

CHROMATOTEC Group / airmotec	STANDARD MANUEL UTILISATEUR SMU n° 0003	Date d'application : 9 avril 2014
		Révision : N° 01



Lauper Instruments AG

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

**AIRMOVOC C6-C12/AIRMOVOC BTEX
AVEC PC INTEGRE**

Historique

N° de Révision	Nature de la modification	Date d'application	Chapitres modifiés
00	Création du manuel pour l'airmoVOC C6C12 avec calibration interne et externe	3 avril 2014	Tous
01	Ajout de l'airmoVOC BTEX	9 avril 2014	Tous

Rédacteur : LANDART Sandra	Vérifié par :	Approbateur :
Visa :	Visa :	Visa :

Table des matières

A. OBJET	5
B. DOMAINE D'APPLICATION	5
C. DEFINITIONS	5
D. DOCUMENTS DE REFERENCE	5
E. PRESENTATION DE L'AIRMOVOC C₆C₁₂/AIRMOVOC BTEX	6
E.1. INTRODUCTION	6
E.2. CARACTERISTIQUES GENERALES	6
E.3. SCHEMA DE PRINCIPE	7
E.4. FACE AVANT.....	8
E.5. SCHEMA PNEUMATIQUE DE L'AIRMOVOC C ₆ C ₁₂ /AIRMOVOC BTEX AVEC L'OPTION CALIBRATION INTERNE	9
E.6. SCHEMA PNEUMATIQUE DE L'AIRMOVOC C ₆ C ₁₂ /AIRMOVOC BTEX	10
E.7. FACE ARRIERE.....	11
E.8. CARACTERISTIQUES DE LA POMPE	12
F. PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT DE L'AIRMOVOC C₆C₁₂/ AIRMOVOC BTEX	13
F.1. PRINCIPE DE LA MESURE.....	13
F.1.1. Echantillonnage et préparation de l'échantillon en ligne.....	13
F.1.2. Injection de l'échantillon dans la colonne analytique.....	13
F.1.3. Séparation chromatographique.....	13
F.1.4. Détection et traitement des données.....	14
F.2. CIRCUITS GAZEUX AU COURS D'UN CYCLE D'ANALYSE.....	15
F.2.1. Vanne 2-positions active : étape de prélèvement des COV.....	15
F.2.2. Etape : thermo-désorption	16
F.2.2. Etape d'analyse.....	17
F.3. EXEMPLES D'ANALYSES.....	18
G. INSTALLATION ET DEMARRAGE DE L'INSTRUMENT	23
G.1. RECEPTION DE L'ANALYSEUR ET VERIFICATION.....	23
G.2. ALIMENTATION ELECTRIQUE.....	23
G.3. ALIMENTATION EN GAZ ET CONNEXIONS.....	24
G.3.1. Précautions à prendre.....	24
G.3.2. Hydrogène.....	24
G.3.3. Air zero.....	25
G.3.4. Echantillon.....	25
G.4. CABLAGE DU SIGNAL ET DES DONNEES.....	27
G.5. INSTALLATION MECANIQUE ET EMPLACEMENT DE FONCTIONNEMENT	27
G.6. CONDITIONS ENVIRONNEMENTALES	27

H.	SOURIS TACTILE	28
I.	DEMARRAGE DE L'AIRMOVOC C6C12 /AIRMOVOC BTEX.....	29
J.	ARRÊT DE L'AIRMOVOC C₆-C₁₂/AIRMOVOC BTEX	30
J.1.	ARRET NORMAL DU GC.....	30
J.2.	ARRET D'URGENCE.....	30
J.2.1.	<i>La communication est possible entre le PC et l'analyseur.....</i>	30
J.2.2.	<i>La communication est impossible entre le PC et l'analyseur.....</i>	32
K.	CALIBRATION DE L'ANALYSEUR	33
K.1.	FACTEUR DE SENSIBILITE	33
K.2.	SUIVI DE LA STABILITE DE LA CALIBRATION	34
K.3.	CALIBRATION A PARTIR D'UN GAZ STANDARD EXTERNE (SI IL N'Y A PAS D'AIRMOCAL)	37
L.	REAJUSTEMENT DE LA CALIBRATION (PARAMETRE BS).....	38
M.	REPLACEMENT DU TUBE DE PERMEATION (AVEC SYSTEME DE CALIBRATION INTERNE OU EXTERNE).....	39
N.	GUIDE DE DEPANNAGE	40

IMPORTANT

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

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

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.

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

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.

CHROMATO-SUD s.a.r.l. se réserve le droit de modifier les prix et les caractéristiques de ses produits.

Droits de reproduction – © 2001, CHROMATO-SUD 15 Rue d'Artiguelongue 33240 SAINT ANTOINE FRANCE

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

A.OBJET

Manuel d'utilisation de l'analyseur airmoVOC C₆-C₁₂ ou airmoVOC BTEX:

- présentation de l'analyseur
- principe de fonctionnement
- installation
- démarrage et arrêt de l'analyseur
- étalonnage et dépannage

B.DOMAINE D'APPLICATION

Les analyseurs airmoVOC C₆-C₁₂ et airmoVOC BTEX.

C.DEFINITIONS

D.DOCUMENTS DE REFERENCE

Manuel d'utilisation du logiciel Vistachrom 1.47 (référence: **SMQ 0004-10 GCSV 147 FR**)

Manuel d'utilisation du logiciel Vistachrom 1.49 (référence : **SMQ 0004-11 GCSV 149 FR**)

Manuel d'installation et de démarrage de l'airmoVOC (référence : **SMU 0000-02 Manuel d'installation et de démarrage d'un analyseur FID**)

Easy start airmoVOC C₆C₁₂ avec l'option calibration interne (reference: **Easy start airmoVOC.C6-C12 CAL_FR**)

East start airmoVOC C₆CC₁₂ (reference: **Easy start airmoVOC.C6-C12_V1_FR**)

Easy calib airmoVOC C₆C₁₂ et airmo BTX avec calibration interne ou externe (reference: **EASY CALIB airmoVOC_FR**)

E. PRESENTATION DE L'AIMOVOC C₆-C₁₂/AIMOVOC BTEX

E.1. INTRODUCTION

L'AirmoVOC est un chromatographe en phase gazeuse haute performance, fonctionnant avec un détecteur à ionisation de flamme (FID) et un échantillonnage en ligne.

Il est conçu pour l'analyse des composés organiques volatiles COV (par exemple les BTEX : Benzene, Toluene, ethyl-benzene, m&p-xylene and o-xylene) dans l'air ambiant pour des gammes de concentration allant de quelques centaines de ppt à des émissions importantes de ces composés (ppm).

Cet appareil a été optimisé quant à 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 lui-même intégré dans l'analyseur.

Le logiciel VistaCHROM permet :

- La complète automatisation du système.
- L'acquisition du signal et le traitement des données.
- Les données affichées par le logiciel PeakViewer
- 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'aire des pics sélectionnés (ou la concentration des composés correspondants).

Cet instrument compact a besoin de peu d'espace, d'énergie et de gaz. L'air nécessaire au FID peut être généré par une pompe et l'hydrogène par un générateur d'hydrogène. Grâce à son niveau d'automatisation élevé, il est adéquat pour la surveillance de la pollution en continu sur site.

E.2. CARACTERISTIQUES GENERALES

Modèle : airmoVOC C₆-C₁₂ A21022 ou airmoVOC BTEX avec PC intégré 5 U

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

Rotor de remplacement: SSA-6-UWP

Colonne analytique : métallique, id = 0.28 mm, longueur : 30 m, phase : MXT30 CE, film 1 µm

Détecteur : Ionisation de flamme (FID)

Gaz vecteur : Hydrogène (qualité 5.6)

Piège : L = 8 cm ; id = 1.5 mm

Orifice critique : 76 µm (En option : 50µm ou 100 µm)

Tension alimentation : 230V, 24 volts (option)

Logiciel : Vistachrom

Dimension : 19", 5U

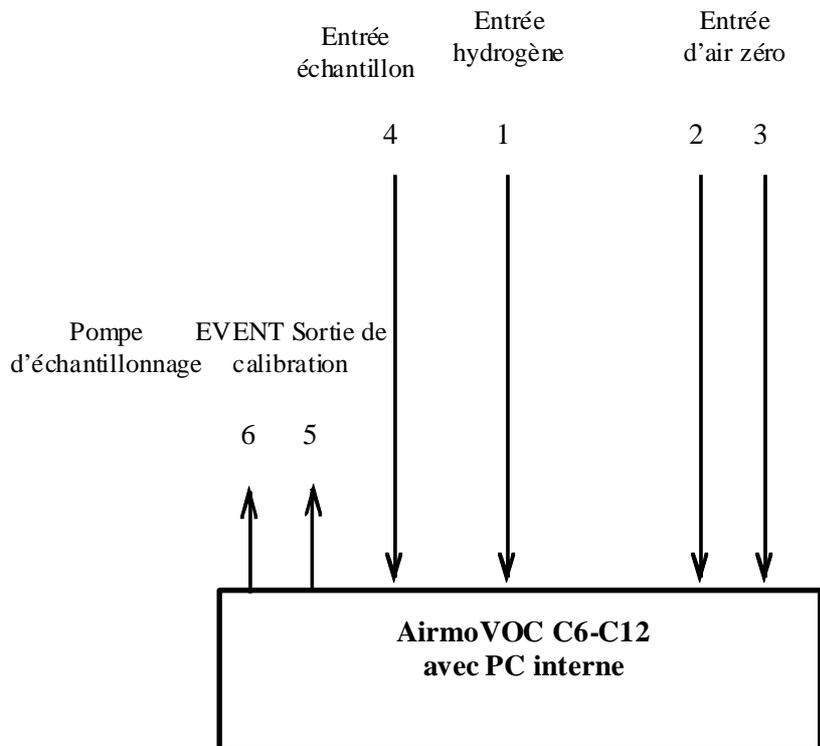
Poids : 25 kg (emballé : 45kg)

En option : -Calibration interne

PAYS D'ORIGINE : FRANCE

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

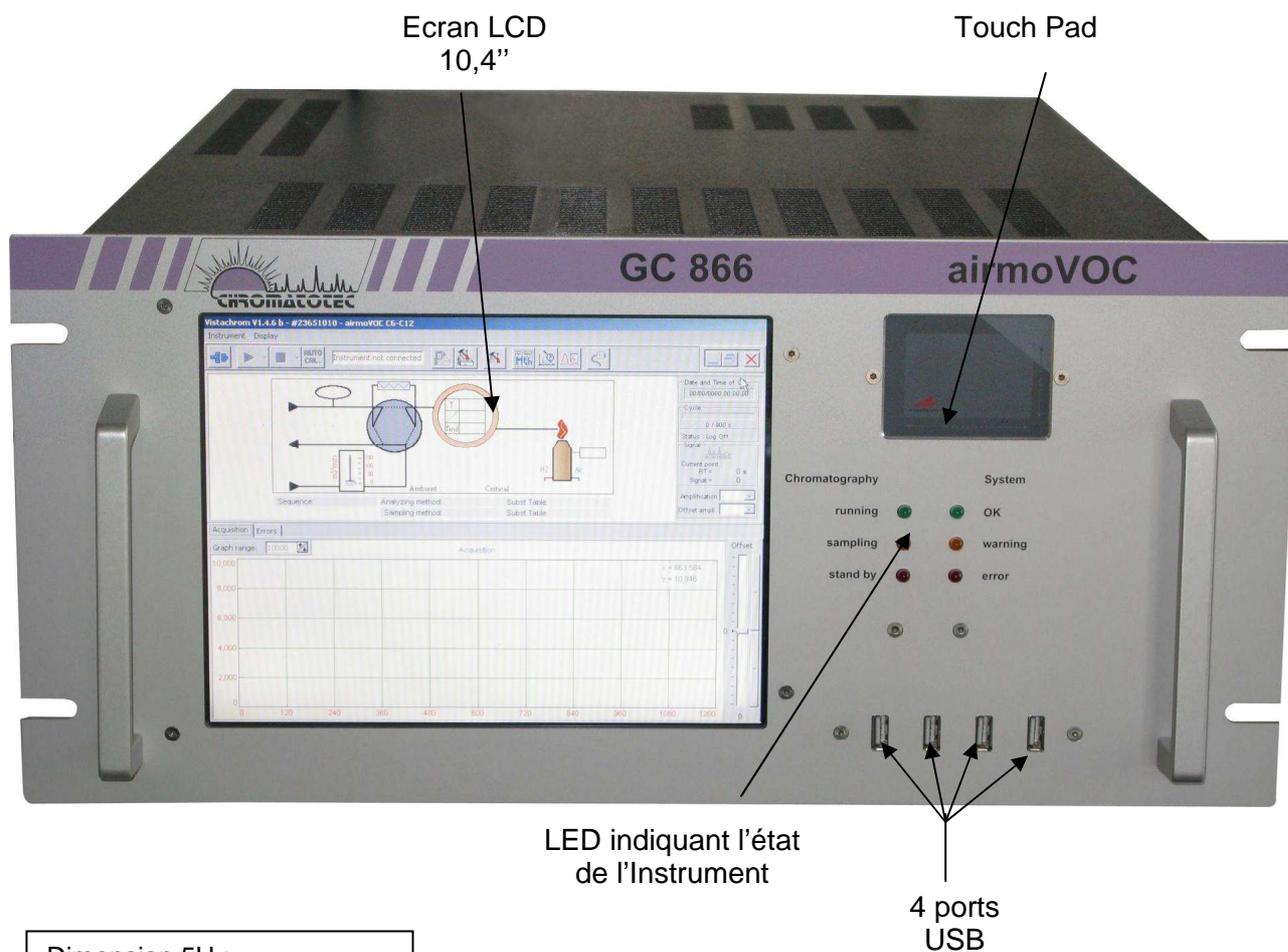
E.3. SCHEMA DE PRINCIPE



Légende:

- 1 :** Entrée hydrogène (flamme + gaz vecteur). Raccord 1/16".
- 2 :** Entrée d'air zéro pour le détecteur FID. Raccord 1/8" .
- 3 :** Entrée d'air pour le vérin pneumatique. Raccord 1/8" .
- 4 :** Entrée échantillon ou gaz standard. Raccord 1/4" (air ambient...).
- 5 :** Sortie de calibration (gaz standard)- EVENT (**Avec option Calibration interne**)
- 6 :** Pompe d'échantillonnage. Raccord 1/4" .

E.4. FACE AVANT



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

Sur les ports USB, il est possible de connecter un clavier et une souris pour une utilisation facile du PC intégré.

La face avant de l'analyseur présente:

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

Chromatography:

"Running" : la LED verte est allumée pendant le fonctionnement de l'analyseur.

