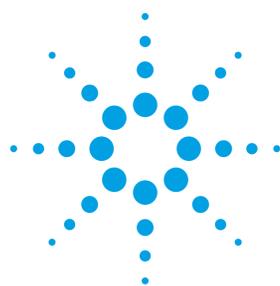


Guide de diagnostic des pannes en GC

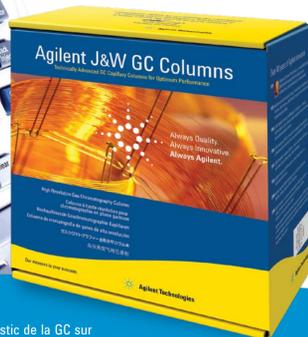
Votre guide pour résoudre les problèmes courants et rester productif



**AUTHENTIQUEMENT
MEILLEURE
GC**

Les solutions Agilent pour la GC fournissent des performances analytiques et une productivité quotidienne du plus haut niveau avec la certitude d'une fiabilité légendaire et d'une assistance sans faille.

Découvrez pourquoi Agilent est l'authentique leader mondial de la GC sur www.agilent.com/chem/genuinelybetter



Regardez les vidéos Agilent de diagnostic de la GC sur www.agilent.com/chem/gctroubleshooting

Téléchargez les applications Agilent pour iPhone : pression et débit en GC sur www.agilent.com/chem/GCapp

Pour l'assistance technique Agilent, rendez-vous sur www.agilent.com/chem/techsupport

Pour en savoir plus sur les colonnes Agilent J&W pour la GC, rendez-vous sur www.agilent.com/chem/mygccolumns

Vérifications élémentaires

Un nombre surprenant de problèmes implique des éléments relativement simples et souvent négligés du système de GC ou de l'analyse. Nombre de ces éléments sont transparents dans l'utilisation quotidienne du GC et sont souvent considérés comme allant de soi ("on règle et on oublie"). Parmi les points à vérifier :

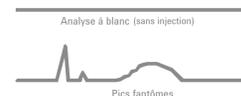
- Gaz : pressions, vitesse linéaire moyenne du gaz vecteur, débits (détecteur, ligne de division, purge de septum)
- Températures : colonne, injecteur, détecteur et lignes de transfert
- Paramètres du système : temps d'activation de la purge, atténuation du détecteur et plage de détection, gammes de masse, etc.
- Lignes de gaz et pièges : propreté, fuites et dates de péremption
- Consommables pour injecteur : septa, inserts, joints toriques et ferrules
- Intégrité de l'échantillon : concentration, dégradation, solvant et stockage
- Seringues : méthode, fuites, acuité de l'aiguille, propreté
- Système de données : configuration et liaisons

Test de condensation

Effectuer ce test chaque fois que des problèmes de contamination de l'injecteur ou du gaz vecteur sont soupçonnés (par exemple, pics fantômes ou instabilité de la ligne de base).

1. Laisser le GC à une température de 40 à 50 °C pendant au moins 8 heures.
2. Effectuer une analyse à blanc (c'est-à-dire, démarrer le GC mais sans injection) dans les conditions normales de température et avec les réglages normaux de l'instrument.
3. Recueillir le chromatogramme de cette analyse à blanc.
4. Répéter l'analyse à blanc dès que la première est terminée. Ne pas laisser s'écouler plus de cinq minutes avant d'entamer la deuxième analyse à blanc.
5. Recueillir le chromatogramme de la seconde analyse à blanc et le comparer au 1er.
6. Si le premier chromatogramme comporte un nombre beaucoup plus important de pics et présente une instabilité beaucoup plus grande de la ligne de base, c'est que la ligne de gaz vecteur ou le gaz vecteur sont contaminés.
7. Si le premier chromatogramme comporte un petit nombre de pics ou une dérive très faible de la ligne de base, c'est que le gaz vecteur et la ligne de gaz vecteur sont relativement propres.

