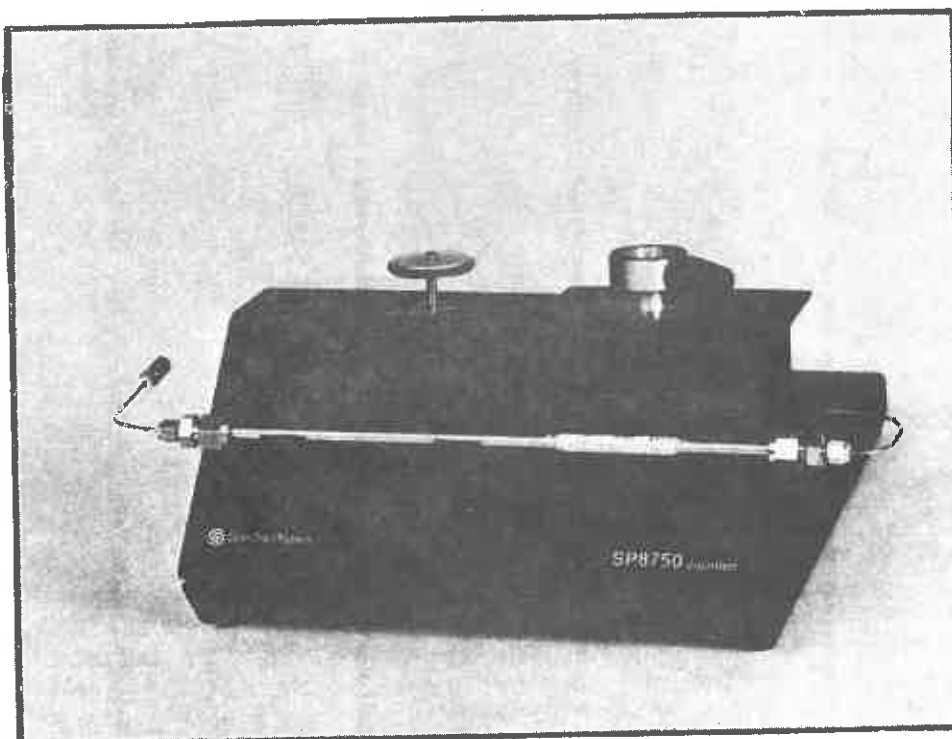


FIG.1.4.: MODULE "ORGANIZER"

La colonne est fixée par deux attaches et la pompe est posée à l'arrière du plateau (Fig. 1.4.)

1.2.4. SELECTION DU VOLTAGE:

Avant tout: controlez que le voltage sélectionné est bien 220 V.

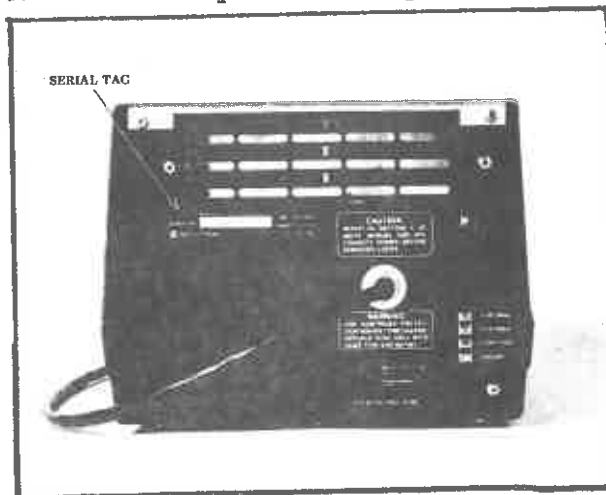


FIG 1.5.: EMBLACEMENT DE L'ETIQUETTE VOLTAGE

Si ce n'est pas le cas:

- 1°) Glissez la petite fenêtre de plastique vers la gauche
- 2°) Otez le fusible en tirant
- 3°) Enlevez la petite plaque à l'aide d'une paire de pinces
- 4°) Remplacez la plaque afin que le voltage soit lisible.



FIG.1.6.: EMBLACEMENT DU SELECTEUR DE VOLTAGE

6.

5/Remplacez le fusible.

<u>VOLTAGE</u>	<u>FUSIBLE</u>
100,120 V.	4 A. Temporisé
200,220 V.	2 A. Temporisé

6/Placez le cordon d'alimentation à l'arrière de l'unité centrale mais NE LE BRANCHEZ PAS TOUT DE SUITE!

1.2.5. VERIFICATION

Pour s'assurer du bon fonctionnement du SP 8700, il est nécessaire de tester la pompe et l'unité centrale.