"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 à Vistachrom et que ce dernier est dans le menu "en ligne")

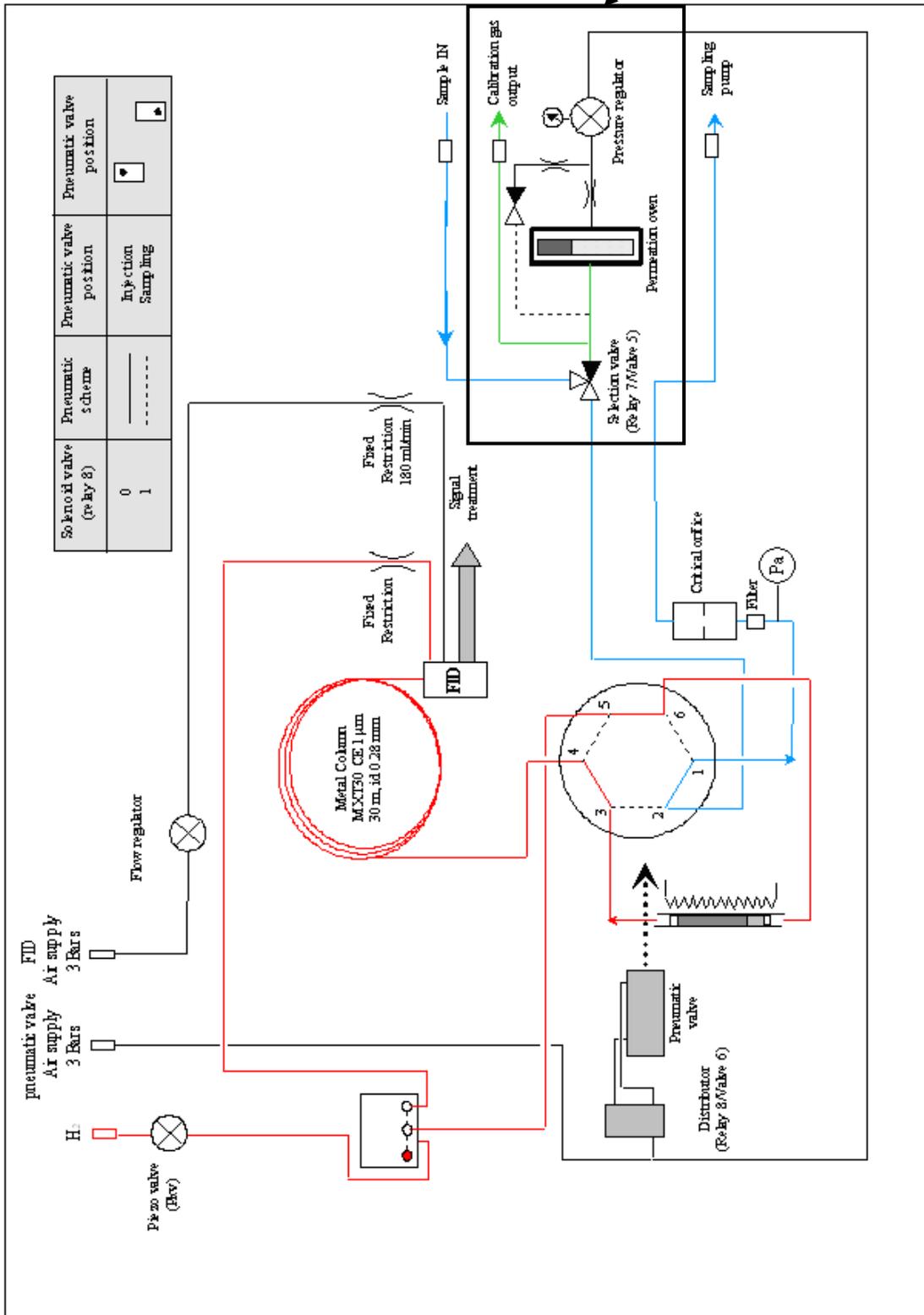
"OK" : la LED verte est allumée lorsque la communication entre le PC et l'analyseur est correcte.

"Warning" : la LED jaune s'allume pour indiquer que la communication n'est pas correcte. Par exemple si l'on sort du menu "on-line" en cours d'acquisition (l'acquisition sera perdue) (numéro d'erreur 1xx).

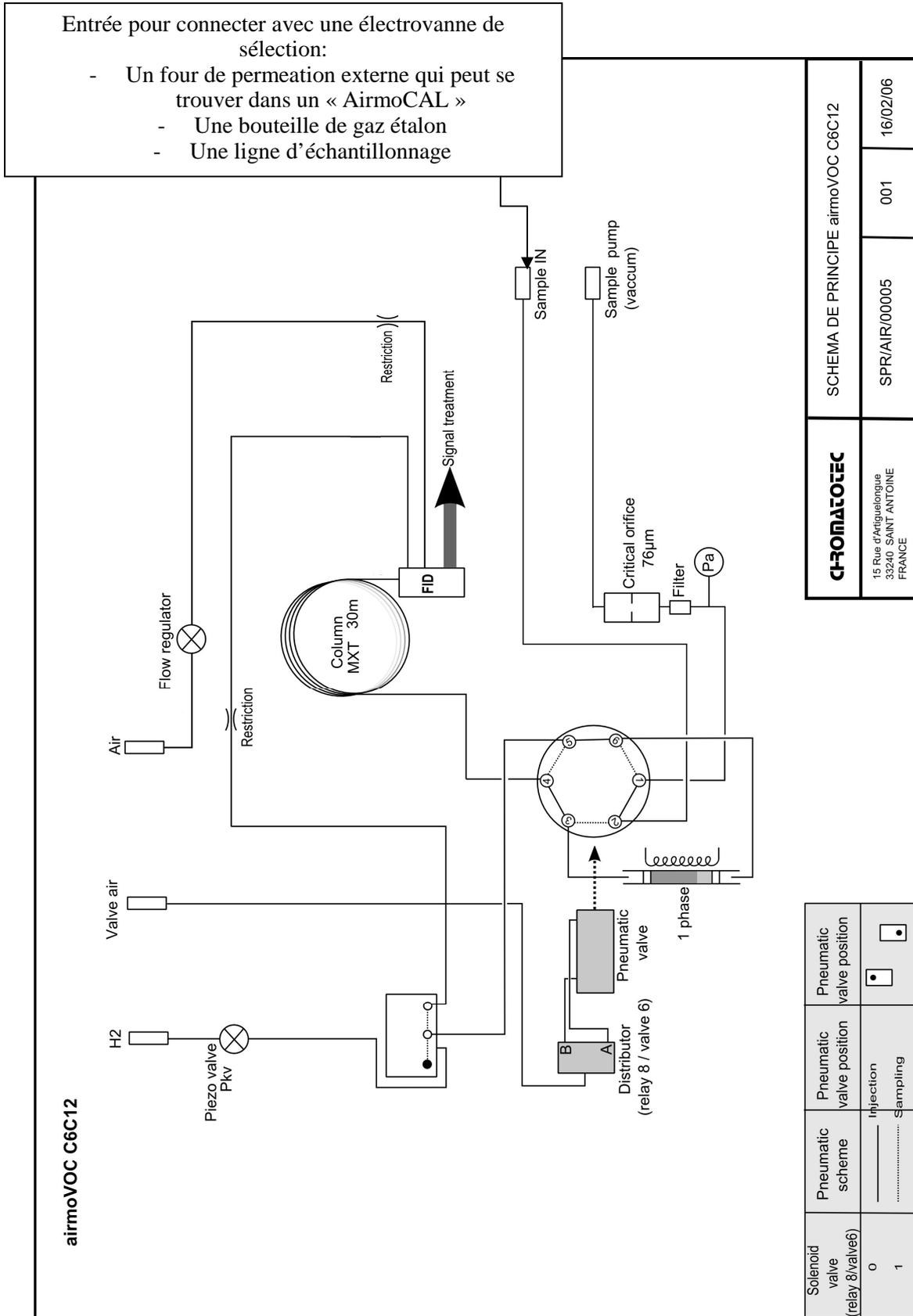
"Error" : la LED rouge s'allume lorsqu'une erreur importante s'est produite (numéro d'erreur 2xx).

E.5. SCHEMA PNEUMATIQUE DE L'AIMOVOC C6C12/AIMOVOC BTEX AVEC L'OPTION CALIBRATION INTERNE

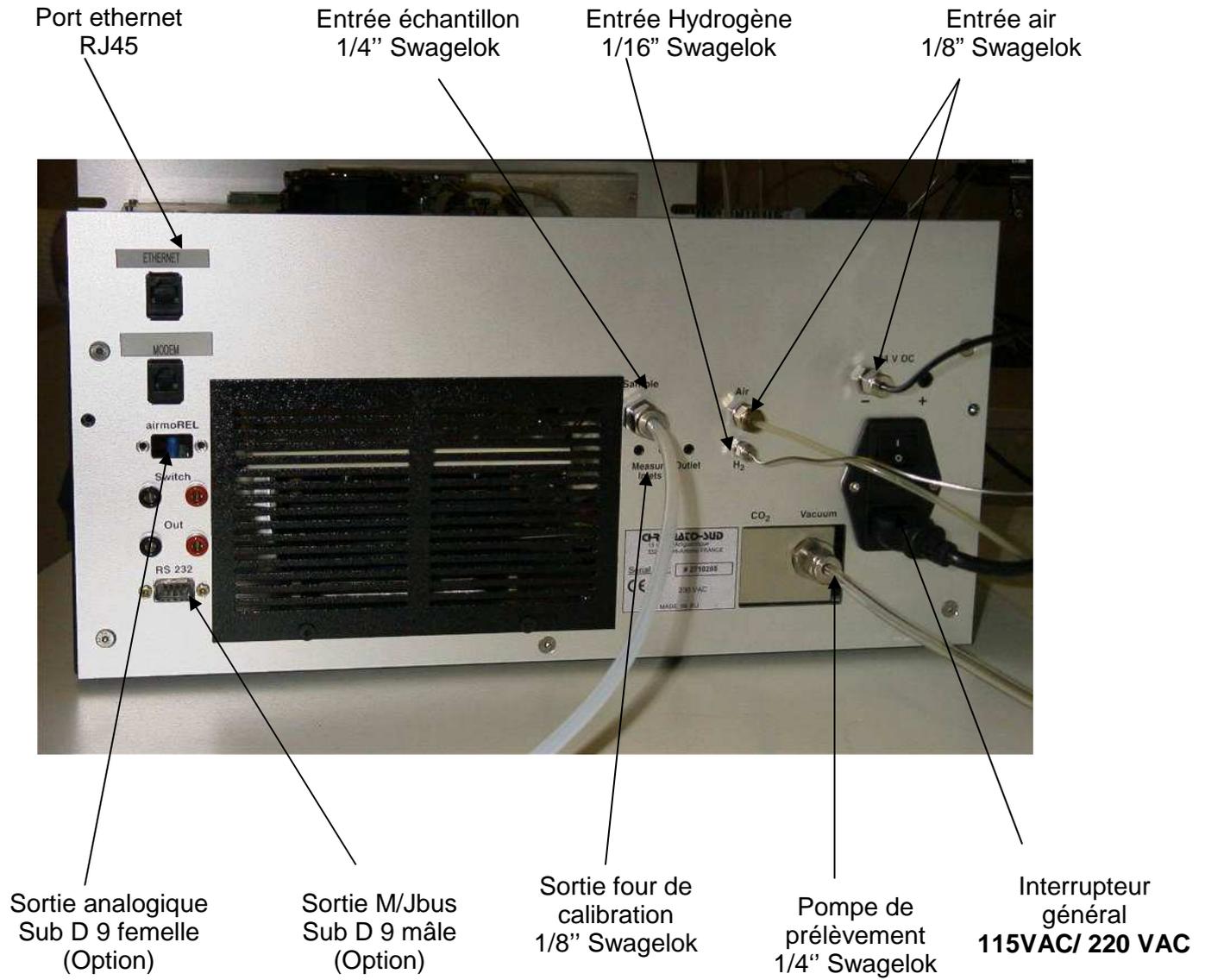
Four de perméation interne pour la calibration de l'analyser avec l'option : Calibration interne



E.6. SCHEMA PNEUMATIQUE DE L'AIMOVOC C6C12/AIRMOVOC BTEX

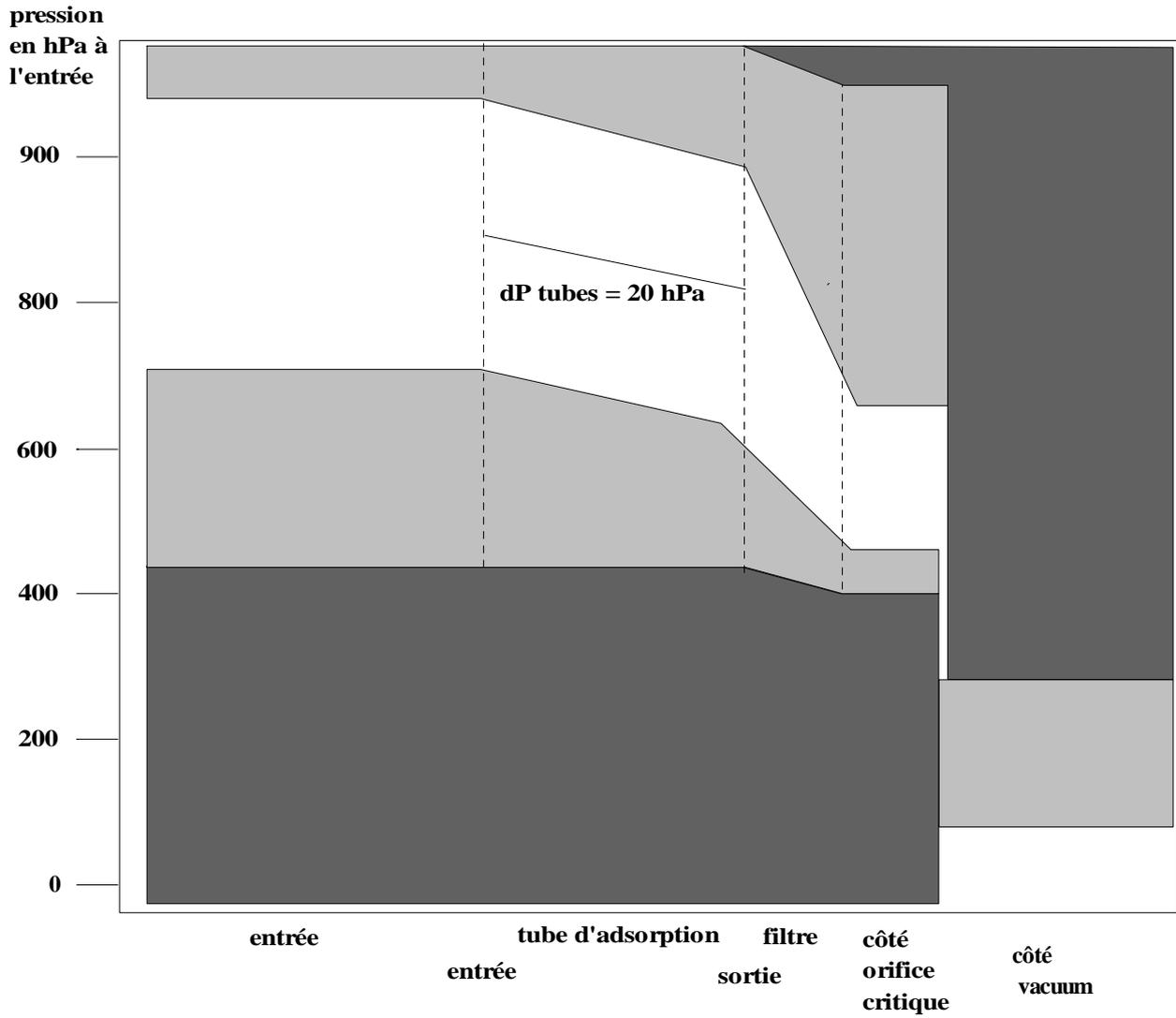


E.7. FACE ARRIERE



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

E.8. CARACTERISTIQUES DE LA POMPE



F. PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT DE L'AIRMOVOC C6C12/ AIRMOVOC BTEX

Le cycle de mesure comporte 4 étapes décrites ci-dessous.

