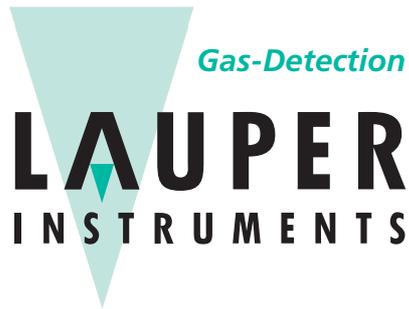


CHROMATOTEC Group / airmotec	STANDARD MANUEL UTILISATEUR SMU n° 206-3-02-00-06	Date d'application : 12 <sup>th</sup> April 2012
		Version : N° 06



**Lauper Instruments AG**

Irisweg 16 B  
CH-3280 Murten  
Tel. +41 26 672 30 50  
info@lauper-instruments.ch  
www.lauper-instruments.ch

**AIRTOXIC-STD GC 866  
AVEC SELECTION D'ECHANTILLON**

**Historique**

Version N°	Nature des modifications	Date d'application	Chapitres modifiés
02	Modification de l'alimentation de la lampe du PID	25/02/08	
03	Modification du nettoyage de la surface de la lampe; Echantillon	Février 2009	J, E.2.4
04	Courant de lampe ; vistachrom 1.46	Juin 2010	I.5.2 ; K
05	Mise à jour	Juin 2011	A.3B.1 ,D, E.2, G, H.1, I.3, I.5

Rédacteur : LANDART Sandra	Verifié par :	Approuvé par :
Visa :	Visa :	Visa :

## SOMMAIRE

<b>A.</b>	<b>PRESENTATION DE L'AIRTOXIC AVEC PC INTERNE 5U .....</b>	<b>5</b>
A.1.	INTRODUCTION .....	5
A.2.	CARACTERISTIQUES GENERALES .....	5
A.3.	DIAGRAMME FONCTIONNEL.....	6
A.4.	FACE AVANT.....	7
A.5.	SHEMA PNEUMATIQUE.....	9
A.6.	FACE ARRIERE.....	10
<b>B.</b>	<b>PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT DE L'AIRTOXIC.....</b>	<b>11</b>
B.1.	PRINCIPE DE MESURE .....	11
B.1.1.	<i>Introduction.....</i>	<i>11</i>
B.1.2.	<i>Echantllonnage (contrôlé par le relais 8/vanne 6 de la carte power).....</i>	<i>11</i>
B.1.3.	<i>Injection de l'échantillon dans la colonne analytique (thermo-desorption du piège).....</i>	<i>15</i>
B.1.4.	<i>Exemple de cycle d' analyse .....</i>	<i>16</i>
B.1.5.	<i>Séparation chromatographique.....</i>	<i>18</i>
B.1.6.	<i>Détection et traitement des données.....</i>	<i>18</i>
B.1.7.	<i>Activation de l'auto nettoyage de la surface de la lampe.....</i>	<i>19</i>
B.1.8.	<i>Exemple de chromatogramme .....</i>	<i>20</i>
B.2.	DETECTEUR PHOTO-IONISATION PID .....	21
B.2.1.	<i>Introduction et spécification.....</i>	<i>21</i>
B.2.2.	<i>Données techniques.....</i>	<i>21</i>
B.2.3.	<i>Conception et operation.....</i>	<i>21</i>
B.2.4.	<i>Schéma de la lampe.....</i>	<i>22</i>
<b>C.</b>	<b>INSTALLATION DU DETECTEUR.....</b>	<b>23</b>
C.1.	PRECAUTIONS.....	23
C.2.	MONTAGE DU DETECTEUR .....	23
C.3.	CONNEXIONS DU DETECTEUR .....	24
C.4.	ALLUMAGE DU DETECTEUR .....	25
<b>D.</b>	<b>CHROMATOGRAMME - TEST .....</b>	<b>26</b>
<b>E.</b>	<b>INSTALLATION DE L'AIRTOXIC.....</b>	<b>27</b>
E.1.	PUISSANCE ELECTRIQUE.....	27
E.2.	ALIMENTATION EN GAZ ET CONNEXIONS.....	27
E.2.1.	<i>Précautions à prendre.....</i>	<i>27</i>
E.2.2.	<i>Azote 5.5 ou générateur d'azote.....</i>	<i>28</i>
E.2.3.	<i>Air zéro.....</i>	<i>28</i>
E.2.4.	<i>Echantillon.....</i>	<i>28</i>
E.2.5.	<i>Gaz de calibration.....</i>	<i>29</i>
E.3.	CABLAGE DU SIGNAL ET DES DONNEES.....	30
E.4.	INSTALLATION MECANIQUE ET MISE EN PLACE .....	30
E.5.	CONDITIONS ENVIRONNEMENTALES .....	30
<b>F.</b>	<b>UTILISATION DE LA SOURIS TACTILE.....</b>	<b>31</b>
<b>G.</b>	<b>DEMARRAGE DE L'AIRTOXIC.....</b>	<b>32</b>
<b>H.</b>	<b>ARRET DE L'AIRTOXIC .....</b>	<b>33</b>
H.1.	ARRET NORMAL.....	33
H.2.	ARRET D'URGENCE.....	33
H.2.1.	<i>Reset logiciel .....</i>	<i>33</i>
H.2.2.	<i>Reset matériel.....</i>	<i>34</i>
<b>I.</b>	<b>CALIBRATION AUTOMATIQUE.....</b>	<b>36</b>
I.1.	GENERALITES.....	36

## STANDARD MANUEL DE L'UTILISATEUR n° 206-3-02-00-06

I.2.	FACTEUR DE SENSIBILITE « BASE SENSITIVITY » .....	36
I.3.	EXEMPLE DE SEQUENCE DE TRAVAIL AVEC UTILISATION DE L' AUTO-CALIBRATION.....	37
I.4.	METHODES DE TRAVAIL .....	37
I.5.	EXEMPLE DE TABLE DE SUBSTANCES .....	38
I.5.1.	<i>Table de substances pour l'analyse de l'air ambiant.....</i>	38
I.5.2.	<i>Exemple de table de substance avec auto-calibration.....</i>	39
I.6.	ACTIVATION DE L' AUTO-CALIBRATION.....	40
<b>J.</b>	<b>NETTOYAGE DU PID.....</b>	<b>41</b>
J.1.	NETTOYAGE DE LA FENETRE DE LA LAMPE .....	41
J.2.	NETTOYAGE DE COMPOSANTS INTERNES DU PID .....	41
<b>K.</b>	<b>REGLAGE DU COURANT DE LA LAMPE AVEC LE BOITIER D'ALIMENTATION hv .....</b>	<b>43</b>
K.1.	PRESENTATION DU BOITIER D'ALIMENTATION hv.....	44
K.2.	MODIFICATION DE LA CONSIGNE DE COURANT DE LA LAMPE .....	45
<b>L.</b>	<b>REPLACEMENT DE LA LAMPE.....</b>	<b>46</b>
<b>M.</b>	<b>GUIDE DE DEPANNAGE .....</b>	<b>47</b>

## IMPORTANT

L'équipement décrit dans le présent manuel contient un ou plusieurs programmes machine à caractère confidentiel et qui restent la propriété de AIRMOTEC / CHROMATO-SUD.

AIRMOTEC / CHROMATO-SUD autorise le propriétaire de l'appareil à utiliser le(s) programme(s) uniquement dans le but pour lequel il a été conçu à l'exclusion de toute autre utilisation.

La reproduction, totale ou partielle, le démontage, la rétro-compilation ou transcription, ou la transmission des programmes susmentionnés sous quelque forme que ce soit pour l'usage du propriétaire ou de tiers sont formellement interdits.

## GARANTIE

AIRMOTEC / CHROMATO-SUD garantit ses instruments contre les vices de fabrication de ses éléments pendant une période de douze mois à dater de la livraison. Le remplacement des composants défectueux sera gratuit à l'exception des frais de transport ou de déplacement qui seront facturés selon les tarifs en vigueur.

AIRMOTEC / CHROMATO-SUD décline toute responsabilité pour les dommages ou pertes induits éventuels.

AIRMOTEC / CHROMATO-SUD assure un service de pièces de rechange et après-vente et pour les réparations ou le remplacement de pièces, on s'adressera à l'ingénieur responsable de l'entretien. Afin d'assurer un service aussi rapide que possible, on indiquera le numéro de série de l'appareil ainsi qu'une description des essais effectués et la cause estimée de la panne.

AIRMOTEC / CHROMATO-SUD se réserve le droit de modifier les prix et les caractéristiques de ses produits.

Droits de reproduction – © 2005, AIRMOTEC / CHROMATO-SUD 15 Rue d'Artiguelongue, 33 240 SAINT ANTOINE, FRANCE

La reproduction intégrale ou partielle de la présente publication sans l'accord écrit du titulaire des droits de reproduction est interdite.

**ATTENTION à la HAUTE TENSION à l'intérieur de  
l'instrument  
Ne pas ouvrir le boîtier d'alimentation de la lampe à cause  
de la haute tension de 1500 V.**

## A. PRESENTATION DE L'AIRTOXIC AVEC PC INTERNE 5U

### A.1. INTRODUCTION

L'airTOXIC est un chromatographe en phase gazeuse équipé d'une détection à photo ionisation (PID) et d'une préparation d'échantillon en ligne. Il est conçu pour l'analyse des BTX (Benzène, Toluène, Ethylbenzène, M-, P- & O-Xylène) dans l'air dans des gammes de concentration allant de l'air ambiant (centaines de ppt) à des émissions importantes de ces composés (ppm). Cet appareil a été conçu pour optimiser sa miniaturisation, son inertie aux composés chimiques, sa mobilité et sa flexibilité.

Cet analyseur est un automate grâce à une carte CPU intégrée qui permet le dialogue avec le PC.

Le logiciel Vistachrom permet :

- Une complète automatisation du système.
- L'acquisition du signal et le traitement des données.
- L'identification des pics grâce à une table de substances de référence.
- La sauvegarde des données sur le disque dur.
- La création d'histogrammes permettant de visualiser l'évolution des temps de rétention et de l'abondance des pics sélectionnés.

Cet instrument compact n'a besoin que de peu d'espace, d'énergie et de gaz (Azote) par rapport aux systèmes conventionnels. Grâce à son niveau d'automatisation élevé, il est adéquat pour la surveillance de la pollution en continu sur site. L'alimentation en gaz nécessaire à l'airTOXIC ne présente pas d'obstacle pour le fonctionnement sur site.

### A.2. CARACTERISTIQUES GENERALES

Modèle : airTOXIC-STD

Vanne pneumatique : 6 ports 1/8" (A-6UWP)

Rotor de remplacement : SSA-6-UWP

Colonne analytique : métallique, longueur : 30 m réf. : MXT30CE

Détecteur : Détecteur à photo ionisation (PID)

Gaz vecteur : Azote (qualité 5.5)

Nettoyage de la lampe : Air zéro ou Azote

Piège : L = 8 cm ; id = 1.5 mm

Orifice critique : 50 µm

Puissance d'alimentation : 115VAC or 220 VAC

Logiciel d'acquisition : Vistachrom

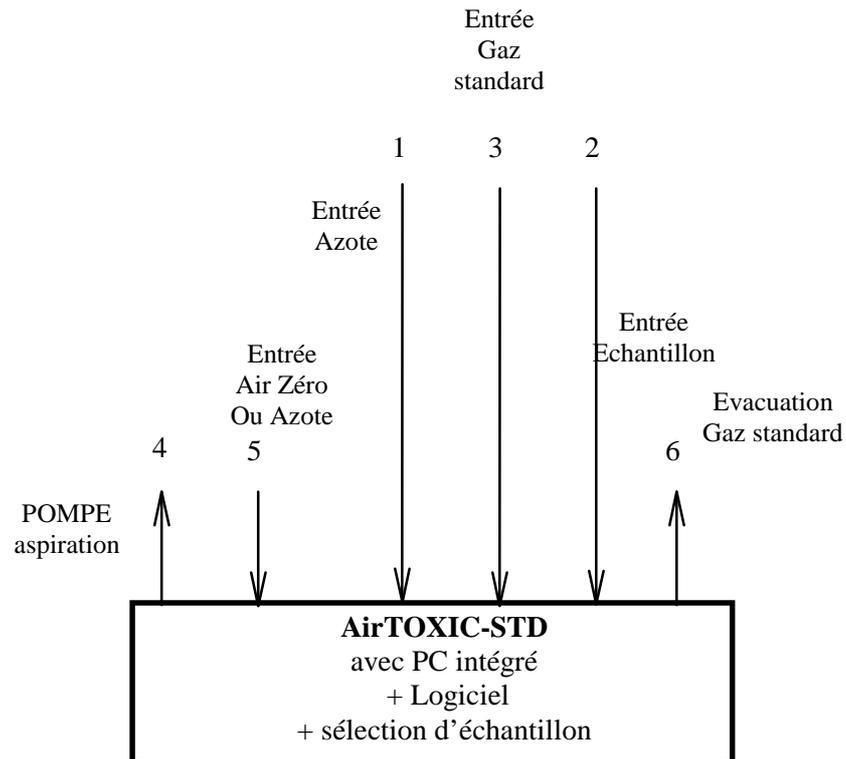
Dimension : 19", 5U

Poids : 25 kg (emballé : 45 kg)

**PAYS D'ORIGINE : FRANCE**

AIRMOTEC / CHROMATO-SUD  
15, Rue d'Artiguelongue  
33240 SAINT-ANTOINE  
FRANCE

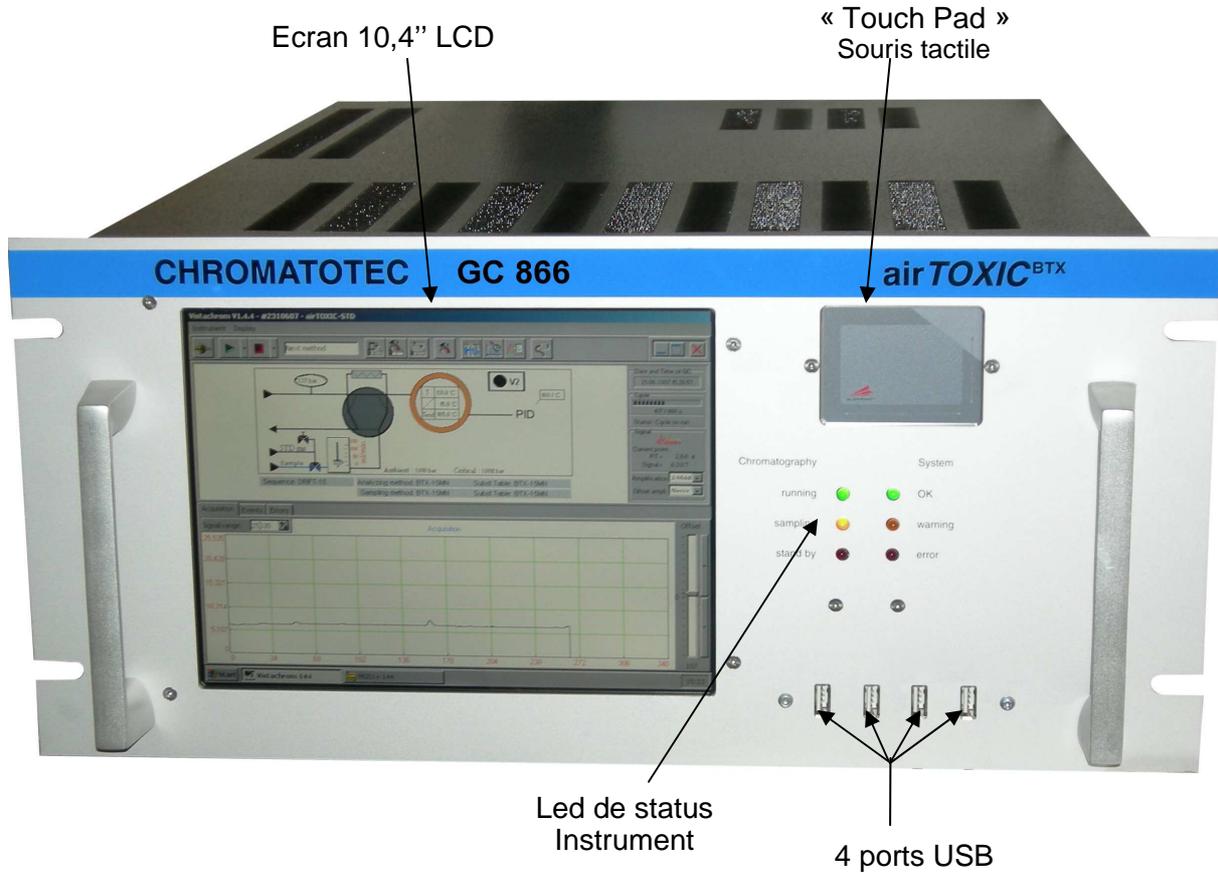
### A.3. DIAGRAMME FONCTIONNEL



#### Légende :

- 1 Bouteille d'Azote (non incluse) 1/8" inox.
- 2 Entrée échantillon (air ambient ...). 1/4" inox.
- 3 Entrée Gaz Standard, 1/8" inox.
- 4 Pompe d'échantillonnage 1/4", inox.
- 5 Entrée air zéro pour le nettoyage de la lampe, 1/8" inox.
- 6 EVENT pour la fuite du gaz de calibration, tube inox 1/16". A connecter à l'évent. Doit être bouché si le gaz de calibration provient d'un four de perméation ...