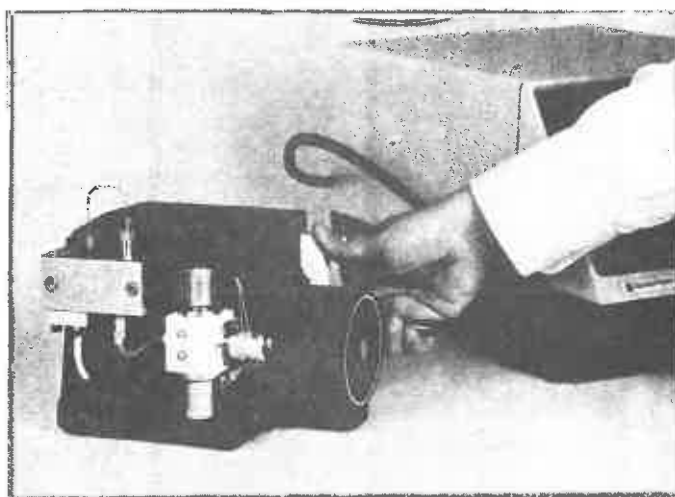


FIG.1.7.:CABLE DE CONNECTION DE LA POMPE

1/Connectez l'unité centrale à la pompe

2/ Branchez le SP 8700.



FIG.1.8.: EMBLACEMENT DU BOUTON D'ALIMENTATION.

3/Placez le bouton sur ON. L'appareil se placera automatiquement en position "EN MEMOIRE" (comme indiqué par le voyant correspondant). Tous les voyants doivent alors indiquer zéro , à l'exception de %A qui doit marquer 100 et FICHER qui doit être à 1.

0.0	100.0	0.0	0.0	0.00	1
● TEMPS	● %A	● %B	● %C	● DEBIT	FICHER
			☒ MAX. PRESSION	☐ PRESSION	

4/Tous les voyants, à l'exception de PRESSION MAX.; PRESSION; EN COURS;REPERE DE CAME et PRÊT doivent être allumés. Ceci donne déjà une bonne indication du fonctionnement correct du 8700. Il faudra tout de même procéder aux tests ci-dessous.

5/Procédure de test:

L'appareil doit se trouver en position "EN MEMOIRE".

☒ EN MEMOIRE
☐ EN COURS

Appuyez sur la touche "TEST" puis sur les touches numériques 2 0 0 . Ces nombres s'affichent alors dans la case TEMPS.

Appuyez sur VALID pour commencer le test .

TEST	2	0	0	VALID
------	---	---	---	-------

Ceci permet de vérifier l'intégrité des mémoires mortes (ROM).

Le principe est le suivant: l'appareil fait la somme de tous les bits des mémoires-mortes et compare la valeur obtenue à une valeur connue. Si ces valeurs concordent, le message "PASS" apparaît sur l'affichage digital. Sinon, il indique le numéro de la mémoire défectueuse sur le cadran %B.

		PASS			
● TEMPS	● %A	● %B	● %C	● DEBIT	FICHER
			☐ PRESSION MAX.	☐ PRESSION	

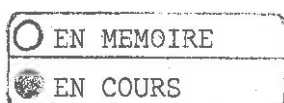
Pour interrompre ce test, appuyez de nouveau sur VALID.

REMARQUE: Durant l'exécution de certains tests,le clavier est bloqué, sauf les touches numériques TEST et VALID.

8.

1.2.6. PRELIMINAIRES:

- 1/Vérifiez la quantité de solvants dans les flacons.
Assurez vous que les frittés soient totalement immergés.
- 2/Fermez la vanne du détendeur d'Hélium. Ouvrez complètement la vanne de la bouteille.
- 3/Positionnez le commutateur de l'Hélium sur "ON"
Ajustez lentement le détendeur à 5 psi (0,35 Bar)
- 4/Réglez le débit d'Hélium à 10 ou 20 ml/minute à l'aide des boutons marqués A,B,C.
- 5/Après 10 à 15 minutes, diminuez le débit du gaz jusqu'à 5 ml/minute.
- 6/Vérifiez que vous êtes en position "EN COURS"



- 7/Vous pouvez maintenant initialiser le fichier choisi.
Par exemple, pour mettre en fonctionnement le fichier 3 (une fois l'équilibre chimique de la colonne atteint et le voyant PRET allumé):



- 8/Si vous avez sélectionné un gradient, faites une exécution "à blanc" avant d'injecter.

1.2.7.: COMMENT ETABLIR UN FICHIER DE PARAMETRES POUR DES ANALYSES EN MODE ISOCRATIQUE:

- 1/Appuyez sur la touche EN MEMOIRE/EN COURS pour vous placer sur EN MEMOIRE.

REM: Dès que l'on met le 8700 sous tension, il se positionne de lui même sur EN MEMOIRE.

- 2>Actionnez APPEL FICHIER puis VALID pour sélectionner le premier fichier disponible. Le numéro de celui-ci s'affiche.

- 3/Appuyer sur %A. Il n'est pas nécessaire d'entrer les trois pourcentages désirés pour les trois solvants.
Deux d'entre eux suffisent. Le 8700 calcule de lui même la troisième valeur.

- 4/Appuyez sur les touches désirées pour entrer le % de solvant A.