F.1. PRINCIPE DE LA MESURE

F.1.1. ECHANTILLONNAGE ET PREPARATION DE L'ECHANTILLON EN LIGNE

L'échantillon gazeux est aspiré par une pompe externe à travers le piège, un tube en silice fondue de petit diamètre contenant des substances poreuses, qui permettent d'extraire les composants du gaz suivant leur affinité avec cette phase (les gaz permanents et la vapeur d'eau ne sont pas piégés). La phase du piège est choisie de manière à pouvoir piéger les COV à partir des composés C6. L'échantillon est en contact avec la phase du piège où les composés les plus lourds sont piégés, les autres composés (légers) n'étant pas retenus.

Le volume d'échantillon gazeux (air ambiant ou gaz étalon provenant d'un dispositif de calibration interne ou externe) est déterminé grâce à la mesure de pression au niveau de l'orifice critique qui fixe le débit d'échantillonnage ainsi qu'au temps de prélèvement.

L'orifice critique mesure 50, 76 ou 100µm, ce qui correspond respectivement à un débit de 10 à 25 ml/min, 35 à 45 ml/min ou 60 à 70 ml/min.

A la fin de l'échantillonnage, la vanne 6 voies revient au repos et le piège est balayé par le gaz vecteur.

F.1.2. INJECTION DE L'ECHANTILLON DANS LA COLONNE ANALYTIQUE

La vanne 6-voies qui était en position "balayage" pour le prélèvement (vanne active) commute en position "injection" (vanne au repos) afin d'insérer le piège dans le circuit du gaz vecteur dans le sens contraire à celui de l'échantillonnage. A cet instant, le piège est chauffé pour désorber les composés et les introduire dans la colonne analytique. Dès que la désorption thermique est terminée, l'acquisition démarre afin de visualiser les COV qui sortent de la colonne analytique.

F.1.3. SEPARATION CHROMATOGRAPHIQUE

La colonne est située dans un four dont la température est programmée avec un gradient qui débute une minute avant le début de l'acquisition. Les COV extraits de l'échantillon éluent dans la colonne analytique à une vitesse qui leur est caractéristique (qui dépend de leur masse moléculaire et de leurs interactions avec la phase stationnaire de la colonne). En règle générale, les temps de rétention des composés augmentent avec leur masse moléculaire (point d'ébullition).

F.1.4. DETECTION ET TRAITEMENT DES DONNEES

A l'extrémité de la colonne, un détecteur à ionisation de flamme (FID) génère un signal électrique proportionnel à la concentration des composants de l'échantillon lors de leur élution dans la colonne. Le signal électrique est digitalisé pour être transféré vers la carte CPU où le micro-processeur traite les données (intégration, calcul de concentrations ou de masses, identification des pics...). Les paramètres (données, chromatogrammes, rapports d'intégration...) sont ensuite transférés vers le disque dur du PC interne via une sortie RS-232. Les chromatogrammes peuvent être visualisés et retraités par VistaCHROM.

L'acquisition des données commence durant la thermo-désorption du piège.

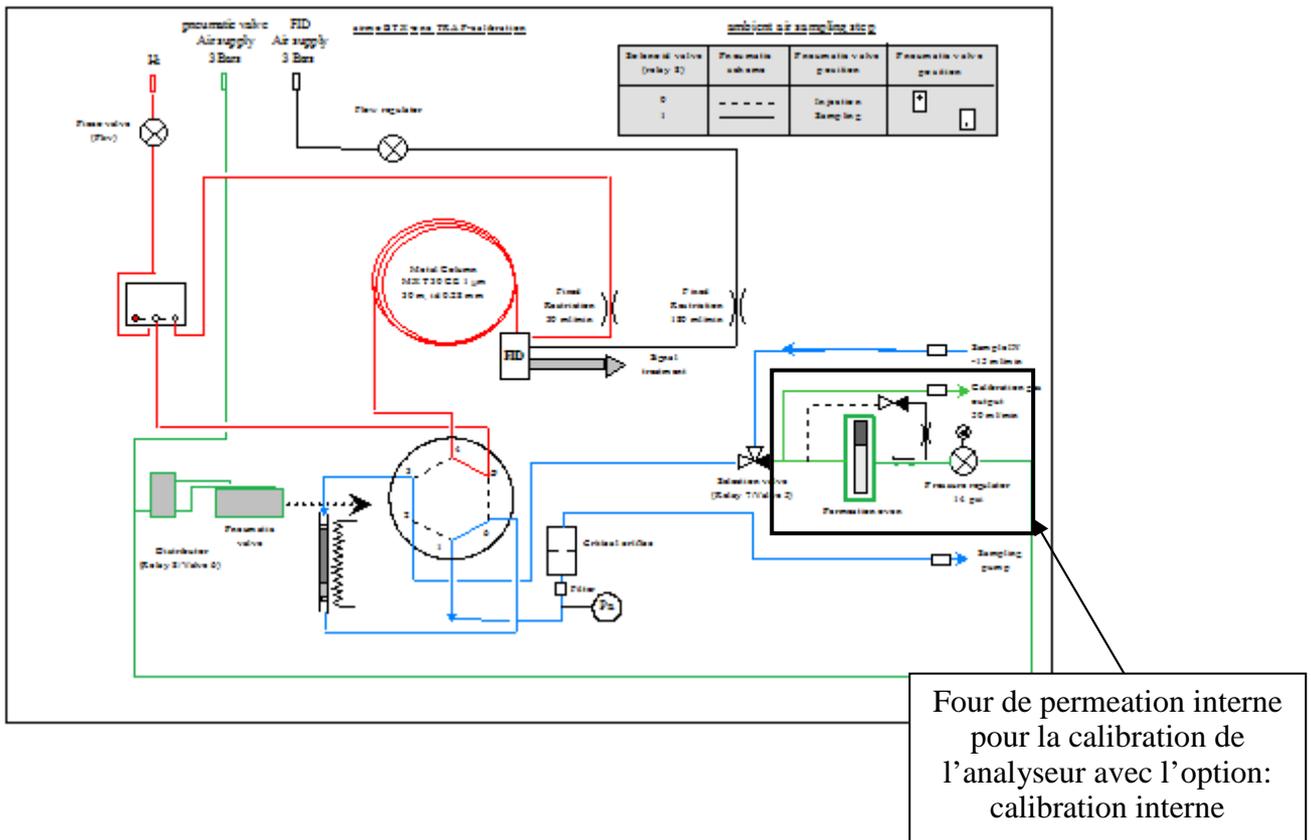
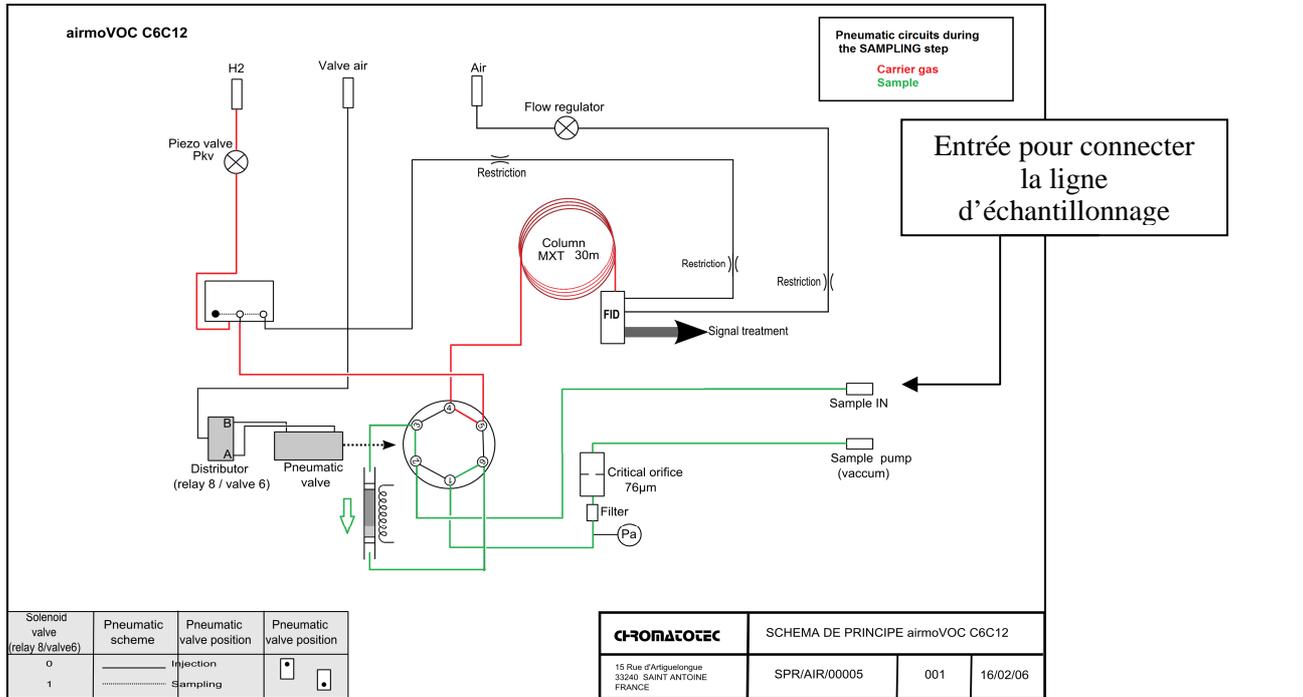
Attention : pendant l'analyse, il ne faut pas sortir du menu ON-LINE car les données seraient perdues. Par contre, la fenêtre du logiciel peut être réduite.

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).

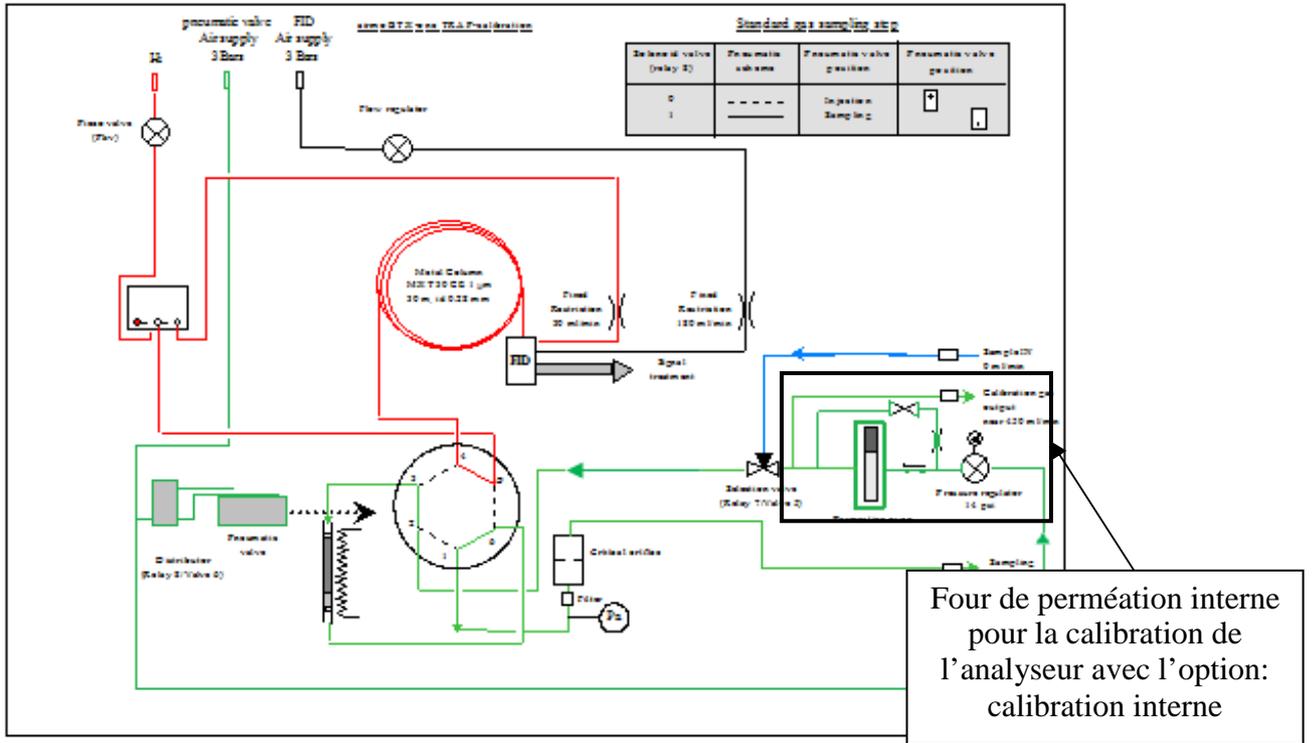
F.2. CIRCUITS GAZEUX AU COURS D'UN CYCLE D'ANALYSE

F.2.1. VANNE 2-POSITIONS ACTIVE : ETAPE DE PRELEVEMENT DES COV

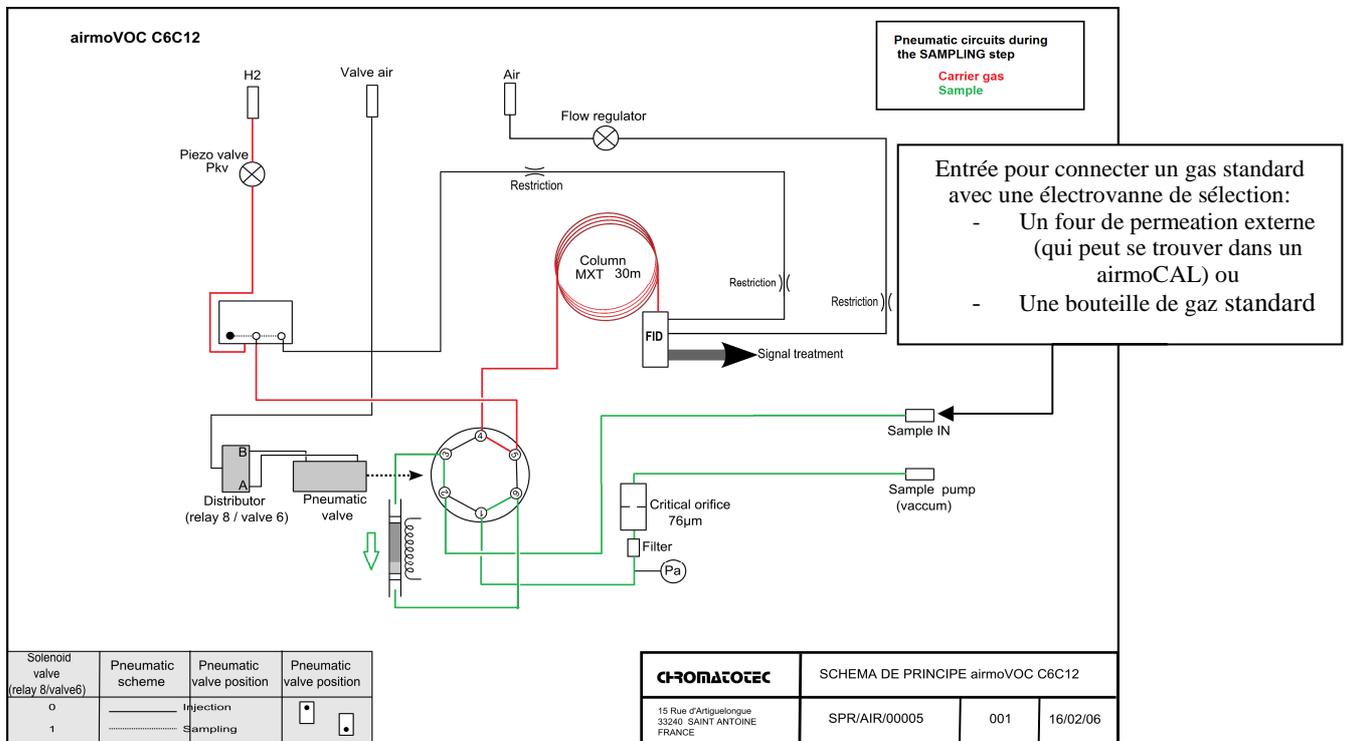
- Prélèvement de l'air ambiant :