## A.4. FACE AVANT



Taille 5U : Longueur : 48,0 cm Hauteur : 22,0 cm Profondeur : 73,0 cm
--

*Sur les ports USB Port, possibilité de connecter un clavier pour une utilisation facilitée du PC interne.*

La face avant de l'analyseur présente :

6 LEDS indiquant l'état du système, 3 concernant le chromatographe et 3 relatives à la communication avec le PC.

### **Chromatography :**

**"running"** : la LED verte est allumée pendant l'acquisition.

**"sampling"** : la LED jaune est allumée pendant l'échantillonnage.

**"stand by"** : la LED rouge est allumée lorsque le système est en attente.

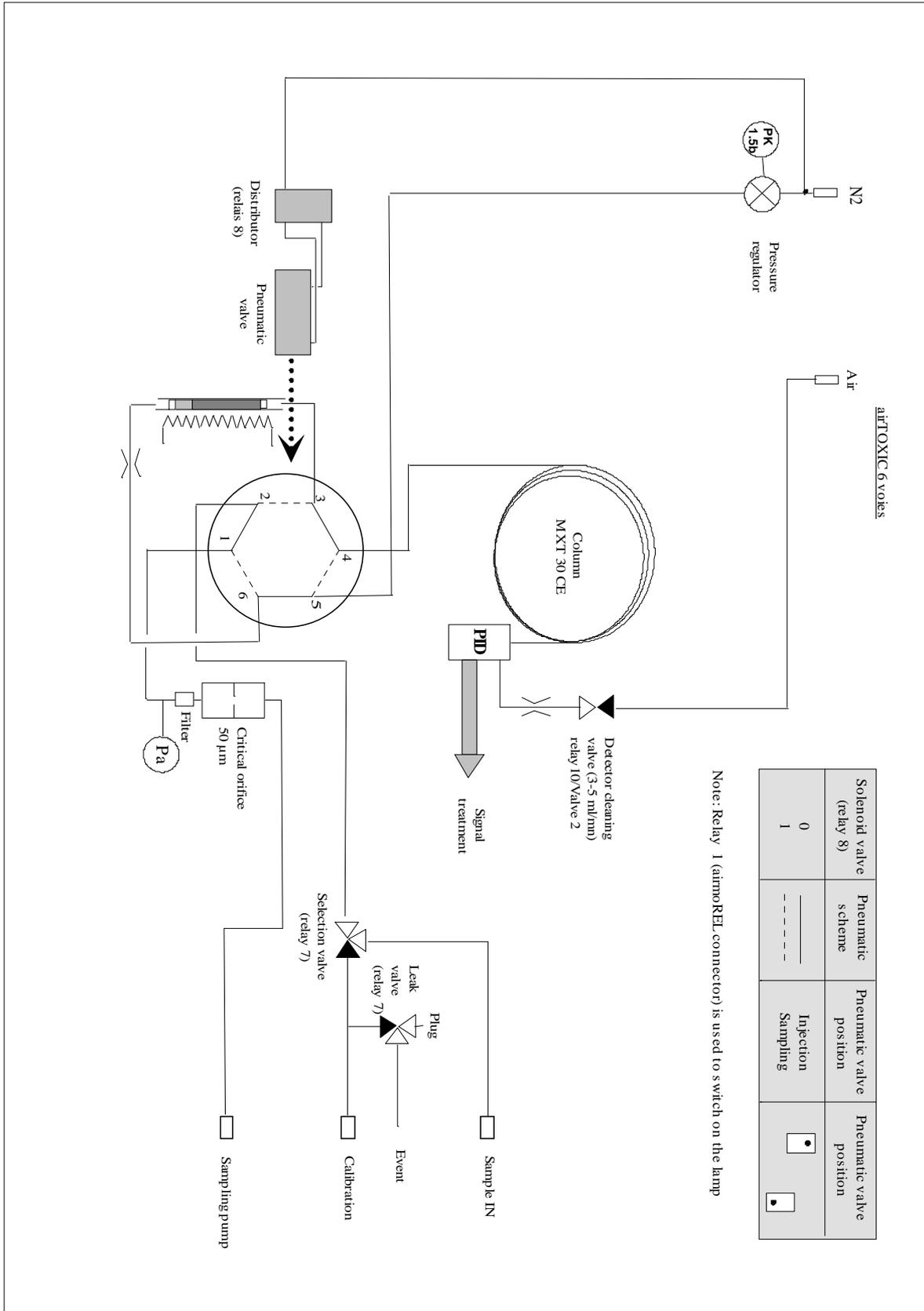
**System** : protocole de communication A2 (lorsque l'analyseur est connecté avec le logiciel d'acquisition et que le logiciel d'acquisition est dans le menu "en ligne")

**"OK"** : la LED verte est allumée lorsque la communication entre le PC et l'analyseur est correcte.

**"warning"** : la LED jaune s'allume pour indiquer que quelque chose n'est pas correct. Par exemple si on sort du menu "on-line" en cours d'acquisition (l'acquisition est perdue) (numéro d'erreur 1xx, cf. liste des erreurs).

**"error"** : la LED rouge s'allume lorsqu'une erreur importante s'est produite (numéro d'erreur 2xx).

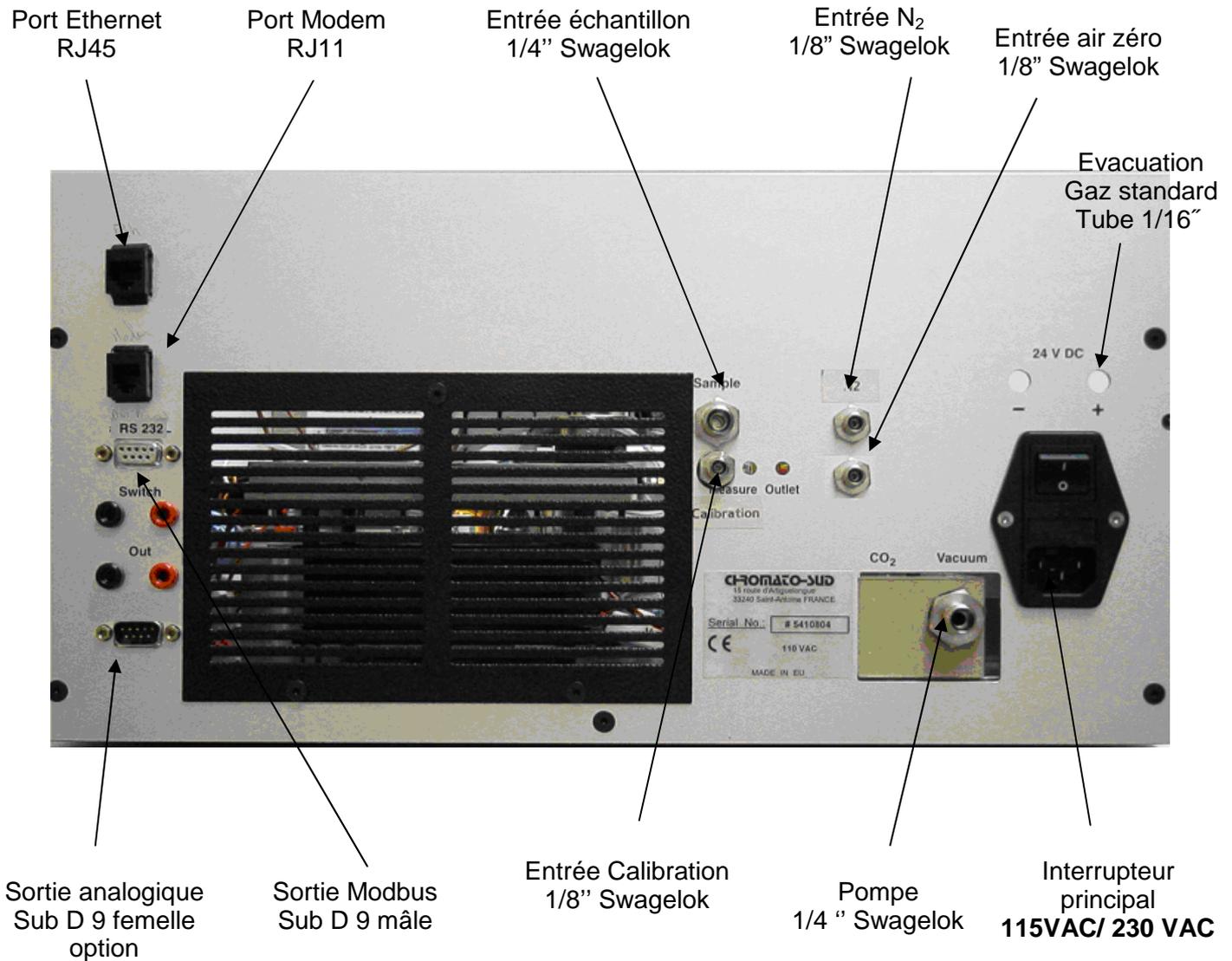
A.5. SCHEMA PNEUMATIQUE



Solenoid valve (relay 8)	Pneumatic scheme	Pneumatic valve position	Pneumatic valve position
0	-----	Injection	•
1	-----	Sampling	•

Note: Relay 1 (aimoREL connector) is used to switch on the lamp

## A.6 FACE ARRIERE



Dimensions 5U :  
Longueur : 42,5 cm  
Hauteur : 21,0 cm

## B. PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT DE L'AIRTOXIC

### B.1. PRINCIPE DE MESURE

#### B.1.1. INTRODUCTION

Un cycle complet d'analyse comprend 2 étapes :

- Le première étape est l'échantillonnage : il consiste à pré-concentrer les VOC contenus dans l'air ambiant ou dans un gaz standard. L'échantillon gazeux est aspiré par une pompe externe à travers le piège , (un tube de petit diamètre contenant des substances poreuses) qui extrait les composants du gaz suivant leur affinité avec cette phase. Par exemple, les gaz permanents et la vapeur d'eau ne sont pas piégés. La phase du piège (Carbotrap B) est choisie de manière à pouvoir piéger les COV des C6 aux C10. Il est possible, si demandé, d'ajouter au flux d'échantillon un composé de référence dont la quantité ajoutée est connue avec précision. Le volume d'échantillon gazeux est déterminé grâce à la mesure de pression au niveau de l'orifice critique qui fixe le débit d'échantillonnage et à la durée de prélèvement. A la fin de l'échantillonnage, la vanne 2 positions revient au repos et le piège se trouve balayer par le gaz vecteur. Le débit de prélèvement est fixé par un orifice critique de 50 µm. Il est de l'ordre de 10 à 25 ml/min.
- L'étape suivante est l'analyse : les COV piégés sont injectés dans la colonne analytique par thermo-desorption à 380°C pendant quelques minutes (la durée de la thermo-désorption du piège dépend de la durée du cycle). Ils sont alors séparés dans la colonne puis détectés par le PID.
- 

#### B.1.2. ECHANTLLONNAGE (CONTROLE PAR LE RELAIS 8/VANNE 6 DE LA CARTE POWER)

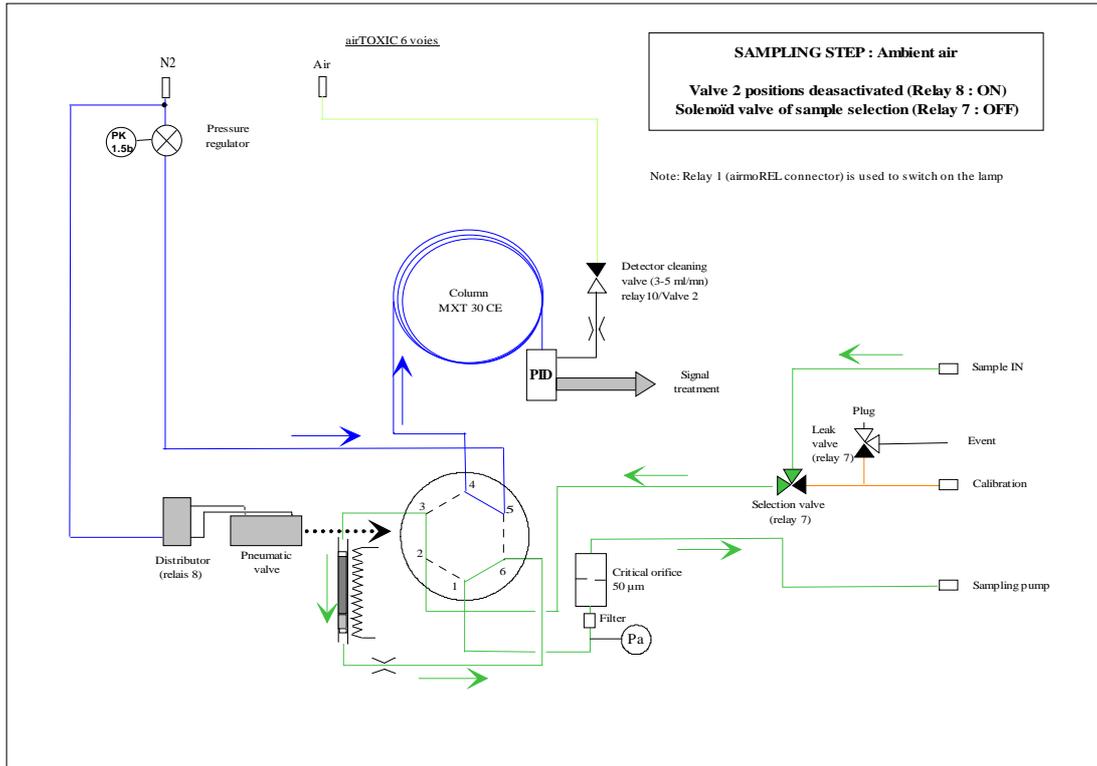
##### a. Introduction

La "ligne de transfert" devra être la plus courte possible afin d'éviter une condensation d'échantillon. L'échantillon doit être introduit dans l'appareil à pression atmosphérique de sorte que la mesure du volume prélevé par l'analyseur soit correcte . Cette mesure est faite par l'intermédiaire d'une carte Pa et dépend de la dimension de l'orifice critique. Lorsque l'analyseur est en phase d'échantillonnage, la carte Pa doit mesurer la même pression que celle de l'échantillon entrant dans l'appareil.

