



Détecteur à fluorescence Agilent Infinity 1260

Manuel d'utilisation



Agilent Technologies

Avertissements

© Agilent Technologies, Inc. 2010-2012, 2013

Conformément aux lois nationales et internationales relatives à la propriété intellectuelle, toute reproduction totale ou partielle de ce manuel sous quelque forme que ce soit, par quelque moyen que ce soit, voie électronique ou traduction, est interdite sans le consentement écrit préalable de la société Agilent Technologies, Inc.

Référence du manuel

G1321-93014

Edition

05/2013

Imprimé en Allemagne

Agilent Technologies
Hewlett-Packard-Strasse 8
76337 Waldbronn

Ce produit peut être utilisé en tant que composant d'un dispositif de diagnostic in vitro, si ce dernier est enregistré auprès des autorités compétentes et est conforme aux directives correspondantes. Faute de quoi, il est exclusivement réservé à un usage général en laboratoire.

Garantie

Les informations contenues dans ce document sont fournies "en l'état" et pourront faire l'objet de modifications sans préavis dans les éditions ultérieures. Dans les limites de la législation en vigueur, Agilent exclut en outre toute garantie, expresse ou implicite, quant à ce manuel et aux informations contenues dans ce dernier, notamment, mais sans s'y restreindre, toute garantie marchande et aptitude à un but particulier. En aucun cas, Agilent ne peut être tenu responsable des éventuelles erreurs contenues dans ce document, ni des dommages directs ou indirects pouvant découler des informations contenues dans ce document, de la fourniture, de l'usage ou de la qualité de ce document. Si Agilent et l'utilisateur ont souscrit un contrat écrit distinct dont les conditions de garantie relatives au produit couvert par ce document entrent en conflit avec les présentes conditions, les conditions de garantie du contrat distinct se substituent aux conditions stipulées dans le présent document.

Licences technologiques

Le matériel et le logiciel décrits dans ce document sont protégés par un accord de licence et leur utilisation ou reproduction sont soumises aux termes et conditions de ladite licence.

Mentions de sécurité

ATTENTION

Une mention **ATTENTION** signale un danger. Si la procédure, le procédé ou les consignes ne sont pas exécutés correctement, le produit risque d'être endommagé ou les données d'être perdues. En présence d'une mention **ATTENTION**, vous devez continuer votre opération uniquement si vous avez totalement assimilé et respecté les conditions mentionnées.

AVERTISSEMENT

Une mention **AVERTISSEMENT** signale un danger. Si la procédure, le procédé ou les consignes ne sont pas exécutés correctement, les personnes risquent de s'exposer à des lésions graves. En présence d'une mention **AVERTISSEMENT**, vous devez continuer votre opération uniquement si vous avez totalement assimilé et respecté les conditions mentionnées.

Contenu de ce manuel

Ce manuel concerne :

- le détecteur à fluorescence Agilent Infinity 1260 (G1321B SPECTRA),
- le détecteur à fluorescence Agilent Infinity 1260 (G1321C), et
- le détecteur à fluorescence Agilent série 1200 (G1321A) (obsolète).

1 Présentation du détecteur à fluorescence

Ce chapitre présente le détecteur et son principe de fonctionnement.

2 Exigences et spécifications relatives au site

Ce chapitre fournit des informations concernant les exigences d'ordre environnemental, ainsi que les caractéristiques techniques et les performances.

3 Installation du module

Ce chapitre fournit des informations concernant la configuration de la pile de modules conseillée pour votre système et l'installation de votre module.

4 Utilisation du détecteur à fluorescence

Ce chapitre vous explique comment utiliser le détecteur.

5 Optimisation du détecteur

Ce chapitre fournit des informations concernant l'optimisation du détecteur.

6 Dépannage et diagnostic

Ce chapitre donne un aperçu des fonctions de dépannage et de diagnostic et des différentes interfaces utilisateur.

7 Informations concernant les erreurs

Le chapitre suivant explique la signification des messages d'erreur et fournit des informations sur les causes probables et les actions recommandées pour revenir à un état de fonctionnement normal.

8 Fonctions de test

Ce chapitre décrit les fonctions de test intégrées du détecteur.

9 Maintenance

Ce chapitre fournit les informations générales concernant la maintenance et la réparation du détecteur.

10 Pièces pour la maintenance

Ce chapitre présente des informations sur les pièces utilisées pour la maintenance.

11 Identification des câbles

Ce chapitre fournit des informations sur les câbles utilisés avec les modules Agilent Infinity série 1200.

12 Informations sur le matériel

Ce chapitre décrit le détecteur de manière plus détaillée d'un point de vue matériel et électronique.

13 Annexe

Ce chapitre fournit des informations générales et des informations concernant la sécurité.

Sommaire

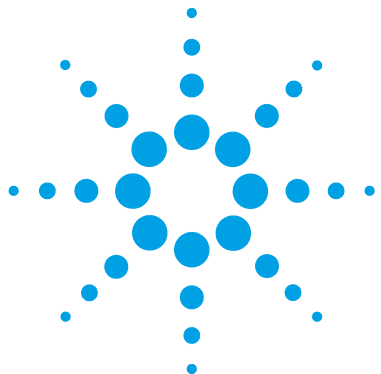
1	Présentation du détecteur à fluorescence	9
	Présentation du détecteur	10
	Fonctionnement du détecteur	12
	Effet Raman	15
	Unité optique	16
	Informations analytiques découlant des données primaires	24
	Présentation du système	29
	Matériaux Bio-Inert	32
2	Exigences et spécifications relatives au site	35
	Exigences relatives au site	36
	Caractéristiques physiques	39
	Caractéristiques de performance	40
3	Installation du module	51
	Déballage du module	52
	Optimisation de la configuration de la pile de modules	54
	Informations sur l'évacuation des fuites et des déchets	59
	Installation du module	63
	Raccordements des liquides au module	66
4	Utilisation du détecteur à fluorescence	71
	Gestion des fuites et déchets	72
	Avant de commencer	73
	Mise en service et vérification des performances du détecteur	74
	Développement de méthodes	78
	Exemple : Optimisation pour plusieurs composés	97
	Acquisition de spectres en modes TOUS LES SPECTRES DU PIC et SPECTRES APEX UNIQUEMENT	107
	Informations sur les solvants	111

5	Optimisation du détecteur	115
	Généralités sur l'optimisation	116
	Les caractéristiques de conception facilitent l'optimisation.	119
	Détermination des meilleures longueurs d'onde	120
	Détermination de la meilleure amplification du signal	122
	Changement de la fréquence de la lampe-éclair au xénon	129
	Sélection du meilleur temps de réponse	131
	Réduction de la lumière parasite	134
6	Dépannage et diagnostic	137
	Présentation des voyants et des fonctions de test du module	138
	Voyants d'état	139
	Interfaces utilisateur	141
	Logiciel Agilent Lab Advisor	142
7	Informations concernant les erreurs	143
	Qu'est-ce qu'un message d'erreur ?	144
	Messages d'erreur généraux	145
	Messages d'erreur du détecteur	154
8	Fonctions de test	161
	Introduction	162
	Schéma du trajet de la lumière	163
	Test d'intensité de lampe	164
	Test de signal sur bruit Raman ASTM	166
	Utilisation du chromatogramme de test intégré	170
	Vérification de la précision des longueurs d'onde et calibration	172
	Test de précision de la longueur d'onde	175
	Procédure de calibration en longueur d'onde	181

9	Maintenance	187
	Introduction à la maintenance	188
	Avertissements et mises en garde	189
	Présentation de la maintenance	191
	Nettoyage du module	192
	Remplacement d'une cuve à circulation	193
	Utilisation de la cuvette	197
	Rinçage de la cuve à circulation	198
	Élimination des fuites	199
	Remplacement des pièces du système d'élimination des fuites	200
	Remplacement de la carte d'interface	201
	Remplacement du micrologiciel du module	202
	Tests et calibrations	203
10	Pièces pour la maintenance	205
	Présentation des pièces utilisées pour la maintenance	206
	Kit de cuvette	207
	Kit d'accessoires	208
11	Identification des câbles	211
	Présentation générale des câbles	212
	Câbles analogiques	214
	Câbles de commande à distance	216
	Câbles DCB	219
	Câbles réseau CAN/LAN	221
	Câble de contacts externes	222
	Entre module Agilent et PC	223
12	Informations sur le matériel	225
	Description du micrologiciel	226
	Cartes d'interface optionnelles	229
	Raccordements électriques	233
	Interfaces	236
	Réglage du commutateur de configuration 8 bits (sans LAN intégré)	243
	Maintenance préventive	248
	Structure de l'instrument	249

13 Annexe 251

Informations de sécurité générales	252
Directive sur les déchets d'équipements électriques et électroniques (DEEE) (2002/96/CE)	255
Informations sur les piles au lithium	256
Perturbations radioélectriques	257
Émissions sonores	258
Radiation UV (lampe UV seulement)	259
Informations sur les solvants	260
Agilent Technologies sur Internet	262



1 Présentation du détecteur à fluorescence

Présentation du détecteur	10
Fonctionnement du détecteur	12
Effet Raman	15
Unité optique	16
Système de référence	23
Informations analytiques découlant des données primaires	24
Détection de fluorescence	24
Détection de phosphorescence	25
Traitement des données brutes	25
Présentation du système	29
Gestion des fuites et déchets	29
Matériaux Bio-Inert	32

Ce chapitre présente le détecteur et son principe de fonctionnement.



Présentation du détecteur

Versions du détecteur

Tableau 1 Versions du détecteur

Version	Description
G1321C	Commercialisé en juin 2013 comme FLD Infinity 1260 mono-canal sans fonctionnalités de spectre. Fréquence d'acquisition maximale de 74 Hz. Micrologiciel de l'instrument : A.06.54. Commandé par Instant Pilot avec micrologiciel B.02.16, pilote A.02.08, Agilent OpenLAB CDS ChemStation Edition C.01.05, OpenLAB EZChromEdition EE A.04.05, ICF A.02.01 et Lab Advisor B.02.04. La version G1321C ne peut pas être convertie en G1321A/B.
G1321B SPECTRA	Commercialisé en juin 2010 comme FLD Infinity 1260 multi-canal avec fonctionnalités de spectre. Fréquence d'acquisition maximale de 74 Hz. La version G1321B peut être convertie en G1321A (mode émulation). Lors de la commercialisation du G1321C, la fréquence d'acquisition a été augmentée à 144,9 Hz au maximum (micrologiciel de l'instrument A.06.54).
G1321A	Commercialisé en août 1998 comme FLD série 1100 multi-canal avec fonctionnalités de spectre. Fréquence d'acquisition maximale de 18 Hz. Devenu obsolète à la commercialisation du FLD G1321B.

Le détecteur se caractérise par les plus hautes performances optiques, la conformité aux BPL (Bonnes Pratiques de Laboratoire) et une maintenance facile. Il possède les caractéristiques suivantes :

- lampe-éclair pour une intensité maximale et des limites de détection très basses,
- mode multi-canaux pour les spectres en ligne (G1321B SPECTRA),
- acquisition de spectres et détection multi-canaux simultanées (G1321B SPECTRA),
- cuvette en option pour les mesures hors ligne,
- accès facile à la cuve à circulation par l'avant, pour remplacement rapide et
- fonction intégrée de vérification de la précision de la longueur d'onde.

Pour plus de détails sur les caractéristiques, voir « [Caractéristiques de performance](#) », page 40

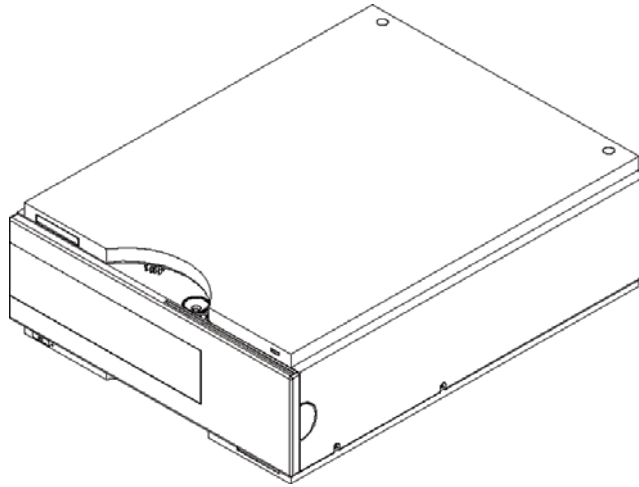


Figure 1 Détecteur à fluorescence Agilent Infinity 1260

Fonctionnement du détecteur

Détection de la luminescence

La *luminescence*, ou émission de lumière, se produit lorsque des molécules retournent à leur état fondamental après avoir été excitées par un apport d'énergie. Les molécules peuvent être excitées par différentes formes d'énergie, le processus d'excitation étant spécifique pour chaque forme d'énergie. Par exemple, lorsque l'énergie est apportée sous forme de lumière, le processus d'excitation est appelé *photoluminescence*.

Dans les cas simples, l'émission de lumière est le phénomène inverse de l'absorption (voir Figure 2, page 12). Pour le sodium gazeux, par exemple, les spectres d'absorption et d'émission correspondent à une simple ligne à la même longueur d'onde. Les spectres d'absorption et d'émission de molécules organiques en solution sont des raies et non des lignes.

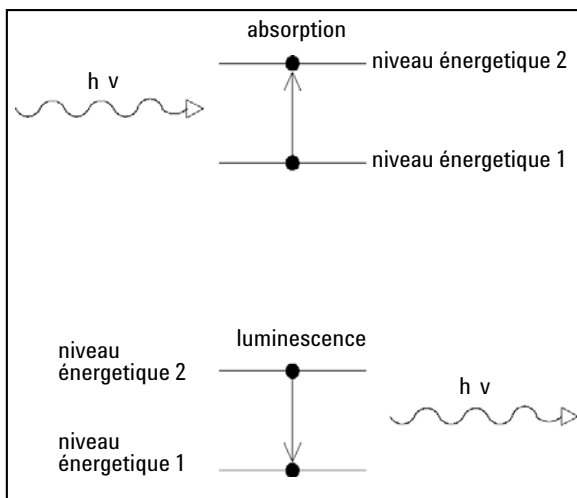


Figure 2 Absorption de lumière en fonction de l'émission de lumière

Quand une molécule plus complexe passe de son état fondamental à un état excité, l'énergie absorbée est distribuée dans divers sous-niveaux vibrationnels et rotatoires. Lorsque cette même molécule revient à son état fondamental, cette énergie vibrationnelle et rotatoire est d'abord perdue par relaxation

sans émission radiative. Ensuite, la molécule passe de son niveau d'énergie à l'un des sous-niveaux vibrationnels ou rotatoires de son état fondamental en émettant de la lumière (voir Figure 3, page 13). Le maximum d'absorption caractéristique d'une substance est λ_{EX} et le maximum d'émission est λ_{EM} .

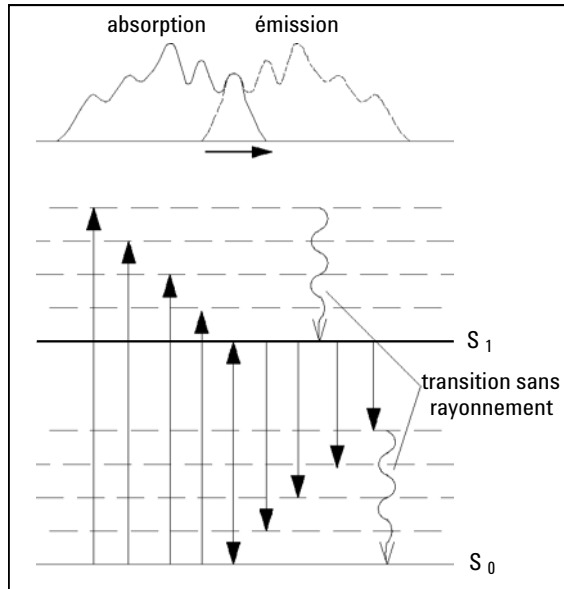


Figure 3 Relation entre longueurs d'onde d'excitation et d'émission

Le terme photoluminescence regroupe deux phénomènes, *fluorescence* et *phosphorescence*, qui diffèrent l'un de l'autre sur un point caractéristique : le décalage de l'émission après l'excitation. Si une molécule émet de la lumière 10^{-9} à 10^{-5} secondes après avoir été illuminée, le phénomène observé est la fluorescence. Si une molécule émet de la lumière plus de 10^{-3} secondes après illumination, le phénomène observé est la phosphorescence.

La phosphorescence est un phénomène plus long car il y a changement de spin de l'un des électrons impliqué dans le rayonnement d'excitation, lors d'une collision avec une molécule de solvant, par exemple. La molécule excitée se retrouve alors à l'état triplet T (voir Figure 4, page 14).

1 Présentation du détecteur à fluorescence

Fonctionnement du détecteur

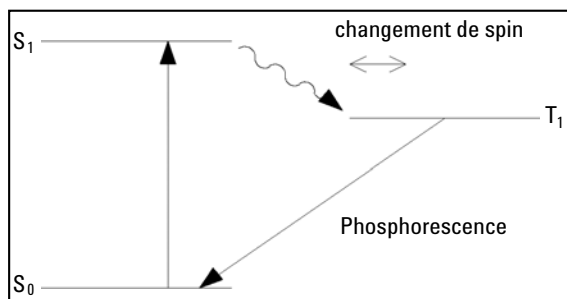


Figure 4 Transitions d'énergie en phosphorescence

Avant de pouvoir retourner à son état fondamental, la molécule doit rétablir le spin antérieur. Comme la probabilité de collision avec une autre molécule ayant le spin nécessaire est faible, la molécule reste dans l'état triplet pendant un temps relativement long. Durant le deuxième changement de spin, la molécule perd plus d'énergie par relaxation sans émission radiative. Par conséquent, la lumière émise par phosphorescence présente une énergie inférieure et une longueur d'onde supérieure à celle émise par fluorescence.

Formule : $E = h \times \lambda^{-1}$

Où :

E désigne l'énergie

h représente la constante de Planck

λ désigne la longueur d'onde

Effet Raman

L'effet Raman se produit lorsque la lumière incidente excite, dans l'échantillon, des molécules qui diffusent ensuite la lumière. Si la majeure partie de cette lumière diffusée est à la même longueur d'onde que la lumière incidente, une partie est diffusée à une longueur d'onde différente. Cette diffusion inélastique de la lumière est appelée diffusion Raman. Elle découle de modifications du mouvement de la molécule.

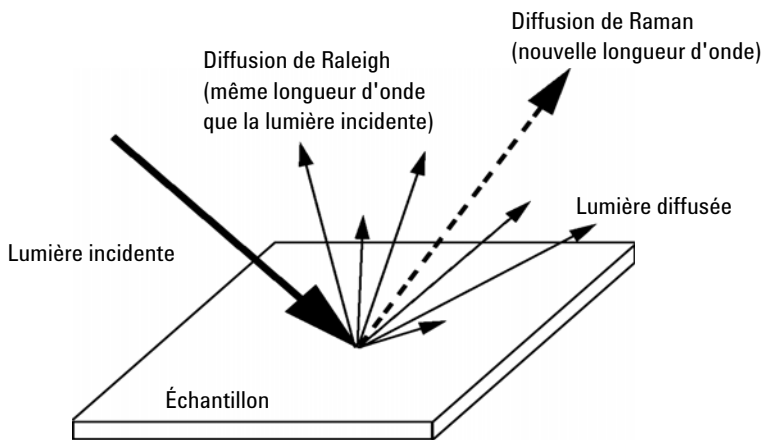


Figure 5 Raman

La différence d'énergie entre la lumière incidente (E_i) et la lumière diffusée par effet Raman (E_s) est égale à l'énergie nécessaire pour modifier l'état vibrationnel de la molécule (c'est-à-dire l'énergie nécessaire pour que la molécule entre en vibration, E_v). La différence d'énergie est appelée décalage Raman.

$$E_v = E_i - E_s$$

On observe souvent plusieurs signaux à décalage Raman différents, chacun associé à différents mouvements de vibration ou de rotation des molécules contenues dans l'échantillon. La molécule et son environnement déterminent les signaux Raman observés (le cas échéant).

Un tracé de l'intensité Raman en fonction du décalage Raman est un spectre Raman.

1 Présentation du détecteur à fluorescence

Unité optique

Unité optique

Tous les éléments du système optique illustrés dans la [Figure 6](#), page 17, y compris la lampe-éclair au xénon, le condenseur d'excitation, la fente d'excitation, le miroir, le réseau d'excitation, la cuve à circulation, le condenseur d'émission, le filtre passe-bande, la fente d'émission, le réseau d'émission et le tube photomultiplicateur se trouvent dans un boîtier métallique à l'intérieur du détecteur. Le détecteur à fluorescence dispose d'un système optique de type réseau/réseau permettant la sélection des longueurs d'onde d'excitation et d'émission. La cuve à circulation est accessible par l'avant du détecteur à fluorescence.

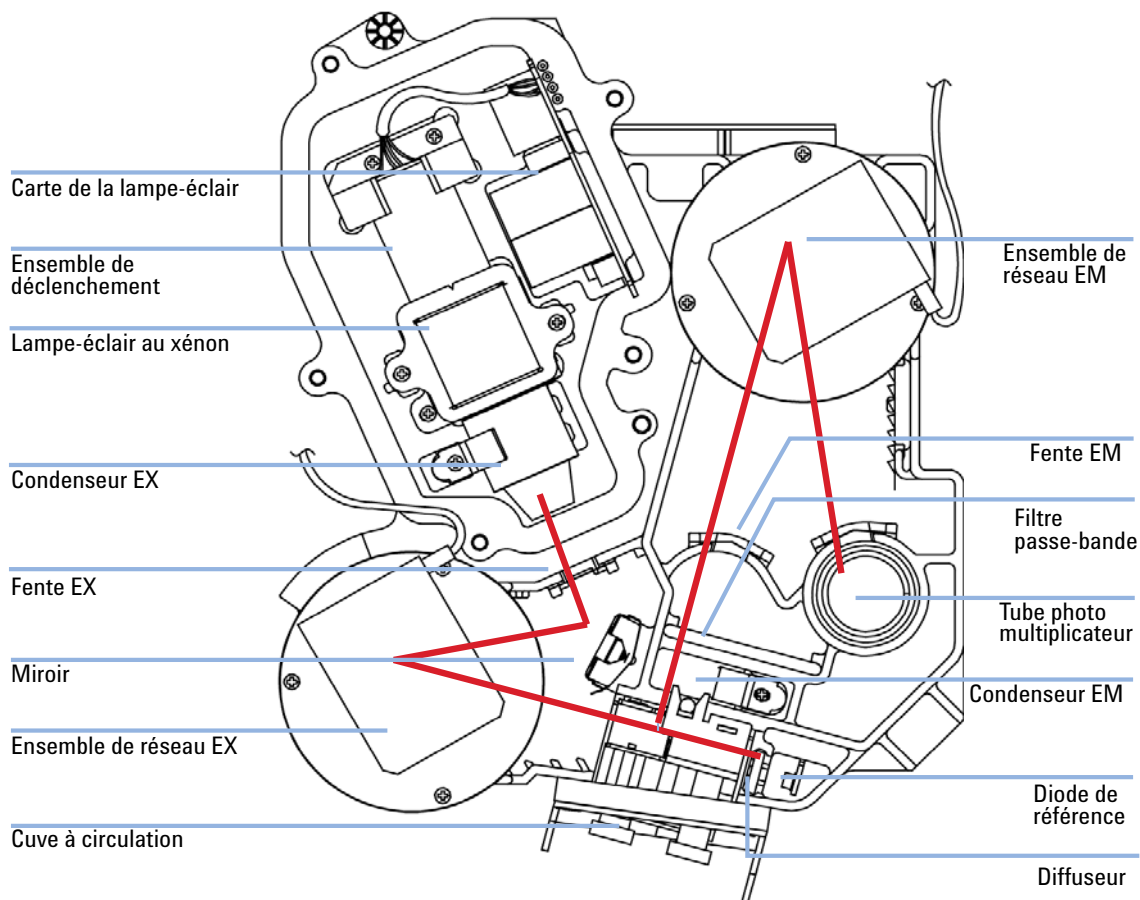


Figure 6 Unité optique

La source de rayonnement est une lampe-éclair au xénon. L'éclair de 3 μs génère un spectre de lumière continu de 200 nm à 900 nm. La distribution de la lumière sortante peut être exprimée sous forme de pourcentages par intervalle de 100 nm (voir [Figure 7](#), page 18). Selon la sensibilité requise, la lampe peut être utilisée pendant environ 1 000 heures. En fonctionnement automatique, vous pouvez économiser la lampe en paramétrant, à partir du clavier, des points de consigne tels que la lampe ne produise des éclairs que pendant l'analyse. Vous pouvez utiliser la lampe tant qu'elle s'allume, mais le niveau de bruit risque d'augmenter avec le temps.

1 Présentation du détecteur à fluorescence

Unité optique

La dégradation des UV (en particulier en dessous de 250 nm) est considérablement plus élevée que la dégradation dans le domaine visible. En général, l'utilisation de l'option "Lampe allumée pendant l'analyse" et du mode "économie" prolonge la vie de la lampe d'un ordre de grandeur.

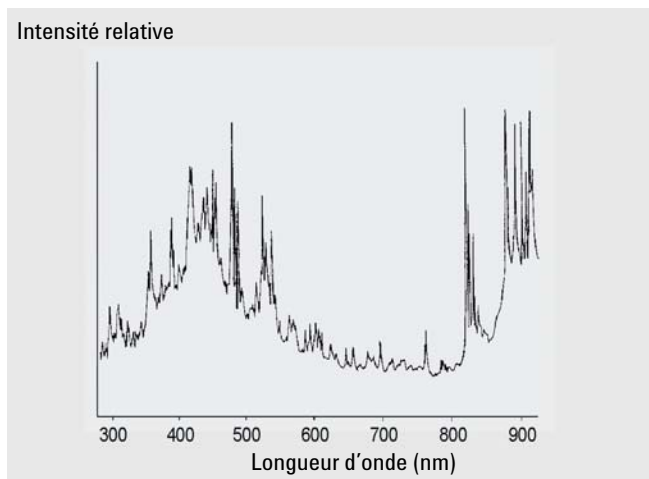


Figure 7 Distribution de l'énergie lumineuse (données du fournisseur)

Le rayonnement émis par la lampe est dispersé et réfléchi par le réseau du monochromateur d'excitation sur la fente d'entrée de la cuve.

Le réseau holographique concave constitue le principal élément du monochromateur chargé de disperser et de réfléchir la lumière incidente. Sa surface est parcourue par de nombreux sillons microscopiques (1 200 sillons par millimètre). Le réseau est de type échelette pour améliorer les performances dans le domaine visible.

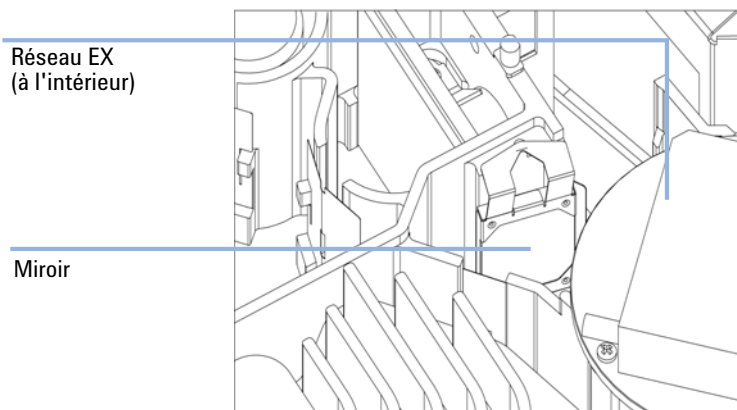


Figure 8 Ensemble miroir

La géométrie des sillons est optimisée pour réfléchir la quasi-totalité de la lumière incidente dans le 1^{er} ordre et la disperser avec une efficacité d'environ 70 % dans le domaine ultraviolet. La plus grande partie des 30 % de lumière restants est réfléchi dans l'ordre zéro, sans dispersion. [Figure 9](#), page 20 illustre le trajet optique à la surface du réseau.