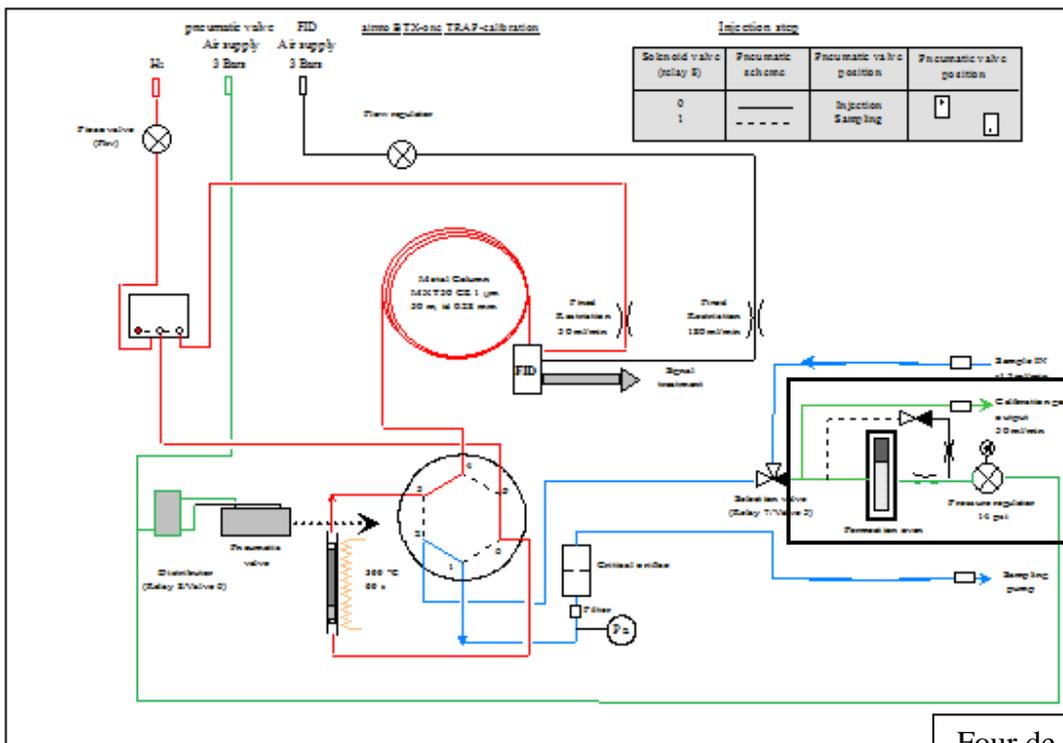
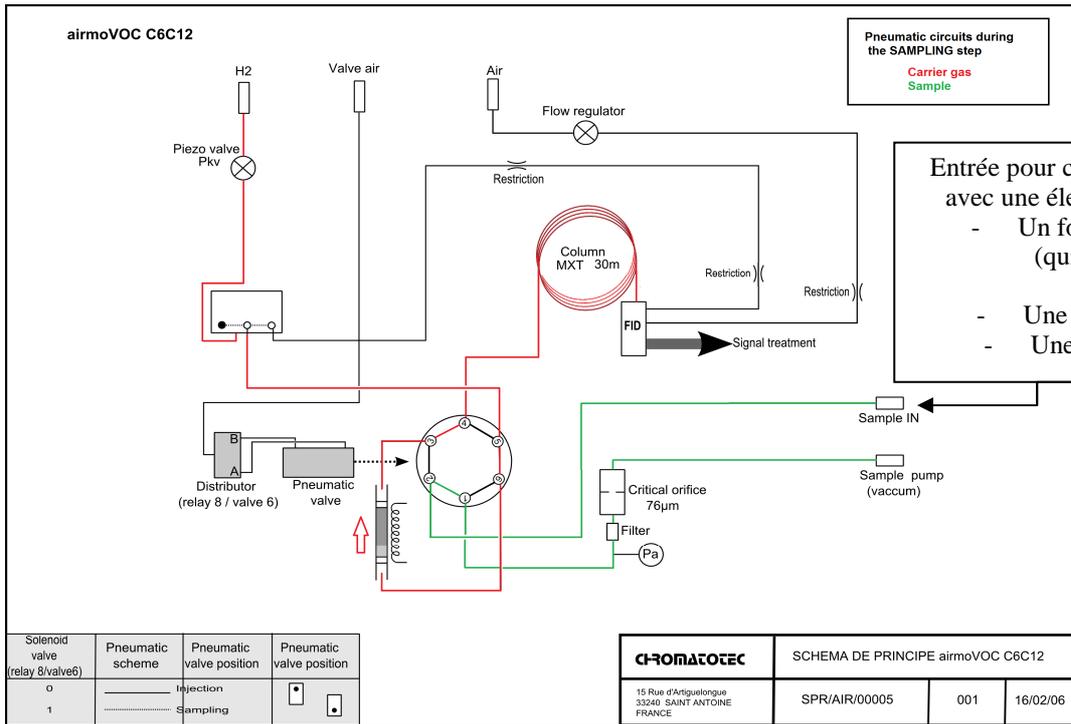
- Prélèvement du gas standard dans un système de calibration interne:



- Prélèvement du gas standard dans un système de calibration externe :



F.2.2. ETAPE D'ANALYSE



F.3. EXEMPLES D'ANALYSES

Conditions opératoires pour l'airmoVOC C6C12:

Gaz vecteur : Hydrogène 430 hPa (pour un débit de l'ordre de 3-4 ml/min)

FID : 170 °C - Flamme : Air : **3 Bar** – débit = **180 ml/min** – Hydrogène : **2 bar** - débit = **26-27 ml/min**

Thermodésorption : température = 380 °C ; durée : 4 minutes avec gaz vecteur

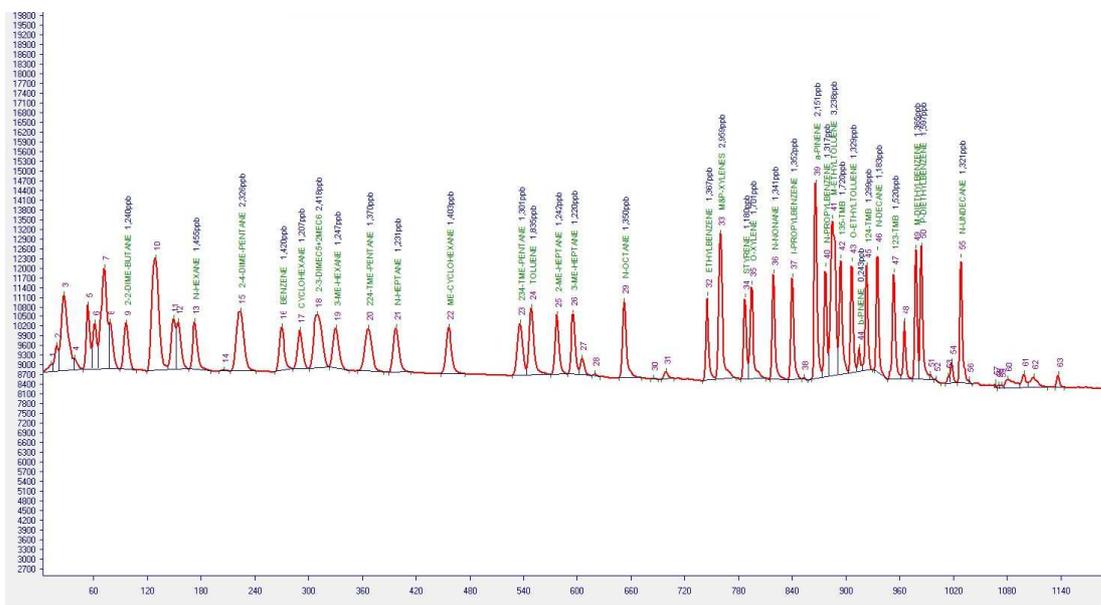
Débit de prélèvement : - 43.5 ml/min – Durée du cycle : 1800 secondes – Durée de l'acquisition : 1200 secondes

- Amplification de l'électromètre : haute (3)

◆ **Analyse d'un gaz standard contenant des COV**

Echantillon : PAMS 58 COV contenu dans une poche d'échantillonnage autour de 2.5 ppb pour chaque composé sans dilution. Débit du gaz ≈30 ml/min.

Durée du prélèvement : 600 secondes – Durée d'acquisition : 1200 secondes



Operating conditions :
 Description : ExternalSTD 10min-xoohPa
 Method Name : CYLINDER
 Substances Table Name : CYLINDER
 Sampling : Tube Number : 3
 Duration : 600 s
 Volume : 434,714 ml
 Date :
 03/05/2013 08:12:48
 Detector :
 Amplification : 3:High
 Sample Rate : 15 per second

Substance	Result	Unit	Start (s)	R.Time (s)	Max	Stop (s)	Area	Type	FwMH
2,3-DIMETHYLBUTANE	1.240	ppb	59.40	59.33	10330	107.07	9896.4	ST_E	5.47
N-HEXANE	1.455	ppb	166.33	173.07	10359	190.73	9445.4	ST_E	5.60
2,4-DIME-PENT	2.325	ppb	212.60	223.87	10717	241.20	18967.3	ST_E	9.60
BENZENE	1.420	ppb	262.20	270.07	10202	282.47	9028.5	ST_E	6.20
CYCLOHEXANE	1.207	ppb	282.47	290.60	10087	300.33	8263.6	ST_E	6.53
2,3-DIMECS+2M	2.418	ppb	300.33	310.07	10586	323.00	17920.9	ST_E	10.67
3-ME-HEXANE	1.247	ppb	323.00	330.53	10156	345.27	9243.4	ST_E	6.73
224-TME-PENT	1.370	ppb	354.40	366.93	10157	384.00	12127.1	ST_E	8.20
N-HEPTANE	1.231	ppb	389.33	397.87	10170	414.07	10035.1	ST_E	6.60
ME-CYCLOHEX	1.403	ppb	447.67	456.67	10185	474.33	10679.2	ST_E	6.60
234-TME-PENT	1.301	ppb	527.20	536.27	10309	543.47	10997.7	ST	6.33
TOLUENE	1.835	ppb	543.47	549.07	10812	570.07	13106.6	E	4.87
2-ME-HEPTANE	1.242	ppb	570.07	577.60	10597	589.13	10496.9	ST_E	5.00
3-ME-HEPTANE	1.220	ppb	589.13	595.80	10633	602.13	10309.1	ST	4.93
N-OCTANE	1.350	ppb	646.67	652.87	11008	671.53	11951.1	ST_E	4.07
ETHYLBENZEN	1.367	ppb	740.13	745.33	11194	754.33	10734.2	ST	3.47
M&PXYLENES	2.959	ppb	754.33	760.07	13118	777.93	23239.0	E	4.20
STYRENE	1.180	ppb	782.87	787.60	11135	791.20	9088.8	ST	3.20
O-XYLENE	1.701	ppb	791.20	794.87	11539	810.00	13356.7	E	3.00
N-NONANE	1.341	ppb	815.07	819.47	11874	835.53	12276.6	ST_E	3.00
I-PROPYLBENZ	1.352	ppb	835.53	840.33	11765	851.07	12018.6	ST_E	3.20
a-PINENE	2.151	ppb	861.40	866.60	14667	873.60	23848.7	SE	3.47
N-PROPYLBEN	1.317	ppb	873.60	877.33	12082	880.80	11707.5	SE	2.87
M-ETHYLTOLU	3.238	ppb	880.80	885.47	13565	891.33	30450.3	SE	5.60
135-TMB	1.720	ppb	891.33	894.27	12353	903.00	14626.8	SE	2.60
O-ETHYLTOLU	1.329	ppb	903.00	906.93	12257	912.00	11814.1	SE	2.93
b-PINENE	0.243	ppb	912.00	915.13	9561	918.33	2688.7	SE	2.87
124-TMB	1.299	ppb	918.33	923.40	12126	929.40	11046.6	E	2.73
N-DECANE	1.183	ppb	932.07	935.73	12593	946.53	11912.9	ST_E	2.67
123-TMB	1.520	ppb	946.53	954.00	11899	961.67	12927.0	ST	3.13
M-DIETHYLBEN	1.365	ppb	974.40	978.40	12652	981.80	12741.7	ST	2.87
P-DIETHYLBEN	1.597	ppb	981.80	984.87	12727	993.27	14785.7	SE	2.60
N-UNDECANE	1.321	ppb	1024.70	1028.70	12363	1036.90	13437.0	ST	2.73

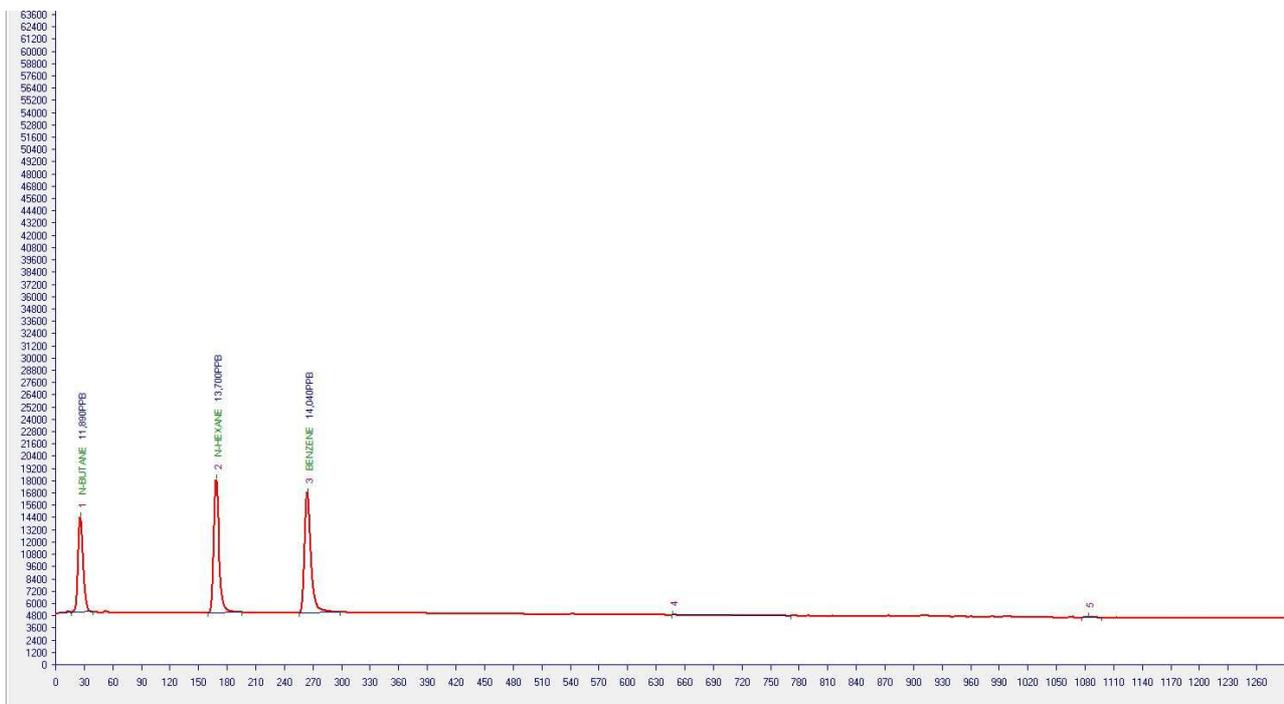
Filter
 Remove unidentified peaks
 Display all peaks

◆ **Analyse d'un gaz standard (avec système de calibration interne ou externe)**

Durée d'échantillonnage : 600 secondes – Durée d'acquisition: 1200 secondes

Programme utilisé : CALIB30MN.mth

Système de calibration externe : AirmoCAL, système de dilution avec un four de perméation chauffé à 40°C et balayé par un débit d'air de dilution de 243.5 ml/min.