**b. Echantillonnage Air ambiant (pas de sélection du Relais 7 / Valve 5)**

L'échantillon gazeux à analyser doit être connecté sur le raccord ¼ " noté "Sample inlet" qui se trouve sur la face arrière. L'échantillon gazeux doit être exempt de liquide ou de particule. Il est recommandé d'utiliser un tube suffisamment dimensionné de sorte que l'échantillon reste à pression atmosphérique. Le volume échantillonné mesuré par l'analyseur dépend de la pression de l'échantillon.

Un tube en verre ou en Téflon 1/4" est recommandé.



**c. Echantillonnage du gaz standard externe (contrôlé par le Relay 7 / Valve 5 de la carte POWER)**

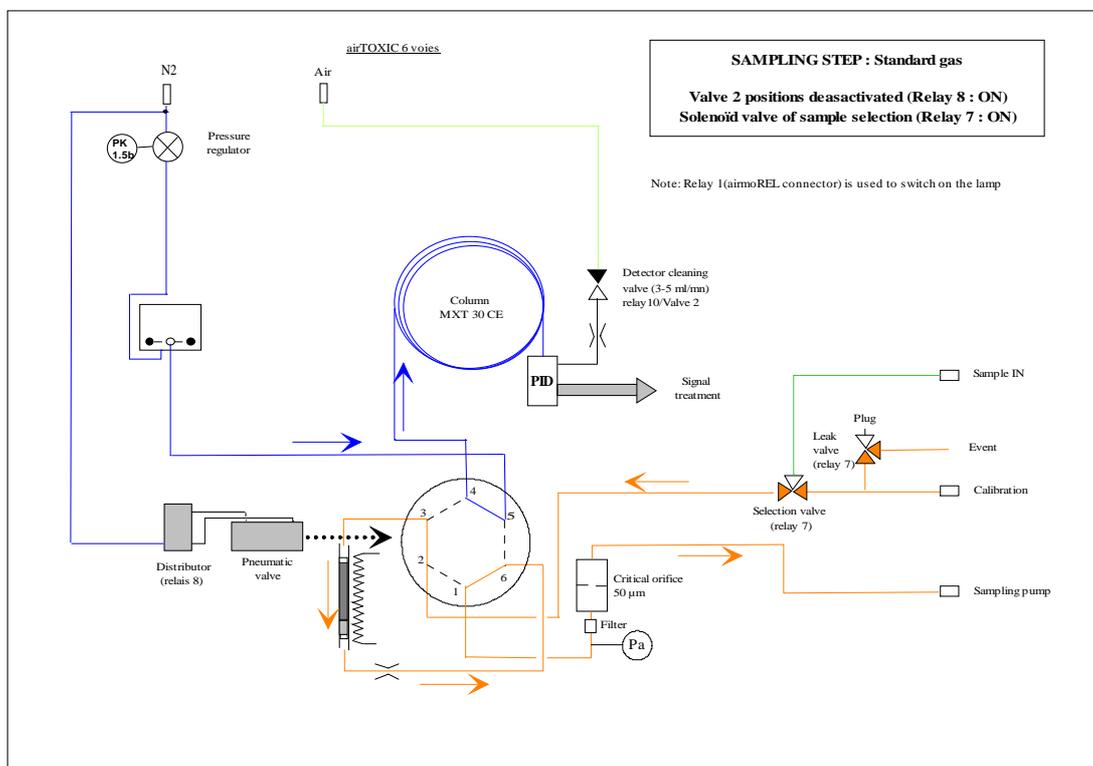
Le gaz standard doit être connecté sur le raccord swagelok 1/8 " qui se trouve sur la face arrière sous la prise d'échantillon d'air ambiant.

Il y a trois types de gaz standard :

1. une bouteille de calibration contenant des BTEX ayant une concentration similaire à la gamme de mesure des composés contenus dans l'air ambiant (PPB).
2. Une bouteille de calibration contenant des BTEX avec des concentrations beaucoup plus élevées que celles contenues dans l'air ambiant (PPM). Dans ce cas, il sera nécessaire de faire une dilution du gaz standard avant son introduction dans l'analyseur.
3. Un four de perméation contenant des tubes de BTEX. Le débit de dilution d'air zéro sera choisi en fonction des taux de perméation des tubes présents dans le four. (Exemple: pour un tube de Benzène ayant un taux de perméation de 15 ng/min @ 45°C, avec un débit total de dilution de l'ordre de 200 à 300 ml/min).

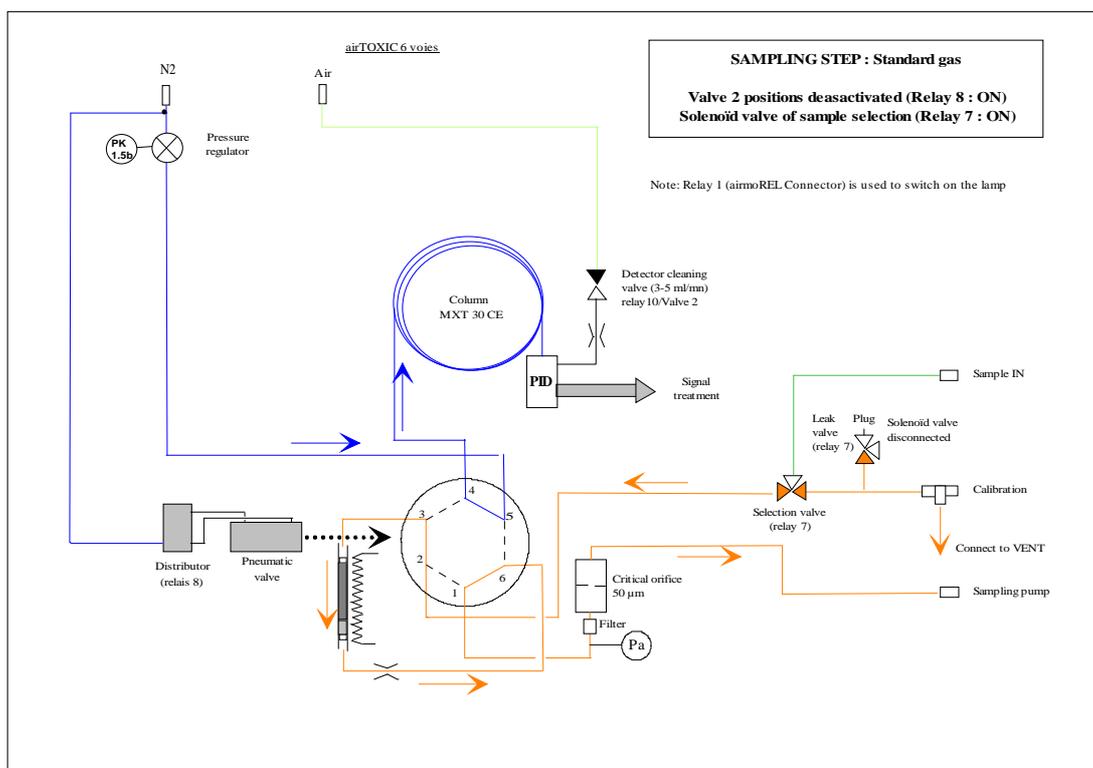
c.1. calibration avec une bouteille contenant des BTEX < 100 ppb

Si le débit échantillonnage est de l'ordre de -15 ml/min, il est nécessaire de régler le débit en sortie de bouteille à + 30 ml/min. A la sortie du détendeur de la bouteille de calibration, placer un tube téflon 1/8" à l'intérieur duquel on placera un tube inox 1/16" écrasé qui introduira une perte de charge fixe et qui permettra de régler les 30 ml/min de gaz standard nécessaire en faisant varier la pression en sortie de bouteille de gaz standard. La pression de sortie bouteille doit être de l'ordre de 0.2 à 0.5 Bars. Ce tube téflon sera connecté sur l'entrée gaz standard de l'analyseur, raccord 1/8 "swagelok situé sur la face arrière sous l'entrée échantillon (ne pas oublier de bien tester les fuites). Lorsque l'analyseur sera en phase de prélèvement du gaz standard, l'analyseur prélèvera ses 15 ml/min de gaz standard et le reste sera évacué à l'EVENT.



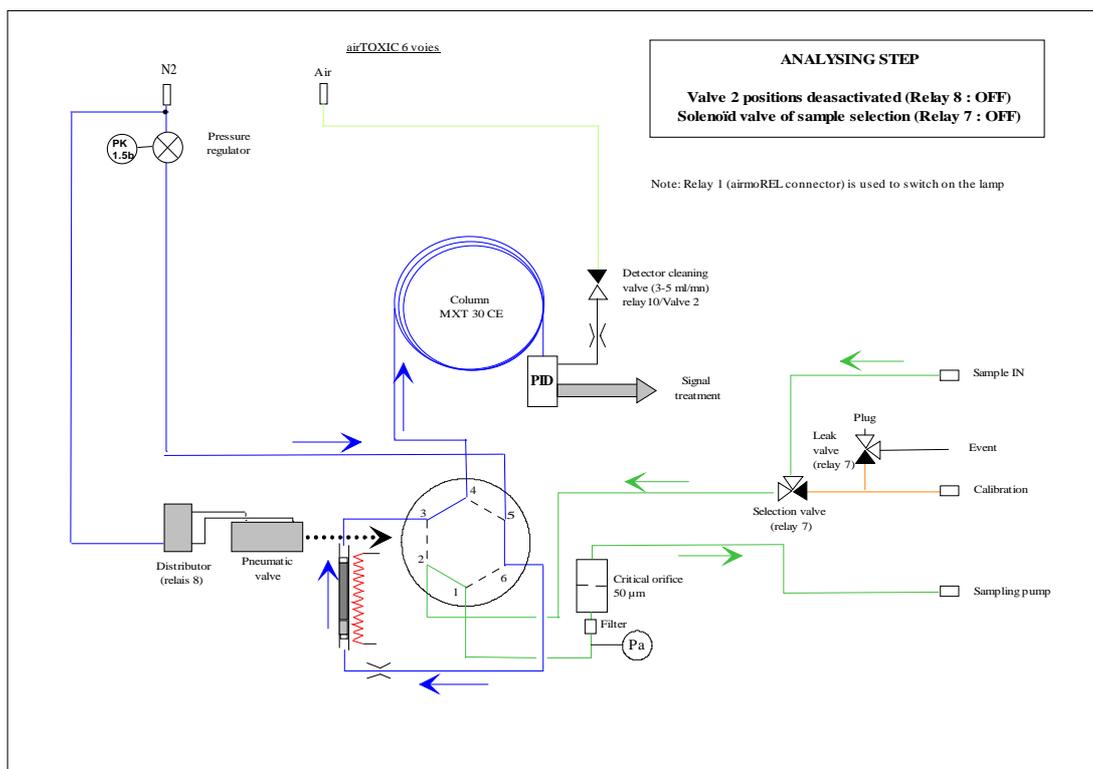
c.2. Bouteille de calibration avec des concentrations comprises entre 100 ppb < BTEX < 1 ppm ou four de perméation.

L'échantillon doit être introduit à pression atmosphérique dans l'analyseur. Le gaz standard, étant très concentré doit être dilué (du 1/10 jusqu'au 1/100) en fonction de la concentration. Placer un "T" sur l'entrée de gaz standard de l'analyseur qui permettra à ce dernier de prélever ses 15 ml/min à pression atmosphérique nécessaire et le reste du débit sortant de la bouteille de calibration sera évacué à l'EVENT. En fonction de la concentration de la bouteille, le débit de gaz standard sera fixé (par une restriction) entre 0.15 ml/min et 1.5 ml/min. La dilution d'air zero sera fixé à environ 30 ml/min. Dans ce cas, pour éviter de polluer l'air ambiant du laboratoire, l'évacuation du Té sera envoyé vers l'EVENT, et le tube d'EVENT interne à l'analyseur devra être bouché.



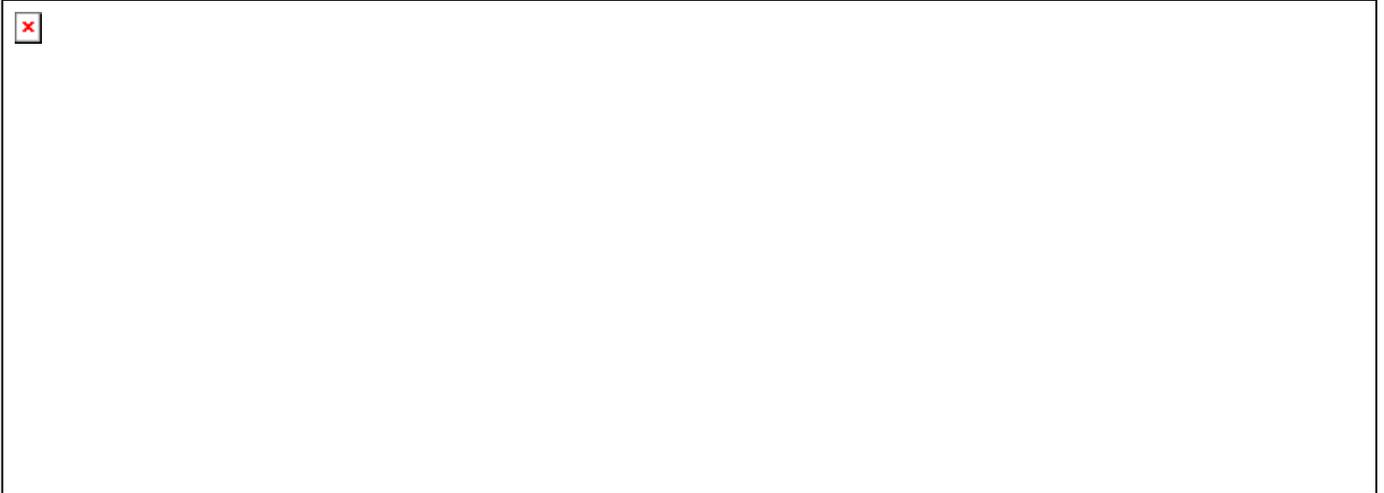
**B.1.3. INJECTION DE L'ÉCHANTILLON DANS LA COLONNE ANALYTIQUE (THERMO-DESORPTION DU PIÈGE)**

La vanne pneumatique qui était précédemment en position “prélèvement” passé en position “injection”, c’est à dire que le tube de prélèvement est introduit dans le circuit de gaz vecteur. Le sens de circulation du gaz vecteur à l’intérieur du tube est inversé par rapport au sens de circulation de l’échantillon. A cet instant, les COV contenu dans le piège de prélèvement peuvent maintenant être injectés dans la colonne par thermo-désorption. La température de thermo-désorption a été pré-réglée dans nos laboratoires à 380 °C pendant quelques minutes (la durée de la thermo-désorption dépend de la durée du cycle). L’échantillon gazeux est alors introduit dans la colonne analytique par le gaz vecteur.