Pics fantômes ou contamination croisée



Cause possible	Solution	Remarques
Contaminants introduits avec l'échantillon	Nettoyage de l'échantillon ou du solvant	Contaminants dans le traitement de l'échantillon ou dans le solvant
Contamination de l'injecteur	Nettoyer l'injecteur, remplacer l'insert, le joint en or et le septum	Effectuer un test de condensation ; le nettoyage des lignes de gaz pourrait s'avérer nécessaire. Prendre des mesures pour éviter le reflux de l'échantillon (réduire le volume d'injection, abaisser la température de l'injecteur, utiliser un insert de plus grand volume).
Ressuage du septum	Remplacer le septum	Utiliser un septum de haute qualité, adapté à la température de l'injecteur
Contamination de l'échantillon antérieure à son introduction dans le GC	Contrôler les possibles sources de contamination au cours des étapes de préparation de l'échantillon : nettoyage, manipulation, transfert, et stockage de l'échantillon	Survient généralement après le changement d'une bouteille de gaz
Contamination par des semi-volatils (les pics sont plus larges que ceux de l'échantillon ayant des temps de rétention voisins)	Étuver la colonne. Rincer la colonne avec du solvant. Contrôler l'absence de contamination de l'injecteur, du gaz vecteur et des lignes de gaz vecteur.	Limiter la durée d'étuvage à 1 ou 2 heures. Uniquement pour les phases greffées et réticulées

Bruit de ligne de base excessif



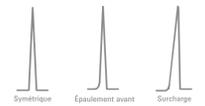
Cause possible	Solution	Remarques
Contamination de l'injecteur	Nettoyer l'injecteur ; remplacer l'insert et le joint en or	Effectuer un test de condensation ; il peut s'avérer nécessaire de nettoyer également les lignes de gaz
Contamination de la colonne	Étuver la colonne Rincer la colonne avec du solvant	Limiter la durée de l'étuvage à 1 ou 2 heures Uniquement pour les phases greffées et réticulées Vérifier que l'injecteur n'est pas contaminé
Contamination du détecteur	Nettoyer le détecteur	Généralement, le bruit augmente dans le temps et non de façon soudaine
Gaz contaminés ou de qualité médiocre	Utiliser des gaz de meilleure qualité ; vérifier que les pièges à gaz ne sont pas en fin de vie et contrôler l'étanchéité	Survient généralement après le changement d'une bouteille de gaz
Colonne enfoucie trop profondément dans le détecteur	Reinstaller la colonne	Voir le manuel du GC pour la bonne longueur d'introduction
Débit inadéquat des gaz de détection	Régler les débits aux valeurs recommandées	Pour connaître les débits corrects, consulter le manuel du GC
Fuite lors de l'utilisation d'un MS, d'un ECD ou d'un TCD	Rechercher et éliminer la fuite	Généralement au niveau des raccords de colonne ou de l'injecteur
Filaments de catharomètre, lampe ou multiplicateur d'électrons usagés	Remplacer l'élément concerné	
Dégradation de septum	Remplacer le septum	Pour les applications à hautes températures, utiliser un septum adéquat

Instabilité ou perturbation de la ligne de base



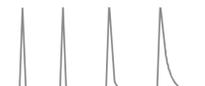
Cause possible	Solution	Remarques
Contamination de l'injecteur	Nettoyer l'injecteur	Effectuer un test de condensation ; il peut s'avérer nécessaire de nettoyer également les lignes de gaz
Contamination de la colonne	Étuver la colonne	Limiter la durée d'étuvage à 1 ou 2 heures
Détecteur non stabilisé	Laisser le détecteur se stabiliser	Il faut parfois jusqu'à 24 h pour qu'un détecteur se stabilise complètement
Colonne incomplètement conditionnée	Conditionner complètement la colonne	Essentiel pour les analyses de traces
Changement de débit de gaz vecteur pendant le programme de température	Normal dans de nombreux cas	Un MS, un TCD et un ECD réagissent aux variations de débit du gaz vecteur