Operating conditions :
 Description : Permeation 10mins: xxhPa
 Method Name : CALIB30M
 Substances Table Name : CAL#2077

Sampling : Tube Number : 5 Duration : 600 s Volume : 431,793 ml Date : 16/05/2013 20:49:48

Detector : Amplification : 3-High Sample Rate : 15 per second

Sensitivity : Base Sensitivity : 4500,0

Substance	Result	Unit	Start (s)	R. Time (s)	Max	Stop (s)	Area	Type	Pw/MH
N-BUTANE	11,886	PPB	16,40	26,27	14630	38,80	55834,8	E	5,33
N-HEXANE	13,705	PPB	160,20	168,60	18366	195,80	88392,3	ST_E	5,80
BENZENE	14,041	PPB	255,20	264,40	16999	298,53	88645,7	ST_E	6,40

Filter
 Remove unidentified peaks Display all peaks

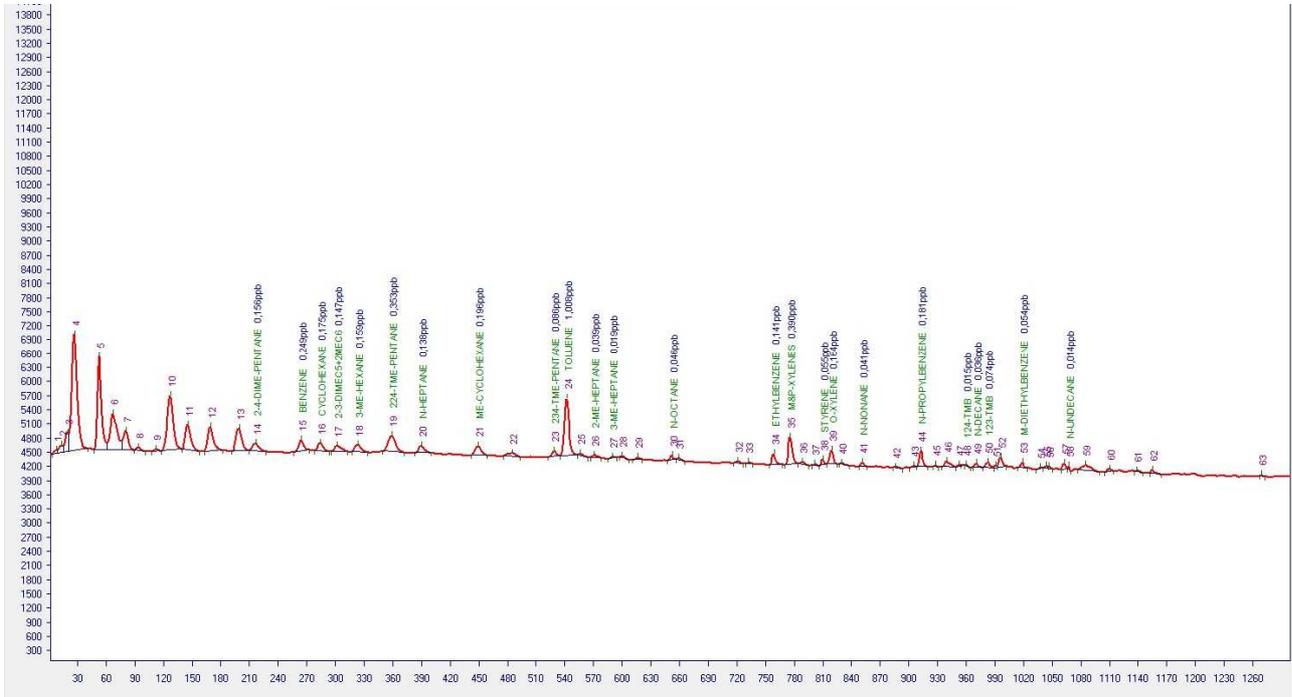
Echantillon : four de permeation contenant :

- N-BUTANE à 11.9 ppb ou 28.7 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (+/-10 %)
- N-HEXANE à 13.7 ppb ou 49.1 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (+/-10 %)
- BENZENE à 14.0 ppb ou 45.5 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ (+/-10 %)

(Volume molaire à 20°C = 24.04 L.mol⁻¹)

◆ Analyse de l'air ambiant

Durée d'échantillonnage : 600 secondes – Durée du cycle : 1800 secondes – Acquisition : 1200 secondes - Programme utilisé : AMB30MN.mth



Operating conditions :

Description : Sampling 10 mins-xxxhPa
Method Name : AMB-30MN

Substances Table Name : CYLINDER

Sampling :

Tube Number : 5

Duration : 600 s

Volume : 423,969 ml

Date : 16/05/2013

Detector :

Amplification : 3-High

Sample Rate : 15 per second

Peak List

Substance	Result	Unit	Start (s)	R.Time (s)	Max	Stop (s)	Area	Type	Fw/MH
2-4-DIME-PENT	0,156	ppb	209,53	216,57	4715	226,60	1239,7	ST_E	6,67
BENZENE	0,249	ppb	256,53	264,53	4791	272,20	1542,2	ST_E	6,53
CYCLOHEXANE	0,175	ppb	278,40	284,63	4723	293,47	1171,3	ST_E	6,20
2-3-DIMEC5+2M	0,147	ppb	295,00	302,00	4660	313,07	1065,1	ST_E	8,60
3-ME-HEXANE	0,159	ppb	316,87	323,80	4688	333,47	1148,2	ST_E	6,80
224-TME-PENT	0,353	ppb	348,87	359,53	4878	372,20	3046,1	ST_E	7,93
N-HEPTANE	0,138	ppb	383,07	390,27	4660	400,47	1095,6	ST_E	6,60
ME-CYCLOHEX	0,196	ppb	441,80	449,47	4663	458,60	1458,1	ST_E	6,80
234-TME-PENT	0,086	ppb	521,93	529,07	4552	535,00	710,2	ST_E	6,20
TOLUENE	1,008	ppb	535,00	542,13	5667	552,93	7022,2	ST_E	5,20
2-ME-HEPTANE	0,039	ppb	566,87	571,07	4465	578,40	319,5	ST_E	5,00
3-ME-HEPTANE	0,019	ppb	585,67	589,93	4434	594,27	153,3	ST_E	6,33
N-OCTANE	0,046	ppb	647,67	652,33	4460	656,13	395,3	ST_E	4,13
ETHYLBENZEN	0,141	ppb	753,80	759,00	4490	767,27	1078,2	ST_E	4,00
M&PXYLENES	0,390	ppb	770,53	776,20	4851	784,47	2987,0	ST_E	4,80
STYRENE	0,055	ppb	805,60	810,60	4378	814,00	410,4	ST_E	3,80
O-XYLENE	0,164	ppb	814,00	819,47	4567	825,07	1257,8	ST_E	3,87
N-NDNANE	0,041	ppb	847,60	851,87	4315	856,20	367,3	ST_E	3,67
N-PROPYLBEN	0,181	ppb	907,87	913,00	4556	920,07	1573,0	ST_E	4,33
124-TMB	0,015	ppb	958,07	960,37	4264	964,20	122,7	ST_E	1,93
N-DECANE	0,036	ppb	967,53	971,07	4295	976,87	358,2	ST_E	3,47
123-TMB	0,074	ppb	976,87	982,63	4314	988,80	614,4	ST_E	4,80
M-DIETHYLBEN	0,054	ppb	1013,90	1019,00	4308	1024,00	490,5	ST_E	3,73
N-UNDECANE	0,014	ppb	1066,10	1067,50	4236	1069,70	137,0	ST_E	1,40

Filter

Remove unidentified peaks

Display all peaks

Conditions opératoires pour l'airmoVOC BTEX:

Gaz vecteur : Hydrogène 378 hPa (pour un débit de l'ordre de 3-4 ml/min)

FID : 150 °C - Flamme : Air : **3 Bar** – débit = **180 ml/min** – Hydrogène : **2 bar** - débit = **26-27 ml/min**

Durée de thermodésorption : 2 minutes avec gaz vecteur

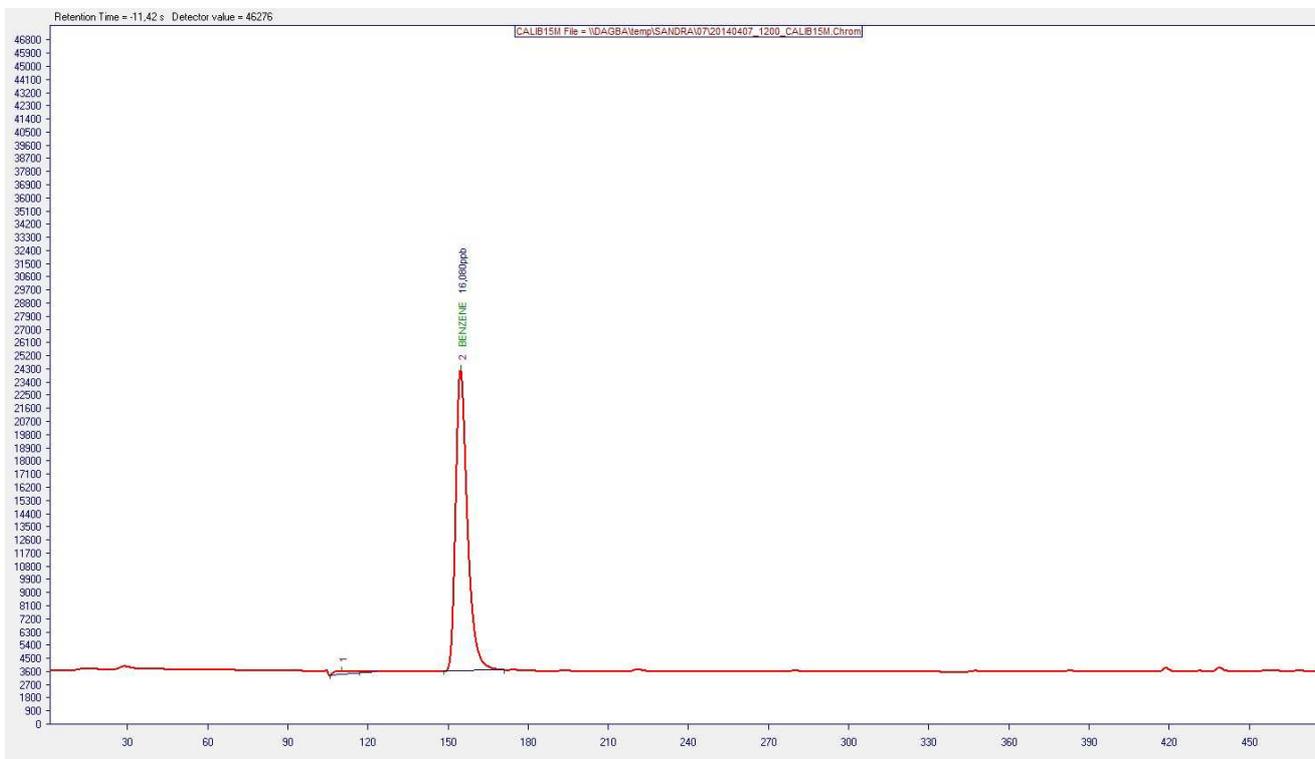
Débit de prélèvement: - 43.1 ml/min – Durée du cycle : 900 secondes – Durée de l'acquisition : 480 secondes -

Amplification de l'électromètre : haute (3)

◆ **Analyse d'un gaz standard (avec système de calibration interne ou externe)**

Durée d'échantillonnage : 660 secondes – Durée d'acquisition: 480 secondes -Programme utilisé : CALIB15MN.mth

Système de calibration interne : four de perméation chauffé à 40°C et balayé par un débit d'air de dilution de 243.5 ml/min.