B.1.4. EXEMPLE DE CYCLE D' ANALYSE

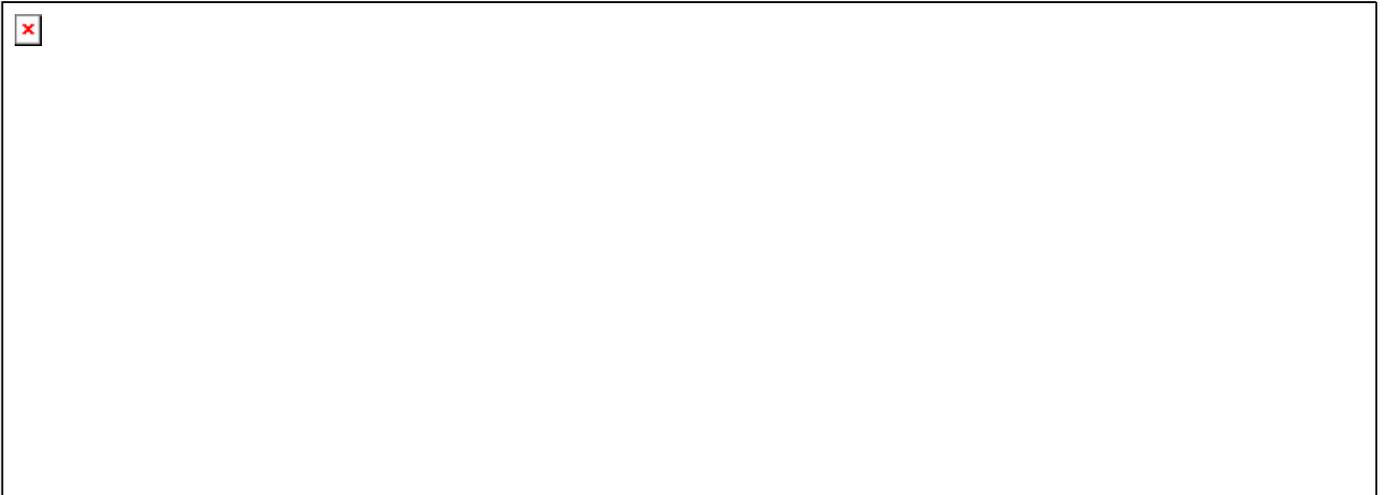
- Durée de cycle 30 minutes : BTX-30MN.mth – prélèvement d'air ambiant pendant 22.5 minutes – Thermo-désorption pendant 4 minutes



La programmation des relais utilisés par cet instrument est :

- ❖ **Relay 1 (carte airmoREL)** : Activation de l'allumage de la lampe PID. Il est activé à 0s et pendant 620s.
- ❖ **Valve 2 (carte POWER)** : Activation du nettoyage de la surface de la lampe avec de l'air zéro/N<sub>2</sub>. Il est activé à 1s et pendant 149s puis finalement à 580s et pendant 1209s.
- ❖ **Relay 7 / Valve 5 (Carte POWER)** : Sélection de l'échantillon / Gaz standard externe. Par défaut ou si ce relais n'est pas activé, l'échantillon qui sera prélevé par l'analyseur sera l'air ambiant. Si ce relais est actif, l'échantillon prélevé sera le gaz standard externe.  
Avec la méthode d'échantillonnage CALIB30M.mth, il est activé à 1129s et pendant 661s pour purger la ligne d'échantillonnage avec le gaz standard externe pendant 5 minutes avant que la phase de prélèvement débute.
- ❖ **Relay 8 / Valve 6 (Carte POWER)** : Permet de piloter la vanne pneumatique prélèvement / Injection. Il est utilisé pour activer la phase de prélèvement. Le piège est en ligne avec l'échantillon pré-sélectionné par le « Relay 7/Valve 5 ».
  - Avec la méthode d'analyse de l'air ambiant : BTX-30-MN.mth, il est activé à 439s et pendant 1350s.
  - Avec la méthode d'analyse du gaz standard externe : CALIB30M.mth, il est activé à 1429s et pendant 360s.

- Durée de cycle 15 minutes : BTX-15MN.mth – prélèvement d'air ambiant pendant 11 minutes - Thermo-désorption 2 minutes

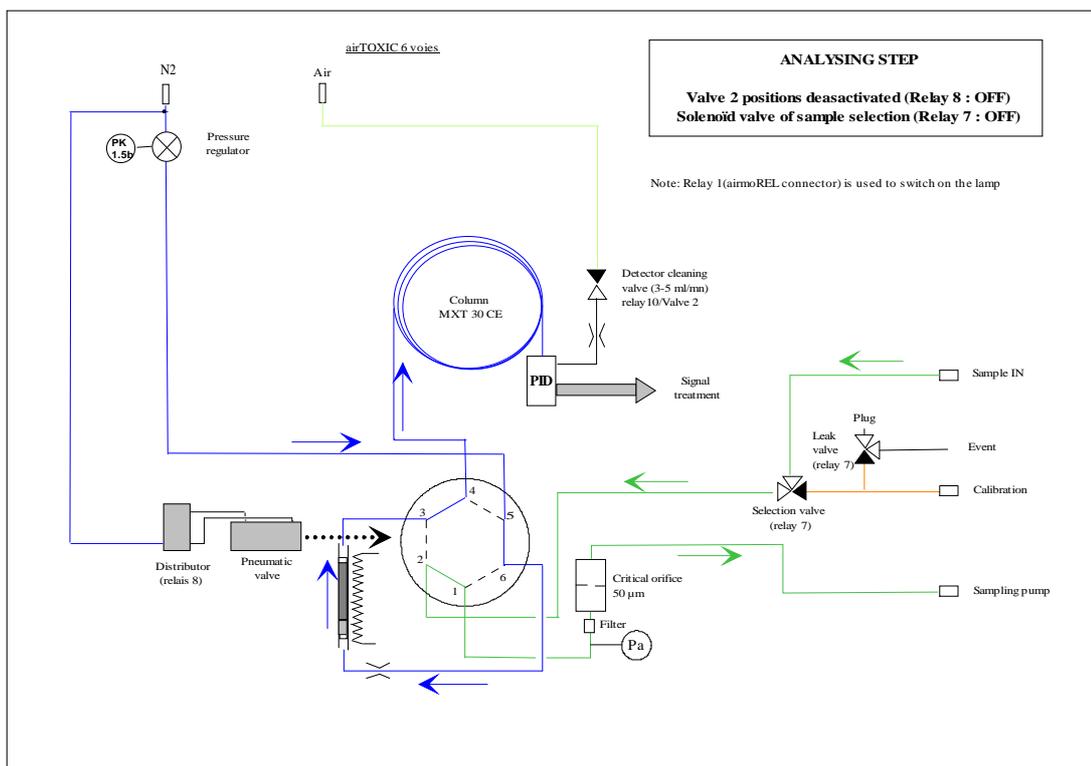


La programmation des relais utilisés par cet instrument est :

- ❖ **Relay 1 (Carte airmoREL)** : Activation de l'allumage de la lampe PID. Il est activé à 140s et pendant 472s.
- ❖ **Valve 2 (Carte POWER)** : Activation du nettoyage de la surface de la lampe avec de l'air zéro/N<sub>2</sub>. Il est activé à 1s et pendant 189s puis finalement à 552s et pendant 337s.
- ❖ **Relay 7 / Valve 5 (Carte POWER)** : Sélection de l'échantillon / Gaz standard externe. Par défaut ou si ce relais n'est pas activé, l'échantillon qui sera prélevé par l'analyseur sera l'air ambiant. Si ce relais est actif, l'échantillon prélevé sera le gaz standard externe.  
Avec la méthode d'échantillonnage CALIB15M.mth, il est activé à 229s et pendant 661s pour purger la ligne d'échantillonnage avec le gaz standard externe pendant 5 minutes avant que la phase de prélèvement débute.
- ❖ **Relay 8 / Valve 6 (Carte POWER)** : Permet de piloter la vanne pneumatique prélèvement / Injection. Il est utilisé pour activer la phase de prélèvement. Le piège est en ligne avec l'échantillon pré-sélectionné par le « Relay 7/Valve 5 ».
  - Avec la méthode d'analyse de l'air ambiant : BTX-15MN.mth, il est activé à 229s et pendant 660s.
  - Avec la méthode d'analyse du gaz standard externe : CALIB15M.mth, il est activé à 529s et pendant 360s.

### B.1.5. SEPARATION CHROMATOGRAPHIQUE

La colonne analytique est située dans un four dont la température est programmée avec un gradient qui débute en même temps que la thermo-désorption de piège (étape d'injection). Les composés contenus dans l'échantillon éluent dans la colonne à une vitesse caractéristique (qui dépend de leur point d'ébullition et de leurs interactions avec la phase stationnaire de colonne). Généralement, les temps de rétention augmentent avec la masse moléculaire du composé (point d'ébullition).



### B.1.6. DETECTION ET TRAITEMENT DES DONNEES

A l'extrémité de la colonne, un détecteur à photo ionisation (PID) qui génère un signal électrique proportionnel au débit des composants de l'échantillon lors de leur élution de la colonne. Le signal électrique est digitalisé pour être transféré vers la carte CPU où le microprocesseur traite les données (intégration, calcul de concentrations ou de masses, identification des pics...). Les paramètres (données, chromatogrammes, rapports d'intégration...) sont ensuite transférés via une sortie RS-232 où ils peuvent être visualisés et retraités par le logiciel. Le signal digitalisé est également disponible sous forme de sortie analogique 0-1 V (face arrière de l'analyseur).

L'acquisition des données commence quelques secondes après la thermo - désorption du piège.

**Attention** : pendant l'analyse, il ne faut pas sortir du menu ON-LINE car les données seraient perdues. Par contre, la fenêtre du logiciel peut être réduite.

Le cycle complet (piégeage des composés, injection, analyse chromatographique, détection) est répété. Le microprocesseur intégré met en mémoire les chromatogrammes ainsi générés,

calcule les concentrations des composés sélectionnés et les enregistre. L'identification des composés est réalisée sur la base de leur temps de rétention, et les concentrations sont calculées à l'aide de mesures de référence (analyse de standards).

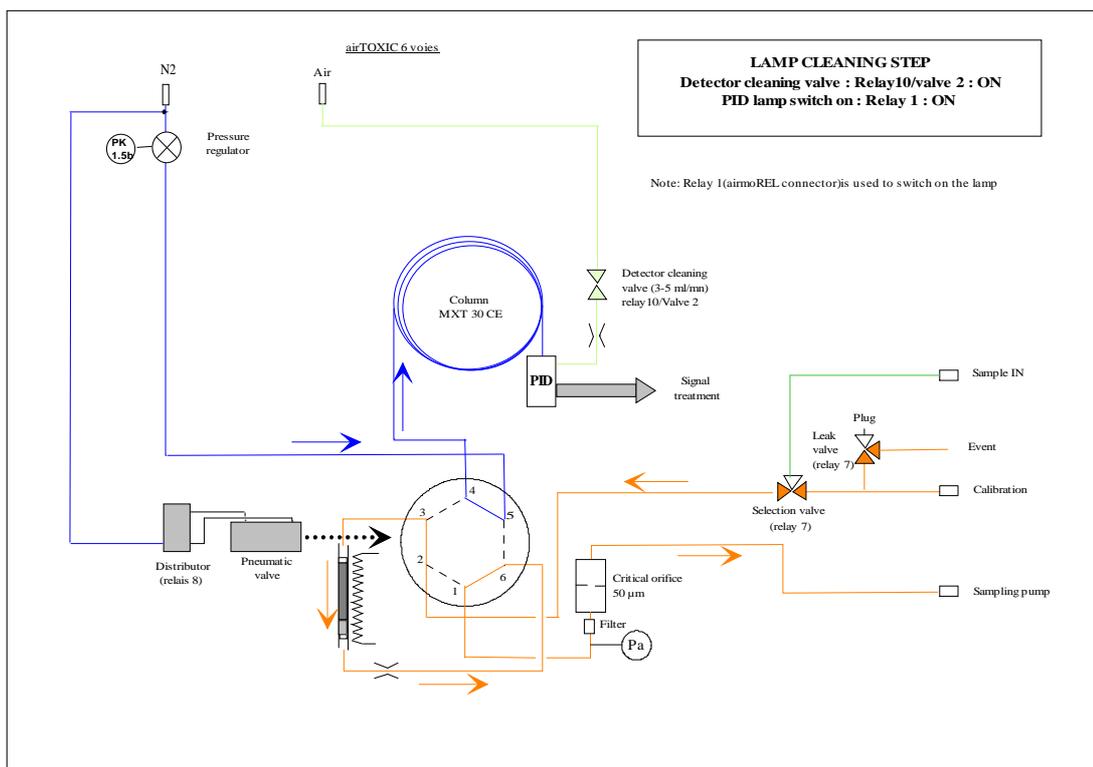
**B.1.7. ACTIVATION DE L'AUTO NETTOYAGE DE LA SURFACE DE LA LAMPE**

Le détecteur PID n'est pas un détecteur destructif et les substances éluées de la colonne analytique sont directement en contact avec la surface de la lampe. Ainsi, pour éviter une accumulation de VOC sur la surface de la lampe « encrassement rendant moins sensible le détecteur », une électrovanne contrôlée par le relais VALVE 2 (de la carte PUISSANCE) permet d'activer l'air zéro de nettoyage de la surface de la lampe.

Ce relais "Valve 2" est activé par Vistachrom en dehors de la période dite « d'acquisition ».

Lorsque ce relais est actif, un débit de l'ordre de 3 à 5 ml/min d'air zéro ou d'azote est envoyé sur la surface de la lampe.

Ce relais s'active quelques secondes après la fin de l'acquisition avec la lampe du détecteur toujours allumée. Au bout de 2 minutes, l'air de nettoyage continue de balayer la surface de la lampe pendant pratiquement toute la durée du cycle mais la lampe est désactivée (désactivation du relais : RELAY 1 de la carte airmoREL).



B.1.8. EXEMPLE DE CHROMATOGRAMME



## B.2. DETECTEUR PHOTO-IONISATION PID

### B.2.1. INTRODUCTION ET SPECIFICATION

Le détecteur de photo ionisation PID a été conçu pour détecter les espèces organiques et quelques inorganiques éluées de la colonne. Le PID montre une sensibilité élevée, une large gamme linéaire et une utilisation facile.

### B.2.2. DONNEES TECHNIQUES

Limite de détection	- 12 x 10 <sup>-12</sup> g (benzène)	
Sensibilité	0.3 Coulomb / g (benzène)	
Gamme linéaire	> 10 <sup>5</sup> (benzène)	
Courant de fond**	2 x 10 <sup>-11</sup> - 8 x 10 <sup>-11</sup> ampères	
Bruit	5 x 10 <sup>-14</sup> ampères	
Volume de la chambre d'ionisation	40 µl	
Température Maximum d'utilisation	lampes Xe et Kr	400 °C
	lampe H2	250 °C
Tension de polarisation du PID	9 VCC	
Puissance consommé par la lampe	< 0.3 W	

\* Débit gaz vecteur ~ 3-4 ml/min. Température PID = 160 °C, lampe Kr/MgF<sub>2</sub>

\*\* dépend du type de la lampe.