- 5/Procédez de la même façon pour le % de solvant B.

- 6/Appuyez sur la touche DEBIT puis sur la valeur choisie.
Exemple:



7/Actionnez "VALID"

8/A l'aide de la touche "EN MEMOIRE/EN COURS", placez vous EN COURS.

9/Initialisez le fichier comme suit:

EXECUTION FICHIER N°	1	VALID
-------------------------	---	-------

10/L'injection ne doit être faite qu'une fois l'équilibre chimique de la colonne atteint et le témoin "PRET" allumé (prouvant que la pompe fournit un débit constant).
Le temps nécessaire à ceci dépend du débit choisi.

1.2.8. INSTRUCTIONS NECESSAIRES A LA MISE AU POINT D'UN FICHIER POUR UNE ANALYSE EN GRADIENT:

Appuyez sur les touches citées ci-dessous dans l'ordre où elles sont mentionnées:

1/"EN MEMOIRE/EN COURS":Le voyant EN MEMOIRE doit s'allumer (comme chaque fois que le SP 8700 est mis sous tension).

2/"APPEL FICHIER" puis "VALID" pour accéder au premier fichier disponible.

3/"%A" (le voyant clignote):

%A

4/Le pourcentage de solvant A désiré,

6	0
---	---

5/"%B", suivi de la valeur désirée.

(le % de C sera alors automatiquement calculé par l'appareil et affiché dans la case correspondante),

%B	4	0
----	---	---

6/"DEBIT", suivi de la valeur choisie.

Le SP 8700 travaillera maintenant toujours à ce débit, jusqu'à ce qu'une nouvelle valeur soit entrée.

Exemple:

DEBIT	3
-------	---

7/"VALID"

8/"TEMPS"(le voyant clignote), puis la durée du gradient voulue.

9/entrez les compositions finales pour ce temps.

Exemple:

%A	4	0	%B	6	0	VALID
----	---	---	----	---	---	-------

10.

10/Se placer en mode "EN COURS".

11/"EXECUTION FICHIER N° ISO OU C.I.", puis le numéro du fichier suivi de VALID.

12/Attendre l'équilibre du système avant d'injecter (voyant PRET allumé et équilibre chimique de la colonne).

13/Injectez votre échantillon et actionnez immédiatement "GRADIENT DEPART".

1.3. DEGAZAGE:

1.3.1. LE DEGAZAGE DE LA PHASE MOBILE:

En chromatographie liquide à haute pression, tous les solvants doivent être dégazés avant utilisation.

La raison fondamentale est d'éviter la présence de gaz dissouts qui diminuerait les performances chromatographiques.

La formation de bulles au niveau de la vanne ternaire entrainerait des imprécisions dans le débit et dans la composition du mélange.

D'autre part, si des bulles se forment au niveau du détecteur, elles provoquent un important bruit de fond qui peut masquer de vrais pics.

1.3.2 RESERVOIRS A SOLVANTS:

Prendre bien soin de nettoyer correctement les flacons. Toute impureté pourrait contaminer la phase mobile.

1/Ces réservoirs contiennent un litre de solvant.

Afin que les frittés soient toujours correctement immergés, respectez les limites suivantes:

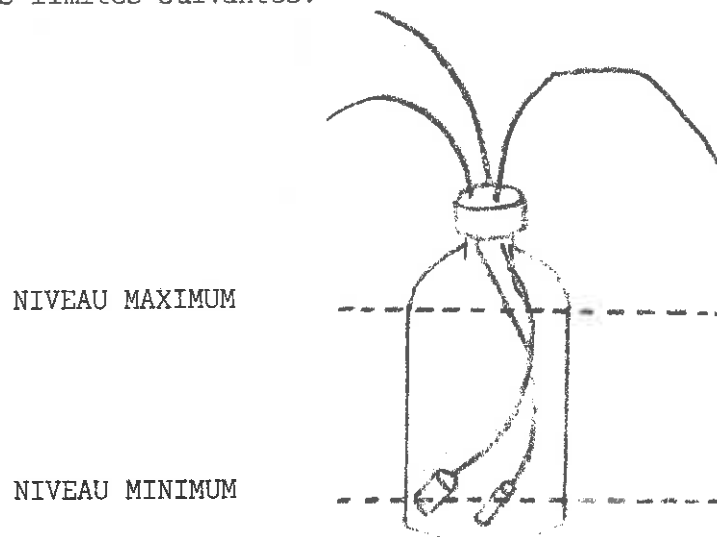


FIG.1.9.: LIMITES DE REMPLISSAGE DES RESERVOIRS.

2/Une fois les frittés correctement immergés, mettre les capuchons sur les réservoirs.

ATTENTION:

Vérifiez que les tuyaux partant des réservoirs soient correctement connectés sur la vanne ternaire, à savoir tuyau partant du réservoir A de solvant avec l'entrée A de la vanne ternaire, tuyau partant du réservoir B avec l'entrée B etc ...