Pics à épaulement avant



Cause possible	Solution	Remarques
Surcharge de la colonne	Réduire la quantité d'analyte injecté dans la colonne. Diminuer le volume d'injection, diluer l'échantillon ou augmenter le rapport de division.	Causes les plus courantes d'épaulements avant
Installation incorrecte de la colonne	Reinstaller la colonne dans l'injecteur	Pour connaître la longueur d'introduction convenable, consulter le manuel du GC
Méthode d'injection	Changer de méthode	Généralement lié à un actionnement irrégulier du piston ou à la présence d'échantillon dans l'aiguille de la seringue. Utiliser un échantillonneur automatique.
Composé peu soluble dans le solvant d'injection	Changer de solvant. Une précolonne peut améliorer le résultat.	Essentiel pour les analyses de traces
Échantillon dans mélange de solvants	Changer le solvant de l'échantillon	Le problème s'aggrave dans le cas de solvants ayant des polarités ou des points d'ébullition très différents

Traînées de pics



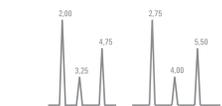
Cause possible	Solution	Remarques
Contamination de la colonne	Raccourcir la colonne Rincer la colonne avec du solvant	Couper de 50 cm à 1 mètre en tête de colonne Uniquement pour les phases greffées et réticulées Vérifier que l'injecteur n'est pas contaminé
Activité de la colonne	Irréversible. Remplacer la colonne	N'affecte que les composés actifs
Discordance de polarité entre solvants et phases	Utiliser un seul solvant pour l'échantillon	Trainées plus importantes pour les pics à élution précoce ou les pics les plus proches du front de solvant
Disparition de l'effet de solvant pour les injections dans la colonne ou sans division	Utiliser une précolonne	Une précolonne de 3 à 5 mètres est suffisante
Rapport de division trop petit	Réduire la température initiale de la colonne Augmenter le rapport de division	Les traînées de pics diminuent avec la rétention Le débit fourni par la vanne de division doit être de 20 mL/mn au minimum
Colonne mal installée	Reinstaller la colonne	Trainées plus importantes pour les pics à élution précoce
Certains composés actifs donnent toujours des traînées	Aucun	Surtout dans le cas des amines et des acides carboxyliques

Division des pics



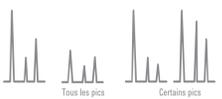
Cause possible	Solution	Remarques
Méthode d'injection	Changer de méthode	Généralement lié à un actionnement irrégulier du piston ou à la présence d'échantillon dans l'aiguille de la seringue. Utiliser un injecteur automatique.
Échantillon dans mélange de solvants	Utiliser un seul solvant pour l'échantillon	Le problème s'aggrave dans le cas de solvants ayant des polarités ou des points d'ébullition très différents
Colonne mal installée	Reinstaller la colonne	Généralement, distance d'insertion très éloignée de l'optimum
Dégradation de l'échantillon dans l'injecteur	Réduire la température de l'injecteur	Élargissement ou asymétrie des pics si la température est trop basse
	Passer à une injection "dans la colonne"	Nécessite un injecteur "dans la colonne"
Mauvaise focalisation de l'échantillon	Utiliser une précolonne	Pour une injection sans division et/ou dans la colonne