### B.2.3. CONCEPTION ET OPERATION

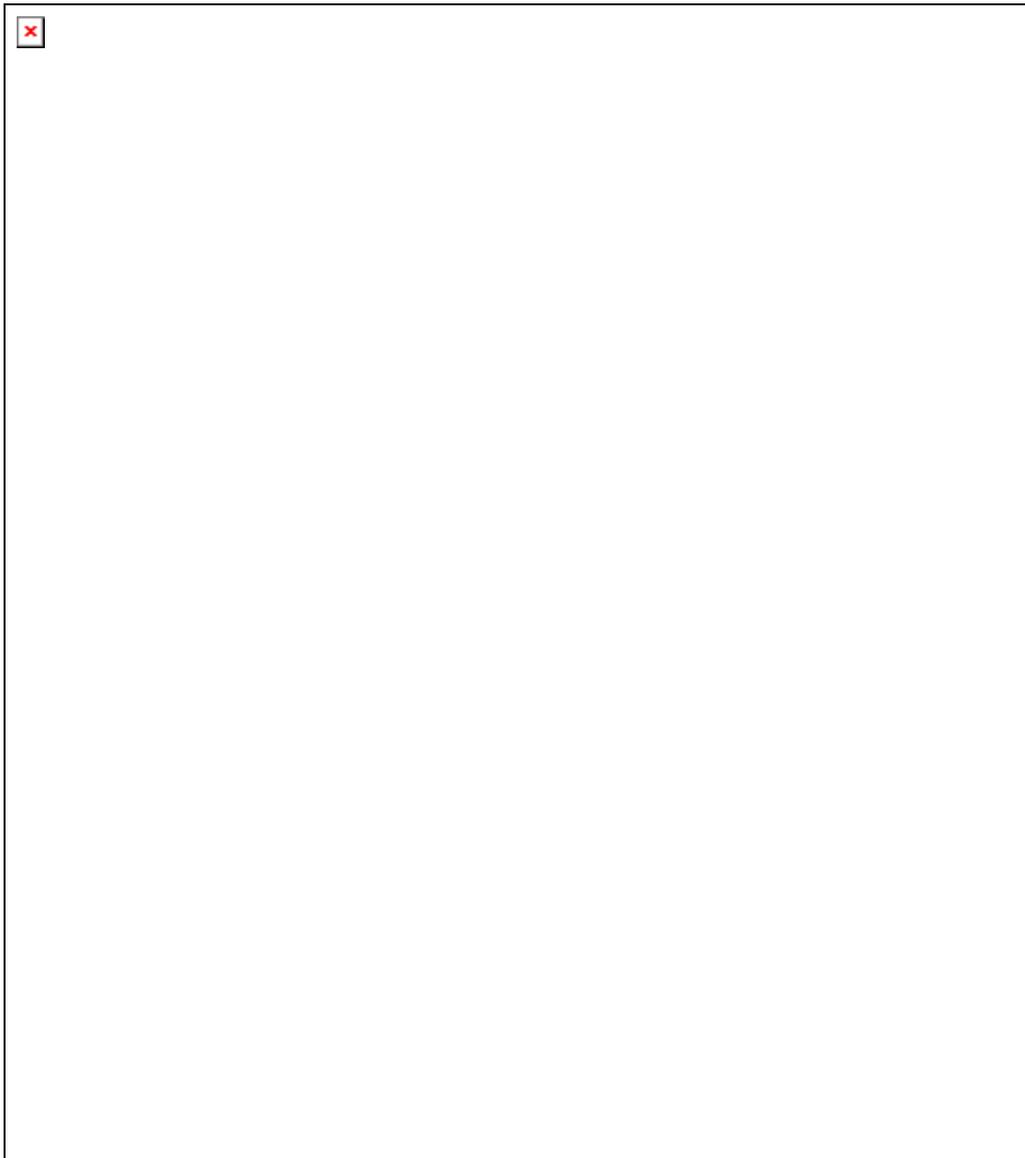
Le fonctionnement du PID est basé sur l'ionisation des composés sous l'action de rayonnement UV. Les lampes Kr, Xe, ou H<sub>2</sub> à décharge de lueur sont utilisées comme source de tel rayonnement. Les lampes émettent des photons, avec des énergies de 10,0 eV à 10,6 eV, qui traversent une chambre d'ionisation dans laquelle une partie des photons est absorbée les composés élués. Les composés dont l'énergie d'ionisation est inférieure à celle du photon sont ionisés. Le courant produit dans la chambre d'ionisation est proportionnel à la concentration des composés mesurés.

Le montage du PID est montré sur la figure 1. Il est composé d'un corps avec une entrée gaz, d'une chambre d'ionisation et d'une lampe UV. Une entretoise métallique (3) est placée entre la chambre d'ionisation et la lampe. Le logement de lampe, le ressort et la douille en téflon

sont utilisés pour garder la lampe contre l'entretoise. Le logement de la lampe est connecté au corps du détecteur au moyen d'un joint baïonnette. Les électrodes coaxiales dans la chambre d'ionisation sont séparées l'une de l'autre et des parties métalliques du détecteur au moyen d'isolateurs en céramique. Une des électrodes est connectée à l'alimentation électrique du PID, l'autre à l'électromètre. Les fils électriques de la lampe UV passent par le trou du logement et sont reliés à l'alimentation électrique de la lampe.

La carte d'alimentation électrique fournit un courant stable de 0,2 à 10 mA pour l'allumage de la lampe et son fonctionnement et une tension de polarisation de 9 V pour le PID.

#### B.2.4. SCHEMA DE LA LAMPE



## C. INSTALLATION DU DETECTEUR

### C.1. PRECAUTIONS

La tension sur la carte d'alimentation électrique de la lampe et sur les électrodes de la lampe peut atteindre -780 VCC. Mettre l'instrument hors tension à l'aide de l'interrupteur 2 positions (situé à l'intérieur de l'appareil) lors d'un montage ou démontage du détecteur. Ne pas utiliser l'interrupteur principal qui se trouve sur la face arrière de l'appareil.

Aucun contact ne peut être toléré entre les éléments de la carte d'alimentation électrique de la lampe et les parties métalliques de l'analyseur. Faire attention lors de l'installation de la carte dans l'appareil.

Le PID est un détecteur non destructif. Prendre des précautions lors d'analyse de composés dangereux et / ou toxiques.

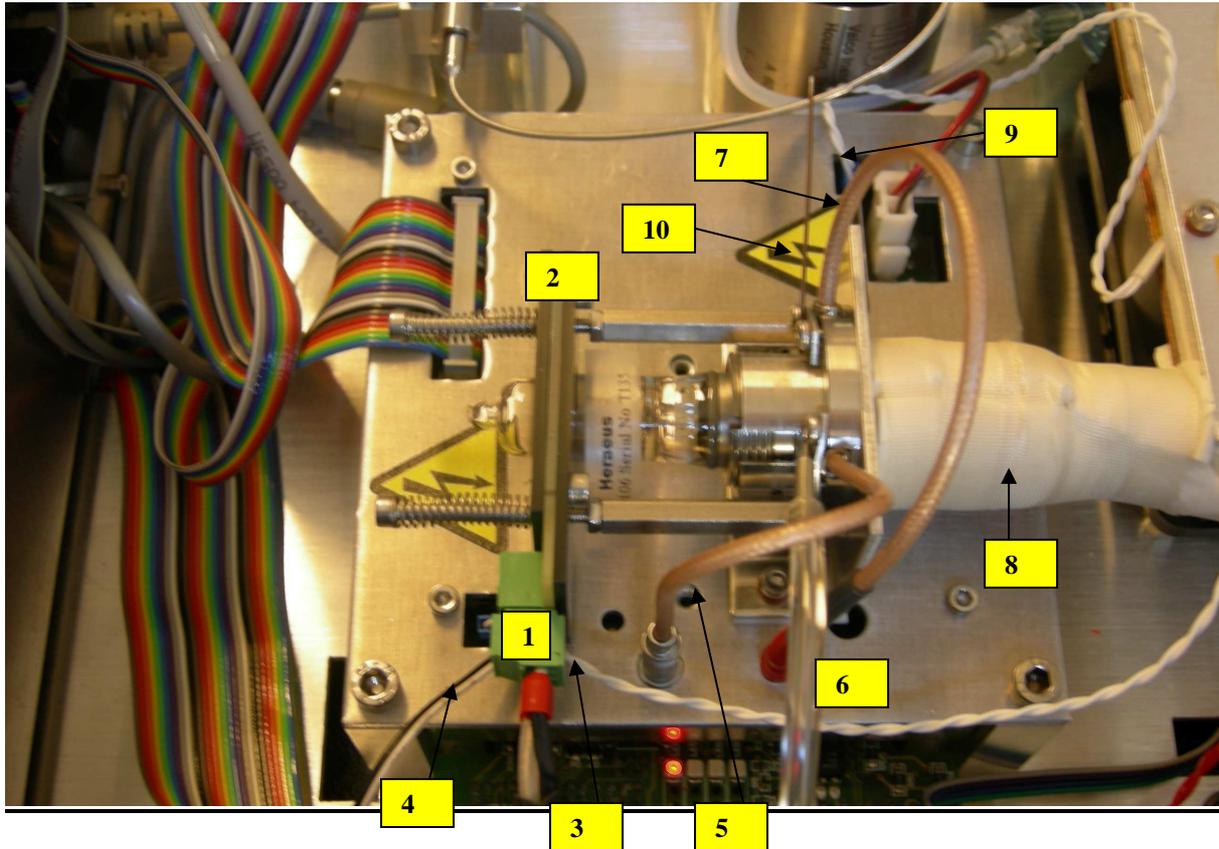
### C.2. MONTAGE DU DETECTEUR

Le corps du PID est monté sur un support métallique fixé par des vis. Il est chauffé par une résistance chauffante. La lampe Uv est comprimé dans son logement par des ressorts.

Le courant de lampe est réglé dans nos laboratoires à environ 200 $\mu$ A.

**ATTENTION : Ne pas relâcher les ressorts qui compriment la lampe brusquement car la surface de la lampe pourrait être détruite.**

### C.3. CONNEXIONS DU DETECTEUR



**1) Câble haute tension**

Ce câble alimente le tube avec une haute tension d'environ -780V. Cette tension peut être mesurée sur le câble haute tension.

**2) Plaque de fixation et d'alimentation de la lampe**

Ne jamais enlever cette plaque de fixation lorsque l'analyseur est sous tension. Avant d'enlever la lampe, mettre l'appareil hors tension.

**3) Câble du capteur de température du PID**

**4) Câble de la sortie analogique**

**5) Câble signal**

Il est connecté à l'électrode dans le détecteur. Le courant qui passe dans ce câble est très faible (quelques  $\mu\text{V}$ ) et il est amplifié par la carte électromètre.

**6) Tube d'alimentation air zéro (ou azote) pour l'auto - nettoyage**

Ce tube apporte 3 à 5 ml/min d'air zéro (ou d'azote) sur la fenêtre de la lampe pour la nettoyer automatiquement lorsque le relais Valve 2 de la carte puissance est actif.

**7) Polarisation**

Cette électrode polarise le détecteur avec une tension de 9,3 Volts. Cette tension provient du câble haute tension et ne peut être modifiée.

**8) Embase du détecteur califugée. La résistance chauffante du détecteur est sous le calorifugeage.**

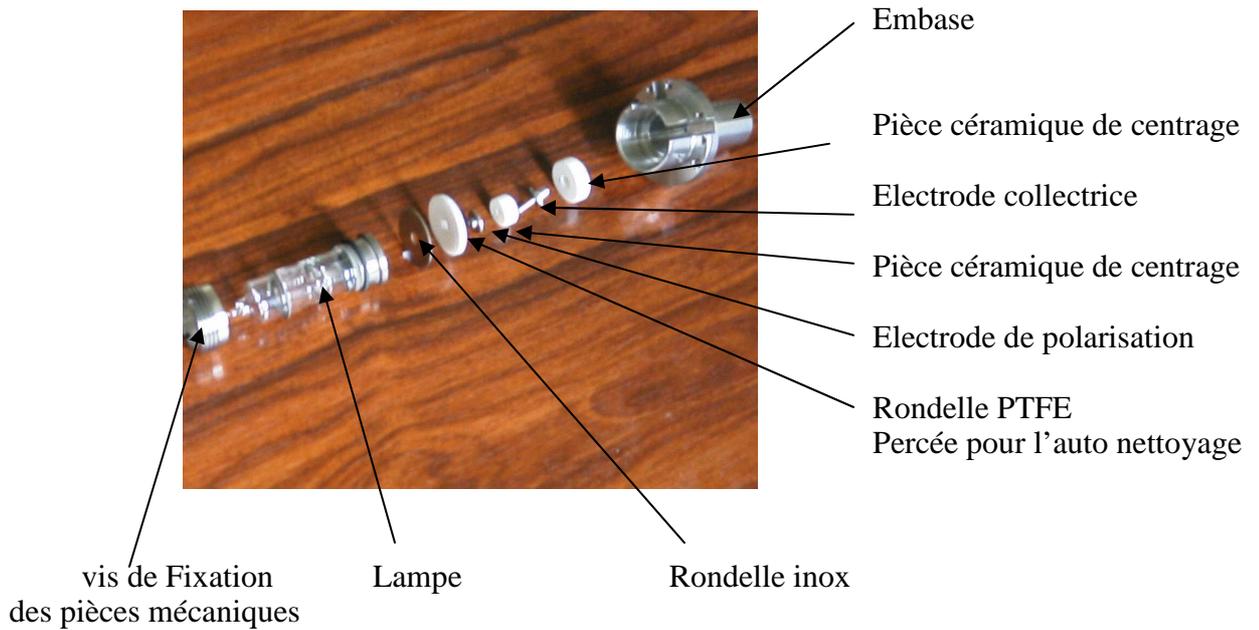
Sa fonction est de chauffer le détecteur à 160°C. Sa valeur est de l'ordre de 10  $\Omega$  et elle est alimentée par la carte Puissance.

**9) Câble du capteur de température du four**

Sa fonction est de mesurer en temps réel la température de la colonne analytique.

**10) Tube d'évacuation de l'air zéro (ou azote) de nettoyage lorsque l'auto-nettoyage est actif.**

*Détecteur détaillé*



**C.4. ALLUMAGE DU DETECTEUR**

Par défaut, la lampe du PID est éteinte. L'allumage est programmé dans la méthode de travail de l'analyseur. La durée est variable en fonction de la durée du cycle choisi (15, 20 ou 30 minutes).

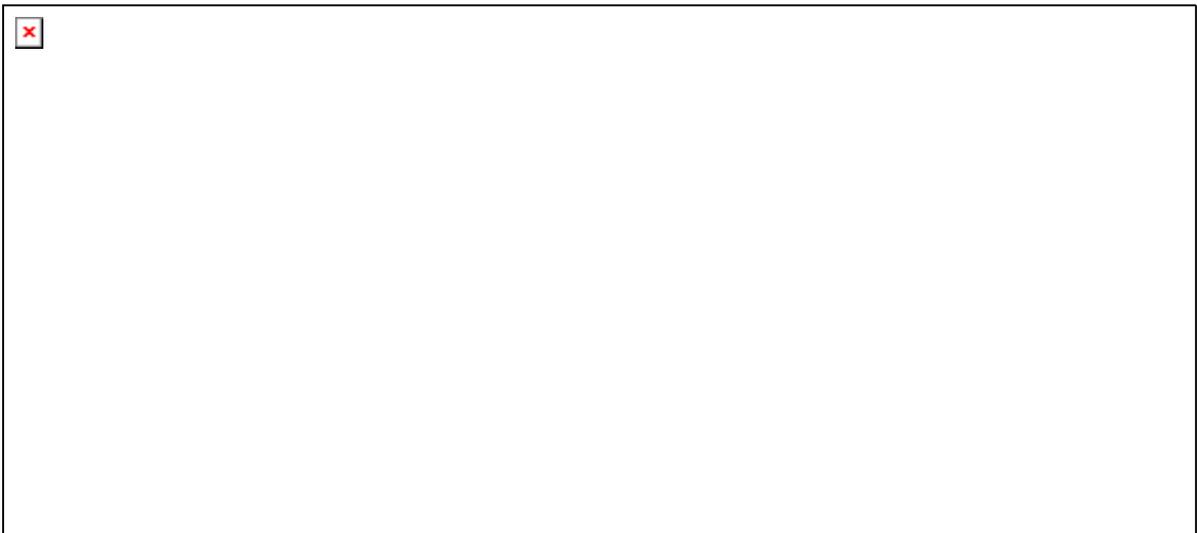
Le détecteur est allumé par le relais « **RELAY 1** » de la carte airmoREL. Lorsque la lampe est allumée, une lumière bleu violet apparaît à l'intérieur de la lampe.