1 Présentation du détecteur à fluorescence

Unité optique

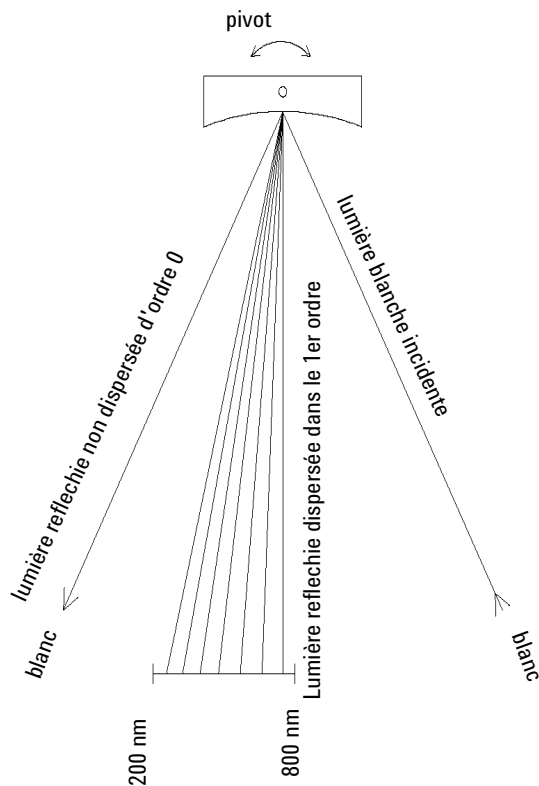


Figure 9 Dispersion de la lumière par un réseau

Le réseau est entraîné en rotation par un moteur à courant continu sans balais à trois phases. La position du réseau détermine la longueur d'onde ou la gamme de longueurs d'onde de la lumière qui frappe la cuve à circulation. On peut programmer le réseau pour qu'il change de position (ce qui provoque un changement de longueur d'onde) au cours d'une analyse.

Pour l'acquisition de spectres et la détection multi-canal, le réseau tourne à la vitesse de 4 000 tours par minute.

Les réseaux d'excitation et d'émission sont de conception similaire, mais présentent des longueurs d'onde d'échelle différentes. Le réseau d'excitation reflète la majeure partie de la lumière dans le 1^{er} ordre dans le domaine ultraviolet aux alentours de 250 nm, tandis que le réseau d'émission réfléchit mieux dans le domaine visible autour de 400 nm.

La cuve à circulation possède un corps en silice fondue massif et peut être soumise à une contre-pression maximale de 20 bar. Une contre-pression excessive entraîne la destruction de la cuve. Il est recommandé de faire fonctionner le détecteur à proximité de l'évacuation, la contre-pression y étant faible. Le corps comporte une fente.

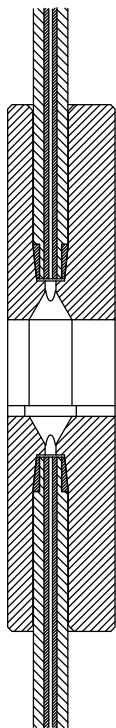


Figure 10 Coupe de la cuve à circulation

La luminescence de l'échantillon présente dans la cuve à circulation est recueillie perpendiculairement à la lumière incidente par une deuxième lentille et traverse une deuxième fente. Avant que la luminescence n'atteigne le monochromateur d'émission, un filtre passe-bande élimine les longueurs d'onde au-dessous d'un certain seuil afin de réduire le bruit dû à la diffusion dans le 1^{er} ordre et la lumière parasite dans le 2^{ème} ordre (voir [Figure 9](#), page 20).

1 Présentation du détecteur à fluorescence

Unité optique

La longueur d'onde sélectionnée est réfléchiée sur la fente d'entrée du photomultiplicateur de l'unité optique. La bande passante de la lumière émise est de 20 nm.

Sur la photocathode (Figure 11, page 22), les photons incidents engendrent des électrons. Ces électrons sont accélérés par un champ électrique produit par plusieurs dynodes arquées. Selon la différence de tension entre les paires de dynodes, un électron incident peut provoquer l'accélération d'autres électrons. Il en découle un effet d'avalanche et en fin de compte le nombre d'électrons produits est tel que l'on peut mesurer un courant. L'amplification est fonction de la tension des dynodes. Elle est contrôlée par microprocesseur et peut être réglée à l'aide de la fonction Gain PMT.

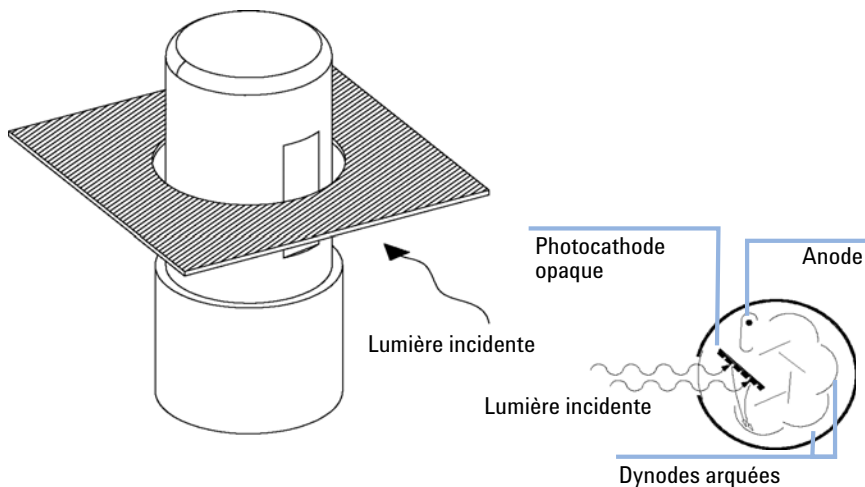


Figure 11 Tube photomultiplicateur

Ce type de photomultiplicateur latéral est compact, ce qui garantit une réponse rapide et préserve les avantages du trajet optique court illustré dans la Figure 6, page 17.

Les tubes photomultiplicateurs sont conçus pour des plages de longueurs d'onde spécifiques. Un PMT standard offre une sensibilité optimale entre 200 et 600 nm. Pour les longueurs d'onde supérieures, l'utilisation d'un PMT sensible au rouge peut améliorer les performances.

Système de référence

Une diode de référence (située derrière la cuve à circulation) mesure la lumière d'excitation (EX) transmise par la cuve, puis corrige les fluctuations de la lampe et les décalages d'intensité à long terme. La diode délivrant un signal non linéaire (en fonction de la longueur d'onde EX), les mesures sont normalisées.

Un diffuseur est situé devant la diode de référence (voir [Figure 6](#), page 17). Ce diffuseur en quartz réduit la lumière et permet d'effectuer une mesure intégrale de la lumière.

Informations analytiques découlant des données primaires

Nous savons maintenant comment sont acquises, dans l'unité optique, les données primaires concernant votre échantillon. Mais comment utiliser ces informations en chimie analytique ? Selon la chimie de votre application, la luminescence mesurée par le détecteur à fluorescence a des caractéristiques différentes. Vous devez décider, sur la base de votre connaissance de l'échantillon, quel mode de détection vous voulez utiliser.

Détection de fluorescence

Quand la lampe produit un éclair, les composés fluorescents de l'échantillon émettent presque simultanément un rayonnement (voir [Figure 12](#), page 24). Le phénomène de luminescence étant très limité dans le temps, le détecteur à fluorescence n'acquiert des données que sur une courte période de temps après l'éclair de la lampe.

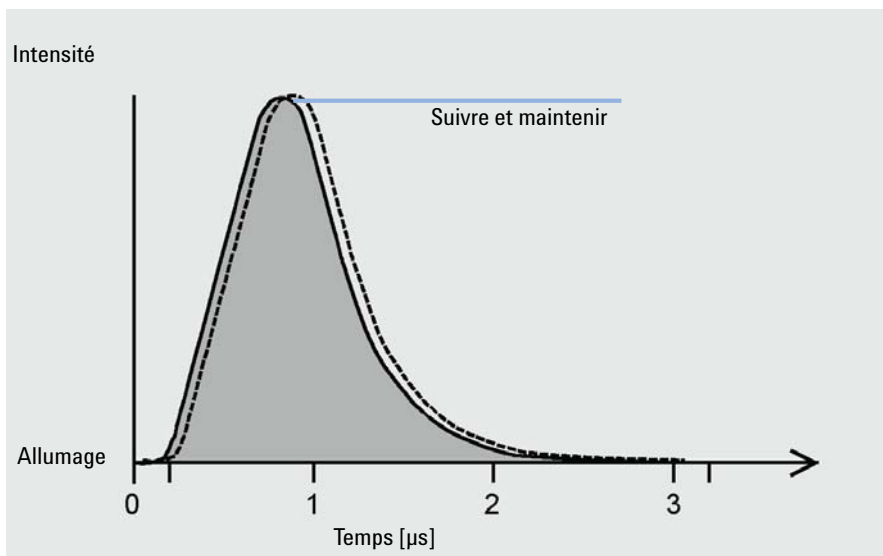


Figure 12 Mesure de fluorescence

Détection de phosphorescence

Un jeu de paramètres approprié est utilisé dès que vous choisissez le mode de détection de phosphorescence (points de consigne spéciaux dans Paramètres du FLD).

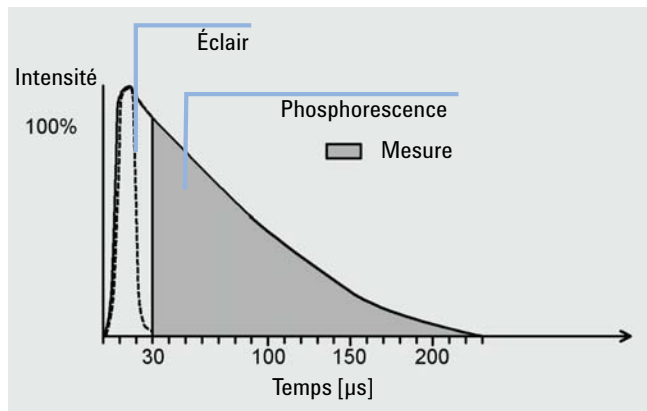


Figure 13 Mesure de phosphorescence

Traitement des données brutes

Si la lampe produit des éclairs à une longueur d'onde unique et à une puissance élevée, la fréquence d'acquisition de fluorescence est alors de 296 Hz. Cela signifie que votre échantillon est illuminé 296 fois par seconde et que toute luminescence produite par les composants élués hors de la colonne est mesurée 296 fois par seconde.

En mode Économie ou Multi-canal, la fréquence des éclairs est de 74 Hz.

1 Présentation du détecteur à fluorescence

Informations analytiques découlant des données primaires

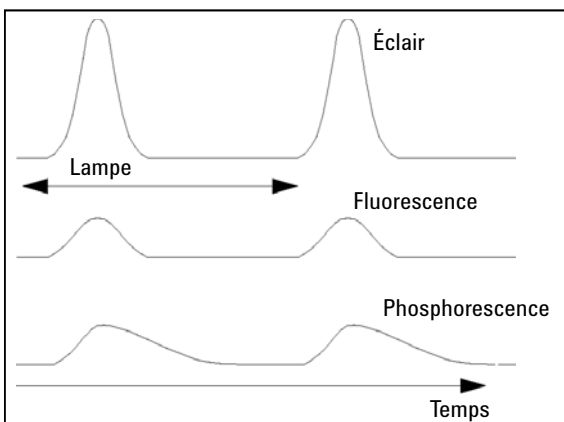


Figure 14 LAMPE : Fréquence des éclairs, fluorescence et phosphorescence

Vous pouvez améliorer le rapport signal/bruit en désactivant le mode Économie.

REMARQUE

Si le mode Économie est désactivé, la durée de vie de la lampe sera considérablement réduite. Prolongez la durée de vie de la lampe en l'éteignant après l'analyse.

La résolution des données est de 20 bits pour un temps de réponse de 4 secondes (temps de réponse par défaut équivalent à une constante de temps de 1,8 seconde et approprié dans des conditions chromatographiques standard). Les signaux faibles peuvent entraîner des erreurs de quantification dues à une résolution insuffisante. Vérifiez le gain PMT que l'on vous propose. S'il est très différent de la valeur de votre paramètre, changez de méthode ou vérifiez la pureté de votre solvant. Voir aussi « [Détermination de la meilleure amplification du signal](#) », page 122.

Vous pouvez utiliser le paramètre Gain PMT pour amplifier le signal. Un nombre d'électrons proportionnel au gain PMT est produit pour chaque photon qui atteint le photomultiplicateur. Vous pouvez quantifier les pics petits et grands sur un même chromatogramme en modifiant le paramètre Gain au cours de l'analyse dans un tableau de chronogramme.

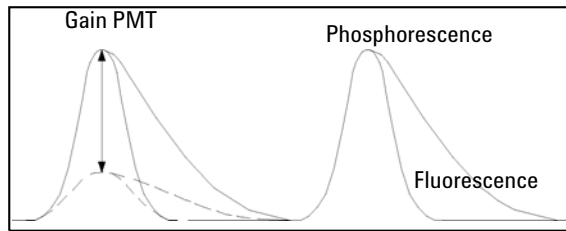


Figure 15 Gain PMT : Amplification du signal

Vérifiez le gain PMT que l'on vous propose. Si le gain proposé s'écarte de plus de 2 du gain de la méthode, vous devez corriger la méthode.

Chaque pas de réglage du gain PMT (de 0 à 18) correspond approximativement à un doublement du signal. Pour optimiser l'amplification pour le pic avec l'émission la plus importante, augmentez la valeur du paramètre Gain PMT jusqu'à obtenir le meilleur rapport signal/bruit.

Une fois les photons multipliés et convertis en un signal électronique, le signal (analogique) est suivi et maintenu au-delà du photomultiplicateur. Ensuite, le signal est converti par un convertisseur A/N pour donner un point de données brut (numérique). Onze de ces points de données sont regroupés au cours de la première étape du traitement des données. Le groupement des données améliore le rapport signal/bruit.

Les données groupées, qui apparaissent sous forme de gros points noirs dans la [Figure 16](#), page 28, sont ensuite filtrées à l'aide d'un filtre boxcar. Les données sont lissées, sans être réduites, en prenant la moyenne d'un certain nombre de points. La moyenne des mêmes points moins le premier plus le suivant, et ainsi de suite, est calculée de sorte qu'il y ait autant de points groupés et filtrés que de points groupés à l'origine. Vous pouvez définir la longueur de l'élément boxcar à l'aide de la fonction Temps de Réponse : plus le temps de réponse est long et plus le nombre de points pour lequel la moyenne est calculée est grand. Une augmentation d'un facteur quatre du paramètre Temps de réponse (par exemple, 1 s à 4 s) double le rapport signal/bruit.

1 Présentation du détecteur à fluorescence

Informations analytiques découlant des données primaires

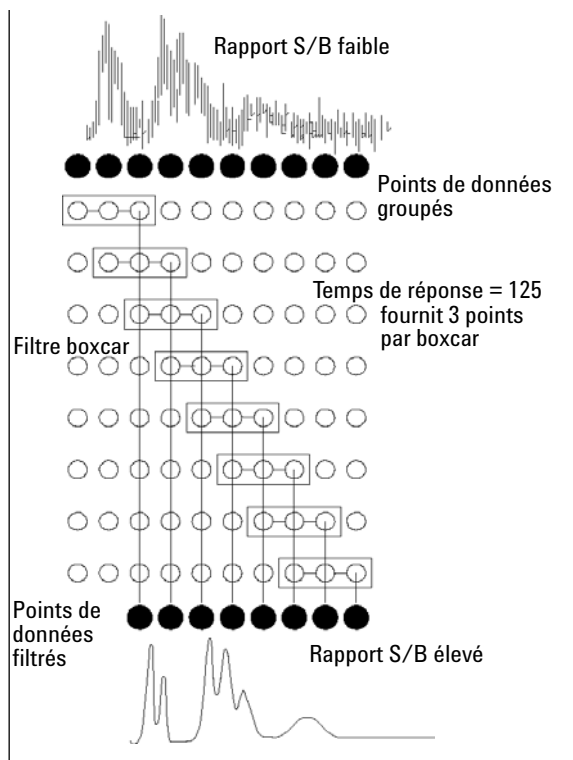


Figure 16 Temps de Réponse : Rapport signal/bruit

Présentation du système

Gestion des fuites et déchets

Les instruments Infinity série 1200 ont été conçus pour permettre une évacuation sans danger des fuites et des déchets. Il importe que tous les principes de sécurité soient bien compris et les consignes respectées.

1 Présentation du détecteur à fluorescence

Présentation du système

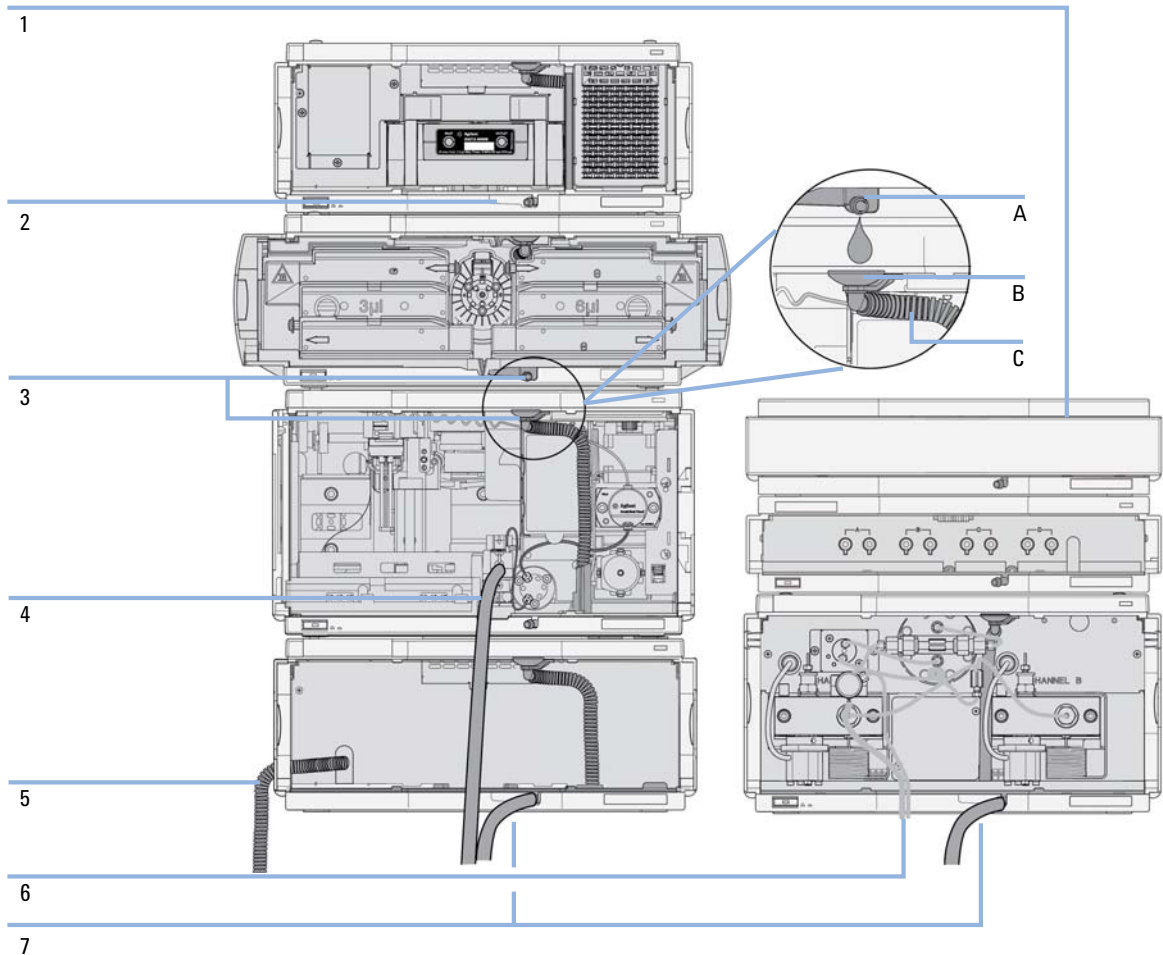


Figure 17 Principe d'évacuation des fuites et des déchets (vue d'ensemble, exemple d'une configuration en pile classique)

Le compartiment à solvants (1) est conçu pour contenir un volume maximal de 6 L de solvant. Le volume maximal d'un flacon donné placé dans le compartiment à solvants ne doit pas dépasser 2,5 L. Pour de plus amples détails, consultez les recommandations d'utilisation pour les cabinets à solvants Agilent Infinity série 1200 (une copie imprimée de ces recommandations est expédiée avec le cabinet à solvants et des copies électroniques sont accessibles sur Internet).

Le bac de récupération (2) (conçu sur mesure pour chaque module) dirige les solvants vers l'avant du module. Cela permet d'éviter tout écoulement de liquide sur les composants internes (p. ex. la cuve à circulation du détecteur). Le capteur de fuites du bac de récupération arrête le système dès que le niveau de détection de fuite est atteint.

Le port de sortie du bac de récupération (3, A) dirige tout surplus de solvant d'un module à l'autre par l'intermédiaire de l'entonnoir de fuites du module suivant (3, B) jusqu'au tuyau d'évacuation souple (3, C). Le tuyau d'évacuation souple dirige le solvant vers le collecteur de fuites et le capteur de fuites du module d'en dessous.

Le tuyau d'évacuation du port de lavage de l'aiguille de l'échantillonneur (4) dirige les solvants vers l'évacuation.

La sortie du tuyau d'évacuation de condensation du refroidisseur de l'échantillonneur automatique (5) dirige les liquides condensés vers l'évacuation.

Le tuyau d'évacuation de la vanne de purge (6) dirige les solvants vers l'évacuation.

Le tuyau d'évacuation relié à la sortie du bac de récupération de chacun des instruments en bas de la pile (7) dirige le solvant vers un récipient à déchets approprié.

Matériaux Bio-Inert

Pour le système CPL Agilent Infinity Bio-Inert 1260, Agilent Technologies utilise des matériaux de qualité optimale pour le circuit (également appelés pièces mouillées). Ces matériaux sont largement acceptés par les biologistes car réputés pour leur inertie optimale par rapport aux échantillons biologiques et garantissant la meilleure compatibilité avec les échantillons et les solvants courants sur une large plage de pH. En clair, le circuit tout entier est dépourvu d'acier inoxydable et d'autres alliages contenant des métaux tels que le fer, le nickel, le cobalt, le chrome, le molybdène ou le cuivre, susceptibles d'interférer avec les échantillons biologiques. Le circuit en aval de l'introduction des échantillons ne contient aucun métal quel qu'il soit.

Tableau 2 Matériaux Bio-Inert utilisés dans les systèmes Agilent Infinity série 1260

Module	Matériaux
Pompe quaternaire Agilent Infinity Bio-Inert série 1260 (G5611A)	Titane, or, platine iridié, céramique, rubis, PTFE, PEEK
Échantillonneur automatique haute performance Agilent Infinity Bio-Inert série 1260 (G5667A)	En amont de l'introduction des échantillons : • Titane, or, PTFE, PEEK, céramique En aval de l'introduction des échantillons : • PEEK, céramique
Injecteur manuel Agilent Infinity Bio-Inert série 1260 (G5628A)	PEEK, céramique
Collecteur de fraction analytique Agilent Infinity Bio-Inert série 1260 (G5664A)	PEEK, céramique, PTFE
Cuves à circulation Bio-Inert :	
Cuve à circulation standard bio-inert, 10 mm, 13 µL, 120 bar (12 MPa) pour MWD/DAD, comprend cuves de circulation BIO du kit de capillaires (réf. G5615-68755) (G5615-60022) (pour détecteurs à barrette de diodes DAD Agilent Infinity série 1260 G1315C/D)	PEEK, céramique, saphir, PTFE

Tableau 2 Matériaux Bio-Inert utilisés dans les systèmes Agilent Infinity série 1260

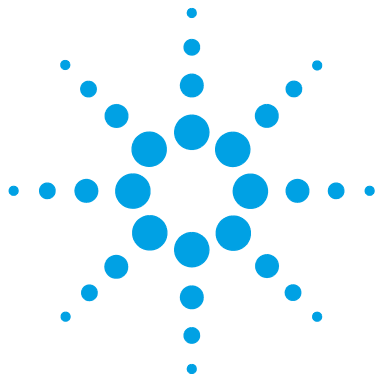
Module	Matériaux
<p>Cuve de type cartouche Max-Light Bio-inert (10 mm, V(s) 1.0 µL) (G5615-60018) et Cuve de type cartouche Max-Light Bio-inert (60 mm, V(s) 4.0 µL) (G5615-60017) (pour détecteurs à barrette de diodes DAD Agilent Infinity série 1200 G4212A/B)</p>	PEEK, silice fondue
<p>La cuve à circulation Bio-Inert, 8 µL, 20 bar (pH 1–12) comprend un kit de capillaires pour cuves à circulation BIO (réf. G5615-68755) (G5615-60005) (pour détecteur à fluorescence FLD Agilent Infinity 1260 G1321B)</p>	PEEK, silice fondue, PTFE
<p>Échangeur de chaleur Bio-Inert G5616-60050 (pour compartiment de colonne thermostaté Agilent Infinity série 1290 G1316C)</p>	PEEK (revêtement acier)
<p>Têtes de vanne Bio-Inert</p>	G4235A, G5631A, G5639A : PEEK, céramique (à base de Al ₂ O ₃)
<p>Capillaires de connexion Bio-Inert</p>	<p>En amont de l'introduction des échantillons :</p> <ul style="list-style-type: none"> • Titane <p>En aval de l'introduction des échantillons :</p> <ul style="list-style-type: none"> • Agilent utilise des capillaires en PEEK recouverts d'acier inoxydable qui maintiennent le circuit à l'abri de l'acier et assurent la stabilité de la pression jusqu'à 600 bar au moins.

REMARQUE

Afin de garantir une biocompatibilité optimale de votre système CPL Agilent Infinity Bio-Inert 1260, n'intégrez pas de modules ou de pièces standard non inertes au circuit. N'utilisez aucune pièce non étiquetée Agilent "Bio-Inert". Pour la compatibilité des solvants avec ces matériaux, reportez-vous à « [Informations sur les solvants pour les pièces du système CPL 1260 Infinity Bio-Inert](#) », page 111.

1 Présentation du détecteur à fluorescence

Matériaux Bio-Inert



2 Exigences et spécifications relatives au site

Exigences relatives au site	36
Caractéristiques physiques	39
Caractéristiques de performance	40

Ce chapitre fournit des informations concernant les exigences d'ordre environnemental, ainsi que les caractéristiques techniques et les performances.



Exigences relatives au site

Un environnement adéquat est indispensable pour obtenir des performances optimales de l'instrument.