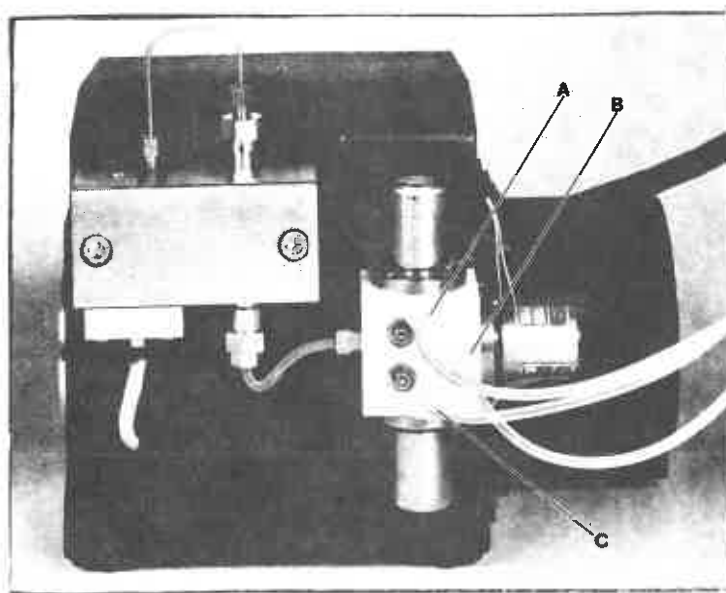


FIG.1.10: VANNE TERNAIRE

1.3.3. ROLE DE L'HELIUM DANS LE DEGAZAGE

Le principe revient à saturer le solvant d'Hélium pour déplacer les autres gaz du solvant (oxygène, gaz carbonique, azote). La solubilité de l'Hélium est pratiquement nulle dans tous les solvants employés en chromatographie liquide.

Pour le dégazage, procédez comme suit :

1/ Ouvrir les vannes d'arrivée d'Hélium sur le 8700.

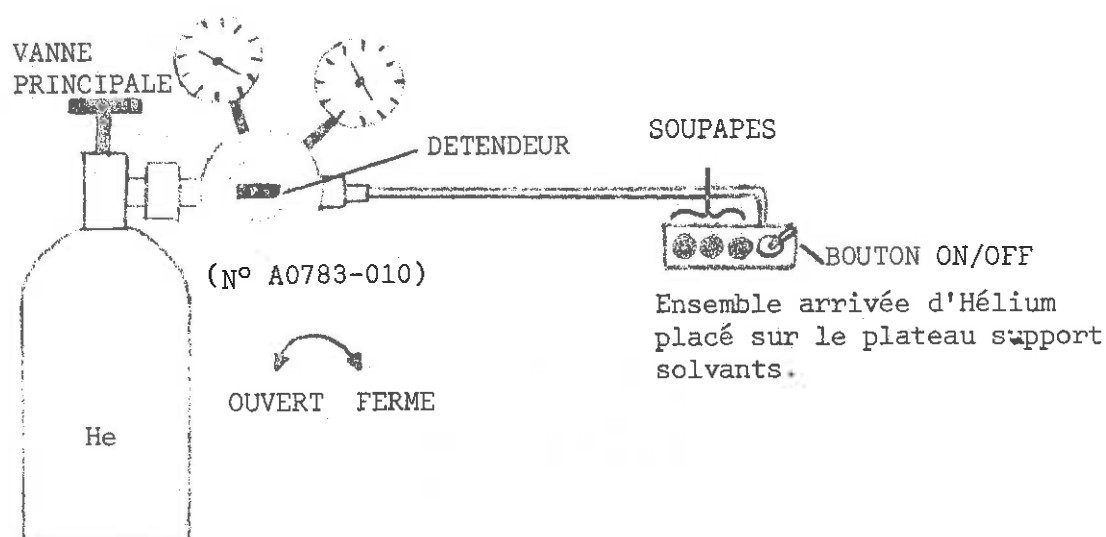


FIG.1.11: CONNECTION DE LA BOUTEILLE D'HELIUM

2/ Fermez la vanne du détendeur avant d'ouvrir la vanne principale sur la bouteille.

REMARQUE:

Si le détendeur n'est pas fermé lorsque l'on ouvre la vanne principale sur la bouteille, une surpression se produit et les bouchons des flacons de solvants sautent.

3/Ouvrez à fond la vanne de la bouteille.

4/Ajustez la pression entre 2 et 5 p.s.i. (0,3 à 0,4 Bars) en ouvrant lentement le détendeur.
(le bouton de la vanne sur l'unité centrale du SP 8700 doit être sur ON)

5/Régalez l'ouverture des vannes (boutons marqués A,B,C) afin d'obtenir un débit d'hélium d'environ 1 litre par minute.
Maintenir ce débit durant cinq minutes.

6/Réduisez le débit à 5 ml/min.
(toujours à l'aide des mêmes boutons).