## D. CHROMATOGRAMME - TEST

### Conditions analytiques

- Durée du cycle : 30 minutes
- Piégeage à température pendant 22.5 minutes
- Durée de désorption du piège : 240 secondes, à 380°C
- Gaz vecteur : Azote (5.5) - 3 à 4 □ ml/min. Pression en tête de colonne : 1,00 (+/-0.15) Bar.
- Colonne : 40 à 42 °C (0 min) à 2 °C/min – 42°C à 190°C à 15°C/min – isotherme à 190°C (390s)
- Durée d'acquisition : 420 secondes.

➤ Echantillon : 395.4 ml d'air ambiant



## E. INSTALLATION DE L'AIRTOXIC

### E.1. PUISSANCE ELECTRIQUE

Cet instrument fonctionne avec une alimentation de 115VAC ou 220 VAC.

L'alimentation doit fournir la puissance suivante :

**115 VAC ou 220 VAC** (+/- 10 %)

Puissance : 400W

Fusible : 15A

Puissance consommée :

- Attente: approximativement **80 W**
- Fonctionnement normal : approximativement **140 W**
- Pic chromatographique (surconsommation ponctuelle) : approximativement **360 W**.

### E.2. ALIMENTATION EN GAZ ET CONNEXIONS

Voir le schéma de la face arrière pour les connexions d'alimentation en gaz sur la face arrière de l'instrument.

#### E.2.1. PRECAUTIONS A PRENDRE

Les diamètres des tubes du système pneumatique doivent être suffisamment grands pour que la pression d'alimentation de consigne de l'instrument soit maintenue même dans les conditions de fonctionnement les plus difficiles (comme un flux gazeux maximum pour un taux d'air ambiant maximum).

Tous les tubes utilisés doivent être propres, ébardés et exempts de copeau et de poussière. L'utilisation de tube neufs est recommandée. Les tubes qui ont déjà été en contact avec des liquides ne sont pas adaptés. Pour limiter la contamination des gaz, on a montré que le matériel suivant est souhaitable :

- Azote : Acier inoxydable, **1/8"**, qualité HPLC.
- Air zéro : Acier inoxydable, **1/8"**, qualité HPLC.
- Entrée échantillon : verre, 10 mm, ou PFA, **1/4"**.
- Entrée gaz standard : verre, 5 mm, ou PFA, **1/8"**
- Evacuation gaz standard : tube **1/16"**(qualité peu importante). **Doit être connectée à l'EVENT.**
- Pompe aspiration : **1/4"** (qualité peu importante).

**Avant de mettre les tubes sous pression pour la première fois, il faut vérifier que toutes les connexions du montage sont correctes (fuites liées aux serrages des écrous).**

Il est recommandé de mettre en sortie des bouteilles de gaz des détenteurs à double détente pour une meilleure stabilité du débit gazeux. Les régulateurs de pression ne doivent pas contenir de plastique (qualité GC ou qualité de pureté très grande pour les gaz).

L'utilisation de régulateurs de pression peu convenables aurait comme conséquence de contaminer le système de mesure, ayant pour résultat des valeurs incorrectes de mesure.

Les informations suivantes se réfèrent aux valeurs mesurées sur les raccords d'entrée de l'airTOXIC.

#### E.2.2. AZOTE 5.5 OU GENERATEUR D'AZOTE

L'azote est utilisé comme gaz vecteur mais également pour le pilotage du vérin pneumatique activant la vanne 2 positions. Il peut également être utilisé pour le nettoyage de la surface de la lampe lorsqu'il n'y a pas d'air zéro disponible.

- Azote (qualité recommandée 5.5).
- Pression d'entrée : **3 bars**
- Consommation pour le vérin pneumatique : **environ 2,6 l par jour (cycle de 30 minutes)**.
- Consommation pour le gaz vecteur : **3 à 4 ml/min**
- Connecteur : **1/8"**, acier inoxydable, swagelok.

#### E.2.3. AIR ZERO

L'air zéro est utilisé pour l'auto-nettoyage de la surface de la lampe et *éventuellement pour le four de perméation dans le cas de l'option du calibrateur interne (option)*.

- Air (Zéro).
- Pression d'entrée : **3 bars**
- Consommation pour le nettoyage automatique de la surface de la lampe du PID : **3 à 5 ml/min**
- *Option du four de perméation interne : 40 à 50 ml/min en continu lorsque le gaz standard n'est pas activé et 230 à 250 ml/min lorsque le gaz standard est activé.*

#### E.2.4. ECHANTILLON

##### a. **Système d'échantillonnage**

Une pompe à vide adaptée est nécessaire pour aspirer l'échantillon dans l'instrument et pour que la mesure du volume de l'échantillon prélevé soit correcte.

- Vide : **800 hPa** (200 hPa maximum mesurés au niveau de l'évacuation du circuit repérée Vacuum).
- Débit de la pompe d'aspiration : **1 to 2 l/min**.
- Connecteur : **1/4"**, acier inoxydable, swagelok.

L'échantillon gazeux doit être disponible au niveau de son introduction dans l'appareil dans des conditions bien définies.

Il est recommandé que l'échantillon soit introduit dans l'instrument par des tubes en verre suffisamment dimensionnés. Les tubes en métal doivent être les plus courts possibles.

Plus la pression au niveau de l'introduction de l'échantillon est basse, plus le flux d'échantillon gazeux dans l'instrument est petit. La pression au niveau de la prise d'échantillon doit être au moins de 800 hPa.

## b. Echantillon

L'échantillon gazeux doit être exempt de liquide ou de particule.

Si le gaz à analyser est à haute température ou s'il est humide, il risque de se produire une condensation à l'intérieur de l'instrument. Pour éviter de détériorer le matériel, il faut donc utiliser un gaz de dilution parfaitement sec.

Si l'échantillon contient des particules, il est possible de mettre un filtre 2 ou 5 µm sur le passage de l'échantillon.

Note : l'échantillon peut être également filtré sur de la laine de verre finement effilée adaptée ou sur un fritté en verre placé sur le passage de l'échantillon.

Nous vous recommandons le choix du filtre en fonction de l'environnement ambiant. S'il y a beaucoup de poussière, vous pouvez utiliser un filtre 2 µm. S'il y a peu de poussière, vous pouvez utiliser un filtre 5 µm.

Si l'air ambiant est propre, il n'est pas utile de mettre de filtre sur l'échantillon, afin d'éviter l'absorption de composés sur le filtre.

Un filtre sur la prise d'échantillon ne doit pas causer une dépression de plus de 50 hPa, sinon cela pourrait introduire une incertitude sur la valeur du volume de gaz prélevé et les calculs seraient alors erronés.

Il est conseillé de changer régulièrement le filtre car la moindre accumulation de particule conduirait à l'adsorption de certains composants de l'échantillon.

Quelle soit la méthode de filtration choisie, elle ne sera pas sans effet sur la mesure à effectuer. Il est essentiel de vérifier que les composés à analyser ne sont pas retenus sur le filtre. (Ceci peut être réalisé en comparant les résultats d'analyses test avec des échantillons de référence en utilisant le filtre et sans l'utiliser).

- Le débit d'échantillonnage est fixé par un orifice critique de 50 µm. Le débit sera compris entre **10 et 20 ml/min**.
- Connecteur : **1/4"**, acier inoxydable, swagelok.

### E.2.5. GAZ DE CALIBRATION

Ce gaz doit être introduit dans l'analyseur à pression atmosphérique. L'instrument mesure le volume échantillonné introduit dans l'appareil à l'aide d'une carte PA. Cette mesure de volume dépend de la pression critique. Cette pression sera toujours proche de la pression ambiante.

Dans le cas où le gaz de calibration serait dilué avant son introduction dans l'analyseur, l'utilisation d'un « Té » sur l'entrée du gaz de calibration de l'instrument pour avoir une mesure de pression correcte (lorsque le gaz standard est trop concentré et doit être fortement dilué).

- Connecteur d'entrée : **1/8"**, acier inoxydable, swagelok.
- Le débit d'échantillonnage est fixé par l'orifice critique de 50 µm.
- Evacuation standard externe : tube acier inoxydable **1/16" OD**.

L'analyseur prélève le volume nécessaire et **le surplus de gaz standard devra être connecté à l'EVENT.**

### **E.3. CABLAGE DU SIGNAL ET DES DONNEES**

Câble des données : RS 232, 9600 Baud. Longueur maximale de câble admissible : 15 mètres

Fiche 9 pole submin. Type D, mâle / femelle.

Sortie analogique : 0-1 V, 500 ohms comme impédance de sortie  
Deux fiches bananes femelles de 4 mm de diamètre.  
Protection contre les courts circuits.

Sortie de commutation : Relais de commutation isolé piloté par le microprocesseur (carte CPU)

Capacité de commutation 100 mA à 24 V  
Deux fiches banane de 4 mm de diamètre.

### **E.4. INSTALLATION MECANIQUE ET MISE EN PLACE**

En raison du manque habituel de place dans les cabines des instruments, les véhicules et les stations de mesure, les différents instruments de mesure sont généralement installés à proximité les uns des autres. Il est donc nécessaire de s'assurer que tous les appareils peuvent être suffisamment ventilés. Généralement, dans les grands appareillages, les températures les plus fraîches sont situées au niveau le plus bas. Assurez-vous qu'aucun instrument consommant une grande puissance n'est placé directement en dessous de l'airTOXIC.

### **E.5. CONDITIONS ENVIRONNEMENTALES**

La gamme de température acceptable par l'airTOXIC est de **+ 10°C à + 35°C**.

Il ne faut pas oublier que la température interne du système analytique est de **5 à 8 °C** supérieure à la température ambiante. C'est pourquoi la température du four doit être supérieure de 5°C à la température ambiante, un point important lorsque la température de la pièce est élevée et lorsque le temps de refroidissement du système est long.

## F. UTILISATION DE LA SOURIS TACTILE

Aucune pression du doigt n'est exigée.

Pour déplacer le curseur, déplacer simplement votre doigt à travers la surface tactile.

Taper :

- une fois sur la surface de contact : "pour cliquer",
- deux fois : pour "double-cliquer"
- taper et maintenir pour déplacer la souris.

Quand le doigt de l'utilisateur rencontre le bord droit de la surface de contact pendant un déplacement, l'utilisateur peut soulever son doigt et le replacer à gauche sur la surface de contact pour continuer l'opération.

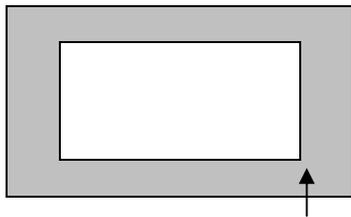
La surface de contact comprend deux niveaux distinctes de texture. Cette double surface est employée pour définir les secteurs de la souris tactile.

Les bouton de glissement et bouton droit de la souris peuvent être activées durant une utilisation classique. (voir le schéma 1).

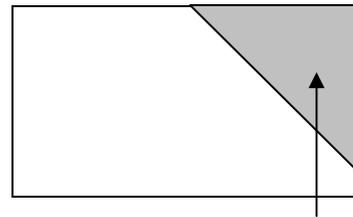
La surface permettant de continuer à faire glisser la souris. L'utilisateur en atteignant le bord droit n'aura qu'à soulever son doigt et le repositionner à gauche pour continuer son déplacement.

De la même façon, le bord en haut à droite permettra de sélectionner un élément en « cliquant ». Simulation du click d'une souris normale.

Figure 1 :



Surface permettant de faire glisser la souris tactile.



Surface permettant de simuler le bouton droit de la souris tactile.

## G. DEMARRAGE DE L'AIRTOXIC

**Avant d'ouvrir les bouteilles de gaz (Azote et air), vérifier que les détendeurs sont bien fermés car les régulateurs de pression à l'intérieur de l'appareil sont pré-réglés en nos laboratoires et un à - coup de pression pourrait être dangereux pour le « réglage ».**

**Vérifier ensuite que les sorties des détendeurs sont correctement connectées sur l'analyseur et étanches.**

- Régler les pressions des bouteilles d'azote et d'air à : **3 bars**.
- Allumer la pompe d'aspiration après l'avoir connectée à la sortie 1/4" repérée « **vacuum** ». Connecter la sortie de la pompe à l'**EVENT** ainsi que la sortie du gaz standard.
- Mettre le système sous tension (interrupteur principal sur la face arrière). Attendre que la LED verte "**OK**" et la LED rouge "**stand by**" s'allume Il est possible qu'une erreur ait eu lieu lors du dernier arrêt de l'appareil. Dans ce cas, une information d'erreur sera enregistrée par le système. La led "**WARNING**" ou la led "**ERROR**" s'allumera lorsque l'appareil sera remis sous tension.

L'erreur sera envoyée au PC avant ou après la fin du premier chromatogramme. Lorsque l'appareil est mis sous tension, les paramètres initiaux sont chargés dans l'appareil. Ces paramètres sont :

- Température four: □**40 °C** (cycle de 30 minutes) – **43°C** (cycle de 15 minutes).
- Température PID : **150 °C**
- Pression en tête de colonne : ≈ 1,0 (+/- 0.15) Bar

- Dans le même temps, le PC s'allume. Windows « embarqué » démarre sous l'utilisateur **Chromatotec** dont le mot de passe est **CETOMRIA**. Le PC lance automatiquement le logiciel Vistachrom. Vous devez sélectionner le niveau "**super user**" et entrer le mot de passe **1234**.

- Connecter l'instrument avec le PC en utilisant l'icône .

- Charger éventuellement une séquence de travail avec l'icône .

- Démarrer l'analyse en cliquant sur l'icône  à l'aide de la souris tactile. Le premier cycle permet d'initialiser le système et de démarrer une phase de prélèvement.

## H. ARRET DE L'AIRTOXIC

Dans tous les cas, avant l'extinction complète de l'analyseur avec l'interrupteur général qui se trouve sur la face arrière de l'analyseur, il est indispensable d'arrêter correctement le fonctionnement de l'instrument et d'attendre quelques minutes jusqu'à ce que les LED "stand by" et "ok" soient allumées et arrêter correctement le PC interne.

### H.1. ARRET NORMAL

- Cliquer sur l'icône . Dans ce cas, l'analyseur s'arrête à la fin de la méthode d'analyse. Attendre quelques que les LEDs "stand by" et "ok" de la carte soient allumées avant de fermer le logiciel Vistachrom.
- Dans tous les cas, les LEDs "stand by" and "ok" de la carte RS 232 doivent être allumées et aucune autres.
- Lorsque la température du four est à environ 40°C, déloguer l'instrument avec l'icône .

**ATTENTION**, dans le cas où l'icône de Vistachrom reste jaune  au lieu de devenir bleu , l'instrument est toujours en cours de communication et l'instrument ne doit en aucun cas être mis hors tension.

- Lorsque l'instrument est en d'attente, les LEDs "stand by" et "ok" de la carte RS 232 sont allumées, et qu'il n'y a plus de communication avec le logiciel Vistachrom, l'appareil peut être mis hors tension avec l'interrupteur interne de l'appareil.
- Vous devez fermer toutes les applications Vistachrom, windows «EMBARQUÉ» et arrêter le PC interne avant de mettre hors tension l'ensemble GC et PC avec l'interrupteur général se trouvant en face arrière.