Information and operating conditions

Analyser :
 Serial Number : #23420414
 Owner : Arcelor Mittal
 Location : FLORANGE

Operating conditions :
 Description : Internal STD 11 Mins-A3
 Method Name : CALIB15M
 Substances Table Name : BTX15MN

Sampling :
 Tube Number : 1
 Duration : 660 s
 Volume : 476.813 ml
 Date : 07/04/2014 12:00:48

Detector :
 Amplification : 3-High
 Sample Rate : 30 per second

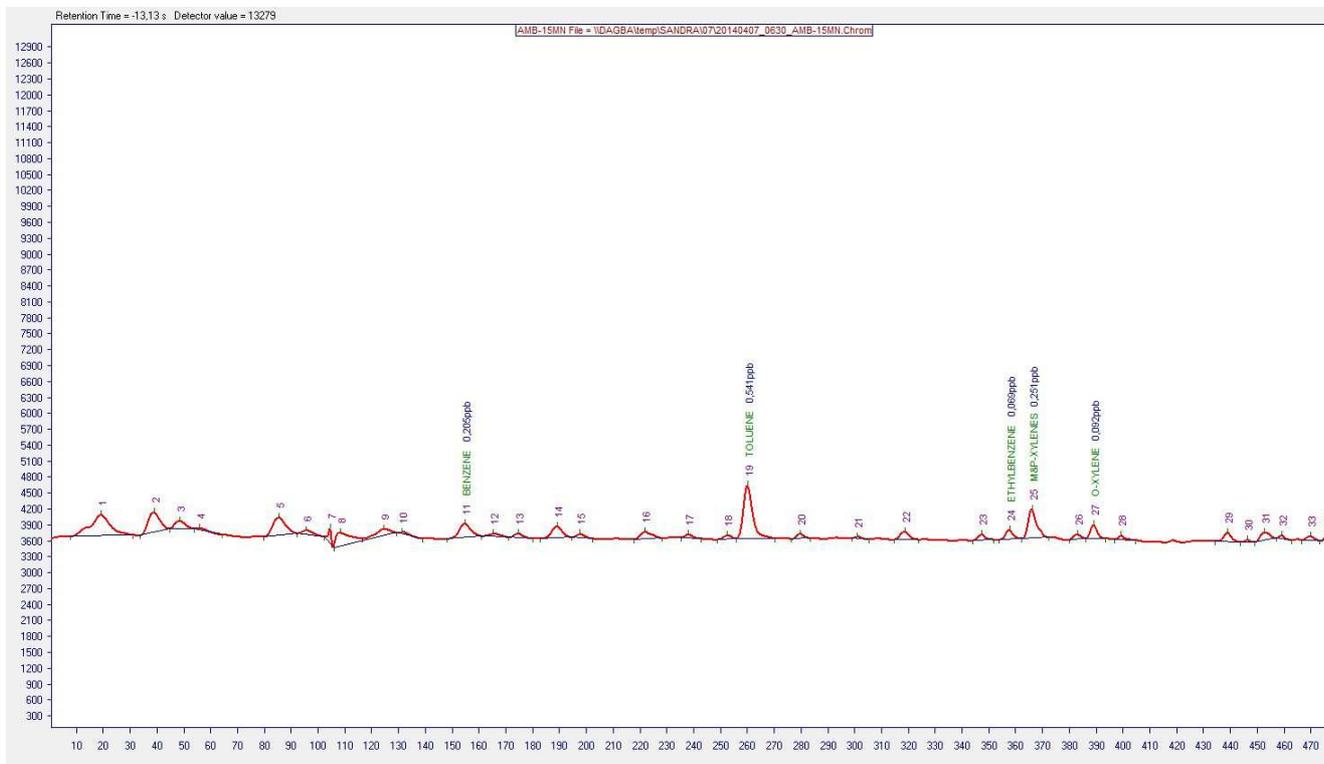
Sensitivity :
 Base Sensitivity : 4210.0

Substance	Result	Unit	Start [s]	R.Time [s]	Max	Stop [s]	Area	Type	FWMH
BENZENE	16.081	ppb	148.57	154.80	24358	171.13	104689.0	ST_E	4.47

Filter
 Remove unidentified peaks
 Display all peaks

◆ Analyse de l'air ambiant

Durée d'échantillonnage : 660 secondes – Durée du cycle : 900 secondes – Acquisition : 480 secondes
 - Programme utilisé : AMB15MN.mth



Information and operating conditions

Analyser :
 Serial Number : #23420414
 Owner : Arcelor Mittal
 Location : FLORANGE

Operating conditions :
 Description : Ambient air 11Mins-A3
 Method Name : AMB-15MN
 Substances Table Name : BTX15MN

Sampling :
 Tube Number : 1
 Duration : 660 s
 Volume : 471,795 ml
 Date : 07/04/2014 06:30:48

Detector :
 Amplification : 3-High
 Sample Rate : 30 per second

Sensitivity :
 Base Sensitivity : 4210,0

Substance	Result	Unit	Start (s)	R.Time (s)	Max	Stop (s)	Area	Type	FWMH
BENZENE	0.205	ppb	148,27	154,83	3953	161,03	1320,8	ST_E	4,90
TOLUENE	0.541	ppb	255,80	260,13	4665	270,33	3922,7	ST_E	3,43
ETHYLBENZEN	0.069	ppb	353,77	357,77	3831	362,18	552,7	ST_E	2,90
M&P-XYLENES	0.251	ppb	362,18	366,07	4219	372,20	2003,4	ST_E	3,20
O-XYLENE	0.092	ppb	386,13	389,27	3923	393,53	732,1	ST_E	2,67

Filter
 Remove unidentified peaks Display all peaks

G. INSTALLATION ET DEMARRAGE DE L'INSTRUMENT

G.1. RECEPTION DE L'ANALYSEUR ET VERIFICATION

Chaque analyseur est inspecté et emballé avant transport avec la plus grande attention. Immédiatement après réception, nous recommandons d'effectuer une inspection visuelle rapide de l'emballage. Si l'emballage est abîmé, reporter le par écrit au transporteur au moment de la livraison.

L'AIRMOVOC est emballé dans une caisse en bois avec des mousses de protection et de maintien placé en dessous et au-dessus de l'analyseur.

L'extraction de L'AIRMOVOC de son emballage commence par l'ouverture de la caisse en bois ; à ce stade il est possible de vérifier l'intégrité visuelle de l'analyseur.

Tout dommage doit être immédiatement identifié et photographié ; il devra être rapporté au transporteur ainsi qu'à votre distributeur local ou à CHROMATOTEC.

Pour tout dommage important, L'AIRMOVOC devra être retourné au fabricant après avoir contacté le département Service Client, qui peut être joint par email à l'adresse suivante :

support@chromatotec.com.

En cas de non-respect de cette procédure, CHROMATOTEC ne pourra être tenu pour responsable des dommages causés et les frais seront à la charge du client.

G.2. ALIMENTATION ELECTRIQUE

L'instrument fonctionne avec une alimentation de 230 VAC.

L'alimentation doit être capable de fournir la puissance suivante :

230 VAC (+/- 10 %)

Puissance : 400W

Fusible : 3,15 A maximum

L'utilisation d'un onduleur est fortement recommandée.

Puissance consommée:

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

Ces valeurs sont indicatives. L'alimentation en puissance varie avec la température maximale du four, la température du FID et la connexion à un système de calibration.

G.3. ALIMENTATION EN GAZ ET CONNEXIONS

G.3.1. PRECAUTIONS A PRENDRE

L'hydrogène est utilisé comme gaz vecteur et comme combustible pour le FID. Suivre les réglementations en matière de sécurité pour ce gaz. Vérifier l'étanchéité sur toutes les connexions pour éviter les fuites.

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, ébarbés et exempts de copeaux et de poussière. L'utilisation de tubes 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 :

- * Pour l'hydrogène 5.6 : inox, **1/16"**(en option **1/8"**), qualité HPLC.
- * Pour l'air zéro (FID et four de perméation avec l'option calibration interne) : inox, **1/8"** (en option **1/4"**), qualité HPLC.
- * Pour l'air zéro (vérin de la vanne pneumatique) : inox, **1/8"** (en option **1/4"**), qualité HPLC.
- * Pour l'évent du gaz standard : **1/8"**, qualité non importante.
- * Pour l'échantillon : verre, 10 mm, ou PFA, **1/4"**.
- * Pompe : **1/4"** qualité non 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 au serrage 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 (i.e. qualité GC ou qualité de pureté très grande pour les gaz).

L'alimentation en gaz vecteur est réglée en pression dans l'AirmoVOC C₆-C₁₂ par une vanne piezo.

Les connexions d'alimentation en gaz se trouvent sur la face arrière de l'instrument (voir le schéma au chapitre E.7 Face arrière).

Les valeurs suivantes se réfèrent aux valeurs mesurées à l'entrée des connecteurs de l'airmoVOC C₆-C₁₂.

G.3.2. HYDROGENE

L'hydrogène est utilisé comme gaz vecteur et comme gaz combustible du FID (voir l'option de l'hydroxychrom).

- * Pression d'entrée : **2 bar**
- * Consommation pour le gaz vecteur : **≈ 3 ml/min**
- * Consommation pour le FID : **≈ 27 ml/min**
- * Raccord : **1/16 "**, inox, swagelok.

N'utiliser que de l'hydrogène comme gaz vecteur. D'autres gaz fréquemment utilisés tels que l'azote et l'hélium ne conviennent pas en raison de leurs propriétés physiques.

G.3.3. AIR ZERO

L'air est utilisé comme gaz comburant pour la flamme du FID, comme gaz de dilution pour le four de perméation (si option calibration interne) et pour le fonctionnement du vérin pneumatique.

- * Pression d'entrée : **3 bar**
- * Consommation pour le FID : **≈ 180 ml/min**
- * Raccords : **1/8 "** (en option 1/4"), inox, swagelok

Avec l'option calibration interne :

- ◆ Consommation pour le four de perméation : **≈ 50 ml/min** en continu et **≈ 250 ml/min** lors de la sélection du gaz standard (relay7/valve 5 activé)

Le tube de perméation doit être placé dans le four avant de faire les connexions pneumatiques.

Si l'air provient d'une pompe à diaphragme ou s'il s'agit d'air comprimé, il peut être nécessaire de monter un piège à eau et un filtre à hydrocarbures pour éviter les artéfacts sur les mesures.

G.3.4. ECHANTILLON

a. **Système d'échantillonnage**

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

- Vide : **800 hPa** (200 hPa maximum au niveau de l'évacuation du circuit repérée Vacuum).
- Débit : **1 à 2 l/min**.
- Raccord : **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 ou en téflon suffisamment dimensionnés. Les tubes en métal doivent être les plus courts possibles.

Il faut remplir certaines conditions de pression afin de mesurer le volume de l'échantillon. 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. Si le débit d'échantillon gazeux est trop faible (**moins de 10 ml/min**) il est possible que le capteur de débit ne produise pas de signal en sortie.

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.

S'il y a un pic de pollution en particules de l'atmosphère, des filtres peuvent être utilisés en option. Le choix du filtre doit se faire en fonction du niveau de pollution de l'air ambiant.

L'échantillon doit alors être filtré sur de la laine de verre finement effilée adaptée ou sur un fritté en verre placé sur le passage de l'échantillon. Pour une quantité importante de particules dans l'échantillon, un filtre de diamètre $2\mu\text{m}$ est nécessaire ; pour une quantité moindre, un filtre de $5\mu\text{m}$ peut être utilisé.

Si l'air ambiant est propre, il n'est pas nécessaire d'utiliser des filtres afin d'éviter le risque de piégeage des composés dans le filtre.

Un tel filtre se trouve sur la prise d'échantillon. Il 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 particules 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 de prélèvement est fixé par un **orifice critique de $76\mu\text{m}$, $50\mu\text{m}$ ou $100\mu\text{m}$** . Il est de l'ordre de **40 à 50 ml/min**, ou **10 à 25 ml/min**, ou **60 à 70ml/min**.

Raccord: **1/4"**, inox, swagelok.

c. Gas standard (dispositif de calibration interne ou externe)

Un système de calibration interne ou externe permet de suivre la stabilité de l'analyseur et ainsi de valider les résultats. Ce système consiste en un four de perméation interne ou externe.

La calibration est généralement réalisée avec un tube de perméation de benzène. Cependant, pour suivre la stabilité sur les composés lourds, un tube de perméation de o-xylène peut être ajouté.

La température de chauffage du four est de : **45°C** ou **40°C**.

Taux de perméation du tube de Benzène : **32 ng/min à 45°C (+/-10 %)** ou **15 ng/min à 45°C ou 40°C (+/-10 %)**

Débit de dilution permanent : **≈ 50 ml/min** (vanne de sélection au repos)

≈ 250 ml/min (lorsque le standard est sélectionné avec vanne de sélection activée)

L'électrovanne de sélection est contrôlée par le relais7/vanne5. Celui-ci est activé 120 secondes (dans le cas où il y a un four de perméation interne) ou 300 secondes avant le début de l'échantillonnage pour être sûr que le débit total de dilution soit stable.

Un EVENT sur la face arrière permet de mesurer le débit de dilution du four de perméation.

- * Raccord : 1/8", inox, swagelok.

Le taux de perméation du tube de benzène utilisé pour la calibration est inscrit dans le rapport de contrôle qualité livré avec l'analyseur.

G.4. CABLAGE DU SIGNAL ET DES DONNEES

Données des câbles : RS 232, 9600 Baud. Longueur maximale de câble admissible : 15 mètres

Fiche 9 pôle submin. Type D, mâle / femelle.
Interne au GC.

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

G.5. INSTALLATION MECANIQUE ET EMBLACEMENT DE FONCTIONNEMENT

En raison du manque habituel de place dans baies d'analyse, 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 ne soit placé directement en dessous de l'airmoVOC.

L'airmoVOC C₆-C₁₂ utilise de l'hydrogène. Ne pas faire fonctionner cet appareil dans un boîtier étroit, une pièce ou un véhicule sans être sûr que l'endroit est suffisamment ventilé ou qu'un système de détection de l'hydrogène est installé.

G.6. CONDITIONS ENVIRONNEMENTALES

La gamme de température acceptable pour le fonctionnement de l'appareil est de +18°C à +24°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.

H. 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.

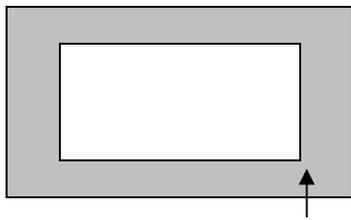
La surface de contact comprend deux niveaux distincts de texture. Cette double surface est employée pour définir les secteurs de la souris tactile.

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

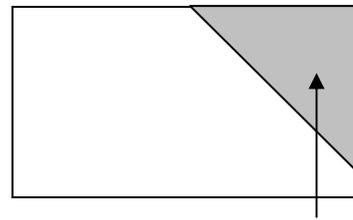
La surface permettant de continuer à faire glisser la souris. L'utilisateur en atteignant le bord droit n'aura qu'à soulever son doigt et le repositionner à gauche pour continuer son déplacement.

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.

I. DEMARRAGE DE L'AIRMOVOC C6C12 /AIRMOVOC BTEX

Avant d'ouvrir les bouteilles de gaz (air et hydrogène) :

- Vérifier que les détendeurs sont bien fermés car un à-coup de pression pourrait être dangereux. En effet, la vanne piezo ainsi que le régulateur de débit ont été pré-réglés. Ces réglages étant très fins, ils auraient tendance à varier et l'appareil ne serait plus dans les conditions optimales pour une bonne analyse et une détection maximale.
- Vérifier ensuite que les sorties des détendeurs soient correctement connectées sur l'analyseur et étanches.

- Régler la pression d'hydrogène à **2 bar**
- Régler la pression de l'air zéro à **3 bar**
- Mettre sous tension la pompe de prélèvement et connecter l'aspiration de la pompe de prélèvement sur le raccord 1/4" repéré vacuum et la mettre sous tension.
- Mettre sous tension l'analyseur (le PC et l'analyseur vont se mettre sous tension en même temps). Les LED verte "**OK**" et rouge "**stand by**" s'allument. Si le GC ne s'allume pas, enlever le capot du GC et actionner l'interrupteur deux positions qui permet de mettre sous tension ou hors tension l'analyseur seul.

Une explosion est audible (signe que la flamme est allumée). Dans le cas où la flamme aurait du mal à s'allumer, il est possible de fermer l'alimentation en air reconstitué (avec le détendeur) et de le remettre en service très doucement.