Remarques sur l'alimentation

L'alimentation du module a une plage de tolérance étendue. Elle accepte toute tension de secteur située dans la plage décrite dans le [Tableau 3](#), page 39. Par conséquent, l'arrière du module ne comporte pas de sélecteur de tension. Le module d'alimentation intégrant des fusibles électroniques automatiques, il n'y a pas non plus de fusibles externes accessibles.

AVERTISSEMENT

Il existe un danger d'électrocution ou de dégât matériel sur votre instrument si l'appareil est alimenté sous une tension de secteur supérieure à celle spécifiée.

→ Raccordez votre instrument à la tension spécifiée uniquement.

AVERTISSEMENT

Le module est partiellement activé lorsqu'il est éteint, tant que le câble d'alimentation reste branché.

Certaines réparations sur le module peuvent occasionner des blessures, par exemple une électrocution, si le capot est ouvert lorsque le module est sous tension.

→ Débranchez toujours le câble d'alimentation avant d'ouvrir le capot.

→ Ne rebranchez pas le câble d'alimentation avant que les capots ne soient remis en place.

ATTENTION

Accessibilité de l'embase d'alimentation.

En cas d'urgence, il doit être possible de débrancher à tout instant l'instrument du secteur.

- Veillez à faciliter l'accès à la prise d'alimentation de l'instrument et le débranchement de ce dernier.
 - Laissez un espace suffisant au niveau de la prise d'alimentation de l'instrument pour débrancher le câble.
-

Câbles d'alimentation

Différents câbles d'alimentation sont proposés en option avec le module. L'extrémité femelle est la même pour tous les câbles. Elle se branche dans l'embase d'alimentation à l'arrière du module. L'extrémité mâle, destinée à être branchée à la prise de courant murale, varie selon le pays ou la région.

AVERTISSEMENT

Absence de mise à la terre ou utilisation d'un câble d'alimentation non recommandé

L'absence de mise à la terre ou l'utilisation d'un câble d'alimentation non recommandé peut entraîner des chocs électriques ou des courts-circuits.

- N'utilisez jamais une prise de courant sans mise à la terre.
 - N'utilisez jamais de câble d'alimentation autre que le modèle Agilent Technologies destiné à votre pays.
-

AVERTISSEMENT

Utilisation de câbles non fournis

L'utilisation de câbles non fournis par Agilent Technologies risque d'endommager les composants électroniques ou d'entraîner des blessures.

- Pour un bon fonctionnement et le respect des normes de sécurité et CEM (compatibilité électromagnétique), utilisez exclusivement les câbles fournis par Agilent Technologies.
-

2 Exigences et spécifications relatives au site

Exigences relatives au site

AVERTISSEMENT

Utilisation non prévue pour les câbles d'alimentation fournis

L'utilisation de câble d'alimentation à des fins non prévues peut entraîner des blessures corporelles ou endommager des équipements électroniques.

- Ne jamais utiliser le câble d'alimentation qu'Agilent Technologies fournit avec cet instrument pour alimenter un autre équipement.
-

Encombrement

Les dimensions et le poids du module (voir [Tableau 3](#), page 39) vous permettent de le placer sur pratiquement n'importe quelle paillasse de laboratoire. Il requiert un espace supplémentaire de 2,5 cm des deux côtés et d'environ 8 cm à l'arrière pour la circulation d'air et les raccordements électriques.

Si la paillasse doit accueillir un système HPLC complet, assurez-vous qu'elle peut supporter le poids de tous les modules.

Le module doit fonctionner en position horizontale.

Condensation

ATTENTION

Condensation à l'intérieur du module

La condensation endommage les circuits électroniques du système.

- Ne pas entreposer, transporter ou utiliser votre module dans des conditions où les fluctuations de température peuvent provoquer de la condensation à l'intérieur du module.
 - Si le module a été transporté par temps froid, ne la sortez pas de son emballage et laissez-la atteindre progressivement la température ambiante pour éviter toute condensation.
-

Caractéristiques physiques

Tableau 3 Caractéristiques physiques

Type	Spécification	Commentaires
Poids	11,5 kg	
Dimensions (hauteur × largeur × profondeur)	140 x 345 x 435 mm	
Tension secteur	100 – 240 VAC, ± 10 %	Plage de tensions étendue
Fréquence secteur	50 ou 60 Hz, ± 5 %	
Puissance consommée	180 VA / 70 W / 239 BTU	Maximum
Température ambiante de fonctionnement	0 - 40 °C (32 - 104 °F)	
Température ambiante hors fonctionnement	-40 – 70 °C	
Humidité	< 95 % à 40 °C	Sans condensation
Altitude de fonctionnement	Jusqu'à 2000 m	
Altitude hors fonctionnement	Jusqu'à 4600 m	Pour l'entreposage du module
Normes de sécurité : CEI, CSA, UL	Catégorie d'installation II, degré de pollution 2	Utilisation intérieure uniquement.

Caractéristiques de performance

Tableau 4 Caractéristiques de performance du détecteur à fluorescence Agilent Infinity 1260 (G1321B)

Type	Caractéristique	Commentaires
Type de détection	Détecteur à fluorescence multi-canal avec capacités rapides de balayage et d'analyse des données spectrales en ligne	
Caractéristiques de performance	<p>Fonctionnement mono-canal :</p> <ul style="list-style-type: none"> • RAMAN (H₂O) > 500 (bruit de référence mesuré au signal) Ex = 350 nm, Em = 397 nm, valeur d'obscurité 450 nm, cuve à circulation standard • RAMAN (H₂O) > 3000 (bruit de référence mesuré à la valeur d'obscurité) Ex = 350 nm, Em = 397 nm, valeur d'obscurité 450 nm, cuve à circulation standard <p>Fonctionnement à deux canaux : RAMAN (H₂O) > 300 Ex 350 nm, Em 397 nm et Ex 350 nm, Em 450 nm, cuve à circulation standard.</p>	voir la remarque sous ce tableau voir Manuel d'entretien
Source de lumière	Lampe-éclair au xénon, mode normal 20 W, mode économie 5 W, durée de vie 4000 h	
Fréquence des impulsions	296 Hz en mode mono-canal 74 Hz en mode économie	
Fréquence d'acquisition maximale	74 Hz, 145 Hz	145 Hz avec micrologiciel A.06.54 ou supérieur

Tableau 4 Caractéristiques de performance du détecteur à fluorescence Agilent Infinity 1260 (G1321B)

Type	Caractéristique	Commentaires
Monochromateur d'excitation	Plage : réglable de 200 nm à 1200 nm et d'ordre zéro Bande passante : 20 nm (fixe) Monochromateur : réseau holographique concave, F/1,6, de type échelle : 300 nm	
Monochromateur d'émission	Plage : réglable de 200 nm à 1200 nm et d'ordre zéro Bande passante : 20 nm (fixe) Monochromateur : réseau holographique concave, F/1,6, de type échelle : 400 nm	
Système de référence	mesure d'excitation en ligne	
Chronogramme	Jusqu'à 4 longueurs d'onde, temps de réponse, gain PMT, comportement de la ligne de base (modifié, libre, zéro), paramètres spectraux	
Acquisition de spectres	Spectres d'excitation ou d'émission Vitesse de balayage : 28 ms par point de données (p. ex. 0,6 s/spectre 200 – 400 nm, 10 nm pas) Valeur du pas : 1 – 20 nm Spectres stockés : Tous	
Caractéristiques de longueur d'onde	Répétabilité +/- 0,2 nm Précision +/- 3 nm par réglage	

2 Exigences et spécifications relatives au site

Caractéristiques de performance

Tableau 4 Caractéristiques de performance du détecteur à fluorescence Agilent Infinity 1260 (G1321B)

Type	Caractéristique	Commentaires
Cuves à circulation	Standard : 8 µL volume et pression maximale de 20 bar (2 MPa), bloc de silice fusionné En option : <ul style="list-style-type: none"> • Cuvette à fluorescence pour mesures spectroscopiques hors ligne à l'aide de la seringue de 1 mL d'un volume de 8 µL • Bio-Inert 8 µL volume et pression maximale de 20 bar (2 MPa), (pH de 1 à 12) • Micro : 4 µL volume et pression maximale de 20 bar (2 MPa) 	
Contrôle et évaluation des données	Agilent ChemStation pour CPL, Agilent Instant Pilot G4208A avec capacités d'analyse des données spectrales et d'impression de spectre limitées	
Sorties analogiques	Enregistreur/intégrateur : 100 mV ou 1 V, plage de sortie > 100 LU, deux sorties	100 LU est la plage recommandée, voir "Échelle et conditions de fonctionnement du FLD"
Communications	Bus CAN, RS-232C, LAN, APG Commande à distance : signaux prêt, démarrage, arrêt et mise hors tension	
Sécurité et maintenance	Une assistance complète pour le dépannage et la maintenance est fournie par Instant Pilot, Agilent Lab Advisor et le système de données chromatographiques. Les fonctions de sécurité sont la détection des fuites, l'évacuation des fuites, le signal de détection des fuites pour arrêt du système de pompage et les basses tensions dans les zones de maintenance principales.	

Tableau 4 Caractéristiques de performance du détecteur à fluorescence Agilent Infinity 1260 (G1321B)

Type	Caractéristique	Commentaires
Fonctionnalités BPL	Maintenance préventive (EMF) pour le suivi continu de l'utilisation de l'instrument en matière de durée d'utilisation des lampes avec des limites réglables par l'utilisateur et des messages d'information. Enregistrement électronique des opérations de maintenance et des erreurs. Vérification de la précision de longueur d'onde à l'aide de la bande Raman de l'eau.	
Boîtier	Utilisation exclusive de matériaux recyclables.	
Environnement	0 – 40 °C température constante à une humidité < 95 % (sans condensation)	
Dimensions	140 mm x 345 mm x 435 mm (5,5" x 13,5" x 17".) (hauteur x largeur x profondeur)	
Poids	11,5 kg (25,5 lbs)	

2 Exigences et spécifications relatives au site

Caractéristiques de performance

Tableau 5 Caractéristiques de performance du détecteur à fluorescence Agilent Infinity 1260 (G1321C)

Type	Caractéristique	Commentaires
Type de détection	Signal mono-canal (excitation et émission)	Détecteur à fluorescence mono-canal programmable (excitation et émission)
Caractéristiques de performance	<p>Fonctionnement mono-canal :</p> <ul style="list-style-type: none"> • RAMAN (H₂O) > 500 (bruit de référence mesuré au signal) Ex = 350 nm, Em = 397 nm, valeur d'obscurité 450 nm, cuve à circulation standard • RAMAN (H₂O) > 3000 (bruit de référence mesuré à la valeur d'obscurité) Ex = 350 nm, Em = 397 nm, valeur d'obscurité 450 nm, cuve à circulation standard 	voir la remarque sous ce tableau voir Manuel d'entretien
Source de lumière	Lampe-éclair au xénon, mode normal 20 W, mode économie 5 W, durée de vie 4000 h	
Fréquence des impulsions	296 Hz en mode mono-canal 74 Hz en mode économie	
Fréquence d'acquisition maximale	74 Hz	
Monochromateur d'excitation	Plage : réglable de 200 nm à 1200 nm et d'ordre zéro Bande passante : 20 nm (fixe) Monochromateur : réseau holographique concave, F/1,6, de type échelle : 300 nm	

Tableau 5 Caractéristiques de performance du détecteur à fluorescence Agilent Infinity 1260 (G1321C)

Type	Caractéristique	Commentaires
Monochromateur d'émission	Plage : réglable de 200 nm à 1200 nm et d'ordre zéro Bande passante : 20 nm (fixe) Monochromateur : réseau holographique concave, F/1,6, de type échelle : 400 nm	
Système de référence	mesure d'excitation en ligne	
Chronoprogrammation	Jusqu'à 4 longueurs d'onde, temps de réponse, gain PMT, comportement de la ligne de base (modifié, libre, zéro), paramètres spectraux	
Caractéristiques de longueur d'onde	Répétabilité +/- 0,2 nm Précision +/- 3 nm par réglage	
Cuves à circulation	Standard : 8 µL volume et pression maximale de 20 bar (2 MPa), bloc de silice fusionné En option : <ul style="list-style-type: none"> • Cuvette à fluorescence pour mesures spectroscopiques hors ligne à l'aide de la seringue de 1 mL d'un volume de 8 µL • Bio-Inert 8 µL volume et pression maximale de 20 bar (2 MPa), (pH de 1 à 12) • Micro : 4 µL volume et pression maximale de 20 bar (2 MPa) 	
Contrôle et évaluation des données	Agilent ChemStation pour CPL, Agilent Instant Pilot G4208A avec capacités d'analyse des données spectrales et d'impression de spectre limitées	
Sorties analogiques	Enregistreur/intégrateur : 100 mV ou 1 V, plage de sortie > 100 LU, deux sorties	100 LU est la plage recommandée, voir "Échelle et conditions de fonctionnement du FLD"

2 Exigences et spécifications relatives au site

Caractéristiques de performance

Tableau 5 Caractéristiques de performance du détecteur à fluorescence Agilent Infinity 1260 (G1321C)

Type	Caractéristique	Commentaires
Communications	Bus CAN, RS-232C, LAN, APG Commande à distance : signaux prêt, démarrage, arrêt et mise hors tension	
Sécurité et maintenance	Une assistance complète pour le dépannage et la maintenance est fournie par Instant Pilot, Agilent Lab Advisor et le système de données chromatographiques. Les fonctions de sécurité sont la détection des fuites, l'évacuation des fuites, le signal de détection des fuites pour arrêt du système de pompage et les basses tensions dans les zones de maintenance principales.	
Fonctionnalités BPL	Maintenance préventive (EMF) pour le suivi continu de l'utilisation de l'instrument en matière de durée d'utilisation des lampes avec des limites réglables par l'utilisateur et des messages d'information. Enregistrement électronique des opérations de maintenance et des erreurs. Vérification de la précision de longueur d'onde à l'aide de la bande Raman de l'eau.	
Boîtier	Utilisation exclusive de matériaux recyclables.	
Environnement	0 – 40 °C température constante à une humidité < 95 % (sans condensation)	
Dimensions	140 mm x 345 mm x 435 mm (5,5" x 13,5" x 17".) (hauteur x largeur x profondeur)	
Poids	11,5 kg (25,5 lbs)	

Tableau 6 Caractéristiques de performances du détecteur à fluorescence Agilent série 1200 (G1321A)

Type	Caractéristique	Commentaires
Type de détection	Détecteur à fluorescence multi-canal avec capacités rapides de balayage et d'analyse des données spectrales en ligne	
Caractéristiques de performance	<p>Fonctionnement mono-canal :</p> <ul style="list-style-type: none"> • RAMAN (H₂O) > 500 (bruit de référence mesuré au signal) <p>Ex = 350 nm, Em = 397 nm, valeur d'obscurité 450 nm, cuve à circulation standard</p> <p>Fonctionnement à deux canaux : RAMAN (H₂O) > 300 Ex 350 nm, Em 397 nm et Ex 350 nm, Em 450 nm, cuve à circulation standard.</p>	voir la remarque sous ce tableau voir Manuel d'entretien
Source de lumière	Lampe-éclair au xénon, mode normal 20 W, mode économie 5 W, durée de vie 4000 h	
Fréquence des impulsions	296 Hz en mode mono-canal 74 Hz en mode économie	
Fréquence d'acquisition maximale	37 Hz	
Monochromateur d'excitation	Plage : réglable de 200 nm à 1200 nm et d'ordre zéro Bande passante : 20 nm (fixe) Monochromateur : réseau holographique concave, F/1,6, de type échelle : 300 nm	
Monochromateur d'émission	Plage : réglable de 200 nm à 1200 nm et d'ordre zéro Bande passante : 20 nm (fixe) Monochromateur : réseau holographique concave, F/1,6, de type échelle : 400 nm	
Système de référence	mesure d'excitation en ligne	

2 Exigences et spécifications relatives au site

Caractéristiques de performance

Tableau 6 Caractéristiques de performances du détecteur à fluorescence Agilent série 1200 (G1321A)

Type	Caractéristique	Commentaires
Chronoprogrammation	Jusqu'à 4 longueurs d'onde, temps de réponse, gain PMT, comportement de la ligne de base (modifié, libre, zéro), paramètres spectraux	
Acquisition de spectres	Spectres d'excitation ou d'émission Vitesse de balayage : 28 ms par point de données (p. ex. 0,6 s/spectre 200 – 400 nm, 10 nm pas) Valeur du pas : 1 – 20 nm Spectres stockés : Tous	
Caractéristiques de longueur d'onde	Répétabilité +/- 0,2 nm Précision +/- 3 nm par réglage	
Cuves à circulation	Standard : 8 µL volume et pression maximale de 20 bar (2 MPa), bloc de silice fusionné En option : <ul style="list-style-type: none"> • Cuvette à fluorescence pour mesures spectroscopiques hors ligne à l'aide de la seringue de 1 mL d'un volume de 8 µL • Bio-Inert 8 µL volume et pression maximale de 20 bar (2 MPa), (pH de 1 à 12) • Micro : 4 µL volume et pression maximale de 20 bar (2 MPa) 	
Contrôle et évaluation des données	Agilent ChemStation pour CPL, Agilent Instant Pilot G4208A avec capacités d'analyse des données spectrales et d'impression de spectre limitées	
Sorties analogiques	Enregistreur/intégrateur : 100 mV ou 1 V, plage de sortie > 100 LU, deux sorties	100 LU est la plage recommandée, voir "Échelle et conditions de fonctionnement du FLD"

Tableau 6 Caractéristiques de performances du détecteur à fluorescence Agilent série 1200 (G1321A)

Type	Caractéristique	Commentaires
Communications	Bus CAN, RS-232C, LAN, APG Commande à distance : signaux prêt, démarrage, arrêt et mise hors tension	
Sécurité et maintenance	Diagnostics étendus, détection et affichage des erreurs (par Instant Pilot G4208A et ChemStation), détection des fuites, évacuation des fuites, signal de sortie des fuites pour l'arrêt du système de pompage. Basses tensions dans les zones de maintenance principales.	
Fonctionnalités BPL	Maintenance préventive (EMF) pour le suivi continu de l'utilisation de l'instrument en matière de durée d'utilisation des lampes avec des limites réglables par l'utilisateur et des messages d'information. Enregistrement électronique des opérations de maintenance et des erreurs. Vérification de la précision de longueur d'onde à l'aide de la bande Raman de l'eau.	
Boîtier	Utilisation exclusive de matériaux recyclables.	
Environnement	0 – 40 °C température constante à une humidité < 95 % (sans condensation)	
Dimensions	140 mm x 345 mm x 435 mm (5,5" x 13,5" x 17".) (hauteur x largeur x profondeur)	
Poids	11,5 kg (25,5 lbs)	

2 Exigences et spécifications relatives au site

Caractéristiques de performance



3 Installation du module

Déballage du module	52
Optimisation de la configuration de la pile de modules	54
Configuration en une seule pile	55
Configuration en deux piles	57
Informations sur l'évacuation des fuites et des déchets	59
Installation du module	63
Raccordements des liquides au module	66

Ce chapitre fournit des informations concernant la configuration de la pile de modules conseillée pour votre système et l'installation de votre module.



Déballage du module

Emballage endommagé

Si l'emballage de livraison présente des signes de dommages externes, contactez immédiatement votre revendeur Agilent Technologies. Informez-en également votre ingénieur de maintenance Agilent.

ATTENTION

Problèmes « Défectueux à l'arrivée »

Ne pas installer le module s'il présente des signes de dommages. Agilent doit effectuer une vérification afin de déterminer si l'instrument est en bon état ou endommagé.

- Prévenez le revendeur et le service après-vente Agilent en cas de dommages.
 - Un technicien de maintenance Agilent inspectera l'instrument dans vos locaux et fera le nécessaire.
-

Liste de contrôle de livraison

Assurez-vous que toutes les pièces et matériels ont été livrés avec le module. La liste de contrôle de livraison est reproduite ci-après.

Pour connaître la désignation des pièces, consultez les tableaux et les illustrations à la section « [Pièces pour la maintenance](#) », page 205

Signalez toute pièce manquante ou détériorée à votre service commercial/après-vente Agilent Technologies.

Tableau 7 Liste de contrôle Détecteur

Description	Quantité
Détecteur	1
Câble d'alimentation	1
Câble CAN	1
Cuve à circulation	selon commande
Cuve à circulation/cuvette optionnelle	selon commande
<i>Manuel d'utilisation</i>	sur le CD Documentation (expédié avec la livraison ; commun à plusieurs modules)
Kit d'accessoires (voir la section « Kit d'accessoires standard », page 208)	1

3 Installation du module

Optimisation de la configuration de la pile de modules

Optimisation de la configuration de la pile de modules

Si votre module fait partie d'un chromatographe en phase liquide complet Agilent 1260 Infinity, vous pourrez obtenir une performance optimale en installant les configurations suivantes. Ces configurations optimisent le circuit du système garantissant ainsi un volume de retard minimal.

Configuration en une seule pile

Une performance optimale est garantie en installant les modules du système Agilent 1260 Infinity LC dans la configuration suivante (voir [Figure 18](#), page 55 et [Figure 19](#), page 56). Cette configuration optimise le trajet de liquide, pour un volume mort minimum et une réduction de l'encombrement requis.

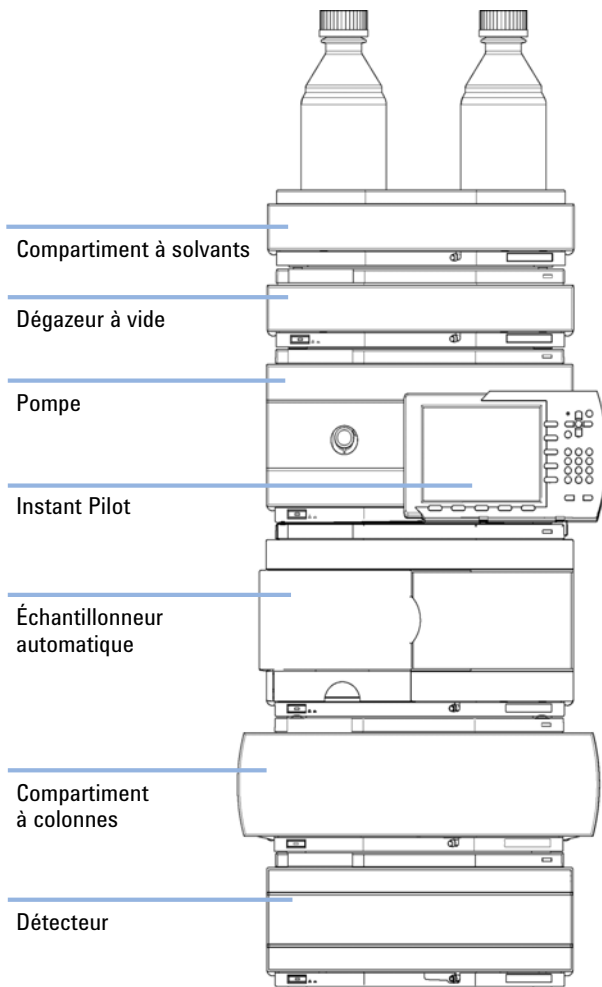


Figure 18 Configuration de pile recommandée pour le système 1260 Infinity (vue avant)

3 Installation du module

Optimisation de la configuration de la pile de modules

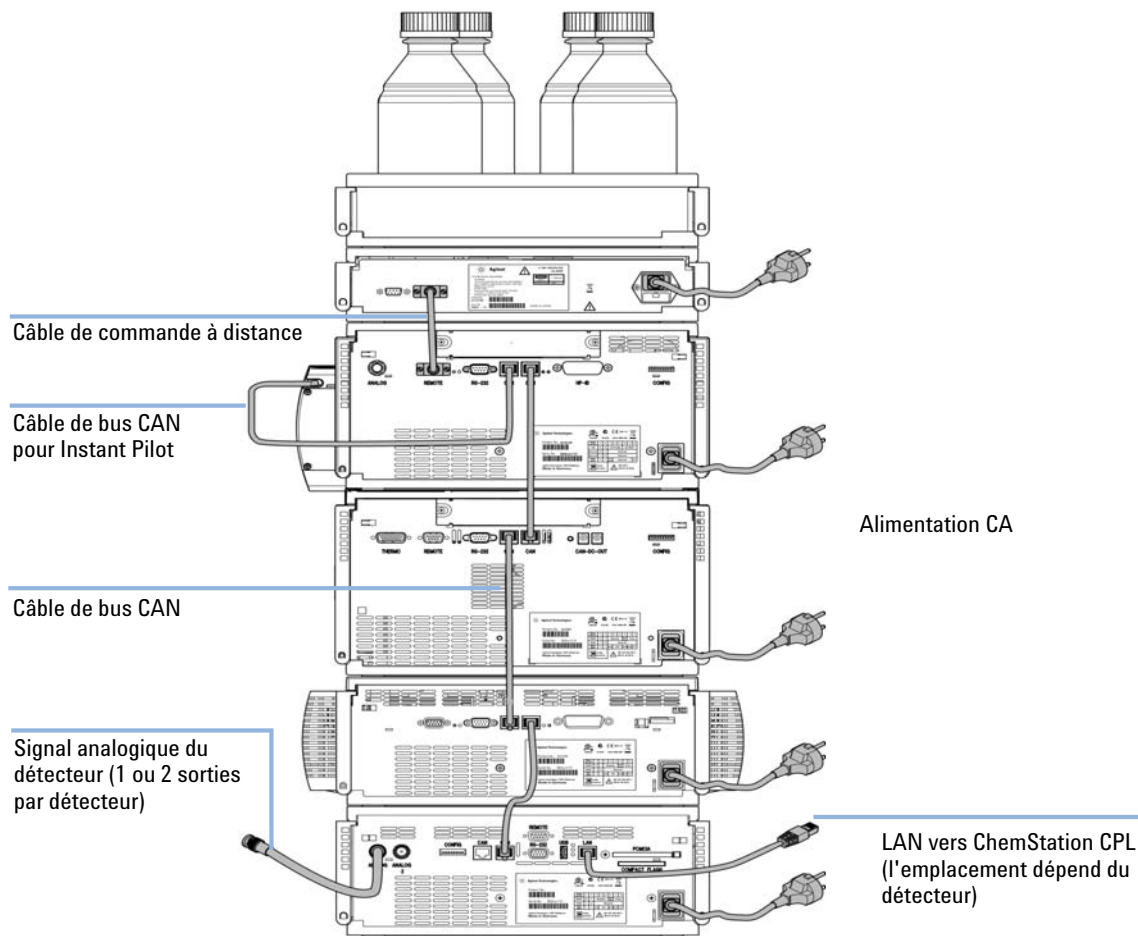


Figure 19 Configuration de pile recommandée pour le système 1260 Infinity (vue arrière)

Configuration en deux piles

Pour éviter une hauteur excessive de la pile lorsque le thermostat de l'échantillonneur automatique est ajouté au système, il est recommandé de former deux piles. Certains utilisateurs préfèrent la plus faible hauteur de cette disposition, même sans le thermostat de l'échantillonneur automatique. Un capillaire légèrement plus long est nécessaire entre la pompe et l'échantillonneur automatique. (Voir [Figure 20](#), page 57 et [Figure 21](#), page 58).