### H.2. ARRET D'URGENCE

Parfois une erreur importante, durant le fonctionnement de l'analyseur, apparaît. Elle peut être cause par l'utilisateur ou par l'instrument lui-même. La communication est alors interrompue entre l'analyseur et le PC. Dans ces conditions, la seule solution est de faire un **RESET** de l'instrument et/ou du PC. Il y a deux possibilités :

#### H.2.1. RESET LOGICIEL

Lorsque la communication est possible entre le logiciel Vistachrom et l'analyseur

- Arrêter la mesure dans la fenêtre **EN LIGNE** de Vistachrom avec l'icône



- Sélectionner arrêt en fin de cycle.
- Attendre quelques minutes pour que les paramètres initiaux soient atteints : **four à 40°C, arrêt manuel de l'échantillonnage en cliquant sur la vanne deux position sur le synoptique**, etc.
- **LOG OFF** l'instrument avec l'icône .
- **Fermer** le logiciel d'acquisition **Vistachrom**.
- **Démarrer** l'utilitaire **ServiceGC**.
- **Sélectionner** le numéro de série de l'analyseur **ainsi que** le port de communication.
- **Clicquer** sur le bouton « **LOG ON** ».
- **Clicquer** sur le bouton « **RESET** » les leds "**Stand By**", "**Error**" et "**Ok**" de la carte RS232 doivent être allumées.
- Lorsque le bouton « **dialog activity** » clignote, l'instrument communiqué avec l'utilitaire « **Service GC** ». L'utilisateur peut alors transférer la configuration de l'analyseur dans la carte CPU avec le bouton « **Transfert setup** ». La led "**Error**" s'éteint.
- **Fermer** l'utilitaire « **ServiceGC** ».
- Redémarrer le logiciel d'acquisition **Vistachrom** en mode « **Super User** » avec le mot de passe « **1234** » et logger l'instrument avec l'icône .
- Recharger la séquence de travail de l'analyseur avec l'icône  et redémarrer la mesure avec .

**Parfois un RESET logiciel n'est pas suffisant et un RESET matériel sera alors nécessaire.**

#### H.2.2. RESET MATERIEL

- Arrêter l'analyseur en fin de cycle avec . Attendre quelques minutes pour que les paramètres initiaux soient atteints : **four à 40°C, arrêt manuel de l'échantillonnage en cliquant sur la vanne deux position sur le synoptique**, etc. Si la communication est impossible avec le logiciel d'acquisition **Vistachrom**, utiliser l'utilitaire **Service GC** et cliquer sur « **STOP analyse** ».
- **Mettre hors tension l'instrument seulement**. Pour cette manipulation, le couvercle doit être enlevé pour accéder à l'interrupteur 2 positions interne se trouvant à l'intérieur de l'analyseur.
- **Déconnecter** la batterie de la carte CPU pour que tous les paramètres se trouvant en mémoire dans l'analyseur soient effacés.

**ATTENTION : SOUS LE CAPOT DE L'APPAREIL, PRESENCE D'UNE ALIMENTATION HAUTE TENSION. PRENDRE GARDE AUX DIFFERENTES CONNEXIONS ELECTRIQUES.**

- **Attendre quelques minutes que les mémoires de la carte CPU soient vides**. Lors de cette manipulation, il est recommandé de redémarrer le PC.
- **Reconnecter** la batterie sur la carte CPU.

- **Mettre sous tension** l'instrument avec l'interrupteur deux positions. Les leds « **Stand By** », « **Error** » et « **Ok** » de la carte RS232 doivent être allumées.
- **Ouvrir** l'utilitaire « **ServiceGC** ».
- **Sélectionner** le numéro de série de l'instrument et le port de communication.
- **Cliquer** sur le bouton « **LOG ON** ».
- Le **Transfert de la configuration de l'analyseur** est automatique et la led « **Error** » s'éteint.
- **Fermer** l'utilitaire « *ServiceGC* » et **Redémarrer** le logiciel d'acquisition Vistachrom.
- **Connecter** l'instrument et Vistachrom avec  et **recharger** la séquence de travail avec . Ensuite démarrer la mesure avec .

Dans tous les cas, le premier cycle permet seulement d'initialiser le système. Il ne se produit ni thermo-désorption, ni acquisition durant ce cycle, etc. Les LEDs vertes « **Running** » et « **Ok** » de la carte RS232 doivent être allumées.

## I. CALIBRATION AUTOMATIQUE

### I.1. GENERALITES

*Qu'est-ce que l'Auto-calibration?* : c'est l'action de l'analyseur d'ajuster automatiquement son facteur de sensibilité « **base sensitivity** » à partir de mesures d'un gaz de référence dont la concentration est connue.

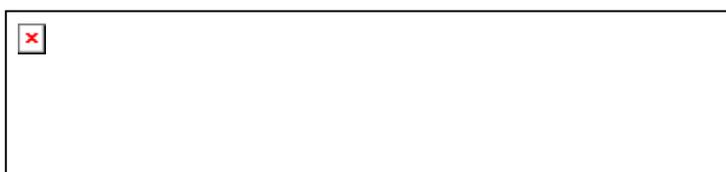
Cette option est possible **si et seulement si** l'appareil est équipé de :

- Un four intégré contenant un tube de perméation tube (référence) dans le cas d'un airTOXIC-CALIB.
- Ou d'une électrovanne permettant de faire une sélection du gaz standard, avec une bouteille de gaz standard connectée sur l'entrée calibration dans le cas d'un airTOXIC-STD.
- Le logiciel Vistachrom 1.43 minimum.
- Un microprocesseur 5.8 (minimum) intégré sur la carte CPU de l'instrument.

Cette option permet de valider en continu les mesures des BTEX de l'air ambiant car l'analyse du gaz standard est répétée automatiquement comme indiquée dans la séquence de travail. You can use this option.

### I.2. FACTEUR DE SENSIBILITE « BASE SENSITIVITY »

Sur un airTOXIC, le facteur de sensibilité « **base sensitivity** » est :



L'instrument est calibre en nos locaux et un rapport de configuration et de contrôle qualité est inclus dans le classeur fourni avec l'analyseur.

L'airTOXIC utilise une carte **PA** (pour mesurer la pression atmosphérique et la pression de l'échantillon au niveau de l'orifice critique lorsque l'analyseur est en phase de prélèvement). L'orifice critique de 50 µm permet de contrôler le débit de l'échantillon. Le volume d'échantillon ayant circulé à travers le piège de prélèvement est calculé par le logiciel **Vistachrom**.

**Attention** : le volume mesuré par l'analyseur est exprimé en ml. Cette unité ne peut être modifiée par l'utilisateur.

### I.3. EXEMPLE DE SEQUENCE DE TRAVAIL AVEC UTILISATION DE L'AUTO-CALIBRATION



Cette séquence de travail en routine est cyclique.

Chacune des méthodes de travail a une durée totale de 30 minutes. Chacune de ces méthodes d'analyse donne un chromatogramme.

Nous avons donc :  $24 \times 2 = 48$  chromatogrammes par 24 heures.

Pour avoir une dérive toutes les 24 heures, nous avons introduit dans cette séquence une mesure d'air ambiant, 1 mesure du gaz de calibration externe suivi de 13 mesures d'air ambiant. Dans ce cas, l'analyse du gaz standard sera exécuté toutes les 7.5 heures. La « BS » de l'analyseur est calculée et mise à jour dans le microprocesseur de l'analyseur **toutes les 7.5 heures (si la fonction d'auto-cal est activée)**.

### I.4. METHODES DE TRAVAIL

Les composés organiques volatiles contenus dans l'air ambiant sont mesurés avec la méthode nommée : **BTX-30MN.mth**.

Le(s) composé(s) contenu(s) dans le gaz standard sont mesurés avec la méthode nommée : **CALIB30M.mth**.

De nombreux paramètres sont similaires entre ces deux méthodes (analyse d'air ambiant et analyse du gaz standard).

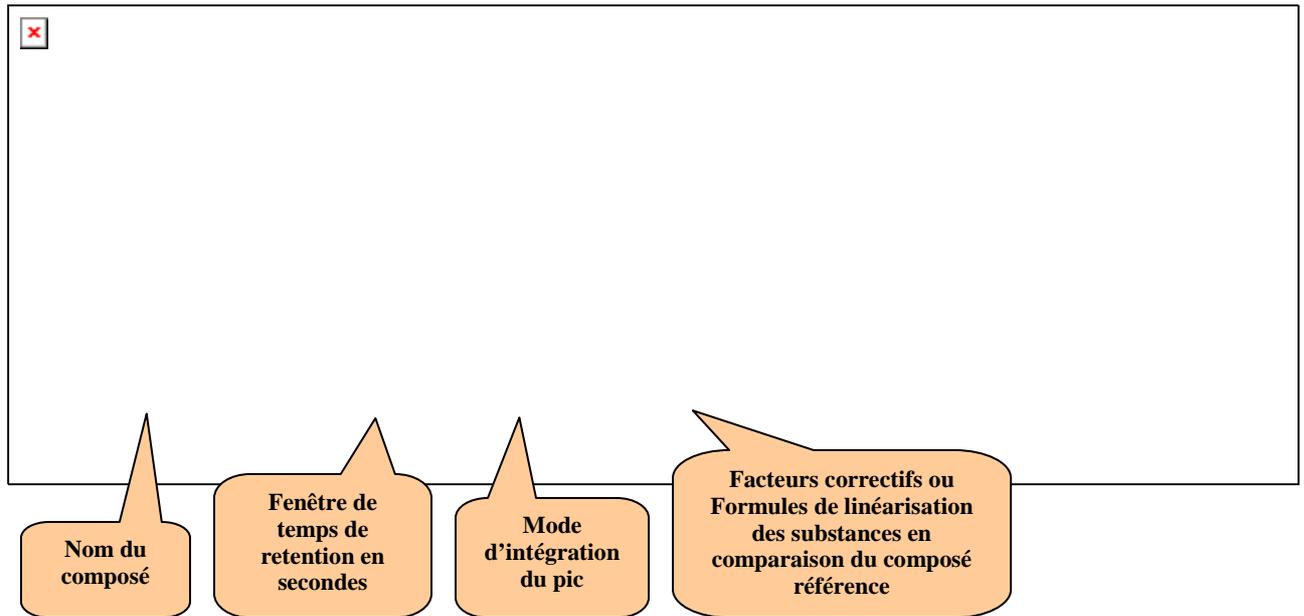
Les différences entre ces deux méthodes sont :

- Une table de substances spécifique pour chaque méthode
- L'activation du relais contrôlant l'électrovanne de sélection d'échantillon dans la méthode de calibration.

## I.5. EXEMPLE DE TABLE DE SUBSTANCES

La table de substances permet à l'analyseur d'identifier un composé en fonction de son temps de rétention dans des conditions opératoires bien spécifiques (pression en tête de colonne, gradient de température de la colonne...).

### I.5.1. TABLE DE SUBSTANCES POUR L'ANALYSE DE L'AIR AMBIANT



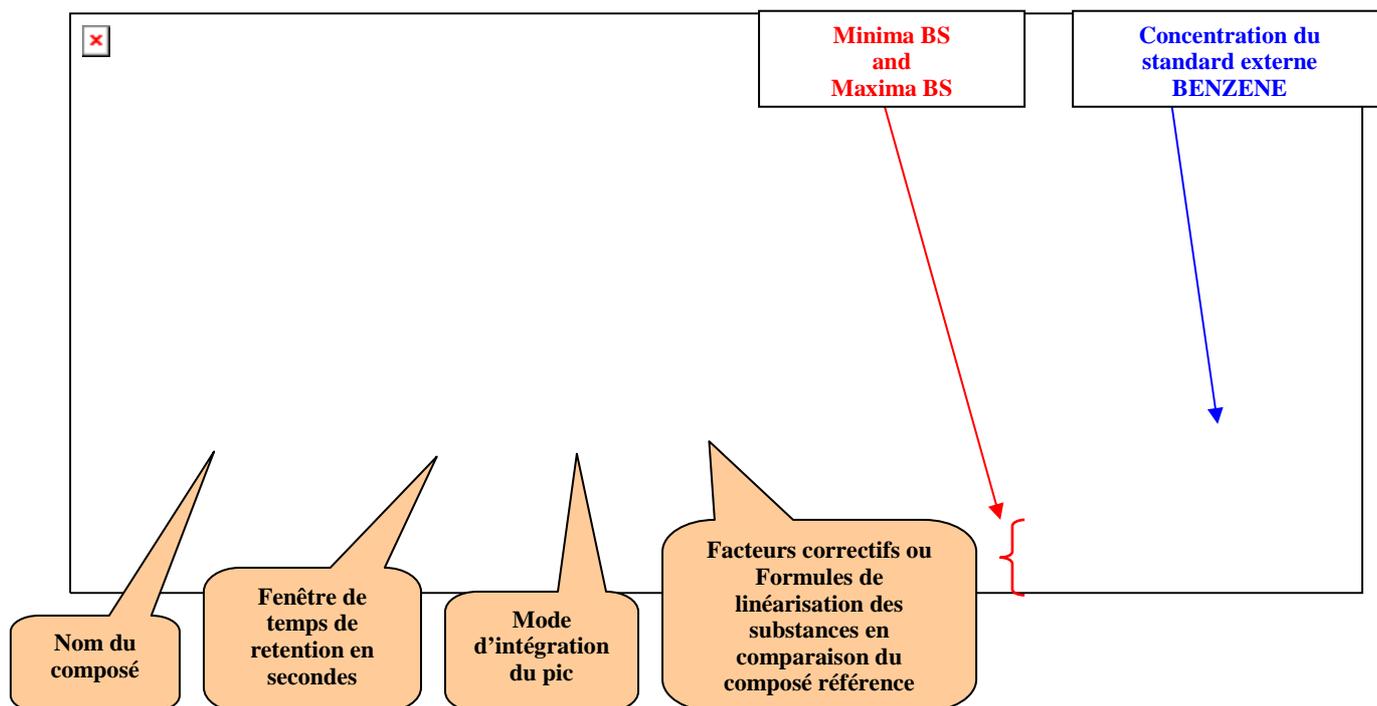
Dans la table de substances pour mesurer l'air ambiant :

- Le **benzène** est le **composé référence et linéaire**. Son facteur est = **1.00**
- Les autres substances utilisent des courbes de linéarisation en comparaison avec le composé référence linéaire « **BENZENE** ».

Exemple : La courbe de linéarisation du Toluène par rapport au **BENZENE** est :

$$1.6 \times (\text{area}/\text{BS})^{0.88}$$

- La **masse pour le TOLUENE** sera donc :  $1.6 \times (\text{Surface réelle du pic de TOLUENE} / \text{BS})^{0.88}$ .
- La colonne "**Select peak**" correspond au mode d'intégration du pic compris dans la fenêtre de temps
  - MIDDLE : le mieux centré dans la fenêtre de temps,
  - MAX : le pic majoritaire compris dans la fenêtre de temps,
  - SUM : la somme de tous les pics contenus dans la fenêtre de temps (paramètre non utilisé dans cette table).