1.3.4. DEGAZAGE SOUS VIDE:

Si vous utilisez un seul solvant, le dégazage sous vide peut suffire.

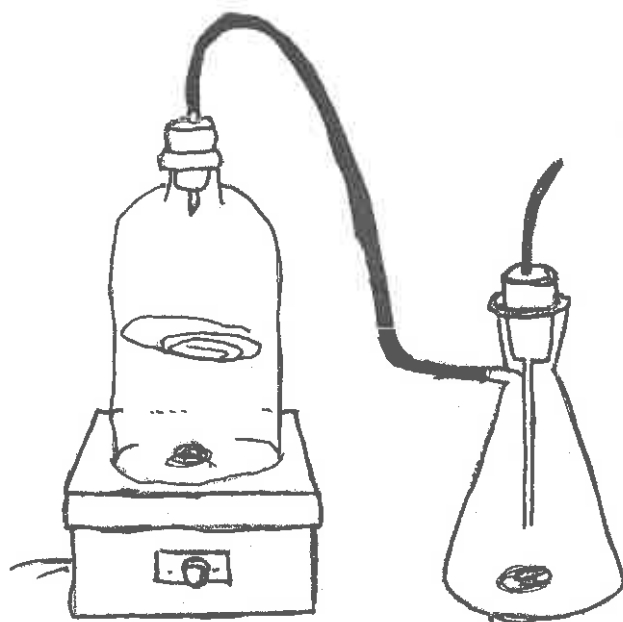


FIG.1.12: DISPOSITIF DE DEGAZAGE SOUS VIDE

Pour extraire l'air dissout dans le solvant, installez un dispositif tel que décrit sur la figure 1.12. (laissez sous vide pendant plusieurs minutes).

Toutefois, il est recommandé d'isoler le flacon de solvant du tuyau d'aspiration par un piège afin d'éviter toute contamination du solvant pendant le dégazage.

Si vous procédez à une telle opération, il faudra la renouveler plusieurs fois par jour pour être vraiment certain qu'aucun gaz ne se soit redissout.

S'il reste de l'oxygène (de l'air) dans le solvant, la conséquence en détection U.V. sera une dérive importante de ligne de base. Par ailleurs, en fluorimétrie, les performances seront considérablement réduites par la présence d'oxygène.

REMARQUE:

Ce procédé est approximatif, à savoir que tous les gaz dissouts ne sont pas totalement extraits du liquide. Si vous mélangez deux solvants, chacun préalablement dégazé sous vide, il peut se former des bulles s'échappant du liquide (la solubilité des gaz étant inférieure dans le mélange à celle dans chacun des solvants purs).

1.4. AMORCAGE DE LA POMPE:

Cette manipulation permet d'éliminer l'air de la pompe et des tuyaux d'arrivée des solvants.

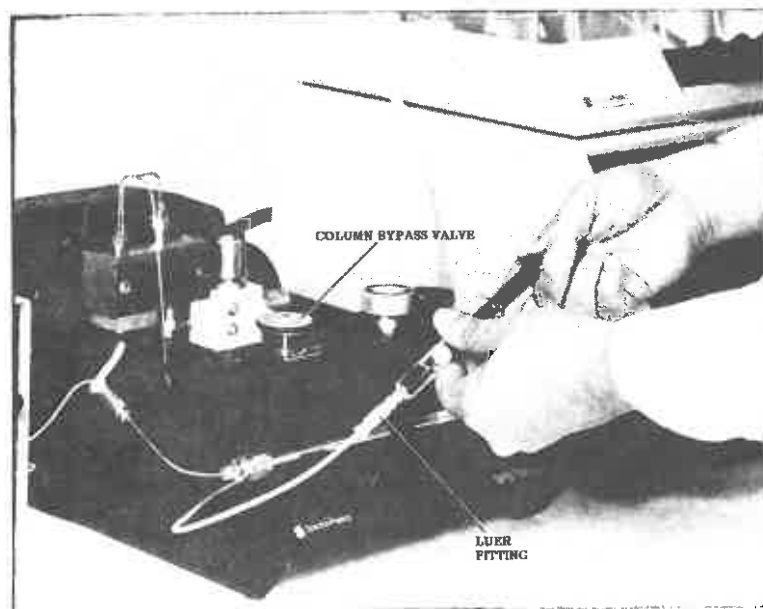


FIG.1.13: AMORCAGE DE LA POMPE

Pour amorcer la pompe, procédez comme suit:

1/Ouvrez le "bypass" de la colonne (Fig:1.13)

2/Connectez un adaptateur conique au bout du tuyau issu de la vanne bypass,

3/Connectez-y une seringue de 5ml (en verre).

REMARQUE : N'utilisez que des seringues en verre qui n'offrent aucun risque de contamination.

4/Mettez sous tension.

L'unité centrale se placera d'elle même en position "EN MEMOIRE", sur 100% de A et dans le fichier 1.