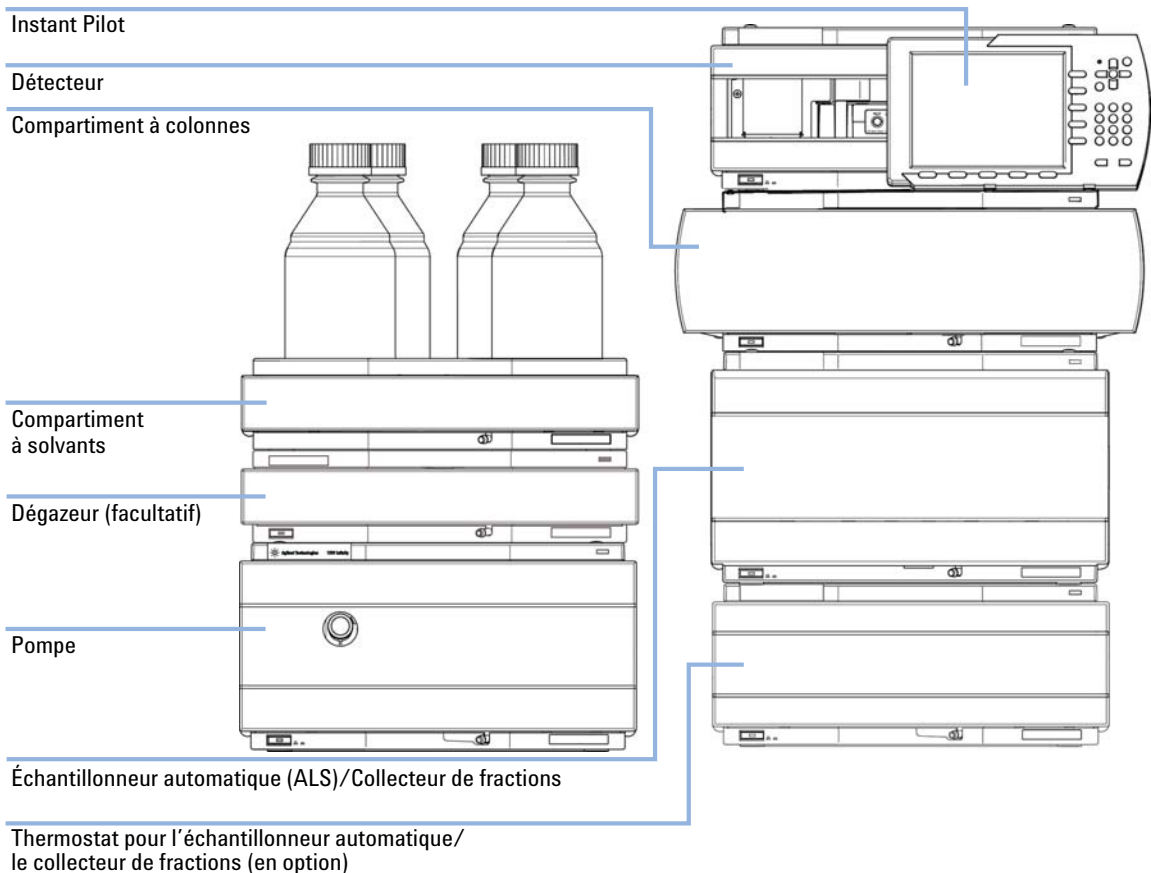


Figure 20 Configuration deux piles recommandée pour le système 1260 Infinity (vue avant)

3 Installation du module

Optimisation de la configuration de la pile de modules

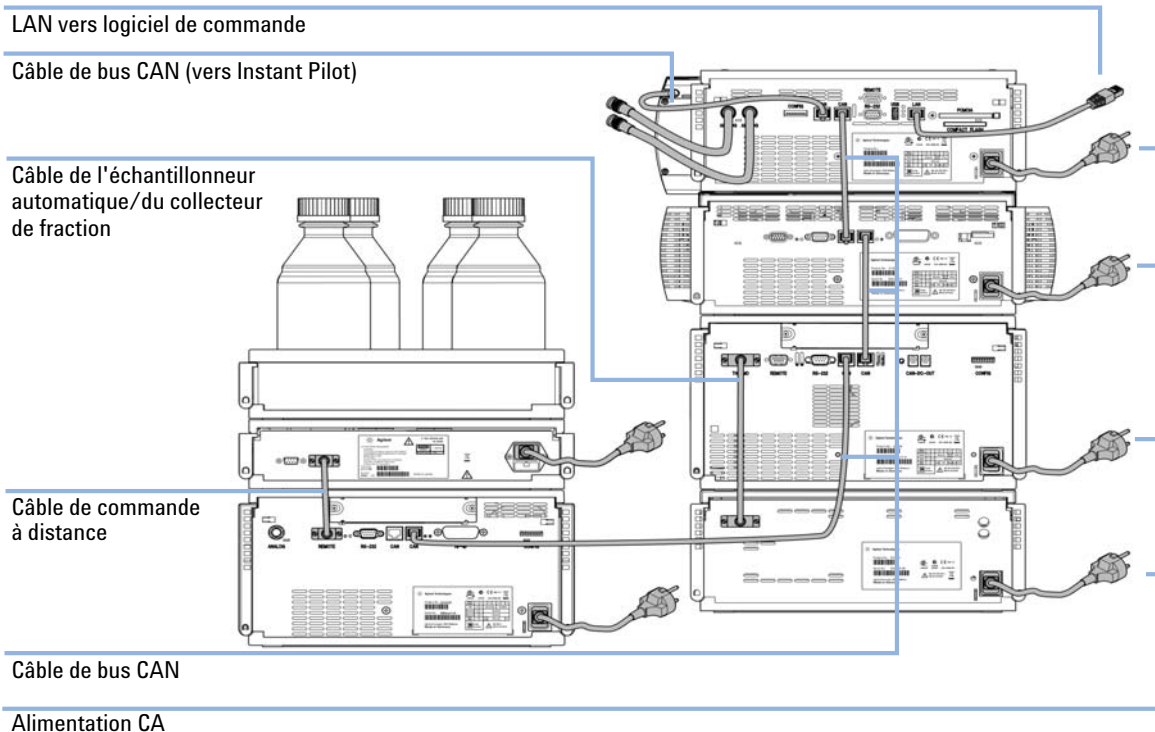


Figure 21 Configuration deux piles recommandée pour le système 1260 Infinity (vue arrière)

Informations sur l'évacuation des fuites et des déchets

Les instruments Agilent Infinity série 1200 ont été conçus pour permettre une évacuation sans danger des fuites et des déchets. Il importe que tous les principes de sécurité soient bien compris et les consignes respectées.

AVERTISSEMENT

Solvants, échantillons et réactifs toxiques, inflammables et dangereux

La manipulation de solvants, d'échantillons et de réactifs peuvent comporter des risques pour la santé et la sécurité.

- Lors de la manipulation de ces produits, respectez les règles de sécurité (lunettes, gants et vêtements de protection) telles qu'elles figurent dans la fiche de sécurité fournie par le fournisseur, et respectez les bonnes pratiques de laboratoire.
- Le volume des substances doit être réduit au minimum requis pour l'analyse.
- Ne dépassez jamais le volume maximal de solvants autorisé (6 L) dans le cabinet à solvants.
- N'utilisez pas de flacons dépassant le volume maximal autorisé défini dans les recommandations d'utilisation des cabinet à solvants Agilent Infinity série 1200.
- Organisez les flacons comme indiqué dans les recommandations d'utilisation du cabinet à solvants.
- Une copie imprimée des recommandations est expédiée avec le cabinet à solvants et des copies électroniques sont accessibles via Internet.

REMARQUE

Recommandations concernant le cabinet à solvants

Pour plus d'informations, consultez les recommandations d'utilisation des cabinets à solvants Agilent Infinity série 1200.

3 Installation du module

Informations sur l'évacuation des fuites et des déchets

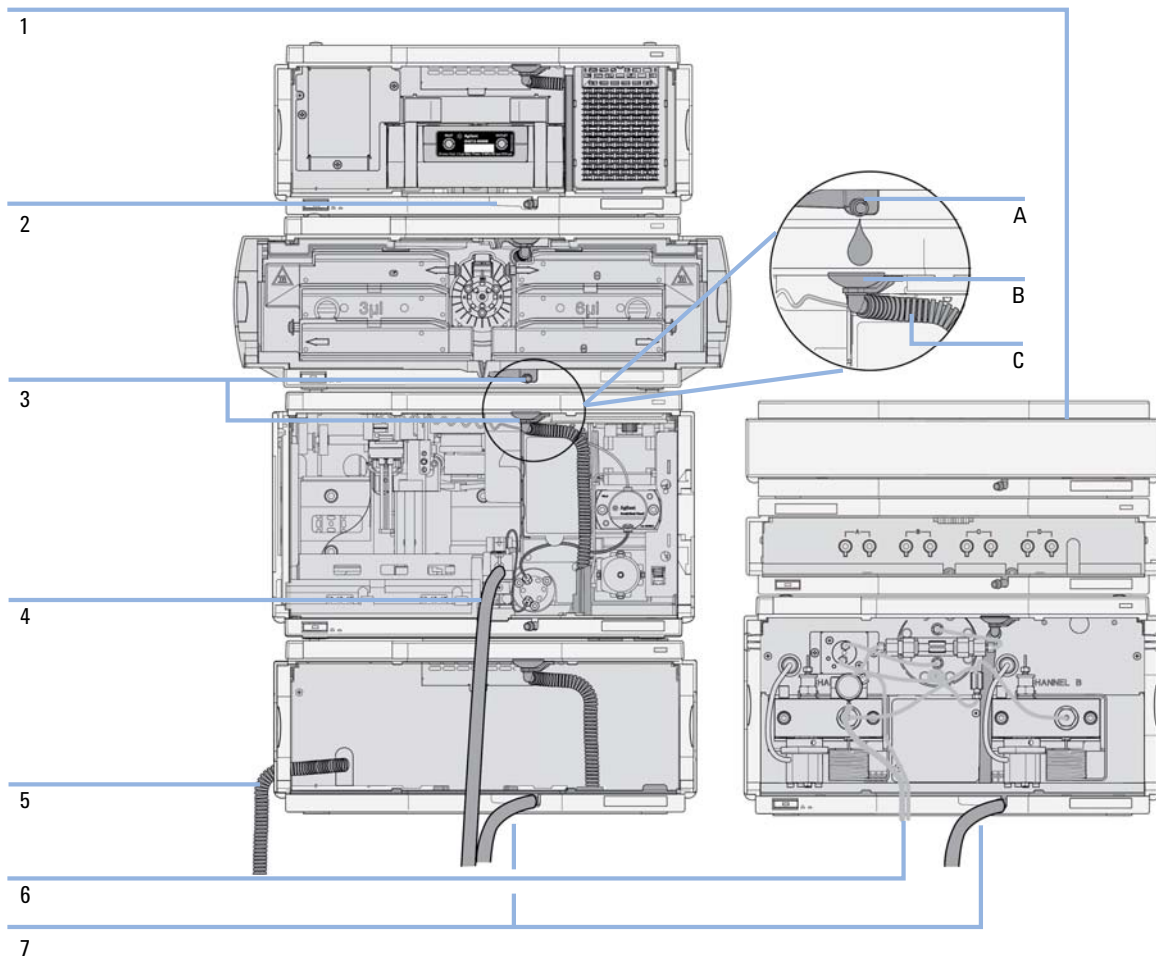


Figure 22 Évacuation des fuites et des déchets (vue d'ensemble, exemple d'une configuration en pile classique)

1	Compartiment à solvants
2	Bac de récupération
3	Port de sortie du bac de récupération (A), entonnoir de fuites (B) et tuyau d'évacuation souple (C)
4	Tuyau d'évacuation du lavage de l'aiguille de l'échantillonneur
5	Sortie du tuyau d'évacuation de condensation du refroidisseur de l'échantillonneur automatique
6	Tuyau d'évacuation de la vanne de purge
7	Tuyau d'évacuation

- Empilez les modules selon la configuration de pile appropriée.
La sortie du bac de récupération du module supérieur doit être positionnée verticalement au-dessus du collecteur de fuites du module inférieur (voir [Figure 22](#), page 60).
- Branchez les câbles de données et d'alimentation aux modules reportez-vous à la section *Installation du module* ci-dessous.
- Connectez les capillaires et les tuyaux sur les modules, reportez-vous à la section *Raccordement du circuit de liquides au module* ci-dessous ou le manuel d'utilisation du système approprié.

AVERTISSEMENT**Solvants, échantillons et réactifs toxiques, inflammables et dangereux**

- Évitez toute obstruction du circuit des solvants.
- Maintenez le circuit fermé (si la pompe du système est dotée d'une vanne d'entrée passive, la pression hydrostatique peut entraîner des fuites de solvant, même lorsque votre instrument est hors tension).
- Évitez de créer des boucles.
- Les tuyaux ne doivent pas pendre.
- Ne pliez pas les tuyaux.
- N'immergez pas l'extrémité du tuyau dans les déchets liquides.
- Ne raccordez pas les tuyaux en les enfonçant les uns dans les autres.
- Suivez les consignes sur l'étiquette du module pour installer le circuit correctement.

3 Installation du module

Informations sur l'évacuation des fuites et des déchets



Figure 23 Étiquette d'avertissement (avec illustration pour la bonne installation du tuyau d'évacuation)

Installation du module

Pièces nécessaires	Description Câble d'alimentation Pour les autres câbles, voir « Présentation générale des câbles », page 212.
Logiciel nécessaire	Système de données Agilent et/ou Instant Pilot G4208A
Préparations	Déterminez l'emplacement sur la paillasse Prévoyez les branchements d'alimentation Déballez le détecteur

AVERTISSEMENT

Le module est partiellement activé lorsqu'il est éteint, tant que le cordon d'alimentation reste branché.

Certaines réparations sur le module peuvent occasionner des blessures, par exemple une électrocution, si le capot est ouvert et le module branché.

- Assurez-vous que la prise d'alimentation électrique est toujours accessible.
- Débranchez le câble d'alimentation de l'instrument avant d'ouvrir le capot de l'instrument.
- Ne rebranchez pas le câble tant que les capots n'ont pas été remis en place.

-
- 1 Installez la carte d'interface LAN dans le détecteur (si nécessaire), voir « [Remplacement de la carte d'interface](#) », page 201.
 - 2 Placez le détecteur en position horizontale dans la pile de modules ou sur la paillasse.

3 Installation du module

Installation du module

- 3 Assurez-vous que l'interrupteur d'alimentation à l'avant de l'appareil est en position Arrêt.

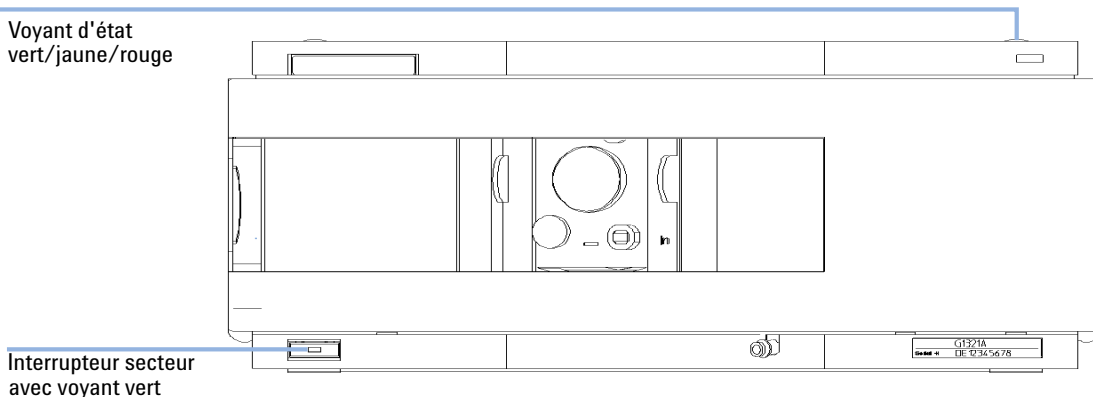


Figure 24 Vue avant du détecteur

- 4 Raccordez le câble d'alimentation à l'embase d'alimentation située à l'arrière du détecteur.
- 5 Branchez le câble du bus CAN aux autres modules.
- 6 Si une ChemStation Agilent est utilisée pour piloter les instruments, branchez le câble réseau à la carte d'interface LAN du détecteur.

REMARQUE

Le détecteur (DAD/MWD/FLD/VWD/RID) est le point d'accès préféré lorsque les instruments sont pilotés via le LAN (en raison du chargement de données plus élevé).

- 7 Connectez le ou les câbles analogiques (en option).
- 8 Branchez le câble de commande à distance CAG (facultatif) pour des instruments autres qu'Agilent.

- 9 Mettez sous tension en appuyant sur le bouton situé dans l'angle inférieur gauche du détecteur. Le voyant d'état doit être vert.

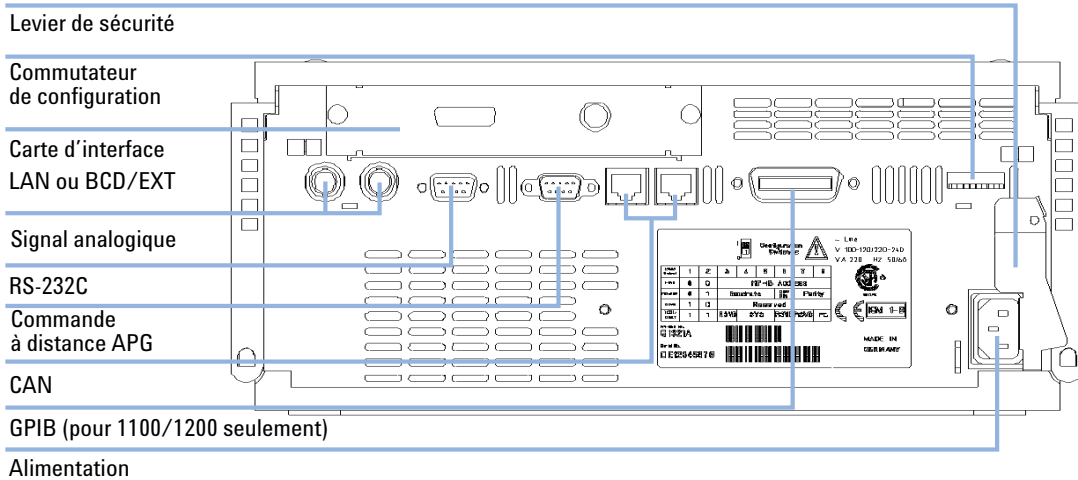


Figure 25 Vue arrière du détecteur

REMARQUE

Quand le détecteur est sous tension, l'interrupteur est enfoncé et son voyant vert allumé. Quand l'interrupteur n'est pas enfoncé et que le voyant vert est éteint, le détecteur est hors tension.

REMARQUE

Le détecteur est livré avec des paramètres de configuration par défaut.

REMARQUE

L'interface GPIB a été retirée avec l'introduction des modules Infinity 1260.

Raccordements des liquides au module



Pour les modules Bio-Inert, utilisez exclusivement des pièces Bio-Inert !

Outils nécessaires	Description	
	Clé, 1/4 – 5/16 inch (pour raccordements des capillaires)	
Pièces nécessaires	Référence	Description
	G1321-68755	Kit d'accessoires
Préparations	Le détecteur est installé dans le système CPL.	

AVERTISSEMENT

Solvants, échantillons et réactifs toxiques, inflammables et dangereux

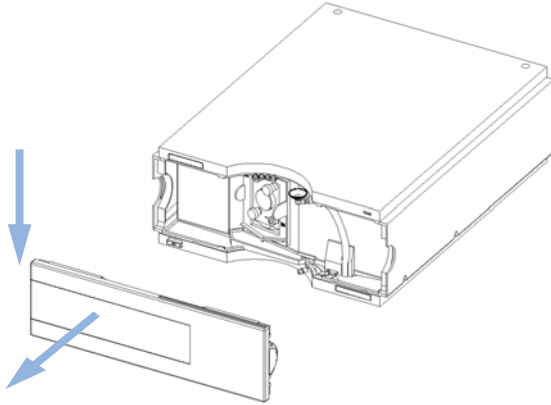
La manipulation de solvants, d'échantillons et de réactifs peuvent comporter des risques pour la santé et la sécurité.

- Lors de la manipulation de ces produits, respectez les règles de sécurité (lunettes, gants et vêtements de protection) telles qu'elles figurent dans la fiche de sécurité fournie par le fournisseur, et respectez les bonnes pratiques de laboratoire.
- Le volume des substances doit être réduit au minimum requis pour l'analyse.
- L'instrument ne doit pas fonctionner dans une atmosphère explosive.

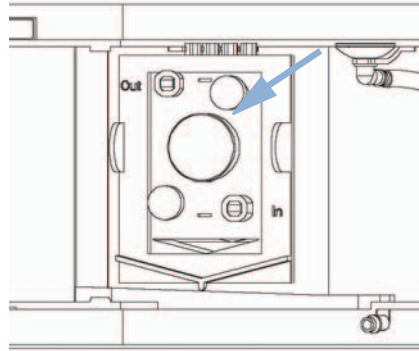
REMARQUE

La cuve à circulation est livrée remplie d'isopropanol (remplissez-la de même avant tout déplacement de l'instrument et/ou de la cuve). Le but est d'éviter qu'elle ne soit endommagée sous l'effet de conditions inhabituelles (températures, pressions trop basses).

1 Appuyez sur les boutons de libération et retirez le capot avant pour accéder à la zone de la cuve à circulation.



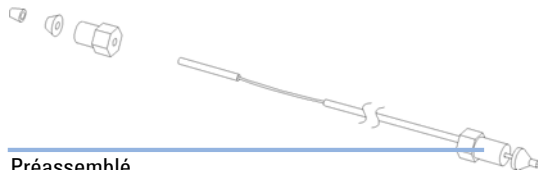
2 Identifiez la cuve à circulation.



3 Installation du module

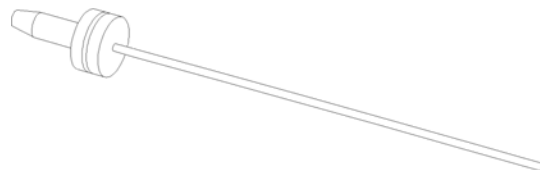
Raccordements des liquides au module

- 3 Assemblez le capillaire colonne-détecteur du kit d'accessoires. Un côté est déjà assemblé en usine.



Préassemblé

- 4 Assemblez le tuyau d'évacuation fourni dans le kit d'accessoires.



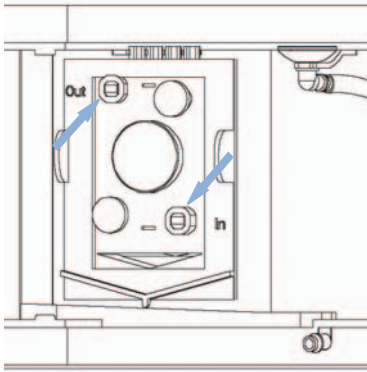
REMARQUE

Le détecteur à fluorescence doit être en dernière position dans le système. Tout détecteur supplémentaire doit être installé avant le détecteur à fluorescence pour éviter toute surpression au niveau de la cuve (maximum de 20 bar).

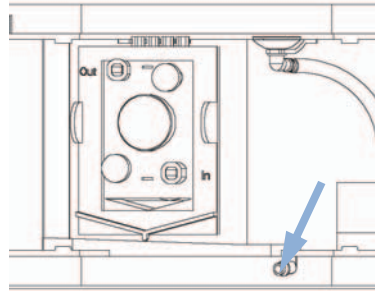
Si vous utilisez (à vos risques et périls) un détecteur situé après le détecteur à fluorescence, déterminez la contre-pression due à ce détecteur

- en retirant la colonne et le dernier détecteur, puis en mesurant la pression du système au débit de l'application,
- en connectant le dernier détecteur (sans colonne ni détecteur) et en mesurant la pression du système au débit de l'application,
- la différence entre les pressions mesurées est égale à la contre-pression due au dernier détecteur ; c'est la pression à laquelle est soumise le détecteur.

5 Insérez la cuve à circulation et installez les capillaires sur leur support (entrée en haut, sortie en bas).

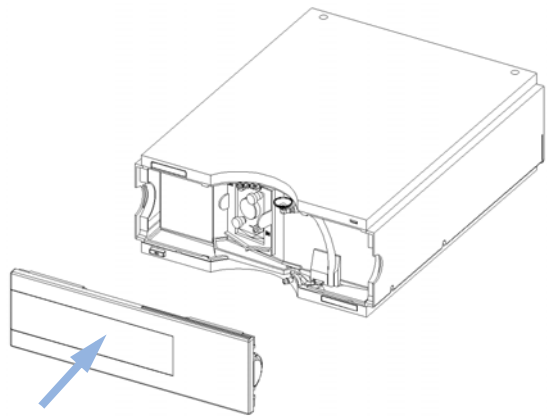


6 Connectez le tuyau d'évacuation au raccord d'évacuation inférieur.



7 Établissez un débit et vérifiez qu'il n'y a pas de fuites.

8 Remettez le capot avant en place.



L'installation du détecteur est terminée.

REMARQUE

Le détecteur doit être utilisé avec le capot avant en place pour protéger la zone de la cuve à circulation des courants d'air violents provenant de l'extérieur.

3 Installation du module

Raccordements des liquides au module



4 Utilisation du détecteur à fluorescence

Gestion des fuites et déchets	72
Avant de commencer	73
Mise en service et vérification des performances du détecteur	74
Mise en route du détecteur	74
Définition des conditions chromatographiques	75
Détermination des maxima à l'aide du tracé d'isoabsorbance	77
Développement de méthodes	78
Opération 1 : Recherche d'impuretés dans le système CPL	79
Opération 2 : Optimisation des limites de détection et de la sélectivité	81
Opération 3 : Paramétrage des méthodes de routine	92
Exemple : Optimisation pour plusieurs composés	97
Acquisition de spectres en modes TOUS LES SPECTRES DU PIC et SPECTRES APEX UNIQUEMENT	107
Informations sur les solvants	111

Ce chapitre vous explique comment utiliser le détecteur.



Gestion des fuites et déchets

AVERTISSEMENT

Solvants, échantillons et réactifs toxiques, inflammables et dangereux

La manipulation de solvants, d'échantillons et de réactifs peuvent comporter des risques pour la santé et la sécurité.

- Lors de la manipulation de ces produits, respectez les règles de sécurité (lunettes, gants et vêtements de protection) telles qu'elles figurent dans la fiche de sécurité fournie par le fournisseur, et respectez les bonnes pratiques de laboratoire.
- Le volume des substances doit être réduit au minimum requis pour l'analyse.
- L'instrument ne doit pas fonctionner dans une atmosphère explosive.
- Ne dépassez jamais le volume maximal de solvants autorisé (6 L) dans le cabinet à solvants.
- N'utilisez pas de flacons dépassant le volume maximal autorisé défini dans les recommandations d'utilisation des cabinet à solvants Agilent Infinity série 1200.
- Organisez les flacons comme indiqué dans les recommandations d'utilisation du cabinet à solvants.
- Une copie imprimée des recommandations est expédiée avec le cabinet à solvants et des copies électroniques sont accessibles via Internet.
- Le volume disponible restant dans le récipient à déchets approprié doit être suffisant pour recueillir les déchets liquides.
- Vérifiez le niveau de remplissage du récipient à déchets de manière régulière.
- Pour une sécurité maximale, contrôlez régulièrement la bonne installation de l'ensemble.

REMARQUE

Recommandations concernant le cabinet à solvants

Pour plus d'informations, consultez les recommandations d'utilisation des cabinets à solvants Agilent Infinity série 1200.