A la mise sous tension, les paramètres initiaux sont chargés automatiquement.

Ces paramètres ne doivent pas être modifiés par l'utilisateur. Il s'agit d'une configuration intrinsèque à l'appareil :

- Température du four (colonne) : **36°C**
 - Température du FID : **170°C (ou 150°C avec airmoVOC BTEX)**
 - Pression en tête de colonne : **≈ 500 hPa**
- Windows « intégré » démarre avec le « mot de passe » de l'utilisateur **Chromatotec: CETOMRIA** ou le « mot de passe » de l'utilisateur **Administrateur : 1234**. Le logiciel Vistachrom s'ouvre automatiquement. Sélectionner le niveau « Super user » et taper le mot de passe 1234.
 - Connecter l'analyseur avec le PC: icône .
 - Charger la séquence de travail: icône .
 - Démarrer l'analyse en utilisant le "touchpad" ou la souris USB: icône . Le premier cycle permet d'initialiser le système.

Pour changer l'heure dans le système embarqué Windows XP du PC, regarder la procédure suivante : (référence : **SMO 0012-00 Changement de l'heure sur PC embarqué.pdf**).

J. ARRÊT DE L'AIRMOVOC C₆-C₁₂/AIRMOVOC BTEX

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, attendre que les températures du four ou du piège soient revenues à l'ambiante. Ne pas oublier que le PC interne est également alimenté par l'interrupteur général, il est donc nécessaire de fermer les sessions utilisées et d'éteindre le PC.

J.1.ARRET NORMAL DU GC

- Arrêter l'analyseur en fin de cycle en cliquant sur l'icône . Lorsque l'instrument est arrêté, seules les LED "**stand by**" et "**ok**" de la carte RS232 sont allumées.
- Attendre quelques minutes pour atteindre la température initiale du four (36°C). La raison est que le gaz vecteur est piloté par une vanne piezo. Lorsque l'instrument est mis hors tension en cours de fonctionnement, la vanne piezo se ferme et il n'y aura plus de gaz vecteur circulant dans le piège et la colonne analytique. C'est une cause de vieillissement prématuré de ces éléments voire un risque de détérioration.
- Lorsque le four est à 36°C, arrêter la communication entre le GC et le PC avec l'icône .

ATTENTION, quand l'icône est jaune , l'analyseur est en fonctionnement et ne doit pas être arrêté. Quand l'icône est bleue , l'analyseur peut être arrêté.

- Lorsque l'analyseur est en "**stand by**" (LED "**stand by**" et "**ok**" allumées) et que la communication avec Vistachrom est coupée, arrêter le PC. Lorsque l'écran est noir, l'interrupteur général peut être utilisé pour mettre le système hors tension.

J.2.ARRET D'URGENCE

Parfois une erreur importante, durant le fonctionnement de l'analyseur, apparaît. Elle peut être causée 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 du PC**. Il y a deux possibilités :

J.2.1. LA COMMUNICATION EST POSSIBLE ENTRE LE PC ET L'ANALYSEUR

Avant de faire un reset avec débranchement de la batterie (**RESET HARD**), il est possible de faire un **RESET SOFT** avec le **Service GC**. (Voir le manuel d'utilisation du Service GC).

a. RESET informatique

- Arrêter la mesure dans la fenêtre « ON LINE » de Vistachrom avec l'icône :



- Attendre quelques minutes pour que les paramètres initiaux soient atteints : **four de colonne à 36°C, arrêt de l'échantillonnage, désorption du piège**, etc. Seules les LED "stand by" et "ok" doivent être allumées.

- Déconnecter l'instrument avec l'icône .
- Fermer le logiciel d'acquisition Vistachrom.
- Démarrer le logiciel « *Service GC* ».
- **Sélectionner le numéro de série de l'instrument et le port de communication utilisé par l'analyseur.**

- Connecter le GC avec l'utilitaire « *Service GC* ».
- Cliquer sur le bouton "RESET" et attendre que les LED "Stand By", "Error" et "Ok" de la carte RS232 s'allument.

- Ensuite, le transfert de la configuration se fait automatiquement et la LED "Error" s'éteint.

- Fermer le logiciel "Service GC".
- Ouvrir Vistachrom et la fenêtre correspondante au GC.

- Démarrer la communication avec l'icône .

- Recharger la séquence de travail avec  et démarrer la mesure avec .

Le premier cycle permet d'initialiser la méthode de prélèvement. Tant que la méthode d'analyse ne sera pas mise à jour, l'analyseur ne tracera pas de ligne de base et il n'y aura pas de programmation de température de la colonne ni de thermodésorption. **On dit que la première méthode permet d'initialiser le système chromatographique.**

Parfois un reset informatique n'est pas suffisant. Dans ce cas, il faut faire un RESET hard avec déconnexion de la batterie de la carte CPU pour vider toutes les mémoires de la carte CPU de l'analyseur.

b. RESET « HARD »

- Arrêter l'analyseur dans la fenêtre en ligne avec l'icône .
- Attendre quelques minutes pour que les paramètres initiaux soient atteints : **four de colonne à 36°C, arrêt de l'échantillonnage, désorption du piège**, etc. Seules les LED "stand by" et "ok" doivent être allumées.

- Déconnecter l'instrument avec l'icône .
- Fermer le logiciel d'acquisition Vistachrom.
- Mettre hors tension l'instrument (avec l'interrupteur prévu pour la mise hors tension de l'analyseur seul). Pour se faire, enlever le capot de l'analyseur et placer l'interrupteur deux positions sur la position OFF. Le GC est maintenant éteint.

Toutes les LED en face avant sont éteintes. La déconnexion de la batterie de la carte CPU du GC peut se faire.

- **Attendre quelques minutes** pour que les mémoires de la carte CPU se vident complètement. **Durant cette manipulation, il est fortement conseillé de faire un redémarrage de l'ordinateur.**
- **Reconnecter** la batterie et **remettre sous tension** le GC.
- Les LED : "**stand by**", "**error**" et "**ok**" de la carte RS232 sont allumées.
- Démarrer le logiciel « *Service GC* »
- Sélectionner le numéro de série de l'analyseur et le port de communication et mettre en communication le GC avec l'utilitaire.
- Cliquer sur le bouton « *Transfert SETUP* ». La LED « **error** » s'éteint.
- Fermer « *Service GC* »
- Redémarrer Vistachrom, ouvrir la fenêtre de l'analyseur et cliquer sur l'icône .
- Charger la séquence de travail qui doit être utilisée avec l'icône  et démarrer l'analyseur avec .

J.2.2. LA COMMUNICATION EST IMPOSSIBLE ENTRE LE PC ET L'ANALYSEUR

Lorsqu'il est impossible de connecter l'instrument avec le logiciel d'acquisition, aucune indication de température ne peut être visualisée (four ou piège).

- Redémarrer le PC et essayer de se loguer avec l'instrument. Si c'est impossible, la mise hors tension de l'analyseur qui est nécessaire ne sera pas faite dans de bonnes conditions.
- Un RESET de l'instrument et du PC est indispensable pour que l'appareil redémarre dans de bonnes conditions.
- **Pour limiter les dommages de la colonne analytique, il est possible d'activer manuellement le refroidissement de la colonne en activant le ventilateur.** Ouvrir le capot, déconnecter la sonde de PT1000 du four. Lorsque la main peut être posée sur le four, le refroidissement de la colonne est suffisant et l'analyseur pourra être mis hors tension. Malheureusement, il n'y a aucun moyen de protection pour le piège.
- Après avoir arrêté l'instrument, reconnecter la sonde de PT 1000 du four et déconnecter la batterie de la carte CPU pour faire un RESET HARD de l'instrument puis suivre la procédure décrite dans le paragraphe 1.6.2.3.
- **Durant cette manipulation, il est fortement conseillé de faire un redémarrage de l'ordinateur.**

Après un RESET quel que soit le reset choisi, le premier cycle permet d'initialiser les paramètres dans l'instrument (température du four et gradient, durée de prélèvement etc.). Aucune désorption ni acquisition ne se produira durant cette phase.

K. CALIBRATION DE L'ANALYSEUR

K.1. FACTEUR DE SENSIBILITE

Les analyseurs AirmoVOC sont calibrés avec un facteur de sensibilité appelé **Base Sensitivity (BS)**.

Ce facteur est calculé en unité de surface par nanogramme pour un composé de référence.

Pour les analyseurs airmoVOC, la BS correspond à une unité de signal généré par 1 nanogramme de Benzène (Composé de référence pour un airmoVOC C6C12, un airmoVOC BTEX ou un airTOXIC).

Comment accéder à la valeur de la BS ?

Cliquer sur l'icône "GC parameters setup"  puis sélectionner l'onglet "Information". La fenêtre suivante apparaît :

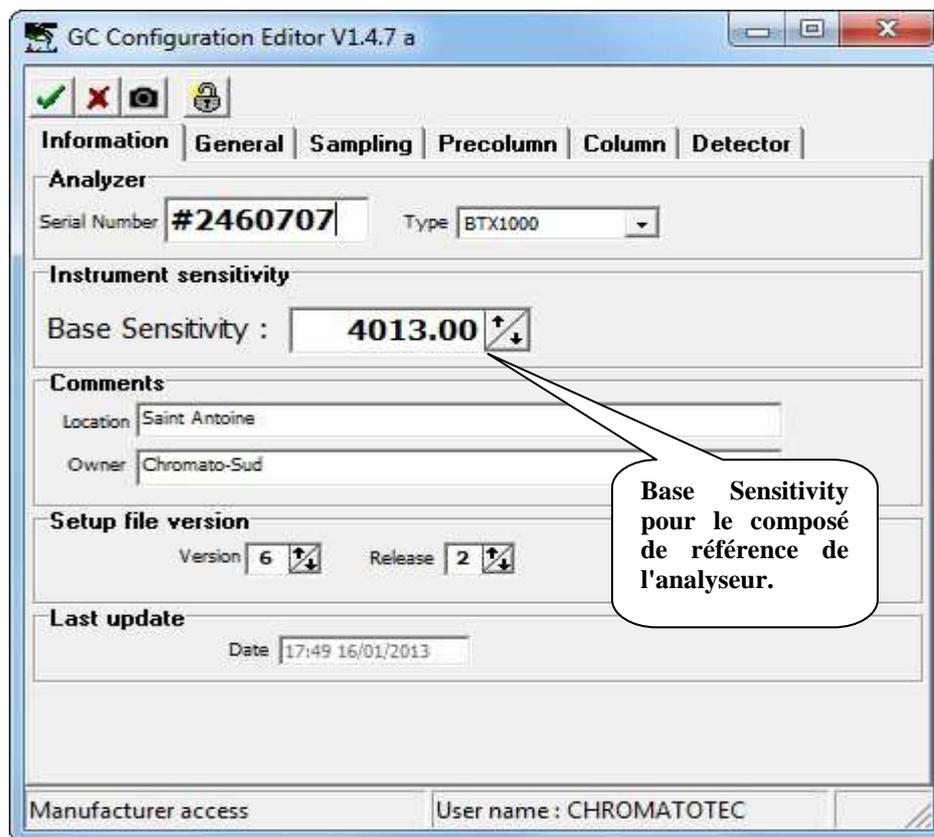


Fig 1

Dans cet exemple, le facteur de sensibilité BS est de 4013 ua/ng pour le Benzène.

Cette valeur correspond à la BS originale de l'instrument.

Pour un détecteur FID, la valeur de la BS est de l'ordre de 4500 (+/- 600) ua/ng pour le Benzène.

K.2. SUIVI DE LA STABILITE DE LA CALIBRATION

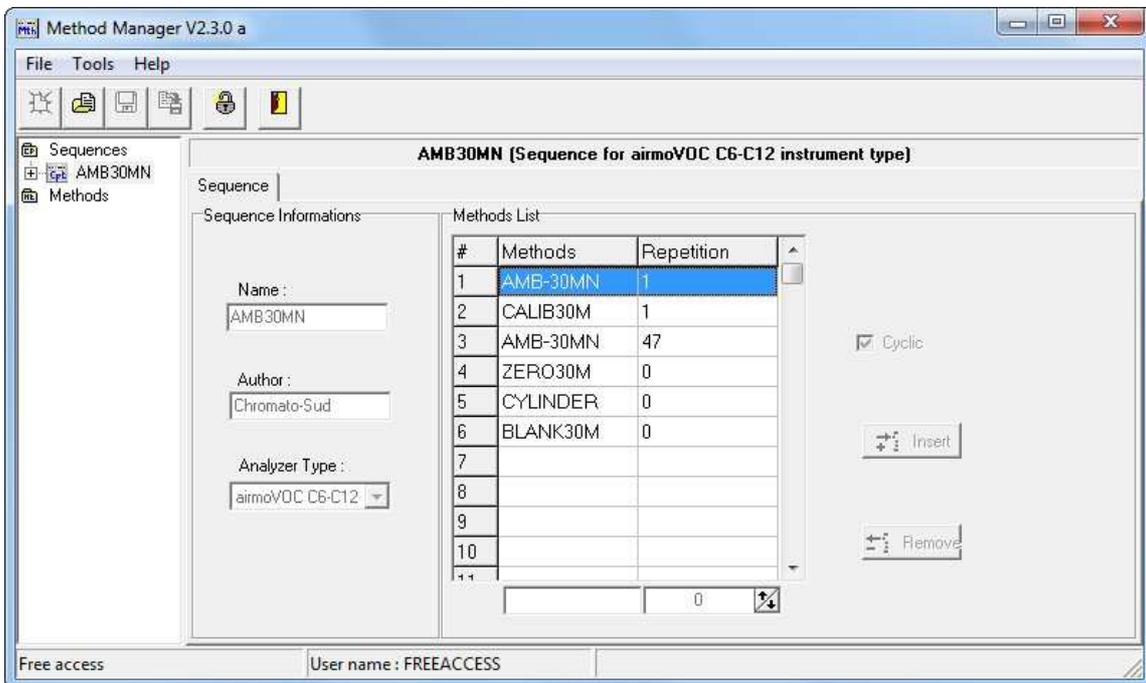
Cette partie concerne les analyseurs avec un système de calibration interne ou externe:

- four de perméation interne à l'analyseur
- four de perméation externe comme par exemple un système airmoCAL

Cette analyse de standard permet de suivre la stabilité de la Base Sensitivity. C'est une méthode programmée dans la séquence de travail de routine.