0.0	100.0	0.0	0.0	0.0	1
● TEMPS	● %A	● %B	● %C	● DEBIT	FICHER
			□ PRESSION MAX.	○ PRESSION	

5/Placez vous EN COURS.

REMARQUE: Chaque fois que vous appuyez sur une touche du clavier, vous entendez un "bip" sonore qui indique que la commande entrée a bien été acceptée.

6/Initialisez le fichier 1.

Seulement le clapet A de la vanne proportionnelle va s'ouvrir
(la pompe ne tourne pas temps qu'aucun débit n'a été entré).

EXECUTION		
FICHER N°	1	VALID

7/Aspirez doucement le solvant A par la seringue.

Tout l'air enfermé dans le circuit sortira.

8/Fermez la vanne "bypass".

Videz le contenu de la seringue dans l'évier.

9/Remplacez la seringue et répétez la même opération (décrite en 7 et 8)
pour être certain que le circuit A ne contienne plus du tout d'air.

10/Placez vous sur EN MEMOIRE, pour sélectionner le circuit B.

11/A présent, entrez un débit de 100% de B

%B	1	0	0	VALID
----	---	---	---	-------

12/Placez vous sur EN COURS.

13/Initialisez le fichier 1

Le voyant affichera 100%B.

Seulement le clapet B de la vanne proportionnelle s'ouvrira.

EXECUTION		
FICHER N°	1	VALID

14/Répétez les opérations décrites en 7,8 et 9 pour éliminer tout
l'air enfermé dans le circuit B.

15/Ensuite, amorcez le circuit C en répétant les opérations 11,12,13 et
14 avec 100% de C au lieu de 100% de B.

Ceci terminé, les trois circuits de la pompe sont amorçés, remplis
de solvants, sans bulle d'air.

16/Otez la seringue.

Reliez le tuyau d'évacuation à l'évier.

Assurez vous que le tuyau de sortie du détecteur soit relié
également à l'évier.

REMARQUE:

Si la colonne, la vanne Bypass, l'injecteur ou le détecteur ne peuvent pas supporter 6000 p.s.i (soit 400 Bars), ajustez la pression maximum avant de continuer (voir § 1.10.4)

17/Actionnez la touche PURGE, puis VALID.

La lettre "P" s'affiche sur le voyant "FICHIER" et la pompe commence à tourner à grande vitesse, sans toutefois atteindre la pression limite.

Avec la vanne bypass ouverte, la pompe s'emballera tout d'abord puis ralentira et le solvant ira directement à l'évier, sans passer par la colonne.

18/Appuyez sur STOP.

ATTENTION:

Ne pas oublier qu'à pleine sensibilité le détecteur met 30 à 60 minutes pour se stabiliser.

1.5. FONCTIONNEMENT POUR DES ANALYSES EN ISOCRATIQUE:

La composition de la phase mobile va être maintenue constante pendant tout le fonctionnement.

Le mode isocratique, fréquemment utilisé pour des analyses quantitatives en HPLC, commence toujours par un dégazage soigné des solvants à l'hélium.

1/Placez vous sur EN MEMOIRE.

2/Choisissez votre pourcentage de A.

Par exemple:



3/Choisissez le pourcentage de B.

Exemple:

%B	6	0
----	---	---

REMARQUE:

1/Dans le cas où vous choisissez trois solvants, n'entrez que A et B.
Le 8700 calcule de lui-même le pourcentage de C.

2/Si vous entrez un pourcentage $> 100\%$, un code erreur apparaît.
Dans ce cas, appuyez sur VISU

4/Entrez le débit choisi.

Exemple:

DEBIT	2	VALID
-------	---	-------

5/Ouvrez la vanne bypass

6/Initialisez le fichier 1.

La pompe se met en fonctionnement, au débit choisi, à la composition demandée.

EXECUTION FICHER N°	1	VALID
------------------------	---	-------

REMARQUE:

Si la colonne, l'injecteur, le détecteur ne peuvent pas supporter 6000 p.s.i (400 Bars), ajustez la pression maximum avant de continuer.

7/Appuyez sur PURGE puis VALID pour accélérer l'exclusion de l'air et pour stabiliser la composition du mélange solvants.

La pompe se met à tourner à sa vitesse maximale, sans pour cela excéder la pression limite.

8/Quand tout l'air est évacué, fermez la vanne bypass de la colonne.

Pour l'exemple précité, on est maintenant certain d'avoir un mélange à 40/60.

9/Arrêtez la pompe quand tout l'air enfermé dans la colonne et dans le détecteur s'est échappé.

1.5. INJECTION DE L'ECHANTILLON:

1/Initialisez le fichier 1.

Attendez l'équilibre de la colonne.

Le temps nécessaire à l'équilibre chimique dépend de la colonne elle-même et des solvants utilisés.

Le voyant PRET indique seulement que la pompe contrôle un débit constant.