Pour plus d'informations concernant l'installation, voir « [Informations sur l'évacuation des fuites et des déchets](#) », page 59.

Avant de commencer

Dans la majorité des cas, les solvants de qualité CPL donnent de bons résultats. Cependant, l'expérience a montré que le bruit de la ligne de base peut être élevé (rapport signal/bruit faible) lorsque les solvants contiennent des impuretés.

Rincez votre système de distribution de solvant pendant au moins 15 minutes avant de vérifier la sensibilité. Si votre pompe comporte plusieurs voies, rincez également les voies non utilisées.

Pour optimiser vos résultats, consultez la section « [Optimisation du détecteur](#) », page 115.

REMARQUE

Certaines fonctionnalités (p. ex. l'acquisition de spectres, la détection multi-canal) décrites dans ce chapitre ne sont pas disponibles sur le FLD G1321C.

4 Utilisation du détecteur à fluorescence

Mise en service et vérification des performances du détecteur

Mise en service et vérification des performances du détecteur

Ce chapitre explique comment vérifier les performances du détecteur à fluorescence Agilent Infinity 1260 à l'aide de l'échantillon de vérification isocratique Agilent.

Mise en route du détecteur

Quand Si vous voulez vérifier les performances du détecteur

Pièces nécessaires	Quantité	Référence	Description
	1	5063-6528	Kit de démarrage, comprenant
	1		Colonne CPL et les pièces énumérées ci-dessous
	1	01080-68704	Échantillon de vérification isocratique Agilent Cette 0,5 mL ampoule contient 0,15 wt.% phtalate de diméthyle, 0,15 wt.% phtalate de diéthyle, 0,01 wt.% biphenyle, 0,03 wt.% o-terphenyle dans du méthanol.
	1	0100-1516	Raccords
	1	5021-1817	Capillaire ST 0,17 mm x 150 mm

Matériel nécessaire Système CPL avec FLD

1 Mettez le détecteur en marche.

2 Allumez la lampe.

Lorsque la lampe est mise sous tension pour la première fois, l'instrument effectue des vérifications internes et une vérification de l'étalonnage qui prennent environ 5 minutes.

3 Vous êtes maintenant prêt à modifier les paramètres de votre détecteur.

Définition des conditions chromatographiques

- 1 Configurez les conditions chromatographiques suivantes et attendez que la ligne de base se stabilise.

Tableau 8 Conditions chromatographiques

Phases mobiles	A = eau = 35 % B = Acétonitrile = 65 %
Colonne	Colonne OSD-Hypersil, 125 mm x 4 mm d.i. avec particules de 5 µm
Echantillon	Étalon isocratique, dilué dans du méthanol (1:10)
Débit	1,5 ml/min
Compressibilité A (eau)	46
Compressibilité B (Acétonitrile)	115
Courses A et B	auto
Temps avant arrêt	4 min
Volume d'injection	5 µl
Température du four (1200)	30 °C
Longueurs d'onde d'excitation/émission du FLD	EX = 246 nm, EM = 317 nm
Gain PMT du FLD	PMT = 10
Temps de réponse du FLD	4 secondes

- 2 Définir les points de consigne du FLD selon la [Figure 26](#), page 76.

4 Utilisation du détecteur à fluorescence

Mise en service et vérification des performances du détecteur

Dans cet exemple des longueurs d'onde d'excitation supplémentaires (B, C, D) sont utilisées. Cela augmente la durée de balayage et peut baisser les performances.

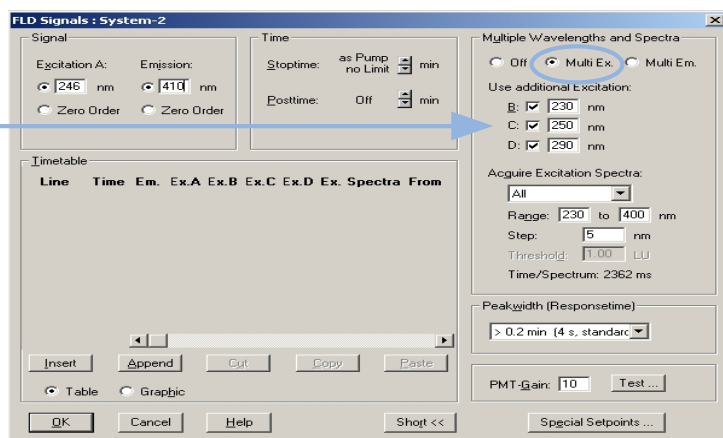


Figure 26 Paramètres FLD

3 Lancez l'analyse.

Les chromatogrammes obtenus sont présentés ci-après :

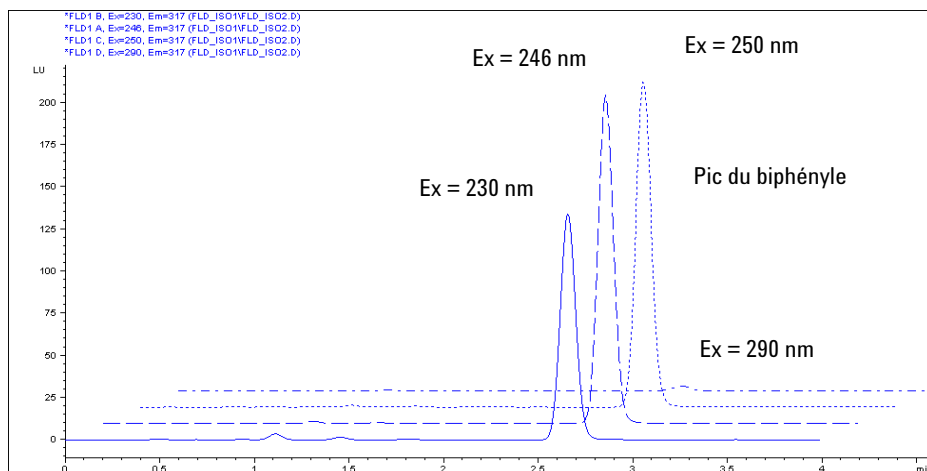


Figure 27 Pic du biphenyle avec différentes longueurs d'onde d'excitation

La longueur d'onde d'excitation maximum est d'environ 250 nm.

Détermination des maxima à l'aide du tracé d'isoabsorbance

- 1 Chargez le fichier de données ($\lambda_{EX} = 246$ nm, $\lambda_{EM} = 317$ nm) et ouvrez le tracé d'isoabsorbance.
- 2 La λ_{EX} maximum se trouve à environ 250 nm.

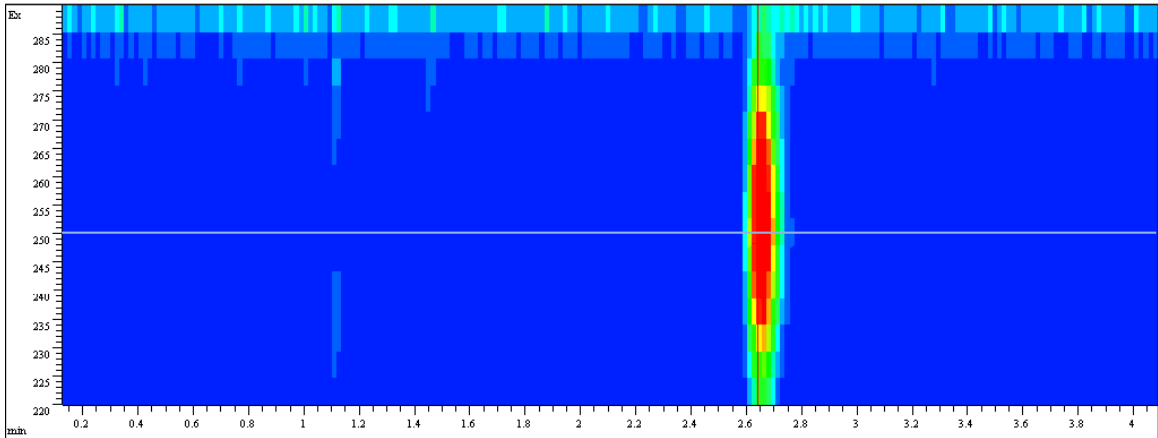


Figure 28 Tracé d'isoabsorbance

Développement de méthodes

Les détecteurs à fluorescence sont utilisés en chromatographie en phase liquide lorsque des limites de détection et une sélectivité excellentes sont nécessaires. Le développement complet de méthodes, notamment de méthodes d'acquisition de spectres, est fondamental pour obtenir de bons résultats. Ce chapitre décrit trois opérations distinctes pouvant être réalisées avec le détecteur à fluorescence Agilent. [Tableau 9](#), page 78 présente une vue d'ensemble des avantages des différents modes de fonctionnement pendant ces opérations.

Tableau 9 Etapes impliquées dans le développement complet de méthodes

	Etape 1 : Vérification du système	Etape 2 : Optimisation des limites de détection et de la sélectivité	Etape 3 : Paramétrage des méthodes de routine
Balayage fluorimétrique	Recherche des impuretés (par exemple, dans les solvants et les réactifs)	Détermination simultanée des spectres d'excitation et d'émission d'un composé pur	
Mode signal		Commutation de longueur d'onde	Pour obtenir les limites de détection les plus basses
Mode spectral/détection à longueur d'onde multiple		Détermination des spectres Ex/Em de tous les composés séparés en une analyse unique Utilisation simultanée de jusqu'à quatre longueurs d'onde	Collecte des spectres en ligne, recherche en bibliothèque et détermination de la pureté des pics Désactivation de la commutation de longueur d'onde

Opération 1 : Recherche d'impuretés dans le système CPL

Pour la détection de fluorescence à l'état de traces, il est indispensable que le système CPL soit dépourvu de contamination fluorescente. La plupart des contaminants proviennent de solvants impurs. Un balayage fluorimétrique permet de vérifier la qualité d'un solvant en quelques minutes. Pour ce faire, vous pouvez, par exemple, remplir directement la cuvette du FLD avec le solvant pour effectuer une mesure hors ligne, même avant une analyse chromatographique. Le résultat peut être affiché sous forme d'un tracé d'isofluorescence tridimensionnel. Les différentes couleurs traduisent les différentes intensités.

Figure 29, page 79 montre un échantillon d'eau légèrement impure destiné à être utilisé comme phase mobile. La zone où apparaît la fluorescence de l'échantillon d'eau contaminé se situe entre les raies de lumière parasite : la lumière parasite de Raleigh dans le 1er et 2ème ordre et la lumière parasite de Raman.

Un échantillon d'eau pure a été introduit dans la cuve à circulation. Les spectres ont été acquis par pas de 5 nm.

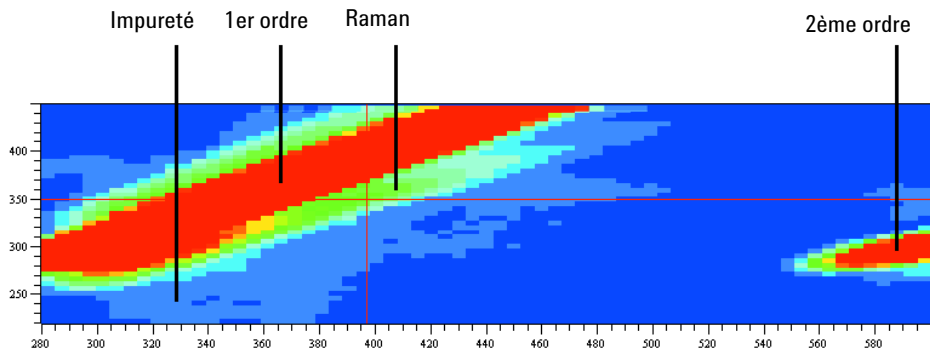


Figure 29 Tracé d'isofluorescence d'une phase mobile

Les longueurs d'onde d'"excitation" et d'"émission" étant les mêmes pour la lumière parasite Raleigh, la raie de lumière parasite Raleigh dans le premier ordre apparaît en haut à gauche du graphique. Les raies Raman de l'eau se trouvent au-dessous de la lumière parasite Raleigh dans le premier ordre. Comme le filtre passe-bande élimine les longueurs d'onde inférieures à 280 nm, la lumière parasite Raleigh dans le second ordre apparaît au-dessus de 560 nm.

4 Utilisation du détecteur à fluorescence

Développement de méthodes

La lumière parasite a le même effet que les impuretés, à savoir qu'elle simule un bruit de fond. Dans les deux cas, le niveau de bruit est plus élevé, les limites de détection sont de ce fait plus élevées. Cela signifie que des mesures très sensibles sont à effectuer à des longueurs d'onde éloignées des points de consigne qui présentent un fond de lumière parasité élevé.

Opération 2 : Optimisation des limites de détection et de la sélectivité

Pour obtenir les limites de détection et la sélectivité optimales, les analystes doivent déterminer les propriétés fluorescentes des composés d'intérêt. Pour obtenir des limites de détection et une sélectivité optimales, les longueurs d'onde d'excitation et d'émission peuvent être sélectionnées. En général, les spectres de fluorescence obtenus avec des instruments différents présentent des différences considérables liées au matériel et aux logiciels utilisés.

L'approche classique consiste à extraire une longueur d'onde d'excitation appropriée à partir du spectre UV, qui est similaire au spectre d'excitation de fluorescence (voir Figure 30, page 81), puis à enregistrer le spectre d'émission. Ensuite, lorsque la longueur d'onde d'émission optimale est déterminée, le spectre d'excitation est acquis.

Spectre d'excitation avec une émission à 440 nm, spectre d'émission avec une excitation à 250 nm pour la quinidine à 1 µg/ml.
Paramètres de détection :
Pas de 5 nm, PMT de 12, temps de réponse de 4 s.

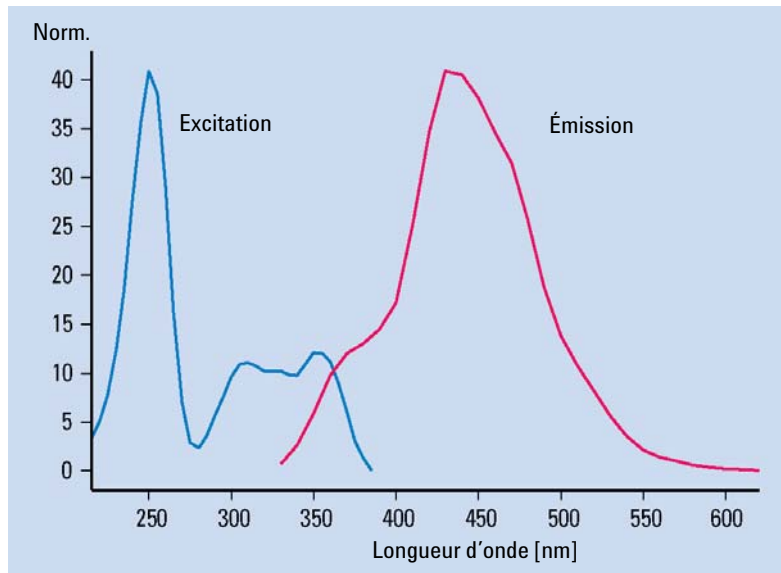


Figure 30 Spectres d'excitation et d'émission de la quinidine

Vous devez répéter cette opération pour chaque composé à l'aide d'un spectro-photomètre à fluorescence ou sur un système CPL sans circulation. Chaque composé doit normalement être analysé séparément. Ainsi, un ensemble de spectres d'excitation et d'émission est obtenu (Figure 29, page 79) pour cha-

que composé. Cette procédure étant fastidieuse, elle n'est appliquée que lorsque le nombre de composés d'intérêt est limité.

Le système CPL Agilent Infinity série 1200 offre trois moyens différents d'obtenir des informations complètes sur la fluorescence d'un composé :

Procédure I - Effectuer un balayage fluorimétrique hors ligne pour un composé unique comme indiqué ci-dessus pour la phase mobile. Pour cela, on utilise de préférence une cuvette à FLD manuelle lorsque des composés purs sont disponibles.

Procédure II - Effectuer deux analyses par CPL avec le détecteur à fluorescence Agilent Infinity 1260 pour séparer le mélange de composés dans des conditions connues et acquérir séparément les spectres d'émission et d'excitation.

Procédure III - Utiliser un couplage FLD /DAD Agilent Infinity série 1200 et acquérir les spectres UV-Visible (équivalents aux spectres d'excitation) avec le DAD et des spectres d'émission avec le FLD, le tout en une seule analyse.

Procédure I - Balayage fluorimétrique

Par le passé, l'acquisition des spectres de fluorescence avec les précédentes générations de détecteurs à fluorescence pour CPL était relativement complexe. Les spectrophotomètres à fluorescence standard servaient donc à acquérir des informations spectrales sur des composés inconnus. Malheureusement, cette approche limite les possibilités d'optimisation du fait des différences de conception optique qui existent entre un détecteur pour CPL et un spectrophotomètre à fluorescence dédié, ou même entre deux détecteurs. Ces différences peuvent causer des variations des longueurs d'onde d'excitation et d'émission optimales obtenues.

Le détecteur à fluorescence Agilent Infinity 1260 permet d'effectuer un balayage fluorimétrique qui fournit toutes les informations spectrales jusque là obtenues à l'aide d'un spectrophotomètre à fluorescence standard indépendant du détecteur à fluorescence pour CPL. [Figure 31](#), page 84 présente l'ensemble des informations concernant la quinidine obtenues à l'aide du détecteur à fluorescence Agilent Infinity 1260 et d'une cuvette manuelle en une seule mesure hors ligne. Les longueurs d'onde d'excitation et d'émission optimales correspondent aux coordonnées des maxima du tracé tridimensionnel. L'un des trois maxima au centre du tracé peut être utilisé pour définir la longueur d'onde d'excitation. Le choix dépend des composés supplémentaires à analyser par chromatographie et du bruit de fond, qui peut varier en fonc-

tion de la longueur d'onde d'excitation (250 nm, 315 nm ou 350 nm). L'émission maximale observée est à 440 nm.

Détails concernant la [Figure 31](#), page 84 :

Ce graphique fait apparaître tous les spectres d'excitation et d'émission de la quinidine (1 µg/ml). L'intensité fluorescente est tracée en fonction des longueurs d'onde d'excitation et d'émission.

Paramètres du détecteur : pas de 5 nm, PMT de 12 , temps de réponse de 4 s

4 Utilisation du détecteur à fluorescence Développement de méthodes

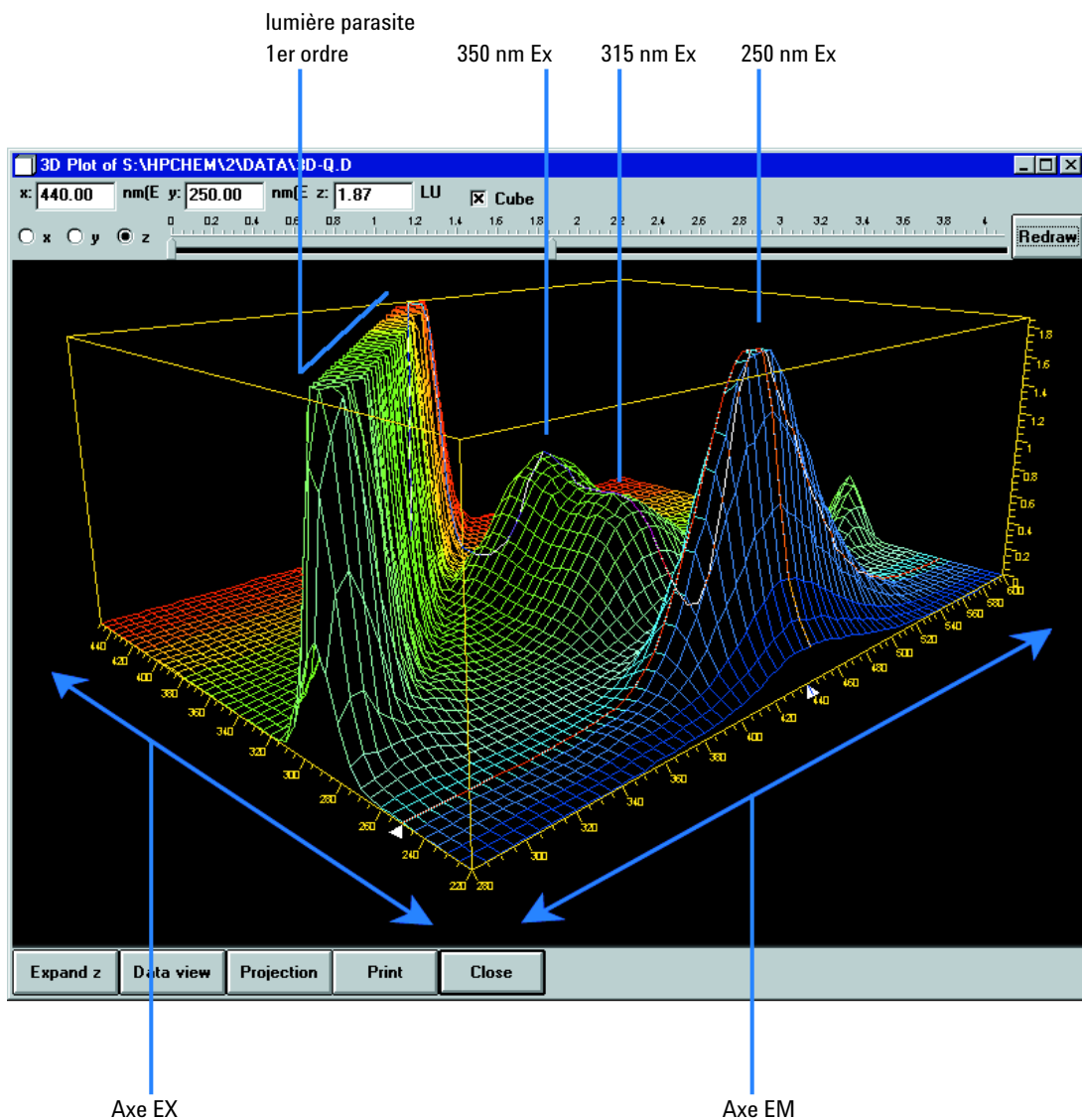


Figure 31 Caractérisation d'un composé pur à l'aide d'un balayage fluorimétrique

Procédure II - Deux analyses par CPL avec le FLD

Les conditions de séparation de composés organiques tels que les hydrocarbures aromatiques polynucléaires (HAP) sont bien décrites dans diverses méthodes standard, notamment dans les méthodes EPA et DIN couramment utilisées. Pour obtenir les meilleures limites de détection, vous devez déterminer les longueurs d'onde d'excitation et d'émission optimales pour tous les composés. Cependant, il est fastidieux d'effectuer des balayages fluorimétriques individuels. Il est préférable d'acquérir les spectres en ligne pour tous les composés au cours d'une analyse. Cette approche accélère considérablement le développement de méthodes. Deux analyses suffisent pour l'optimisation.

Au cours de la *première analyse*, on sélectionne une longueur d'onde d'excitation dans la région basse de l'UV et une longueur d'onde d'émission dans le domaine spectral des longueurs d'onde d'émission. La plupart des fluorophores absorbent fortement à ces longueurs d'onde et le rendement quantique est élevé. L'excitation est suffisante pour acquérir des spectres d'émission.

Tableau , page 87 montre tous les spectres d'émission obtenus en une analyse unique d'un mélange de 15 aromatiques polynucléaires. Cet ensemble de spectres sert à établir un tableau de chronoprogrammation des longueurs d'onde d'émission optimales pour tous les composés.

Le tracé d'isoabsorbance des spectres des composés individuels montre que trois longueurs d'onde d'émission au moins sont nécessaires pour détecter correctement les 15 aromatiques polynucléaires :

Tableau 10 Tableau de chronoprogrammation pour l'analyse des aromatiques polynucléaires

0 min :	350 nm	du naphthalène au phénanthrène
8,2 min :	420 nm	de l'anthracène au benzo(g,h,i)pérylène
19,0 min :	500 nm	pour l'indéno(1,2,3-cd)pyrène

Lors de la deuxième analyse, trois points de consigne pour les longueurs d'onde d'émission sont entrés dans le tableau de chronoprogrammation et les spectres d'excitation sont enregistrés, comme illustré dans la **Figure 33**, page 88. La zone d'intensité élevée (rouge) est due à de la lumière parasite lors du chevauchement des spectres d'émission et de la longueur d'onde d'excitation. Ce problème peut être évité en ajustant automatiquement le domaine spectral. Une longueur d'onde d'excitation de 260 nm convient particulièrement bien à tous les aromatiques polynucléaires.

4 Utilisation du détecteur à fluorescence

Développement de méthodes

Tableau 11 Conditions d'optimisation de l'analyse des aromatiques polynucléaires pour les figures ci-après

Colonne	Vydac, 2,1 x 200 mm, aromatique polynucléaire, 5 µm
Phase mobile	A = eau ; B = acétonitrile (50 : 50)
Gradient	3 minutes, 60% 14 minutes, 90% 22 minutes, 100%
Débit	0,4 ml/min
Température de la colonne	18 °C
Volume d'injection	5 µl
Paramètres FLD	PMT 12, temps de réponse 4 s. pas de 5 nm

Tracé d'isoabsorbance des spectres d'émission pour 15 aromatiques polynucléaires (5 µg/ml) avec une longueur d'onde d'excitation fixe (260 nm).