- AirmoVOC C6C12

Exemple de la séquence de travail:



Cette séquence de routine est cyclique et est composée de :

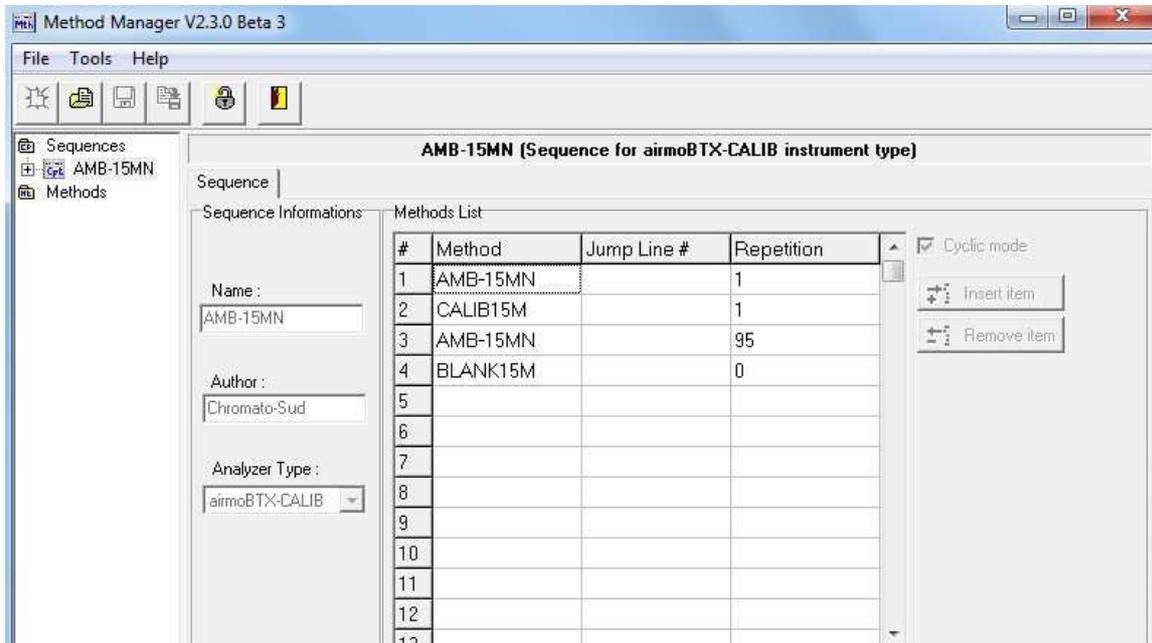
- 1 analyse d'air ambiant,
- 1 calibration (analyse du standard)
- 47 analyses d'air ambiant.

Chaque méthode de travail a une durée de 30 minutes. Chaque méthode d'analyse donne un chromatogramme.

Dans ce cas (avec des cycles d'analyses de 30 minutes), le gaz standard est analysé une fois par jour.

• **AirmoVOC BTEX**

Exemple de la séquence de travail:



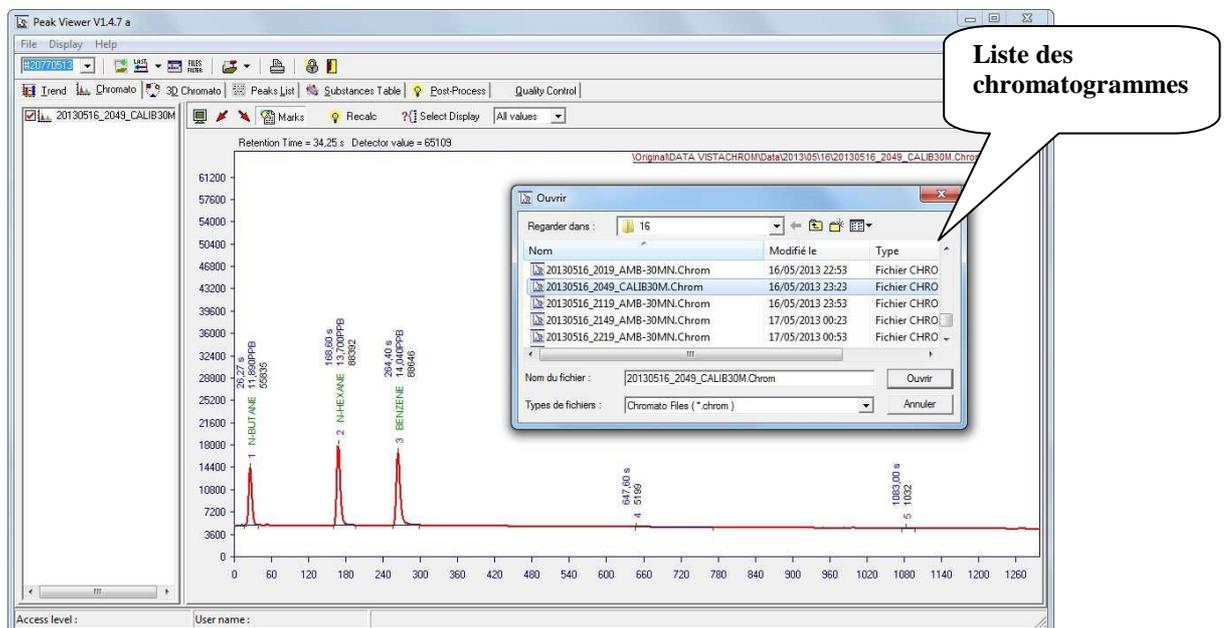
Cette séquence de routine est cyclique et est composée de :

- 1 analyse d'air ambiant,
- 1 calibration (analyse du standard)
- 95 analyses d'air ambiant.

Chaque méthode de travail a une durée de 15 minutes. Chaque méthode d'analyse donne un chromatogramme.

Dans ce cas (avec des cycles d'analyses de 15 minutes), le gaz standard est analysé une fois par jour.

Les résultats peuvent être visualisés avec le logiciel 'Peak viewer' (voir document *Easy Start*).



Pour calculer la nouvelle BS « Base Sensitivity » :

A partir du Peak Viewer, sélectionner le chromatogramme de la dernière calibration ;
Dans cet exemple, le chromatogramme est nommé 20130516_2049_CALIB30M.Chrom

Sélectionner l'onglet 'Peak List':

Operating conditions :									
Description : Permeation 10mins- xxxhPa									
Method Name : CALIB30M					Substances Table Name : CALH2077				
Sampling :									
Tube Number : 5			Duration : 600 s			Volume : 431,793 ml		Date : 16/05/2013 20:49:48	
Detector :									
Amplification : 3-High					Sample Rate : 15 per second				
Sensitivity :									
Base Sensitivity : 4500,0									
Peak List									
Substance	Result	Unit	Start [s]	R.Time [s]	Max	Stop [s]	Area	Type	FWMH
N-BUTANE	11,886	PPB	16,40	26,27	14630	38,80	55834,8	E	5,33
N-HEXANE	13,705	PPB	160,20	168,60	18366	195,80	88392,3	ST_E	5,80
BENZENE	14,041	PPB	255,20	264,40	16999	298,53	88645,7	ST_E	6,40
Filter									
<input checked="" type="radio"/> Remove unidentified peaks									
<input type="radio"/> Display all peaks									

Dans cet exemple:

Concentration mesurée pour le Benzène standard = 14.04 ppb ou 45.62 µg/m³ (**avec un volume molaire de 24,04 litres à 20 °C**)

Surface du pic = 88645.7 ua

BS utilisée lors du calcul de la concentration = 4500 ua/ng Benzene

Volume échantillonné = 431.793 ml.

Calcul de la BS:

$$BS = [Surface / (C_C \times V)] \times 10^{-3} \quad \begin{array}{l} C_C : \text{concentration mesurée en } \mu\text{g/m}^3 \\ V : \text{volume échantillonné en m}^3 \end{array}$$

Nouvelle BS = $[43214 / ((119,72 \times (85,1 \times 10^{-6})))] \times 10^{-3} = 4500.15$ arrondie à **4500 ua/ng**.
Le facteur de sensibilité de l'analyseur n'a pas varié : l'appareil est stable.

K.3. CALIBRATION A PARTIR D'UN GAZ STANDARD EXTERNE (SI IL N'Y A PAS D'AIRMOCAL)

Cette calibration se fait à partir d'une bouteille de gaz standard à des concentrations allant de 10 ppb à 100 ppb.

Les différentes étapes sont :

- 1) Arrêter l'analyseur en fin de cycle.
- 2) Purger 3 fois (minimum) le détendeur de la bouteille.
- 3) Connecter une électrovanne externe sur la carte POWER (5th position, Valve 3, Fig2)



Fig 2 : Contrôle des relais de la carte POWER

Connecter l'électrovanne externe sur le connecteur #5 (valve 3) de la carte POWER. Cette électrovanne permet de sélectionner la bouteille standard comme échantillon.

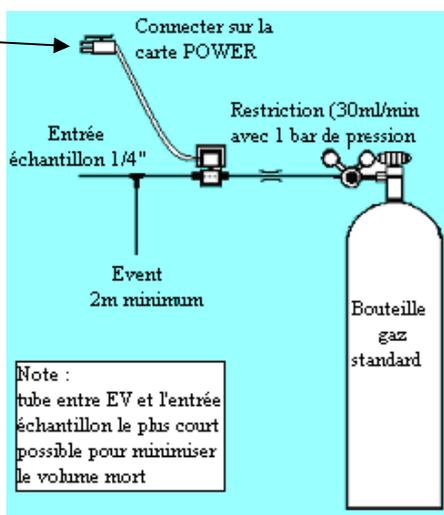


Fig 3 : schéma du montage

- 4) Mesurer le débit du gaz standard avant l'électrovanne externe (30 ml/min voir Fig 3) et connecter la bouteille sur l'entrée échantillon de l'analyseur.
ATTENTION : bien respecter le schéma du montage (événement, débits...)
- 5) Sélectionner et charger la séquence de calibration à partir de VISTACHROM (Ex : Calibrat.CPT)

Cette séquence permet dans un premier temps de calibrer avec précision l'analyseur et dans un second temps de certifier le tube de perméation (si four de perméation interne). C'est une séquence non cyclique. L'analyseur s'arrête donc à la fin de la séquence.

6) Démarrer les analyses et attendre les résultats.

A partir du logiciel Peak Viewer, comparer les concentrations mesurées avec les concentrations attendues. (Voir partie suivante *L.REAJUSTEMENT DE LA CALIBRATION*).

L.REAJUSTEMENT DE LA CALIBRATION (PARAMETRE BS)**Comment calculer la nouvelle Base Sensitivity:**

Comme mentionné précédemment dans le chapitre K.2 SUIVI DE LA STABILITE DE LA CALIBRATION :

$$BS = [\text{Surface} / (C_C \times V)] \times 10^{-3}$$

C_C : concentration mesurée en $\mu\text{g}/\text{m}^3$
 V : volume échantillonné en m^3

Si la concentration calculée ($\pm X\%$) ne correspond pas à la concentration attendue (C_E), vous devez modifier la valeur de la BS :

$$\text{Nouvelle BS} = BS \times (C_C / C_E)$$

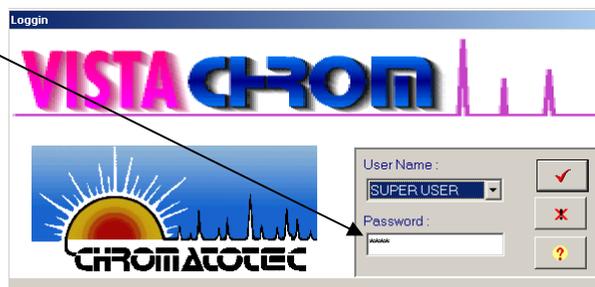
Lors d'une analyse de calibration à partir d'un four interne ou externe (analyse de tubes de perméation contenant le gaz standard), la concentration attendue est inscrite dans le rapport de Contrôle Qualité de l'analyseur (taux de perméation et débits de dilution).

Exemple: la concentration attendue est $110 \mu\text{g}/\text{m}^3$ (C_E) et la concentration mesurée est $119,72$ (C_C) avec une BS de 4244 (ua/ng).

$$\text{Nouvelle BS} = 4244 \times (119,72 / 110) = 4619 \text{ arrondi à } 4620 \text{ (ua/ng)}$$

Comment modifier la valeur de la BS :

1) S'identifier sur Vistachrom avec le nom d'utilisateur « SUPER USER » (Mot de passe : 1234)



2) A partir de la fenêtre en ligne de l'analyseur, arrêter l'analyseur à la fin du cycle en cliquant sur .

- 3) Cliquer sur l'icône “GC parameters setup”  , sélectionner l'onglet “Information” (Voir Fig.1)
- 4) Entrer la nouvelle BS et cliquer sur OK pour valider la modification de configuration.
- 5) Redémarrer les analyses.
- 6) Vérifier que la nouvelle BS a été prise en compte dans le calcul des nouveaux résultats à la fin des analyses.

M. REMPLACEMENT DU TUBE DE PERMEATION (AVEC SYSTEME DE CALIBRATION INTERNE OU EXTERNE)

Pour le remplacement du tube de perméation, la procédure est la suivante:

- Arrêter l'analyseur et éteindre la pompe d'échantillonnage.
- Ouvrir le four de perméation, sortir le tube vide et installer le nouveau tube.
- Après fermeture du four, tester l'étanchéité en mettant un bouchon sur l'EVENT.
- Mesurer l'air de dilution en continu sur le four à l'aide d'un débitmètre connecté sur l'EVENT.
- Mettre sous tension l'analyseur sans démarrer les analyses. Les Leds **STAND BY** et **OK** sont allumées.
- Connecter l'analyseur avec “Service GC” et activer le relais 7/valve 5 pour avoir la mesure du débit total de l'air de dilution qui traverse le four. Mesurer ce débit à l'EVENT.
- Calculer approximativement la concentration du tube de perméation.

Par exemple : pour un tube de Benzène avec un taux de perméation de **32** ng/min à 45°C et un débit total de dilution de **250** ml/min.

La concentration du Benzène sera :

$$\frac{32}{0.250} = 128 \mu\text{g}/\text{m}^3$$

Le poids moléculaire du Benzène est de **78,11** g/mol et le volume molaire à 20°C est de **24,04** litres.

La concentration du tube de perméation en ppb sera :

$$\frac{128 \times 24.04}{78,11} = 39.4 \text{ ppb}$$

- Se déconnecter du logiciel Service GC et se connecter à Vistachrom.
- **L'utilisateur devra attendre plusieurs heures que le tube de perméation soit stabilisé, avant d'utiliser la méthode de calibration.**
- Allumer la pompe d'échantillonnage
- Charger la séquence de travail et démarrer les analyses.
- Ouvrir le Peak Viewer pour visualiser les résultats des analyses du tube de perméation. Il faut au minimum 4 analyses. Relever les valeurs.

Par exemple, si les résultats des analyses de calibration donnent 39,5 ppb, 40,1 ppb, 40,2 ppb and 40,0 ppb, la concentration moyenne sera 39,95 ppb arrondie à 40,0 ppb.

- Ouvrir la fenêtre "Configuration Setup" et noter la BS originale.
- Calculer la nouvelle BS avec:

Concentration moyenne obtenue : 40,0 ppb

Concentration théorique: 39,4 ppb

BS originale : 4000 (ua / ng)

La nouvelle BS sera :

$$\frac{40.0 \times 4000}{39.4} = 4060.91$$

La nouvelle BS sera mise à jour dans le fichier de configuration du GC : fenêtre " GC parameters setup".

Dans cet exemple, la valeur de BS est 4060.

N.GUIDE DE DEPANNAGE

Si des problèmes surviennent, aller sur notre site web service client <http://support.chromatotec.com> en utilisant votre code d'accès.

Si vous ne possédez pas de code, contacter notre service client :

Email : support@chromatotec.com

Tel : 05 57 94 06 26



Lauper Instruments AG

Irisweg 16 B

CH-3280 Murten

Tel. +41 26 672 30 50

info@lauper-instruments.ch

www.lauper-instruments.ch