EXECUTION FICHER N°	1	VALID
------------------------	---	-------

2/Réglez la vitesse de défilément de papier sur votre enregistreur à 1cm/minute.

3/Ajustez votre détecteur à une échelle appropriée (pour l'exemple précité et pour 10 ml de solvant, choisir 254 nm à 0,32 de densité optique ou 0,64.

Pour l'enregistreur, choisir 10 mV. pleine échelle)

4/Réglez le détecteur pour que la ligne de base coïncide avec le zéro électrique de l'enregistreur.

5/Si votre SP 8700 est équipé d'un boucle d'injection, (réf. boucle Spectra: 2523-0480) placez l'injecteur sur la position "LOAD" afin que le liquide débité par la pompe passe directement sur la colonne sans passer par la boucle.

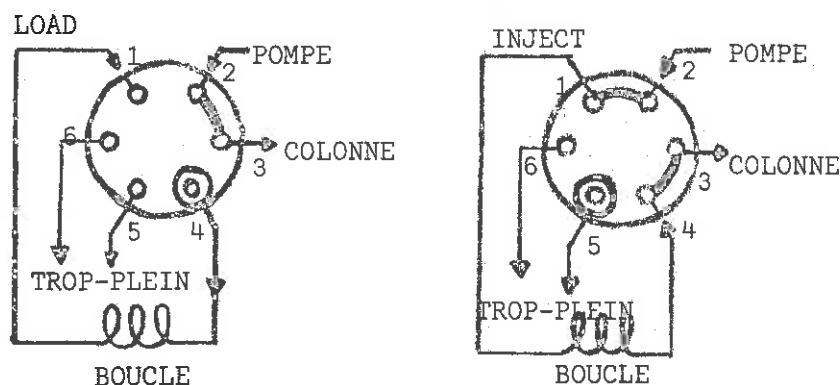


FIG.1.14: BOUCLE D'INJECTION: POSITIONS "LOAD" ET "INJECT"

ATTENTION:

L'échantillon, comme la phase mobile ne doivent pas contenir de particules supérieures à 2 μ . En effet, celles-ci entraîneraient des fuites et pourraient boucher les frittés.

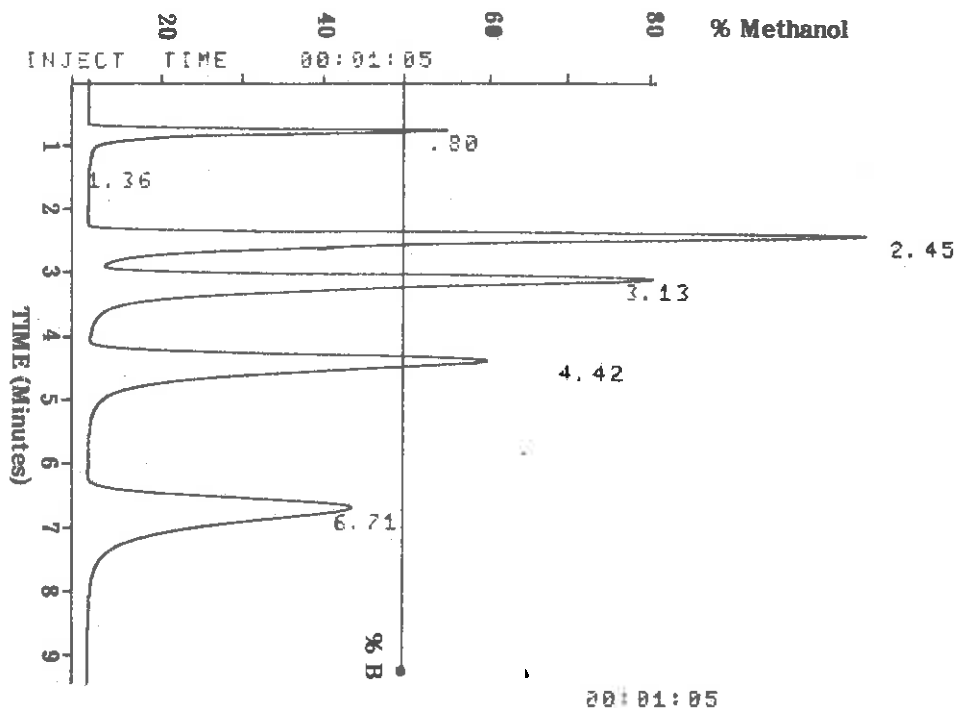
6/Enfilez l'aiguille de votre seringue (remplie d'échantillon) dans l'orifice prévu à cet effet sur l'injecteur.

7/Remplissez la boucle (en prenant soin de placer un récipient à la sortie pour recevoir le surplus)

8/Placez l'injecteur sur la position "INJECT".

A présent, le solvant débité par la pompe entraînera l'échantillon vers la tête de colonne.

9/Injectez les parabènes; le chromatogramme obtenu doit être similaire à celui exposé figure 1.15.