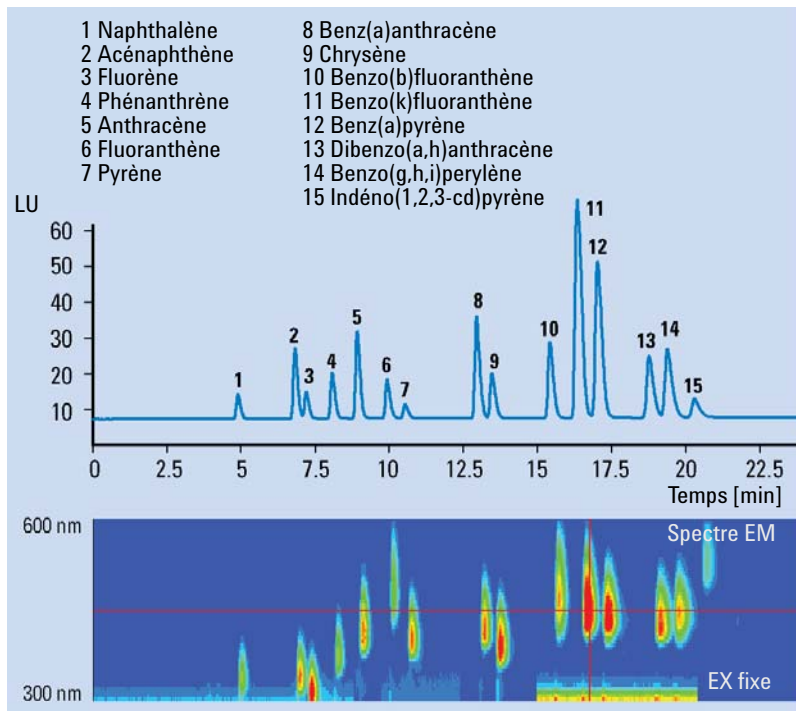


Figure 32 Optimisation de la chronoprogrammation pour la longueur d'onde d'émission

4 Utilisation du détecteur à fluorescence Développement de méthodes

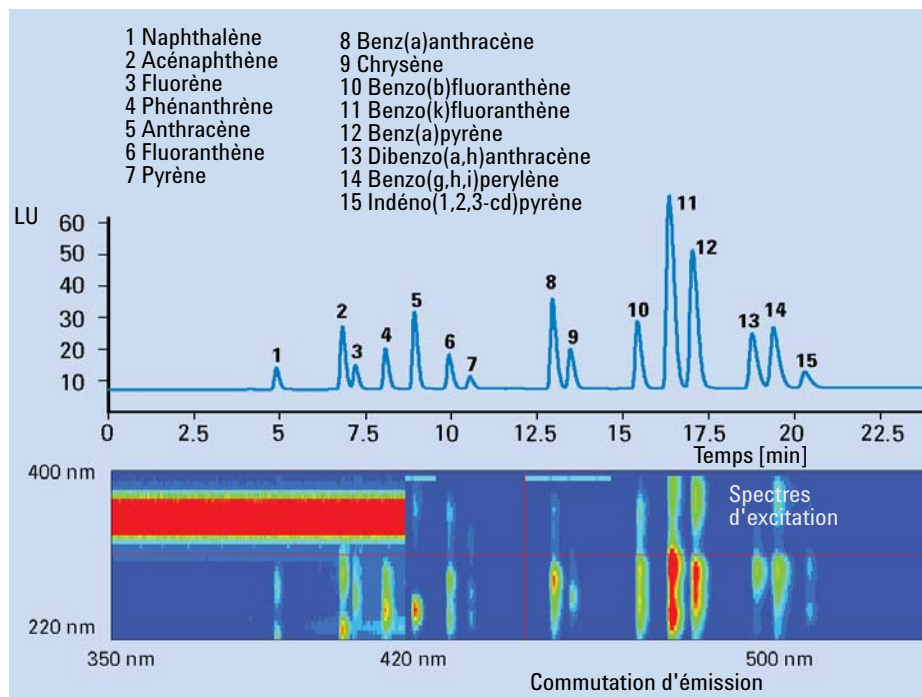


Figure 33 Optimisation de la chronoprogrammation pour la longueur d'onde d'excitation

Les données obtenues sont combinées pour établir le tableau de chronoprogrammation des longueurs d'onde d'excitation offrant les meilleures limites de détection et la meilleure sélectivité. Les événements de commutation optimisés pour cet exemple sont résumés dans le [Tableau 12](#), page 88.

Tableau 12 Tableau de chronoprogrammation pour l'analyse de 15 aromatiques polynucléaires

Temps [min]	Longueur d'onde d'excitation [nm]	Longueur d'onde d'émission [nm]
0	260	350
8.2	260	420
19.0	260	500

Ce tableau de chronoprogrammation donne les conditions de détection optimales basées sur les résultats des deux analyses chromatographiques.

Procédure III - une seule analyse avec un couplage DAD/FLD

Les spectres UV obtenus à l'aide de détecteurs à barrette de diodes sont presque identiques aux spectres d'excitation de fluorescence de la plupart des composés organiques. Des différences spectrales découlent des caractéristiques spécifiques des détecteurs, comme la résolution spectrale ou la nature des sources lumineuses.

En pratique, la combinaison d'un détecteur à barrette de diodes et d'un détecteur à fluorescence en série permet d'obtenir l'ensemble des données nécessaires pour déterminer les longueurs d'onde d'excitation et d'émission optimales pour une série de composés en une seule analyse. Le détecteur à barrette de diodes est configuré pour acquérir des spectres UV-Visible/d'excitation, et le détecteur à fluorescence, des spectres d'émission à une longueur d'onde d'excitation fixe dans la région basse de l'UV.

Cet exemple est tiré d'une application de contrôle de la qualité des carbamates. Des échantillons sont analysés pour rechercher les impuretés comme la diamino-2,3 phénazine (DAP) et l'amino2- hydroxy-3 phénazine (AHP). Des échantillons de référence de DAP et de AHP sont analysés avec un détecteur à barrette de diodes et un détecteur à fluorescence. [Tableau](#) , page 90 montre les spectres obtenus avec les deux détecteurs pour le DAP. Le spectre d'excitation du DAP est très similaire au spectre d'absorption UV obtenu à l'aide du détecteur à barrette de diodes. [Tableau](#) , page 91 montre le résultat de l'application de cette méthode à un échantillon de carbamate et à un mélange pur de DAP et de AHP servant de référence. La colonne a été surchargée avec les carbamates non fluorescents (méthyle benzimidazole-2 carbamate) pour rechercher les impuretés connues, AHP et DAP.

4 Utilisation du détecteur à fluorescence

Développement de méthodes

Il s'agit d'une impureté des carbamates. Le spectre d'excitation d'une deuxième analyse montre l'équivalence des spectres UV et des spectres d'excitation de fluorescence. Une longueur d'onde d'excitation de 265 nm a été utilisée pour acquérir le spectre d'émission et une longueur d'onde d'émission de 540 nm a été utilisée pour acquérir le spectre d'excitation.

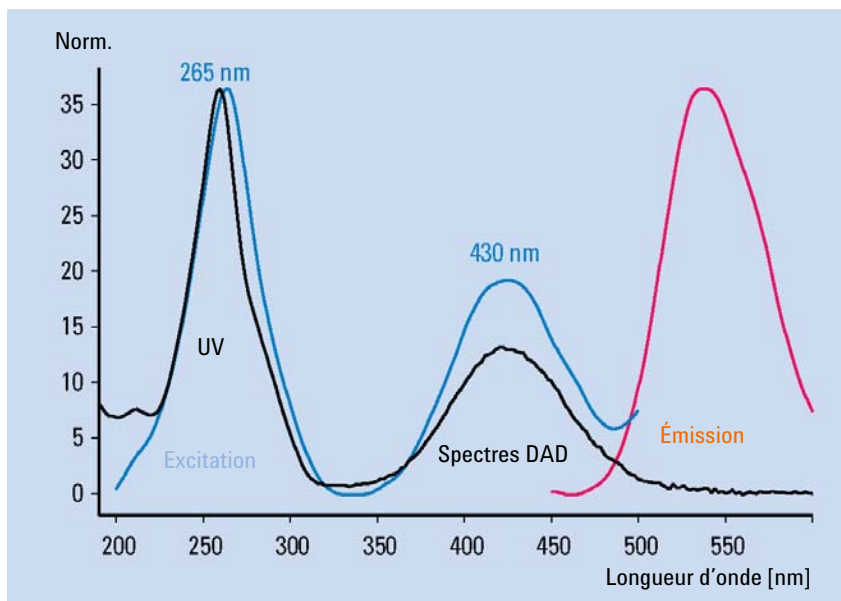


Figure 34 Spectres UV et spectres de fluorescence de la diamino-2,3 phénazine (DAP)

Les deux tracés supérieurs sont obtenus en utilisant deux longueurs d'onde d'excitation différentes.
Le tracé inférieur est le standard pur des impuretés connues.

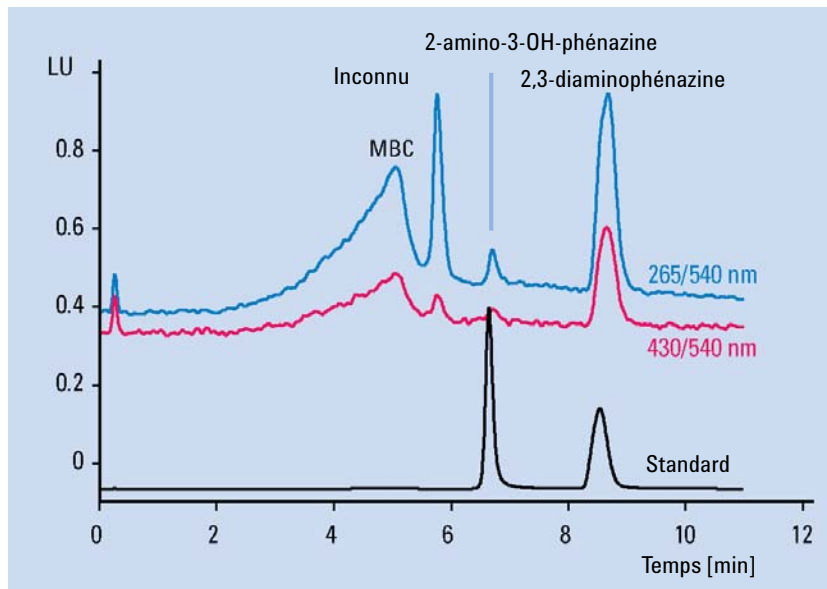


Figure 35 Analyses quantitatives du MBC (méthyle benzimidazole-2 carbamate) et de ses impuretés

Tableau 13 Conditions d'analyse des DAP et MBC pour les figures ci-après

Colonne	Zorbax SB, 2 x 50 mm, aromatique polynucléaire, 5 µm
Phase mobile	A = eau ; B = acétonitrile
Gradient	0 minutes, 5% 10 minutes, 15%
Débit	0,4 ml/min
Température de la colonne	35 °C
Volume d'injection	5 µl
Paramètres FLD	PMT 12, temps de réponse 4 s. pas de 5 nm Ex 265 nm et 430 nm Em 540 nm

Opération 3 : Paramétrage des méthodes de routine

Dans les analyses de routine, la matrice des échantillons peut avoir une influence considérable sur les temps de rétention. Pour obtenir des résultats fiables, la préparation de l'échantillon doit être rigoureuse afin d'éviter les interférences ou la méthode CPL utilisée doit être suffisamment robuste. Avec les matrices complexes, la détection multi-canal simultanée est plus fiable que la commutation de longueur d'onde chronoprogrammée. En outre, le FLD peut acquérir des spectres de fluorescence tout en enregistrant les signaux du détecteur pour l'analyse quantitative. On dispose ainsi de données qualitatives pour la confirmation des pics et les vérifications de pureté de routine.

Détection multi-canal

La commutation de longueur d'onde chronoprogrammée est généralement utilisée pour obtenir des limites de détection basses et une sélectivité élevée pour les analyses quantitatives de routine. Cette commutation est difficile à réaliser si l'élution de certains composés est rapprochée et s'il est nécessaire de changer la longueur d'onde d'excitation ou d'émission. Les pics peuvent être déformés et la quantification peut être impossible si la commutation de longueur d'onde intervient lors de l'élution d'un composé. Cela se produit très souvent avec les matrices complexes qui influencent la rétention des composés.

En mode spectral, le FLD peut acquérir simultanément jusqu'à quatre signaux différents. Ces signaux peuvent tous être utilisés pour l'analyse quantitative. En dehors des matrices complexes, ceci s'avère avantageux lorsque l'on recherche des impuretés à des longueurs d'onde supplémentaires. Ceci présente également l'avantage d'abaisser les limites de détection ou d'accroître la sélectivité du fait de l'optimisation continue des longueurs d'onde. Le nombre de points de données acquis par signal est réduit et les limites de détection peuvent donc être plus élevées qu'en mode mono-canal, suivant les paramètres du détecteur.

Une analyse de PNA peut être effectuée, par exemple, en utilisant la détection multi-canal simultanée au lieu de la commutation de longueur d'onde. Avec quatre longueurs d'onde d'émission différentes, les 15 PNA peuvent être détectés ([Tableau](#) , page 94).

Tableau 14 Conditions de détection multi-canal simultanée pour l'analyse de PNA (voir figure ci-après)

Colonne	Vydac, 2,1 x 250 mm, PNA, 5 µm
Phase mobile	A = eau ; B = acétonitrile (50 : 50)
Gradient	3 min, 60 % 14,5 min, 90 % 22,5 min, 95 %
Débit	0,4 mL/min
Température de la colonne	22 °C
Volume d'injection	2 µL
Paramètres FLD	PMT 12 , temps de réponse 4 s

4 Utilisation du détecteur à fluorescence

Développement de méthodes

Le tracé supérieur a été obtenu avec une commutation de longueur d'onde classique.

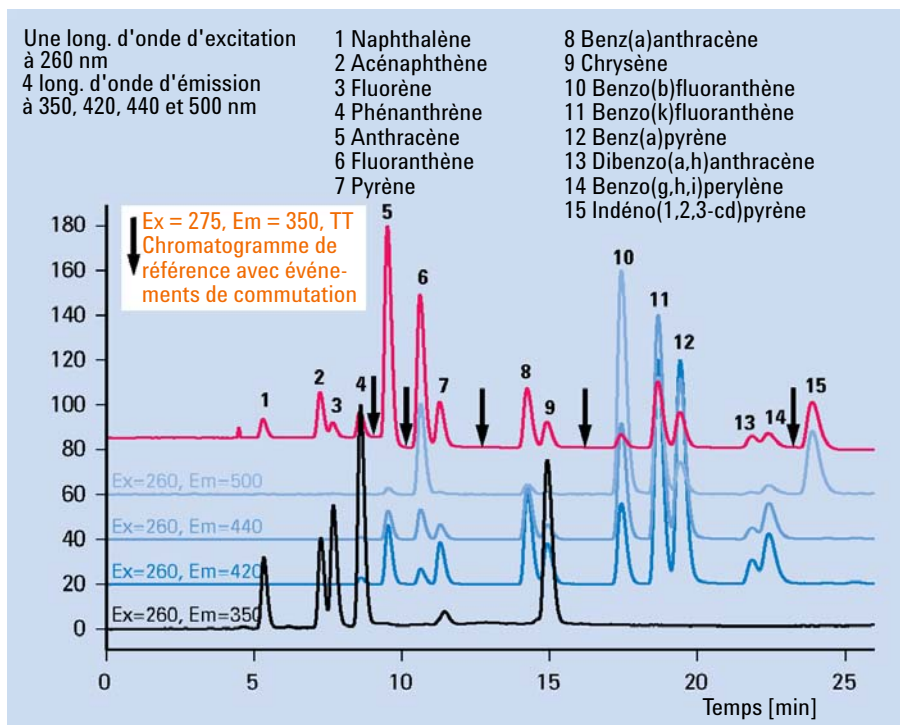


Figure 36 Détection multi-canal simultanée pour l'analyse de PNA

Jusqu'à présent, seuls les détecteurs à barrette de diodes et les spectromètres de masse pouvaient fournir des informations spectrales en ligne permettant de confirmer l'identité des pics déterminée en fonction du temps de rétention.

Les détecteurs à fluorescence sont désormais dotés d'un nouvel outil pour la confirmation automatique des pics et le contrôle de la pureté. Aucune analyse supplémentaire n'est nécessaire après l'analyse quantitative.

Au cours du développement de méthodes, les spectres d'excitation et d'émission d'étalons de référence sont acquis et entrés dans une bibliothèque, la sélection étant effectuée par le développeur de méthodes. On peut alors comparer automatiquement aux données de la bibliothèque toutes les données spectrales concernant des échantillons inconnus. [Tableau 15](#), page 95 illustre ce principe pour une analyse de PNA. Le facteur de concordance fourni dans le rapport pour chaque pic indique le degré de similitude entre le spectre de

référence et les spectres d'un pic. Un facteur de concordance égal à 1 000 signifie que les spectres sont identiques.

En outre, on peut évaluer la pureté d'un pic en comparant les spectres d'un même pic. Lorsqu'on détermine par le calcul qu'un pic se situe dans les limites de pureté définies par l'utilisateur, le facteur de pureté est égal à la pureté moyenne de tous les spectres qui se situent dans ces limites.

La fiabilité de la pureté et du facteur de concordance dépendent de la qualité des spectres enregistrés. Le nombre de points de données fourni par le détecteur à fluorescence étant en général restreint, les facteurs de concordance et les données de pureté obtenus présentent des déviations plus importantes que les données obtenues à l'aide du détecteur à barrette de diodes, même si les composés sont identiques.

Tableau 15, page 95 présente une recherche automatique de la bibliothèque basée sur les spectres d'émission d'un échantillon de PNA de référence.

Tableau 15 Confirmation de pic à l'aide de la bibliothèque de spectres de fluorescence

Temps de rét. [min]	Bibliothèque/ mesuré/ [min]	Table d'étalonnage [min]	Signal	Quantité [ng]	Pureté concordance	#	Facteur de	Nom de la bibliothèque
4,859	4,800	5,178	1	1,47986e-1	-	1	993	Naphtalène@em
6,764	7,000	7,162	1	2,16156e-1	-	1	998	Acénaphthène@em
7,137	7,100	7,544	1	1,14864e-1	-	1	995	Fluorène@em
8,005	8,000	8,453	1	2,56635e-1	-	1	969	Phénanthrène@em
8,841	8,800	9,328	1	1,76064e-1	-	1	993	Anthracène@em
9,838	10,000	10,353	1	2,15360e-1	-	1	997	Fluoranthène@em
10,439	10,400	10,988	1	8,00754e-2	-	1	1000	Pyrène@em
12,826	12,800	13,469	1	1,40764e-1	-	1	998	Benz(a)anthracène@em
13,340	13,300	14,022	1	1,14082e-1	-	1	999	Chrysène@em
15,274	15,200	16,052	1	6,90434e-1	-	1	999	Benzo(b)fluoranthène@em
16,187	16,200	17,052	1	5,61791e-1	-	1	998	Benzo(k)fluoranthène@em

4 Utilisation du détecteur à fluorescence

Développement de méthodes

Tableau 15 Confirmation de pic à l'aide de la bibliothèque de spectres de fluorescence

Temps de rét. [min]	Biblio- thèque/ [min]	Table d'étal- onnage [min]	Signal	Quantité [ng]	Pureté	#	Facteur de	Nom de la bibliothèque
					concor- dance			
16,865	16,900	17,804	1	5,58070e-1	-	1	999	Benz(a)pyrène@em
18,586	18,600	19,645	1	5,17430e-1	-	1	999	Dibenz(a,h)anthracène@em
19,200	19,100	20,329	1	6,03334e-1	-	1	995	Benzo(g,h,i)pérylène@em
20,106	20,000	21,291	1	9,13648e-2	-	1	991	Indéno(1,2,3-c,d)pyrène@em

Exemple : Optimisation pour plusieurs composés

Exemple : Optimisation pour plusieurs composés

Dans cet exemple, un échantillon de PNA a été utilisé ainsi que les fonctions de balayage du détecteur.

Définition des conditions chromatographiques

Cet exemple utilise les conditions chromatographiques suivantes (les paramètres du détecteur sont indiqués sur la [Figure 37](#), page 99).

Tableau 16 Conditions chromatographiques

Phases mobiles	A = eau = 50 % B = Acétonitrile = 50 %
Colonne	Vydac-C18-PNA, 250 mm x 2,1 mm d.i., granulométrie de 5 µm
Echantillon	PAH 0,5 ng
Débit	0,4 ml/min
Compressibilité A (eau)	46
Compressibilité B (Acétonitrile)	115
Courses A et B	auto
Tableau de chronoprogrammation	à 0 minute %B=50 à 3 minutes %B=60 à 14,5 minutes %B=90 à 22,5 minutes %B=95
Temps avant arrêt	26 min
Temps postanalyse	8 min
Volume d'injection	1 µl
Température du four (1200)	30 °C
Gain PMT du FLD	PMT = 15
Temps de réponse du FLD	4 secondes

Sélectionnez une longueur d'onde d'excitation dans les UV basses (230 à 260 nm). Cela couvre pratiquement toute la fluorescence de votre échantillon.

NE sélectionnez PAS de longueurs d'onde d'émission supplémentaires (B, C, D). Cela augmenterait le temps d'acquisition et baisserait les performances.

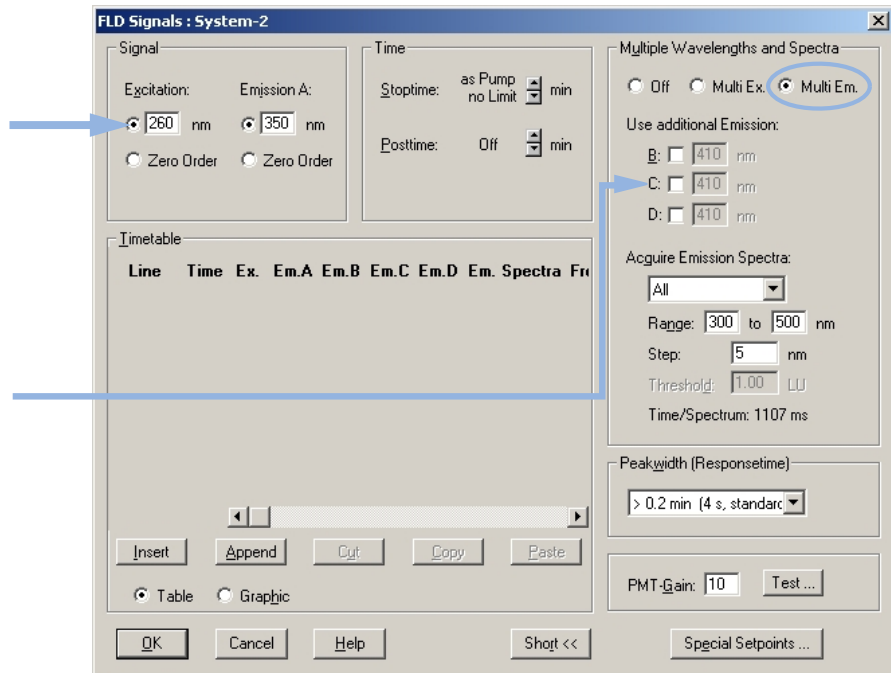


Figure 37 Paramètres du détecteur pour un balayage des longueurs d'onde d'émission

- 1 Attendez que la ligne de base se stabilise. Réalisez l'analyse.

4 Utilisation du détecteur à fluorescence

Exemple : Optimisation pour plusieurs composés

- 2 Chargez le signal (dans cet exemple, seule la plage de 0 à 13 minutes est représentée).

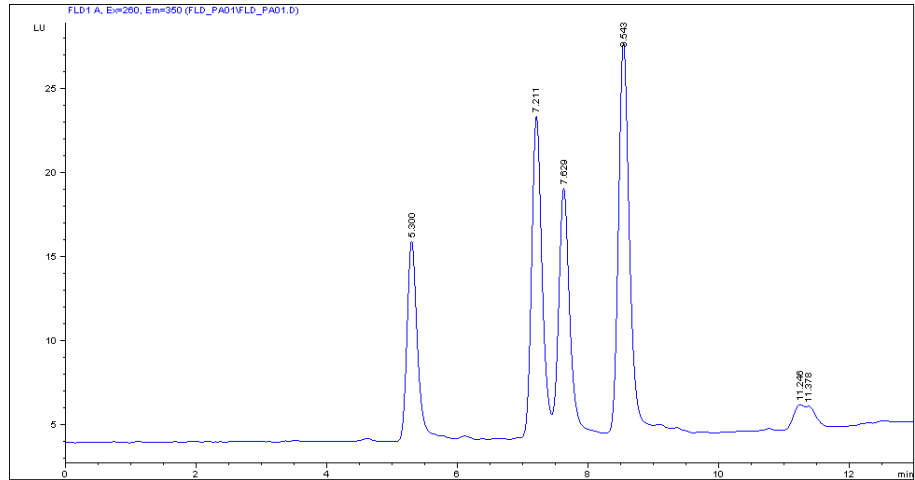


Figure 38 Chromatogramme du balayage des longueurs d'onde d'émission

- 3** Utilisez le tracé d'isoabsorbance pour évaluer les longueurs d'onde d'émission optimales reportées dans le tableau ci-dessous.

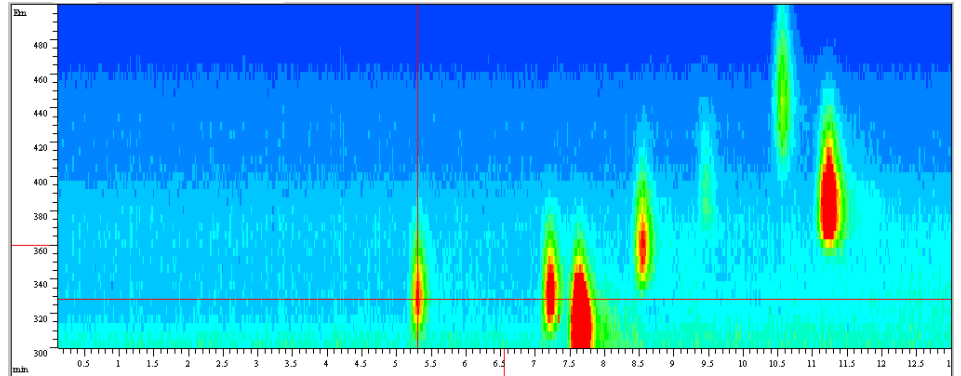


Figure 39 Tracé d'isoabsorbance obtenu à partir du balayage de longueur d'onde d'émission

Tableau 17

N° de pic	Temps	Longueur d'onde d'émission
1	5,3 min	330 nm
2	7,2 min	330 nm
3	7,6 min	310 nm
4	8,6 min	360 nm
5	10,6 min	445 nm
6	11,23 min	385 nm

4 Utilisation du détecteur à fluorescence

Exemple : Optimisation pour plusieurs composés

- Utilisez les paramètres et le tableau de chronoprogrammation (page précédente), effectuez une deuxième analyse pour l'évaluation de la longueur d'onde d'excitation optimale. Voir [Figure 40](#), page 102.

NE sélectionnez PAS de longueurs d'onde d'excitation supplémentaires (B, C, D). Cela augmenterait le temps d'acquisition et baisserait les performances.

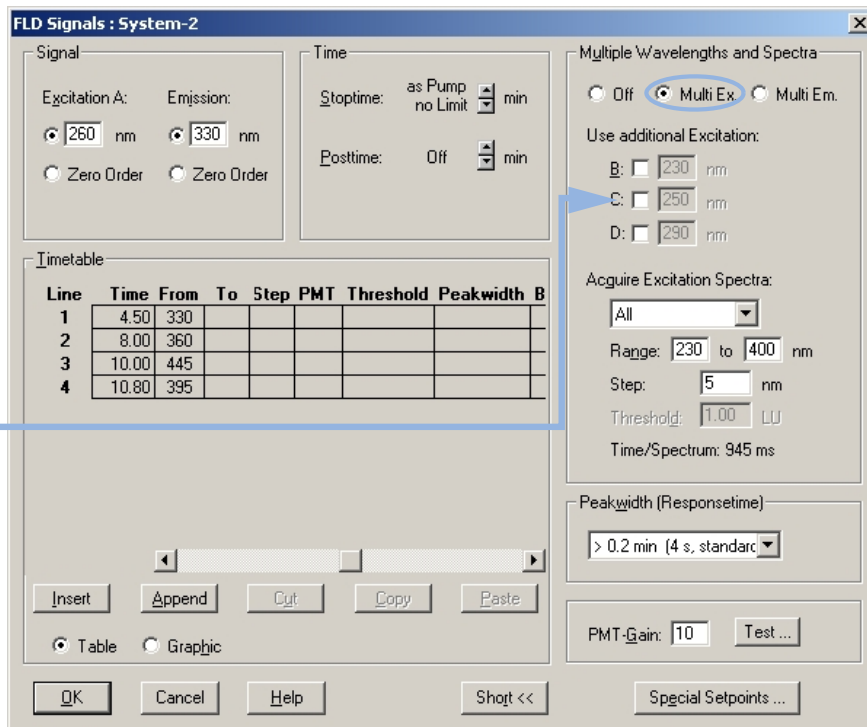


Figure 40 Paramètres du détecteur pour un balayage des longueurs d'onde d'excitation

- Attendez que la ligne de base se stabilise. Lancez l'analyse.