I.5.2. EXEMPLE DE TABLE DE SUBSTANCE AVEC AUTO-CALIBRATION

Dans la table de substances d'analyse du gaz standard externe, quelques paramètres sont différents de la table de substances d'analyse de l'air ambiant :

**Le composé référence doit être placé sur la première ligne.**

- Le paramètre « **Min BS** » correspond à la **plus petite valeur de “BS” acceptable avec une amplification MOYENNE de l'électromètre (amplification 2).**
- Le paramètre « **Max BS** » correspond à la **plus grande valeur de “BS” acceptable avec une amplification MOYENNE de l'électromètre (amplification 2).**
- Dans le champ « **Conc.** » : on introduit la concentration du composé référence exprimée en **mg par m<sup>3</sup>** (l'unité de volume est programmée dans le microprocesseur de l'analyseur et ne peut pas être modifiée).
  - Dans cet exemple : le gaz standard externe a une concentration de : 17.9 ppb @ 20 °C et 1 atm (avec volume molaire : 24,04 l), la concentration sera :
 
$$\boxed{((17,9 \times 78,11) / 24,04) / 1000 = 0,0582 \text{ mg/m}^3}$$
  - Cette valeur (0.0582) est introduite dans le champ « **Conc.** » pour le composé référence. Les autres facteurs correctifs ou formules de linéarisation restent inchangés.
- Dans le champ « **Calibration curve** », on introduit “**Linear Auto-Calibration**” pour indiquer que le composé **BENZENE est le composé référence.**  
 Dans le champ “**Average point N=**”, on introduit le nombre **1**. Ce nombre permet de calculer la « **BS** » sur un point de calibration (si cette valeur est incluse entre la fenêtre créée par « **Min BS** » et « **Max BS** »). Pour plus d'information, voir le manuel d'utilisation **SMQ0016-04 Auto-Calibration 146 FR. Pdf.**

**Dans le cas d'un changement de gaz standard externe, le paramètre « Conc. » de la première ligne de la table de substances de la méthode de calibration devra être mise à jour par l'utilisateur avec la nouvelle concentration de BENZENE.**

## I.6. ACTIVATION DE L'AUTO-CALIBRATION

Pour utiliser la fonction de l'auto-calibration, l'analyseur doit fonctionner avec la séquence de travail classique.

Dans cette séquence, AIRMOTEC / CHROMATO-SUD conseille de programmer 3 analyses de gaz standard par jour pour valider les mesures de l'air ambiant en continu. Les tables de substances doivent être configurées comme indiqué dans le paragraphe précédent (§ I.5.2)

Pour prendre en compte l'auto-calibration, l'utilisateur devra cliquer sur l'icône . La fenêtre en ligne indique à l'utilisateur que l'auto-calibration est activée par la couleur d'écran de Vistachrom : Jaune.



*Option auto-calibration active*

Pour arrêter l'auto-calibration, il suffit de cliquer sur l'icône .

La fenêtre en ligne de Vistachrom devient blanche :



*Option auto-calibration désactivée*

## J. NETTOYAGE DU PID

Le nettoyage de la surface de la fenêtre de la lampe peut être nécessaire lorsqu'il y a une grande perte de sensibilité de l'analyseur due à une pollution de la surface de lampe par condensation de composés ayant des températures d'ébullition élevées.

**ATTENTION : Ne pas démonter le détecteur lorsqu'il est chaud et sous tension.**

### J.1. NETTOYAGE DE LA FENETRE DE LA LAMPE

- Mettre l'analyseur hors tension lorsque l'analyseur est en position « Stand By ». Laisser le détecteur refroidir à température ambiante.
- Tirer délicatement sur la plaque de fixation de la lampe en la maintenant pour qu'elle ne tombe pas. L'extraire avec précaution.
- Ajoutez une goutte d'acétone sur la fenêtre et essuyez la avec un coton propre pendant 2 à 3 minutes, puis ajoutez une goutte d'éthanol et essuyez la pendant 2 à 3 minutes.
- Lorsque la fenêtre de la lampe est trop fortement souillée (aucune réponse ou réponse nettement réduite), la nettoyer avec une poudre de polissage de PID puis la rincer abondamment avec de l'eau et la nettoyer ensuite à l'acétone et à l'alcool comme indiqué précédemment.

**ATTENTION : La fenêtre de lampe peut être également nettoyée en conditionnant le détecteur sous un débit d'oxygène lorsque la lampe est allumée.**

- Sécher la fenêtre sous air.
- Retirer sur la plaque de fixation et d'alimentation de la lampe et la positionner délicatement contre l'embase du détecteur.
- Remettre en place avec précaution la plaque de fixation et d'alimentation de la lampe.

### J.2. NETTOYAGE DE COMPOSANTS INTERNES DU PID

Les parties à nettoyer sont celles en contact avec les composés analysés :

- Chambre d'ionisation
- Lampe UV
- Entrée Gaz

**ATTENTION : Les composants internes de PID exigent un nettoyage lorsque le bruit de fond et la dérive de ligne de base ne peuvent pas être diminués autrement (nettoyage de la surface de la lampe).**

- Avant de démonter le détecteur, essayer de le nettoyer en conditionnant sous un débit de gaz vecteur à 190 °C pendant 24 heures.
- Ne pas laver les parties isolantes en céramique (lorsqu'elles sont trop contaminées, elles doivent être remplacées).
- Retirer soigneusement la lampe comme indiqué dans le paragraphe précédent.

- Enlevez l'écrou et les vis qui fixent les électrodes. Enlever l'entretoise, les parties isolantes et les électrodes hors du corps de détecteur

**ATTENTION : Utiliser des pinces brucelles pour manipuler les composants internes en céramique afin d'éviter la contamination.**

- Nettoyer les électrodes et l'entrée gaz avec de l'acétone, du chloroforme et de l'éthanol.
- Remettre en place les parties isolantes, les électrodes dans le corps du détecteur, fixer à l'aide des vis, repositionner délicatement la lampe dans l'embase du détecteur.
- Replacer délicatement la plaque de fixation et d'alimentation de la lampe.

## K. REGLAGE DU COURANT DE LA LAMPE AVEC LE BOITIER D'ALIMENTATION hv

La lampe du PID est un détecteur avec une dérive naturelle. Ainsi un ajustement de la lampe de PID est recommandé lorsque la réponse de détecteur n'est plus assez importante. Pour faire cet ajustement, l'utilisateur devra employer un **boîtier d'alimentation hv** fourni par AIRMOTEC / CHROMATO-SUD.

### Dérive de la lampe :

- 1) Pour compenser la perte de sensibilité de la lampe du PID, il pourrait être nécessaire d'augmenter le courant de consigne.
- 2) Dans la configuration de l'analyseur sous Vistachrom, mettre les paramètres de « **Base Sensitivity** », **d'amplification de l'électromètre et d'offset originaux** (voir le rapport de configuration et de contrôle qualité fourni avec l'analyseur).
- 3) Connecter la bouteille de gaz standard sur l'entrée calibration.
- 4) Démarrer la séquence de calibration. Visualiser les résultats donnés par l'analyseur à l'aide du « **viewer** » sur le composé de référence (benzène par exemple).
- 5) Comparer à ce que l'instrument donnait « **à l'origine** » dans les mêmes conditions opératoires.
- 6) Utiliser les flèches de déplacement du clavier du **boîtier d'alimentation hv** pour ajuster le nouveau courant de consigne de la lampe du PID. L'augmenter de 50  $\mu$ A pour commencer.
- 7) Sélectionner l'analyse du gaz de calibration qui suit l'augmentation du courant de consigne de la lampe pour vérifier si l'ajustement du courant est correct.
- 8) Si la surface du composé référence est encore trop faible, recommencer la procédure à partir du point 6).
- 9) Si la valeur donnée par Vistachrom est très proche de la valeur originale, ne plus modifier l'ajustement du courant et ajuster le facteur de sensibilité « **Base Sensitivity** » de l'analyseur.
- 10) Pour mettre à jour le nouveau facteur de sensibilité de l'instrument « **Base Sensitivity** », utiliser le manuel simplifié de Vistachrom nommé : **SMQ 0012-05 Manuel simplifié Vistachrom 146 Fr.pdf**.

Le courant maximum de consigne acceptable par la lampe est de 1.0 mA.  
Lorsque cette limite est atteinte, remplacez la lampe.

**Dans le cas de l'ajustement du courant de consigne de la lampe, les paramètres de la première ligne de la table de substances relative à la méthode de calibration devront être mis à jour par l'utilisateur.**

## K.1. PRESENTATION DU BOITIER D'ALIMENTATION hv



Pour se déplacer dans les différents menus du **boîtier d'alimentation hv**, l'utilisateur doit utiliser les flèches de déplacement du clavier :



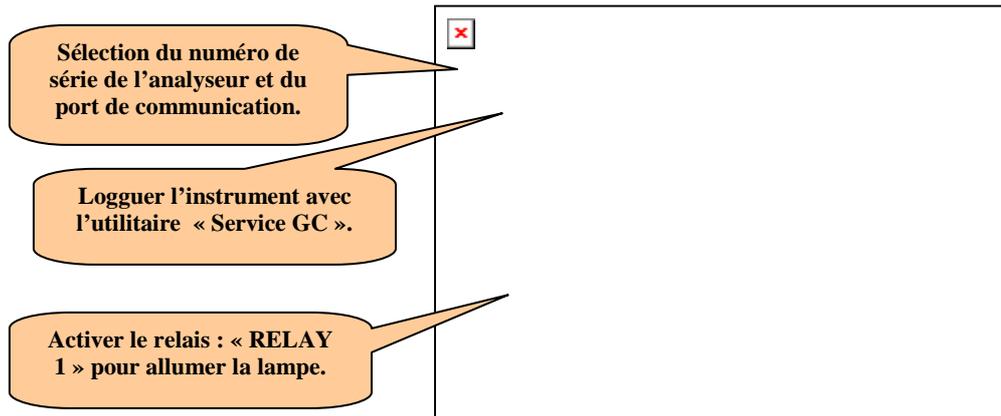
Sur l'écran du **boîtier d'alimentation hv**, le courant de consigne de la lampe est affiché. Ce courant de consigne est pré-réglé en nos locaux à 200  $\mu$ A.

L'utilisateur pourra lire sur l'afficheur : 0.200 mA (**Réglage usine**).

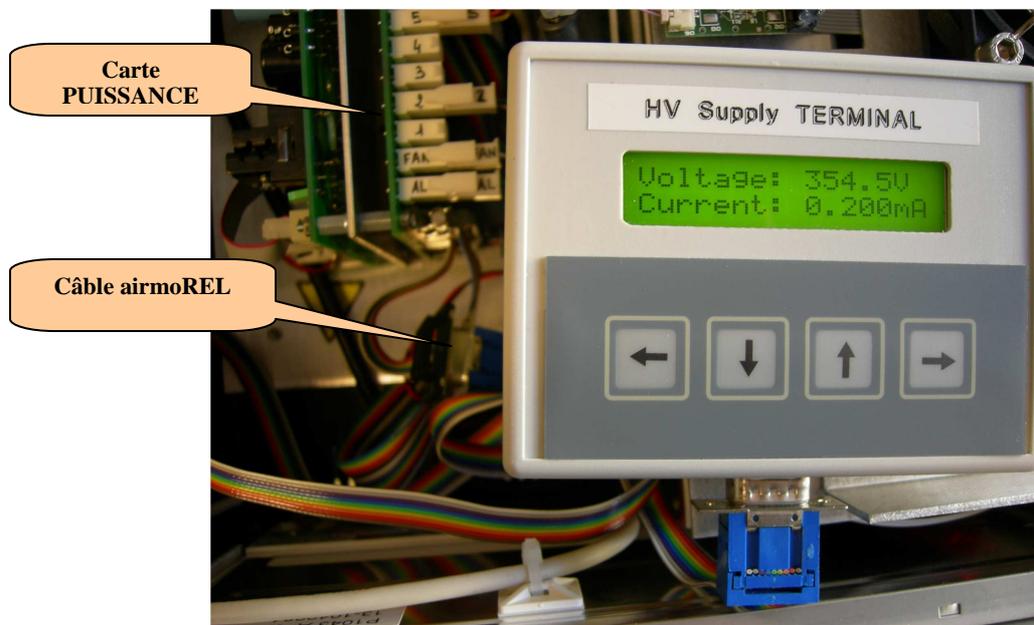
## K.2. MODIFICATION DE LA CONSIGNE DE COURANT DE LA LAMPE

Avant de faire toute modification ou connexion, l'analyseur doit être en « **Stand By** ». Il doit donc être arrêté en fin de cycle. Lorsque l'instrument est en attente :

- Connecter le **boîtier d'alimentation hv** sur le câble airmoREL qui se trouve à l'intérieur de l'analyseur.
- Avec l'utilitaire « **Service GC** », activer la lampe du PID en cliquant sur le relais « **Relay 1** » activation.



- Sur l'écran du **boîtier d'alimentation hv**, le courant de consigne de la lampe s'affiche. L'utilisateur pourra mesurer les 0.200 mA (**Réglage usine**).



- Dans le cas d'un remplacement de lampe du PID, ajuster la valeur du courant à 0.200 mA (+/- 0.005 mA) avec le **boîtier d'alimentation hv**.
- Connecter le **boîtier d'alimentation hv** sur le câble airmoREL qui se trouve à l'intérieur de l'analyseur.

- Avec l'utilitaire « **Service GC** », activer manuellement l'allumage de la lampe du PID en cliquant sur le relais « **Relay 1** ».
- Sur l'écran du **boîtier d'alimentation hv**, le courant de consigne de la lampe s'affiche. L'utilisateur pourra ajuster avec les flèches de déplacement du clavier les 0.200 mA (**Réglage usine**) nécessaire.

**Dans le cas de l'ajustement du courant de consigne de la lampe, les paramètres de la première ligne de la table de substances relative à la méthode de calibration devront être mis à jour par l'utilisateur.**

## **L. REMPLACEMENT DE LA LAMPE**

- Mettre l'analyseur hors tension. Laisser le détecteur refroidir à température ambiante.
- Tirer délicatement sur la plaque de fixation de la lampe en la maintenant pour qu'elle ne tombe pas. L'extraire avec précaution.
- Installer la nouvelle lampe contre l'embase.
- Remettre en place délicatement la plaque de fixation et d'alimentation de la lampe.
- Dans le cas où le courant de consigne de la lampe a été augmenté par l'utilisateur à l'aide du **boîtier d'alimentation hv**, le courant de consigne original pour une lampe neuve doit être fixé à 200  $\mu$ A (soit une lecture de 0.200 mA sur l'afficheur du **boîtier d'alimentation hv**).

**M. GUIDE DE DEPANNAGE**

<b>SYMPTOME</b>	<b>CAUSE PROBABLE</b>	<b>CORRECTION</b>
Absence de courant de fond.	Alimentation électrique ou panne de la lampe.	Mesurer le courant aux bornes de l'alimentation électrique sans la lampe et la tension de la lampe. Si l'alimentation est en état de marche, remplacer la lampe.
Faible courant de fond.	Panne de la lampe.	Remplacer la lampe.
	Fenêtre de la lampe contaminée	Nettoyer la fenêtre de la lampe.
Courant de fond élevé.	Panne de la lampe.	Remplacer la lampe.
	Gaz vecteur pollué et / ou ligne de gaz polluée.	Remplacer l'alimentation en gaz.
		Utiliser piège à charbon actif et tamis moléculaire sur la ligne de gaz.
		Nettoyer ou remplacer les éléments pollués.
	Bleeding de colonne (perte de phase).	Réduire la température du four ou utiliser une autre phase.
Détecteur contaminé.	Conditionner le PID à 190 °C pendant 24 heures sous gaz vecteur.	
	Nettoyer le détecteur.	
Faible réponse	Connexion lâche sur la colonne.	Resserrer le raccordement de la colonne.
	Débit gaz vecteur trop élevé.	Diminuer le débit de gaz vecteur.
Ligne de base bruiteuse.	Câble signal détecteur et / ou connexion protégée chauffés à haute température.	Mettre le câble et la protection loin des sources de chaleur.
	Masse faible.	Vérifier la masse du détecteur.
	Détecteur contaminé	Nettoyer le détecteur.