Variation du temps de rétention

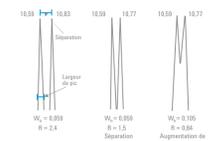


Cause possible	Solution	Remarques
Changement de débit de gaz vecteur	Vérifier le débit de gaz vecteur	Tous les pics sont décalés à peu près uniformément dans le même sens
Modification de la temp. de la colonne	Vérifier la température de la colonne	Les pics ne sont pas décalés uniformément
Modification des dimensions de la colonne	Vérifier les dimensions ou la phase de la colonne	
Importants changements de concentration des composés	Essayer une autre concentration d'échantillon	Peut aussi affecter les pics adjacents. La surcharge en échantillon se corrige en augmentant le rapport de division ou la dilution de l'échantillon.
Fuite au niveau de l'injecteur	Vérifier l'étanchéité de l'injecteur	Il se produit également un changement de dimension des pics
Ligne de gaz obstruée	Nettoyer ou remplacer la ligne obstruée	Plus courant pour la ligne de division ; vérifier également les régulateurs de débit et les électrovannes
Fuite de septum	Remplacer le septum	Vérifier si l'aiguille ne présente pas de bavure
Incompatibilité entre échantillon et solvant	Changer de solvant d'échantillon Utiliser une précolonne	Pour les injecteurs sans division

Changement d'intensité des pics



Cause possible	Solution	Remarques
Changement de réponse du détecteur	Contrôler les débits de gaz, les températures et les réglages Contrôler le bruit de fond	Les pics ne sont pas toujours tous affectés de la même manière Le détecteur n'est pas toujours en cause : possible contamination du système
Changement de rapport de division	Contrôler le rapport de division	Les pics ne sont pas toujours tous affectés de la même manière
Changement de temps d'activation de purge	Contrôler la ligne d'activation de purge	Pour les injecteurs sans division
Changement de volume d'injection	Contrôler la méthode d'injection	Les volumes d'injection ne sont pas linéaires
Changement de concentration de l'échantillon	Contrôler la concentration de l'échantillon	Les changements peuvent aussi être causés par la dégradation de l'échantillon, son évaporation, des variations de température ou de son pH
Fuite dans la seringue	Changer de seringue	Fuites d'échantillon en aval du piston ou autour de l'aiguille ; les fuites sont souvent imperceptibles
Contamination de la colonne	Raccourcir la colonne Rincer la colonne avec du solvant	Couper de 50 cm à 1 mètre en tête de colonne Uniquement pour les phases greffées et réticulées
Activité de la colonne	Irréversible	N'affecte que les composés actifs
Coélution	Changer la température de la colonne ou la phase stationnaire	Utiliser uniquement des inserts désactivés et de la laine de verre dans l'injecteur
Changement de discrimination de l'injecteur	Conservé les mêmes paramètres d'injection	Surtout sensible pour les injections avec division
Rétrodiffusion de l'échantillon	Injecter moins, utiliser un insert de plus grande dimension, réduire la température	Moins de solvant et un débit plus élevé y contribuent
Décomposition due à la contamination de l'injecteur	Nettoyer l'injecteur ; remplacer l'insert et le joint en or	Utiliser uniquement des inserts désactivés et de la laine de verre dans l'injecteur



Perte de résolution

Cause possible	Solution	Remarques
Réduction de la séparation		
Température de colonne différente	Vérifier la température de la colonne	Des différences seront visibles sur d'autres pics
Dimensions ou phase de colonne différentes	Vérifier les dimensions ou la phase de la colonne	Des différences seront visibles sur d'autres pics
Coélution avec un autre pic	Modifier la température de la colonne	Réduire la température de la colonne et vérifier que les pics ne présentent pas d'épaulement ni de traînée
Augmentation de la largeur des pics		
Changement de débit de gaz vecteur	Vérifier le débit de gaz vecteur	Le temps de rétention change également
Contamination de la colonne	Raccourcir la colonne Rincer la colonne avec du solvant	Couper de 50 cm à 1 mètre en tête de colonne Uniquement pour les phases greffées et réticulées
Modification de l'injecteur	Contrôler les paramètres d'injection	Points à contrôler : rapport de division, insert, température, volume d'injection
Changement de concentration de l'échantillon	Essayer une autre concentration d'échantillon	La largeur des pics augmente avec la concentration
Effet de solvant imparfait, absence de focalisation	Réduire la température du four, utiliser un solvant correspondant mieux à la polarité de la phase, utiliser une précolonne	Pour les injecteurs sans division