6 Chargez le signal.

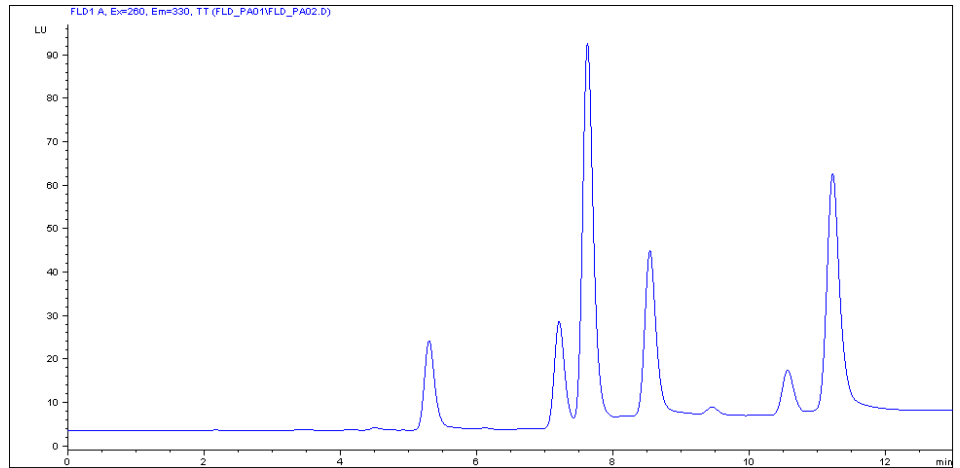


Figure 41 Chromatogramme - balayage des longueurs d'onde d'excitation à la longueur d'onde de référence de 260/330 nm

7 Utilisez le tracé d'isoabsorbance et évaluez les longueurs d'onde d'excitation optimales (dans cet exemple, dans la plage de 0 à 13 minutes).

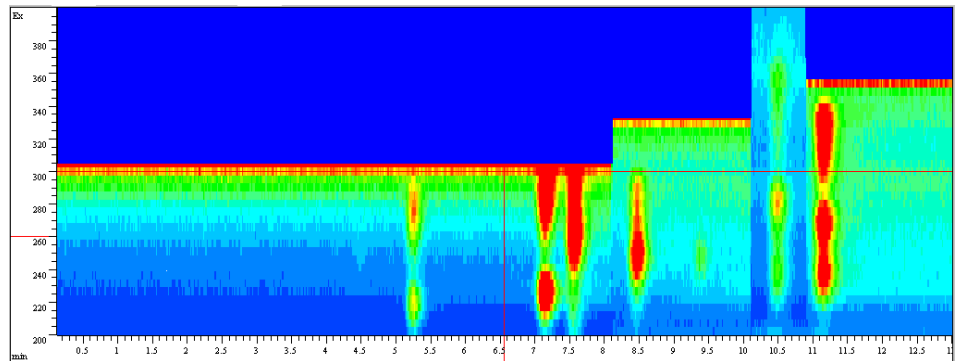


Figure 42 Tracé d'isoabsorbance - Excitation

Le tableau ci-dessous présente l'ensemble des informations concernant les maxima d'émission (voir la Figure 39, page 101) et d'excitation.

4 Utilisation du détecteur à fluorescence

Exemple : Optimisation pour plusieurs composés

Tableau 18

N° de pic	Temps	Longueur d'onde d'émission	Longueur d'onde d'excitation
1	5,3 min	330 nm	220 / 280 nm
2	7,3 min	330 nm	225 / 285 nm
3	7,7 min	310 nm	265 nm
4	8,5 min	360 nm	245 nm
5	10,7 min	445 nm	280 nm
6	11,3 min	385 nm	270 / 330 nm

Évaluation du bruit de fond du système

Dans l'exemple ci-après, on utilise de l'eau.

- 1 Pompez du solvant à travers le système.
- 2 Définissez la gamme de balayage fluorimétrique dans l'écran « FLD special setpoints » (points de consignes spéciaux du FLD) selon vos besoins.

REMARQUE

Le temps de balayage s'accroît si la gamme de balayage est élargie. Avec les valeurs par défaut, le balayage prend environ 2 minutes.

- 3 Réglez le gain PMT sur 16.

La plage de longueurs d'onde et le nombre de pas définissent la durée. En utilisant la plage la plus grande, le balayage dure environ 10 minutes.

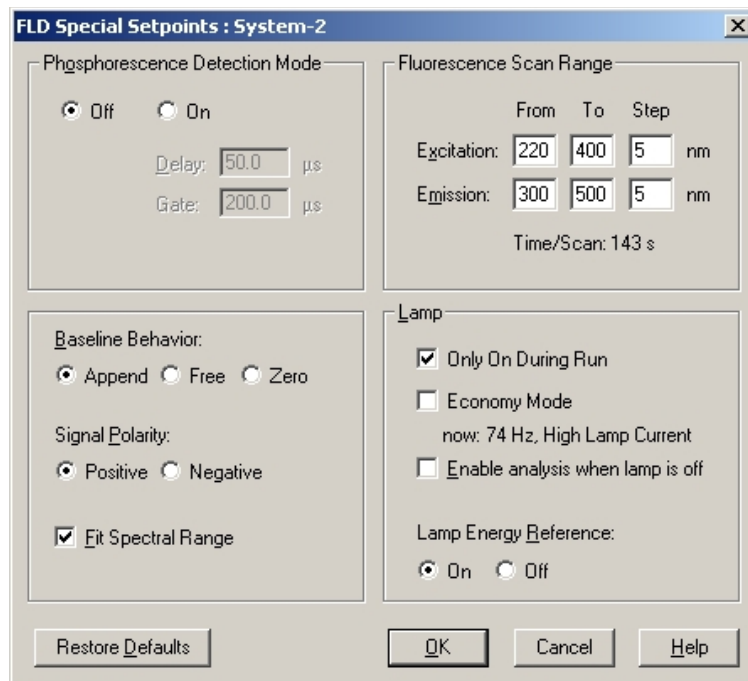


Figure 43 Paramètres spéciaux du FLD

4 Utilisation du détecteur à fluorescence

Exemple : Optimisation pour plusieurs composés

- 4 Définissez un nom de fichier de données et effectuez un balayage fluorimétrique. Une fois le balayage terminé, les résultats apparaissent sous forme de tracé d'isoabsorbance (voir Figure 44, page 106).

REMARQUE

Un bruit de fond faible améliore le rapport signal/bruit (voir également « Réduction de la lumière parasite », page 134).

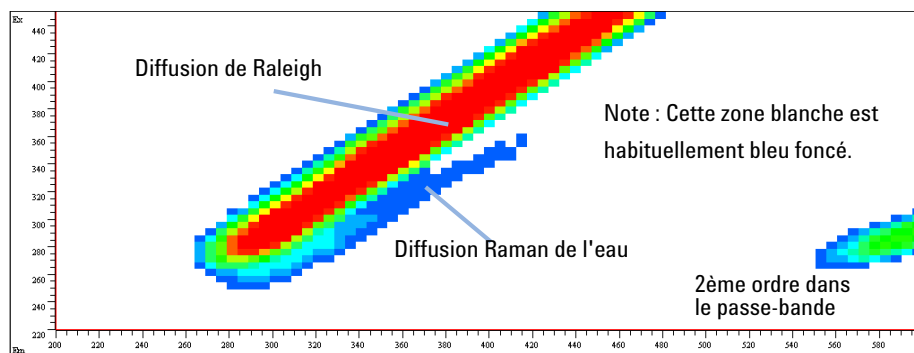


Figure 44 Balayage fluorimétrique de l'eau

Acquisition de spectres en modes TOUS LES SPECTRES DU PIC et SPECTRES APEX UNIQUEMENT

Cette section décrit comment surmonter un problème de fonctionnement de la version actuelle de la ChemStation Agilent avec le détecteur à fluorescence (G1321A/B). Avec ces modes, il arrive parfois que les spectres ne sont pas acquis dans le fichier de données.

L'acquisition de spectres déclenchée par un pic est contrôlée par le biais de 2 paramètres du FLD : THRS (seuil) et PDPW (largeur de pic du détecteur de pics). De plus, l'effet du paramètre PKWD (Largeur de pic du détecteur) concerne uniquement le filtrage du chromatogramme.

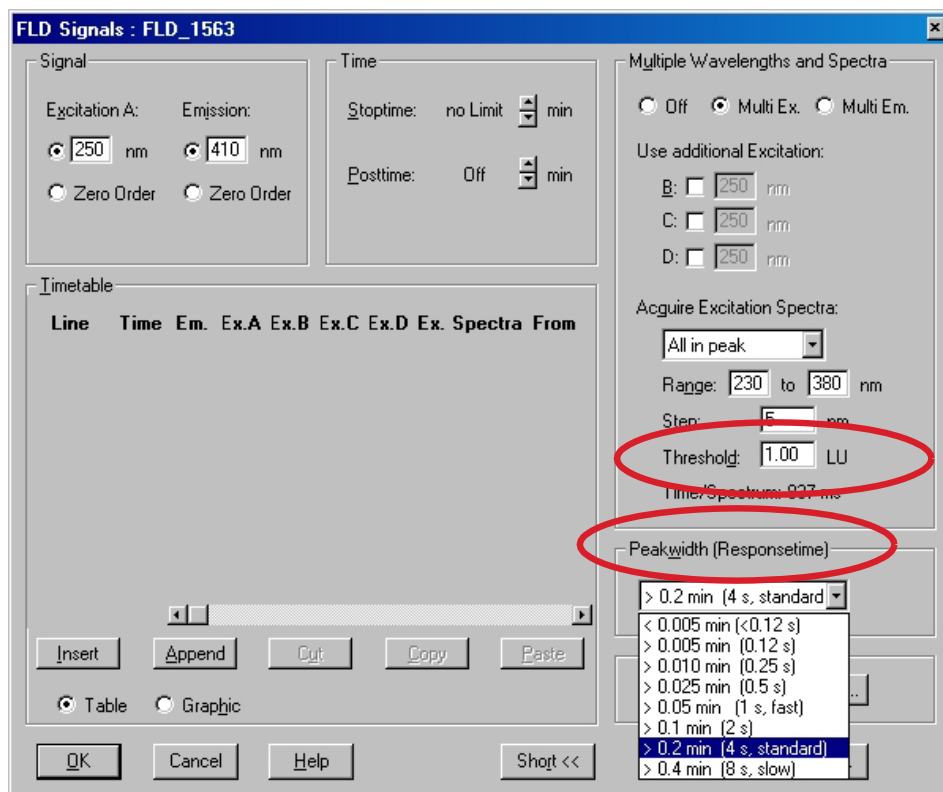
- 1 Réglez les paramètres THRS, PDPW et PKWD en fonction du chromatogramme en cours.

Des résultats optimaux sont obtenus pour l'acquisition de spectres déclenchée par un pic lorsque le PDPW est réglé sur 2 pas en dessous du PKWD (voir « [Paramètres de largeur de pic](#) », page 133).

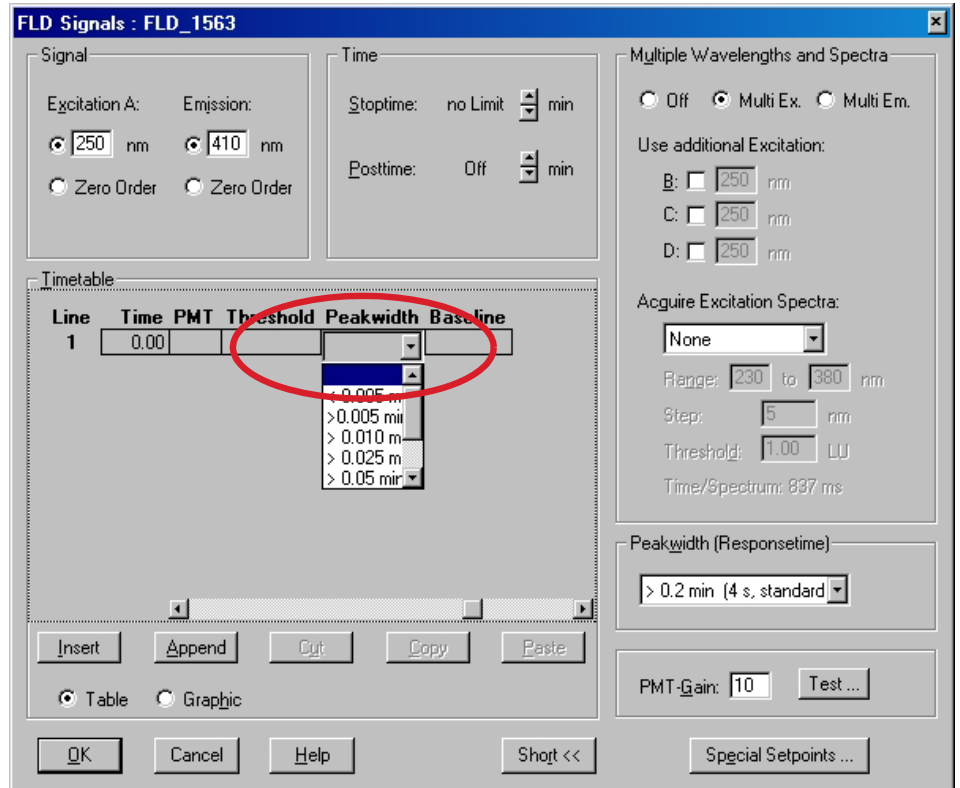
4 Utilisation du détecteur à fluorescence

Acquisition de spectres en modes TOUS LES SPECTRES DU PIC et SPECTRES APEX UNIQUEMENT

- Il existe 2 champs sur l'écran de configuration du FLD pour entrer le PKWD **Peakwidth (Responsetime)** et le THRS **Threshold** (visible lorsque **Multi-EX** ou **Multi-EM** est sélectionné). Les valeurs par défaut sont : PKWD = 6 (0,2 min) ; THRS = 5,000 LU.



Les valeurs sélectionnées restent constantes pendant l'analyse. Le paramètre PDPW peut être modifié seulement à l'aide du champ **Peakwidth** du tableau de chronoprogrammation (visible lorsque **Multi-EX** ou **Multi-EM** est sélectionné).

**REMARQUE**

Le paramètre PDPW doit être modifié en cas de changement du paramètre PKWD. À 0,0 min dans le tableau de chronoprogrammation, entrez un PDPW = PKWD - 2 (e.g. PKWD = 0,2 min, PDPW = 0,05 min). Dans le cas d'un chromatogramme plus long avec un élargissement de pic ultérieur, vous pouvez augmenter la valeur PDPW par 1 pas en créant une entrée supplémentaire dans le **Timetable**.

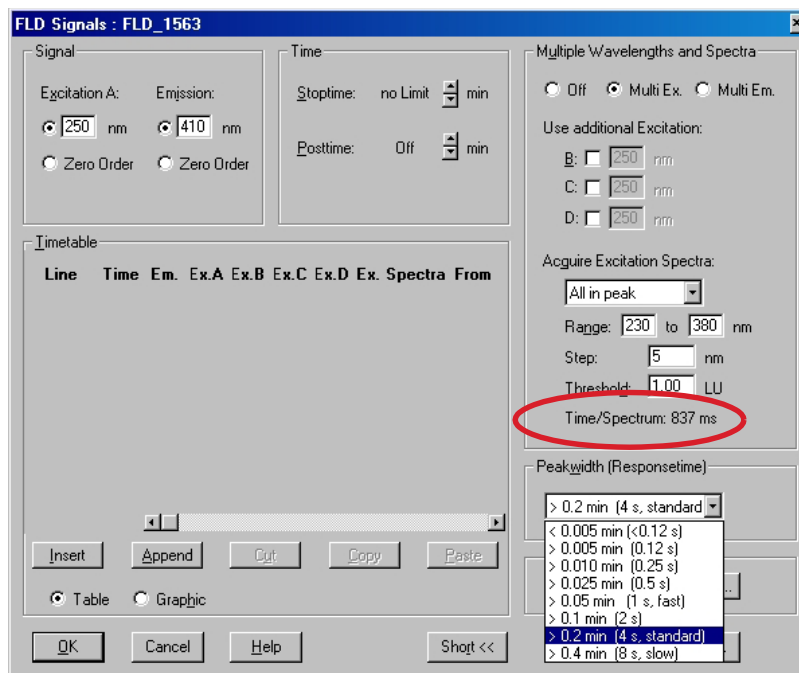
Les paramètres THRS et PDPW ont un effet sur l'acquisition de spectres déclenchée par un pic. Vous pouvez modifier le paramètre THRS sur l'écran de configuration du FLD. Le paramètre PDPW n'est modifiable que par le biais du champ **Peakwidth** dans le **Timetable**.

4 Utilisation du détecteur à fluorescence

Acquisition de spectres en modes TOUS LES SPECTRES DU PIC et SPECTRES APEX UNIQUEMENT

Notes :

- L'algorithme de détection de pics fonctionne de manière optimale lorsqu'un pic est réduit à 8 – 16 points de données. Le FLD acquiert les points de données avec une fréquence d'acquisition interne de 74,08 Hz (= 13,50 ms) (un signal seulement). La réduction des données est influencée par le paramètre PDPW. Lorsque PDPW est trop faible, le détecteur de pics ne détecte aucun pic et assimile le pic à une montée et puis une descente de la ligne de base. Lorsque PDPW est trop important, le détecteur de pics assimile le pic à du bruit.
- Le détecteur de pics fonctionne en ligne sur le chromatogramme en cours. Cela signifie que le début/sommet/fin du pic est reconnu avec un temps de retard. De plus, les points des spectres sont acquis de manière séquentielle. Cela signifie que l'acquisition de spectres à plage large dure beaucoup plus longtemps que celle de d'un spectre à plage réduite. En cas de chromatographie rapide, il est pratiquement impossible d'acquérir des spectres APEX "propres" : les premiers et derniers points sont acquis avant ou après que la concentration la plus élevée ait pénétré dans la cuve du détecteur.
- La durée d'acquisition des spectres individuelles est montrée sur l'écran de configuration du FLD.



Informations sur les solvants

Observez les recommandations suivantes lors de l'utilisation de solvants.

- Observez les recommandations afin d'éviter le développement d'algues, voir les manuels de la pompe.
- Les petites particules peuvent obstruer les capillaires et les vannes de manière irréversible. Il faut donc toujours filtrer les solvants avec des filtres de 0,4 µm.
- L'utilisation de solvants qui pourrait avoir un effet corrosif sur les pièces du circuit est à éviter ou à minimiser. Consultez les spécifications relatives à la plage de pH fournies pour les différentes pièces comme les cuves à circulation, les matériaux des vannes etc. ainsi que les recommandations fournies dans les prochains chapitres.

Informations sur les solvants pour les pièces du système CPL 1260 Infinity Bio-Inert

Pour le système CPL Agilent Infinity Bio-Inert série 1260, Agilent Technologies utilise des matériaux de qualité optimale (voir « [Matériaux Bio-Inert](#) », page 32) dans le circuit (également appelés pièces mouillées), qui sont largement acceptés par les biologistes car ils sont réputés pour leur inertie optimale par rapport aux échantillons biologiques et ils garantissent la meilleure compatibilité avec les échantillons communs et les solvants sur une large plage de pH. En clair, le circuit tout entier est dépourvu d'acier inoxydable et d'autres alliages contenant des métaux tels que le fer, le nickel, le cobalt, le chrome, le molybdène ou le cuivre, susceptibles d'interférer avec les échantillons biologiques. Le circuit en aval de l'introduction des échantillons ne contient aucun métal quel qu'il soit.

Pour autant, il n'existe aucun matériau qui soit compatible à la fois avec les instruments HPLC polyvalents (vannes, capillaires, ressorts, têtes de pompe, cuves à circulation, etc.) et avec tous les produits chimiques et conditions d'application possibles. Cette section recommande les solvants les plus adaptés. Les produits chimiques connus pour leur dangerosité ne doivent pas être utilisés, ou l'exposition à de tels produits doit être limitée, par exemple pour

4 Utilisation du détecteur à fluorescence

Informations sur les solvants

des procédures de nettoyage de courte durée. Après utilisation de produits chimiques potentiellement agressifs, vous devez nettoyer le système avec des solvants HPLC standard compatibles.

PEEK

Le PEEK (polyétheréthercétone) associe d'excellentes propriétés en termes de biocompatibilité, résistance chimique, stabilité mécanique et thermique, il est donc le matériau idéal pour les instruments biochimiques. Il est stable dans la plage de pH spécifiée et inerte dans bon nombre de solvants courants. Il existe toujours plusieurs incompatibilités connues avec des produits chimiques tels que le chloroforme, le chlorure de méthylène, le tétrahydrofurane, le diméthylsulfoxyde, les acides forts (acide nitrique > 10 %, acide sulfurique > 10 %, acides sulfoniques, acide trichloroacétique), les halogènes ou solutions halogènes aqueuses, le phénol et ses dérivés (crésols, acide salicylique, etc.).

Lorsqu'il est utilisé au-dessus de la température ambiante, le PEEK est sensible aux bases et à divers solvants organiques, ce qui peut le faire gonfler. Puisque les capillaires en PEEK normaux sont très sensibles à une pression élevée, notamment dans de telles conditions, Agilent utilise des capillaires en PEEK recouverts d'acier inoxydable pour maintenir le circuit à l'abri de l'acier et assurer la stabilité de la pression jusqu'à 600 bar. En cas de doute, consultez la documentation disponible sur la compatibilité chimique du PEEK.

Titane

Le titane est très résistant aux acides oxydants (par exemple acide nitrique, perchlorique et hypochloreux) sur une grande plage de concentrations et de températures. Ceci est dû à une fine couche d'oxyde à la surface, stabilisée par des composés oxydants. Les acides réducteurs (par exemple l'acide chlorhydrique, sulfurique et phosphorique) peuvent provoquer une légère corrosion, qui augmente avec la concentration de l'acide et la température. Par exemple, le taux de corrosion avec 3 % HCl (pH à 0,1 environ) à température ambiante est d'environ 13 µm/an. À température ambiante, le titane résiste à des concentrations d'environ 5 % d'acide sulfurique (pH à 0,3 environ). L'ajout d'acide nitrique aux acides chlorhydriques ou sulfuriques réduit nettement les taux de corrosion. Le titane est sujet à la corrosion dans le méthanol anhydre, ce qui peut être évité en ajoutant une petite quantité d'eau (environ 3 %). Une légère corrosion est possible avec l'ammoniaque > 10 %.

Silice fondue

La silice fondue est inerte à tous les solvants et acides courants, à l'exception de l'acide hydrofluorique. Il est corrodé par des bases fortes et ne doit pas être utilisé à un pH supérieur à 12 à température ambiante. La corrosion des fenêtres de cuve à circulation peut avoir un effet négatif sur les résultats de mesure. Pour un pH supérieur à 12, l'utilisation de cuves à circulation avec des fenêtres en saphir est recommandée.

Or

L'or est inerte à tous les solvants CPL courants, les acides et les bases dans la plage de pH spécifiée. Il peut être corrodé par les cyanures complexants et les acides concentrés comme l'eau régale (un mélange d'acide chlorhydrique et nitrique concentré).

Oxyde de zirconium

L'oxyde de zirconium (ZrO_2) est inerte à la plupart des acides, bases et solvants courants. Il n'existe aucune incompatibilité documentée pour les applications CPL.

Platine/iridium

Le platine/l'iridium est inerte à la plupart des acides, bases et solvants courants. Il n'existe aucune incompatibilité documentée pour les applications CPL.

PTFE

Le PTFE (polytétrafluoroéthylène) est inerte à la plupart des acides, bases et solvants courants. Il n'existe aucune incompatibilité documentée pour les applications CPL.

Saphir, rubis et céramiques Al_2O_3

Le saphir, le rubis et les céramiques à base d' Al_2O_3 sont inertes à presque tous les acides, bases et solvants courants. Il n'existe aucune incompatibilité documentée pour les applications CPL.

Les données ci-dessus ont été rassemblées auprès de sources externes et servent de référence. Agilent ne peut garantir ni leur exhaustivité ni leur exacti-

4 Utilisation du détecteur à fluorescence

Informations sur les solvants

tude. Ces informations ne peuvent pas non plus être généralisées en raison des effets catalytiques des impuretés telles que les ions métalliques, les agents complexants, l'oxygène, etc. La plupart des données disponibles sont relatives à la température ambiante (généralement 20 – 25 °C, 68 – 77 °F). Si une corrosion est possible, elle augmente généralement à des températures plus élevées. En cas de doute, consultez des ressources supplémentaires.

5 Optimisation du détecteur

Généralités sur l'optimisation	116
Les caractéristiques de conception facilitent l'optimisation.	119
Vérification des performances avant de commencer	119
Détermination des meilleures longueurs d'onde	120
Un exemple réel	121
Détermination de la meilleure amplification du signal	122
Échelle et conditions de fonctionnement du FLD	124
Changement de la fréquence de la lampe-éclair au xénon	129
Allongement de la durée de vie de la lampe	130
Sélection du meilleur temps de réponse	131
Réduction de la lumière parasite	134

Ce chapitre fournit des informations concernant l'optimisation du détecteur.

Généralités sur l'optimisation

REMARQUE

Certaines fonctionnalités (p. ex. l'acquisition de spectres, la détection multi-canal) décrites dans ce chapitre ne sont pas disponibles sur le détecteur à fluorescence Infinity 1260 G1321C.

1 Réglage du gain PMT

Pour la plupart des applications, un gain de 10 est suffisant (voir « [Détermination de la meilleure amplification du signal](#) », page 122). Le convertisseur A/N du FLD est doté d'une plage linéaire étendue, c'est pourquoi il n'est généralement pas nécessaire de modifier le gain PMT. Par exemple, si le pic d'un composé très concentré est étêté, diminuez le gain PMT. N'oubliez pas qu'un gain PMT faible diminue le rapport signal/bruit.

Le test intégré du gain PMT utilise les paramètres du détecteur. Lors du test du gain PMT, le réglage de longueur d'onde et le mode d'économie de lampe (options Mode multi-canal et Économie de la lampe) influent sur le calcul du gain PMT.

REMARQUE

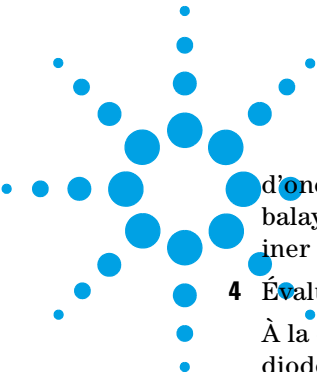
Si vous avez modifié un ou plusieurs paramètres, vous devez appuyer sur '**OK**' pour enregistrer les nouveaux paramètres du FLD. Ensuite, lancez le test du gain PMT à partir de l'écran '**FLD-Signals**'.

2 Sélection du temps de réponse

Pour la plupart des applications, un temps de réponse de 4 secondes est suffisant (voir « [Sélection du meilleur temps de réponse](#) », page 131). Un réglage inférieur est recommandé seulement pour les analyses à haute vitesse (colonnes courtes et débits importants). N'oubliez pas que même si la valeur du temps de réponse est trop élevée, les pics rapides apparaissent un peu plus petits et un peu plus larges mais les temps de rétention et les aires des pics sont néanmoins corrects et reproductibles.