FILE 1	METHOD 9.	RUN 1	INDEX 1
PEAK#	AREA%	RT	AREA SC
1	6.212	0.8	59988 09
2	25.801	2.45	249144 02
3	23.956	3.13	231326 02
4	22.32	4.42	217461 03
5	21.511	6.71	207714 01
TOTAL	100.		965633

FIG.1.15: CHROMATOGRAMME OBTENU A PARTIR DE L'ANALYSE D'UNE SOLUTION TEST DE PARABENES EN MODE ISOCRATIQUE (50% METHANOL, 50% EAU)

1.6 ANALYSES FAISANT APPEL A UN GRADIENT:

Vous pouvez être amenés à faire appel à un gradient si l'échelle des temps de rétention des composants est telle qu'elle ne permette pas un mode isocratique.

ATTENTION: LES SOLVANTS DOIVENT ETRE MISCIBLES ET DEGAZES A L'HELIUM.

Pendant le gradient, la composition de la phase mobile sera modifiée à votre choix:

- soit pas à pas
- soit en fonction du temps, linéairement.

Il est nécessaire de faire appel à un fichier pour programmer un changement de composition de phase mobile en fonction du temps (voir figure 1.16)

La procédure à suivre est décrite dans les paragraphes suivants.

- 5/ Pour garder cette composition constante pendant un certain temps, il faudra entrer une instruction supplémentaire dans le fichier. Il suffit d'entrer le temps désiré.
La composition entrée précédemment sera automatiquement reportée.

TEMPS	1	0	VALID			
-------	---	---	-------	--	--	--

10.0	20.0	80.0	0.0	2.00	3
● TEMPS	● %A	● %B	● %C	● DEBIT	FICHER

☐ PRESSION MAX.	☐ PRESSION
--	--------------------------------

- 6/ Généralement, il est préférable de revenir aux conditions initiales une fois la dernière composition programmée atteinte. Pour cela, il n'y a aucune instruction à entrer. L'appareil reviendra aux conditions initiales de lui-même au bout de 10 minutes.
Si vous voulez qu'il ne revienne aux conditions initiales qu'après 15 minutes:

TEMPS	1	5	%A	6	0	%B	4	0	VALID
-------	---	---	----	---	---	----	---	---	-------

REMARQUE: LE MAXIMUM DE LIGNES QUE L'ON PUISSE INSERER DANS UN FICHER EST 7.

- 7/ Une fois le gradient stocké dans un fichier, vous avez la possibilité de stocker dans un autre fichier (0 à 9) les mêmes instructions sans les réentrer manuellement.

Par exemple, si vous voulez reporter ce que vous venez d'entrer dans le fichier numéro 2, tapez:

MEMOIRE FICHER	2	VALID
-------------------	---	-------

- 8/ Placez vous sur "EN COURS"

- 9/ Initialisez la file 2:

EXECUTION FICHER N°	2	VALID
------------------------	---	-------

- 10/ Si vous utilisez une nouvelle colonne ou si votre chromatographe n'a pas fonctionné depuis un certain temps, ouvrez la vanne bypass de la colonne pour permettre l'extraction de tout l'air qui pourrait être contenu dans le système.

22.

- 11/ Actionnez "PURGE" puis "VALID".

La pompe tournera à sa vitesse maximale sans excéder la pression limite, chassant ainsi tout l'air enfermé dans le chromatographe.

- 12/ Fermez la vanne bypass .Le solvant passera par la colonne chassant l'air de celle-ci et du détecteur.

Actionnez "PURGE" puis "VALID".

- 13/ Arrêtez la pompe en appuyant sur "STOP".

- 14/ Vous pouvez maintenant procéder à l'analyse de l'échantillon.

Pour cela, initialisez le fichier.

Exemple:

EXECUTION		
FICHIER N°	2	VALID

Attendez que le voyant "PRET" soit allumé et que l'équilibre chimique soit atteint.

- 15/ Réglez votre détecteur.

(pour les parabènes, choisir 0,32 de densité optique).

- 16/ Réglez l'enregistreur à 10 mV pleine échelle et à 1cm/minute de défilement de papier.

Ajuster le détecteur pour que la ligne de base coïncide avec le zéro électrique de l'enregistreur.

- 17/ Si vous procédez à la première analyse en gradient, après des analyses en isocratique ou s'il s'agit de la première analyse de la journée, il est conseillé de rincer la colonne (par une exécution "à blanc").

Appuyez sur "DEPART GRADIENT".

L'affichage montre la composition de la phase mobile et le débit (ajusté toutes les 0,1 minutes).

Si le bruit de fond est trop élevé, maintenez le gradient à son niveau le plus haut par "PAUSE" et "VALID".

PAUSE	VALID	DEPART GRADIENT
-------	-------	--------------------

- 18/ Quand le bruit de fond est satisfaisant, continuez le gradient.

CONTINUE.	VALID
-----------	-------

- 19/ Placez l'injecteur sur la position "LOAD".