3 Détermination de la longueur d'onde de détection optimale

La plupart des molécules fluorescentes absorbent à 230 nm (voir « [Détermination des meilleures longueurs d'onde](#) », page 120). Réglez la longueur d'onde d'excitation sur 230 nm et effectuez un balayage en ligne des spectres d'émission (en mode multi-émission). Réglez ensuite la longueur



d'onde sur la longueur d'onde d'émission déterminée et effectuez un balayage des spectres d'excitation (en mode multi-excitation) pour déterminer la meilleure longueur d'onde d'excitation.

4 Évaluation des spectres de fluorescence

À la différence des détecteurs UV basés sur la technologie de la barrette de diodes qui évaluent les spectres UV en prenant un spectre au sommet du pic et un spectre de référence sur la ligne de base, les spectres de fluorescence sont obtenus en sélectionnant un spectre au sommet du pic et un spectre de référence au niveau des points d'inflexion. Il est inutile de sélectionner des spectres de référence sur la ligne de base en raison du bruit important sur la ligne de base (pas de lumière !).

5 Mise sous tension de la lampe seulement pendant les analyses

Bien que la sensibilité maximum soit nécessaire, la durée de vie de la lampe peut être augmentée considérablement si elle n'est allumée que pendant les analyses. À la différence d'autres détecteurs pour CPL, le détecteur à fluorescence s'équilibre en quelques secondes après la mise sous tension de la lampe.

REMARQUE

Pour obtenir la meilleure reproductibilité et la meilleure linéarité, réglez la lampe pour qu'elle reste allumée en continu (par défaut, la lampe est réglée pour ne fonctionner que pendant les analyses).

À la première mise en service, il est recommandé de laisser chauffer l'instrument pendant une heure.

6 Ne soumettez pas la cuve à circulation du détecteur à une pression trop forte.

Lors du rajout de dispositifs supplémentaires comme d'autres détecteurs ou un collecteur de fractions, veillez à ce que les pertes de charge en aval de la cuve à circulation ne dépassent pas 20 bar. Il est préférable de placer un détecteur UV en amont du détecteur à fluorescence.



5 Optimisation du détecteur

Généralités sur l'optimisation

REMARQUE

Lorsque vous comparez des spectres d'excitation de fluorescence directement à des spectres DAD ou à des spectres d'absorbance de la littérature, vous devez prendre en compte les différences importantes de la bande passante optique utilisée (FLD = 20 nm) qui aboutissent à un décalage systématique du maximum de la longueur d'onde en fonction du spectre d'absorbance du composé à analyser.

Les caractéristiques de conception facilitent l'optimisation.

Le module présente plusieurs caractéristiques qui vous permettent d'optimiser la détection :

GAIN PMT	Facteur d'amplification
LAMPE	Fréquence des éclairs
TEMPS DE RÉPONSE	Intervalle de réduction de données

Vérification des performances avant de commencer

Avant de commencer, vous devez vérifier que votre détecteur est conforme aux spécifications publiées par Agilent Technologies.

Dans la majorité des cas, les solvants de qualité CLP donnent de bons résultats. L'expérience montre toutefois que le bruit de la ligne de base est plus élevé avec des solvants de qualité CPL qu'avec des solvants de qualité fluorimétrique.

Rincez votre système de distribution de solvant pendant au moins 15 minutes avant de vérifier la sensibilité. Si votre pompe comporte plusieurs voies, rincez également les voies non utilisées.

Détermination des meilleures longueurs d'onde

Les longueurs d'onde d'excitation et d'émission représentent les paramètres les plus importants à optimiser en détection de fluorescence. En général, il est admis que la meilleure longueur d'onde d'excitation peut être déterminée à partir du spectre d'excitation acquis à l'aide d'un spectrofluorimètre. Il est en outre admis que la longueur d'onde d'excitation optimale déterminée pour un type d'instrument particulier peut être utilisée pour d'autres instruments.

Ces deux postulats sont erronés.

La longueur d'onde d'excitation optimale dépend de l'absorption des composés mais également des caractéristiques de l'instrument (par exemple, du type de lampe et des réseaux). Comme la plupart des molécules absorbent mieux dans le domaine ultraviolet, le module a été conçu pour un rapport signal/bruit optimal dans la plage 210 nm à 360 nm du spectre. Pour obtenir la meilleure sensibilité, la longueur d'onde d'absorbance de votre molécule d'échantillon doit concorder avec la plage de longueur d'onde pour laquelle votre instrument est optimisé. En d'autres termes, une longueur d'onde d'excitation dans le domaine ultraviolet. Votre module offre une plage étendue de longueurs d'onde d'excitation. Cependant, pour obtenir une meilleure sensibilité, vous devez sélectionner une longueur d'onde dans le domaine ultraviolet (proche de 250 nm).

Les éléments qui limitent l'efficacité dans la région basse de l'ultraviolet sont la lampe-éclair au xénon et les réseaux. Les lampes de type éclair décalent la longueur d'onde optimale et abaissent les plages de longueurs d'onde du module avec un maximum de 250 nm. Le réseau d'excitation est de type échelle pour une efficacité maximale à 300 nm.

Un exemple réel

Même si une longueur d'onde d'excitation de 340 nm est citée dans la littérature, le balayage avec le module de l'orthophthalaldéhyde, un dérivé de l'alanine, un acide aminé (Figure 45, page 121), montre un maximum entre 220 nm et 240 nm.

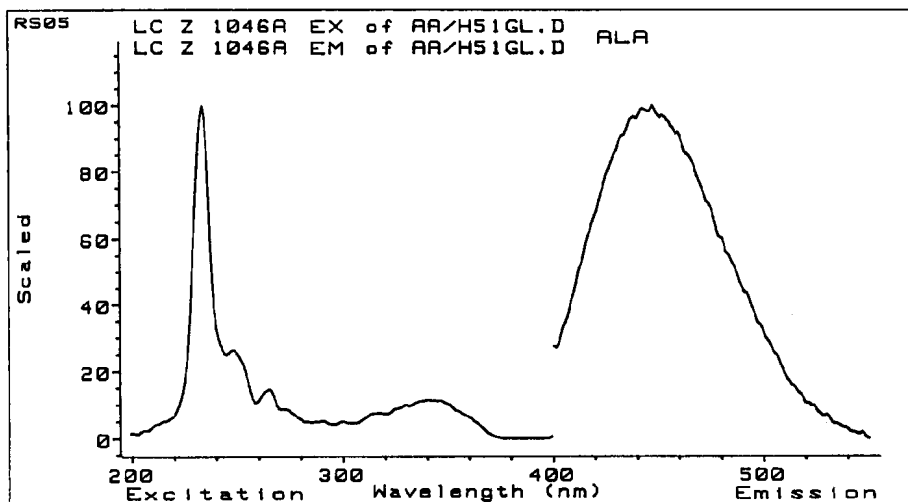


Figure 45 Balayage de l'orthophthalaldéhyde, dérivé de l'alanine

Si vous recherchez la longueur d'onde par balayage, balayez l'ensemble du domaine spectral. En effet, cet exemple montre qu'un maximum peut se trouver dans un domaine de longueur d'onde complètement différent.

REMARQUE

Lorsque vous comparez des spectres d'excitation de fluorescence à des spectres DAD ou à des spectres d'absorbance de la littérature, vous devez prendre en compte les différences importantes de la bande passante optique (FLD = 20 nm) qui aboutissent à un décalage systématique de la longueur d'onde maximum en fonction du spectre d'absorbance du composé à analyser.

Détermination de la meilleure amplification du signal

Le fait d'augmenter le gain PMT augmente l'intensité du signal et du bruit. Jusqu'à une certaine valeur, l'augmentation de l'intensité du signal est supérieure à l'augmentation de l'intensité du bruit.

Un pas de gain correspond à un facteur de 2 (comme pour le FLD HP 1046A).

Le tracé de la [Figure 46](#), page 122 a été obtenu en augmentant graduellement le gain PMT de 4 à 11 (le pic est celui de l'échantillon isocratique Agilent Technologies dilué 1 000 fois). L'augmentation du gain PMT a permis d'augmenter le rapport signal/bruit, et ce jusqu'à un gain de 10. Au delà de 10, le bruit augmente proportionnellement au signal ; il n'y a donc pas d'amélioration du rapport signal/bruit.

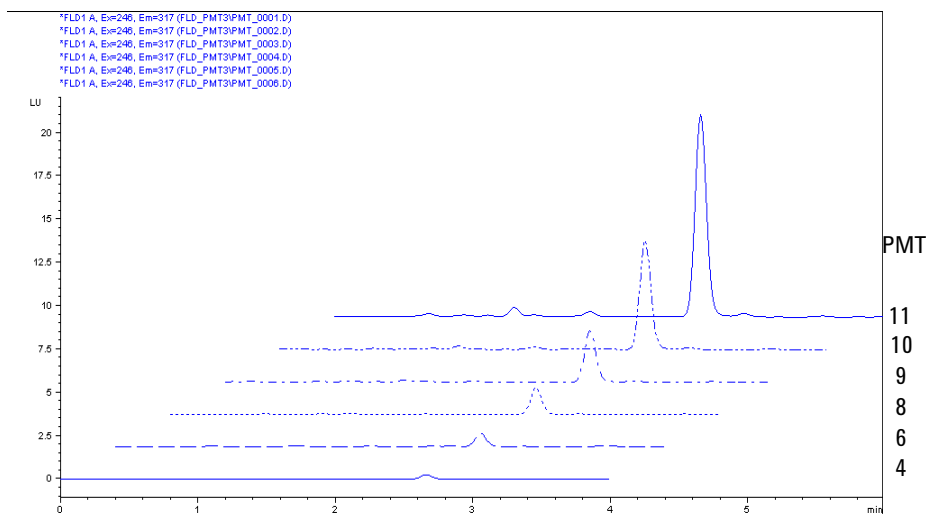


Figure 46 Détermination du meilleur gain PMT pour le biphenyle

Cela est dû au fait que la quantification des lignes de base (en particulier aux faibles niveaux de bruit de fond) ne suffit pas pour développer statistiquement les méthodes de filtrage. Pour déterminer le gain optimal, évaluez votre solvant dans des conditions de circulation à l'aide de la fonction auto-gain. Afin

Détermination de la meilleure amplification du signal

d'éviter l'excès de signaux fluorimétriques élevés, n'utilisez pas des valeurs supérieures à celles proposées par le système si cela n'est pas nécessaire.

Utilisez la fonction de test PMT pour déterminer automatiquement la valeur du paramètre.

Échelle et conditions de fonctionnement du FLD

Lors de l'utilisation de FLD différents :

- La hauteur de signal d'un module FLD G1321 donné peut dépasser la plage de signal recommandée de 0 – 100 LU. Dans certaines situations cela peut conduire à l'étêtage des pics.
- Les hauteurs de signal peuvent varier entre différents modules FLD G1321 pour des méthodes identiques. En général, cela n'est pas un problème mais cela peut devenir gênant si plusieurs FLD G1321 sont utilisés dans un même laboratoire.

Dans les deux cas ces problèmes d'échelle peuvent être résolus. Reportez-vous à la section « [Optimisation du niveau du gain PMT](#) », page 124.

Optimisation du niveau du gain PMT

Lancez le test de gain PMT avec vos conditions de fonctionnement (paramètres de la méthode utilisée, longueurs d'onde d'excitation/d'émission, solvant, débit, ...). La valeur PMT résultante offre le meilleur rapport signal sur bruit et la plage de signal optimale pour cette méthode et cet instrument. Pour un autre FLD, ce niveau de gain PMT peut être différent (sur la base d'un test de gain PMT spécifique).

La figure ci-dessous illustre l'effet de la modification du gain PMT.

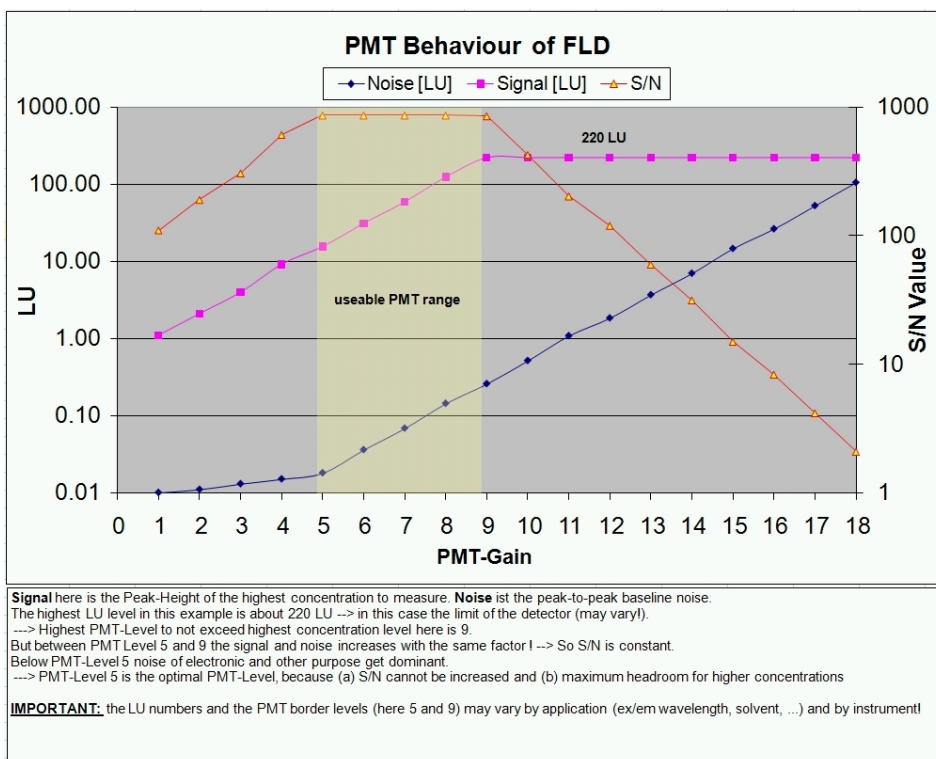


Figure 47 Comportement du gain PMT

Dans cet exemple la sortie maximale est d'environ 220 LU et toute augmentation supplémentaire du PMT (au delà de 9) aboutit à une saturation du signal (étêtage) et une baisse du rapport signal sur bruit.

1 Réglez le niveau du gain PMT

Contrôlez à présent que votre pic le plus haut n'est pas étêté ou ne sature pas avec la valeur de la concentration la plus élevée.

- Si cela n'est pas le cas, vous avez terminé l'optimisation du niveau du gain PMT. Poursuivez avec le "Réglage des unités de luminescence en LU".
- Si au cours du contrôle vous constatez que la concentration la plus élevée ne rentre pas dans la plage sélectionnée (p. ex. les pics sont étêtés), réduisez la sensibilité de votre FLD en baissant progressivement le niveau PMT par incréments de 1, ce qui diminue la hauteur du signal de moitié environ à chaque pas. Il faut noter que cela diminue la sensibilité pour des niveaux de signal faibles (LOD).

2 Réglage des unités de luminescence en LU

Si le niveau de sortie en LU du détecteur ne vous convient pas ou si vous souhaitez aligner la sortie de plusieurs instruments ayant des niveaux de sortie différents, vous pouvez ajuster l'échelle de la sortie de chaque instrument.

Il est recommandé de régler le FLD G1321 sur environ 100 LU pour une hauteur de pic maximale et donc un rapport signal/bruit et une plage de signal optimaux. Des valeurs LU inférieures n'ont généralement pas d'effet sur les performances de l'instrument si le test de gain PMT a été effectué convenablement.

Une sortie analogique inférieure à 100 LU est optimale pour les meilleures performances de signal analogique avec une atténuation par défaut de 100 LU/1 V. Réglez le niveau LU de manière à ce que le niveau de signal maximal avec l'atténuation par défaut soit comprise entre 50 et 80 LU (sortie analogique équivalente de 500 mV à 800 mV).

Après avoir réglé le gain PMT convenablement, vous pouvez ajuster l'échelle de votre instrument pour obtenir le niveau LU désiré. Il est recommandé de ne pas dépasser 100 LU. Le paramètre à régler est appelé le "Facteur d'échelle" et est appliqué par l'unité de commande locale Instant Pilot (version B.02.07 ou ultérieure).

Dans le cas d'utilisation d'une version antérieure, le "Facteur d'échelle" peut être entré à l'aide de l'outil de ligne de commande :

- ChemStation Agilent :
PRINT SENDMODULE\$(LFLD, "DMUL x.xx")
- Instant Pilot : Mode service : FLD. Puis tapez **DMUL x.xx** et appuyez sur **SEND**.
- Outil de mise à jour du micrologiciel LAN/RS-232, menu Envoyer instructions :
DMUL x.xx
- Logiciel Agilent Lab Advisor, menu Instructions :
DMUL x.xx

Ce paramètre est propre à l'instrument, même pour les mises à jour du micrologiciel, et est indépendant de l'environnement logiciel.

Le niveau LU n'est pas une mesure de la sensibilité de l'instrument ! À la limite de concentration la plus basse (limite de détection), le rapport signal/bruit (déterminé par le test S/N de Raman par exemple) est le seul

paramètre permettant de comparer précisément des chromatogrammes et des résultats et de confirmer les performances de l'instrument.

Pour maintenir un bruit de fond minimal et une sensibilité élevée, veillez à ce que la cuve à circulation soit propre et utilisez toujours de l'eau fraîchement préparée pour éviter tout bruit biologique dû à la fluorescence d'algues ou de bactéries.

Visualisation des limites du CAN

Un nouveau micrologiciel (A.06.11) a été lancé pour le détecteur à fluorescence G1321A/B qui comporte la nouvelle fonctionnalité "Visualisation des limites du CAN".

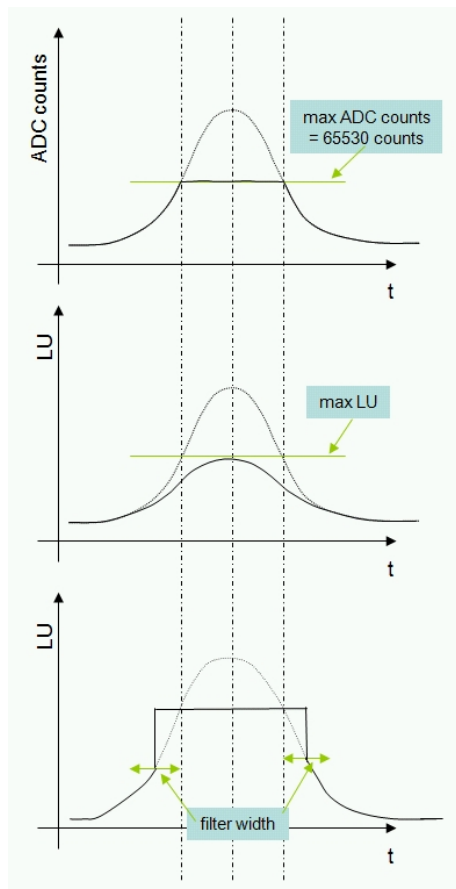
Avant la version A.06.10 du micrologiciel, une "saturation du CAN" n'était pas visible sur le chromatogramme pour certaines méthodes.

La saturation pouvait être masquée par l'effet de lissage d'un filtre et donc invisible à l'utilisateur. Dans la ChemStation Agilent, l'événement "Saturation du CAN" était consigné dans le journal mais n'était pas visible par ailleurs.

Ce problème survient uniquement si le paramètre Largeur de pic (temps de réponse) est similaire ou plus grand que la largeur réelle du pic chromatographique.

5 Optimisation du détecteur

Détermination de la meilleure amplification du signal



Coups CAN bruts

L'intensité lumineuse mesurée est limitée par la plage maximale du convertisseur A/N.

Un filtre lisse le pic et masque le fait que l'intensité maximale a été atteinte. L'aire et la hauteur du pic sont également faussées ce qui aboutit à des performances linéaires médiocres. Il est à noter que le paramètre "LU max" n'a pas une valeur définie mais dépend de l'intensité du canal de référence !

Nouvelle version (micrologiciel A.06.11 ou ultérieur)

La valeur LU max est affichée sur le chromatogramme pour toute valeur de l'échantillon dont l'état est "Saturation du CAN", et ce sur la largeur du filtre. Il est à noter que la valeur "LU max" dépend partiellement de la dérive et du bruit de la lampe et fortement de la longueur d'onde d'excitation.

Il en découle que la "Saturation du CAN" est visible sous la forme d'un pic réel et plat sur le chromatogramme. Cela avertit l'utilisateur que l'un des réglages du détecteur (gain PMT ou concentration de la solution) est trop élevé.

REMARQUE

Le transfert de méthodes 1:1 d'un FLD à un autre peut provoquer ce problème de "Saturation du CAN". Pour plus d'informations, voir « [Échelle et conditions de fonctionnement du FLD](#) », page 124 "Échelle et conditions de fonctionnement du FLD".

Changement de la fréquence de la lampe-éclair au xénon

Modes

La fréquence des éclairs de la lampe peut être réglée sur les modes suivants :

Tableau 19 Modes de fonctionnement de la lampe

Position	296 Hz (en standard), 560 V	63 mJoules (18,8 W)
	74 Hz (en mode « economy »), 560 V	63 mJoules (4,7 W)
Rotation (Multi Ex/Em)	74 Hz (en standard), 950 V	180 mJoules (13,3 W)
	74 Hz (en mode « economy »), 560 V	63 mJoules (4,7 W)

La meilleure sensibilité est obtenue avec l'option “**no economy**”, voir la [Figure 48](#), page 129.

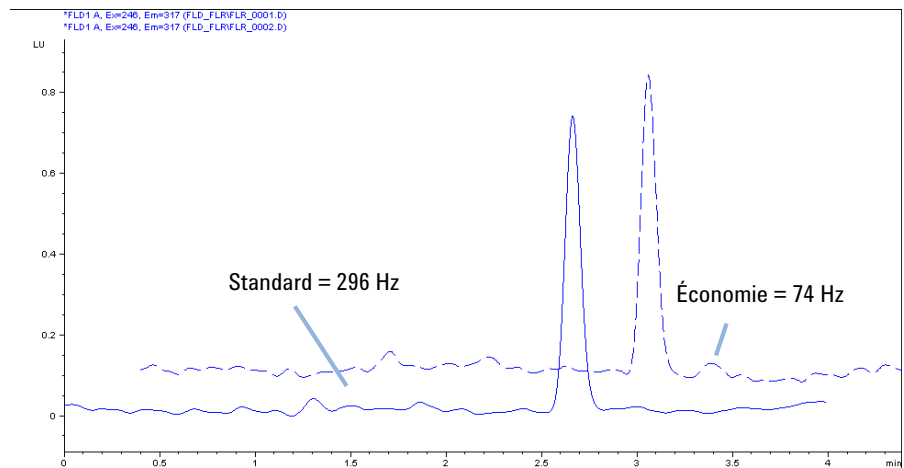


Figure 48 Fréquence de la lampe-éclair au xénon

Allongement de la durée de vie de la lampe

Il existe trois façons de prolonger la vie de la lampe :

- activez l'option « **lamp on during run** » (lampe allumée pendant l'analyse), sans perte de sensibilité.
- activez l'option « **economy** » (économie), ce qui entraîne une perte de sensibilité.
- utilisez une combinaison des deux options ci-dessus.

Sélection du meilleur temps de réponse

Sélection du meilleur temps de réponse

La réduction des données à l'aide de la fonction Temps de réponse accroît le rapport signal/bruit.

Pour illustration, voir la [Figure 49](#), page 131.

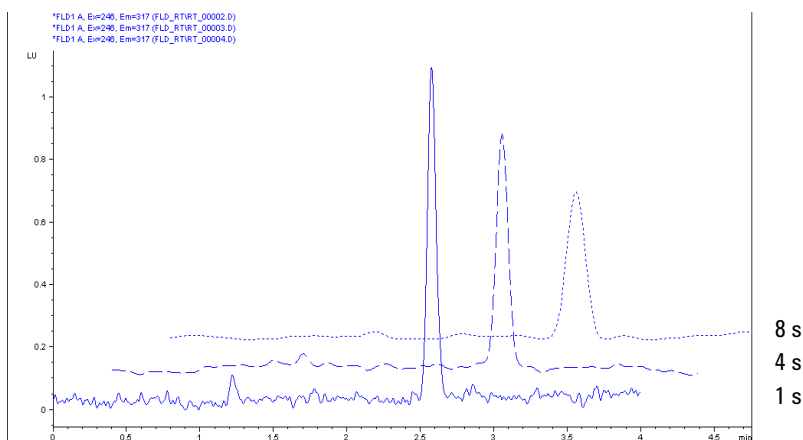


Figure 49 Détermination du meilleur temps de réponse

Le temps de réponse des détecteurs à fluorescence pour CLP est généralement réglé sur 2 ou 4 s. La valeur par défaut du module est 4 secondes. Il est important de savoir qu'un temps de réponse identique doit être utilisé pour comparer des sensibilités. Un temps de réponse de 4 s (par défaut) est équivalent à une constante de temps de 1,8 s et convient dans les conditions chromatographiques standard.

5 Optimisation du détecteur
Sélection du meilleur temps de réponse

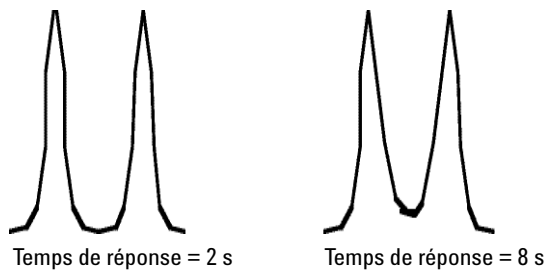


Figure 50 Séparation de pics à l'aide de la fonction Temps de réponse

Paramètres de largeur de pic

REMARQUE

N'utilisez pas une largeur de pic trop étroite.

Le paramètre Largeur de pic vous permet de choisir la largeur de pic (temps de réponse) de votre analyse. Il s'agit de la largeur d'un pic, en minutes, à mi-hauteur de ce dernier. Définissez la largeur de pic sur le pic le plus étroit attendu de votre chromatogramme. La largeur du pic détermine le temps de réponse optimal du détecteur. Le détecteur de pics ignore les pics dont la largeur est sensiblement plus étroite ou plus importante que la valeur choisie. Le temps de réponse correspond au délai compris entre 10 % et 90 % du signal de sortie, en réponse à une fonction échelon d'entrée.

Limites : Lorsque vous configurez la largeur du pic (en minutes), le temps de réponse correspondant est automatiquement défini et la fréquence d'acquisition appropriée pour les signaux et les spectres est sélectionnée dans le tableau ci-dessous.

Tableau 20 Paramètres de largeur de pic

Largeur de pic		Fréquence d'acquisition		
À mi-hauteur [min]	Réponse [s]	Hz	ms	
> 0,0016	0,016	144,93	6,9	G1321B, K1321B (avec micrologiciel A.06.54 ou supérieur)
< 0,003	0,03	74,07	13,5	G1321B/C, K1321B
> 0,003	0,06	37,04	27,0	
> 0,005	0,12	37,04	27,0	
> 0,01	0,25	37,04	27,0	
> 0,025	0,5	18,52	54,0	
> 0,05	1,0	9,26	108,0	G1321A/B/C, K1321B
> 0,1	2,0	4,63	216,0	
> 0,2	4,0	2,31	432,0	
> 0,4	8,0	1,16	864,0	

Réduction de la lumière parasite

Des filtres passe-bande sont utilisés pour éliminer la lumière parasite et la lumière parasite dans le 2^{ème} ordre ou supérieur en permettant une transmission complète de la lumière au-dessus du seuil et peu ou pas de transmission au-dessous. Ils sont utilisés entre les réseaux d'émission et d'excitation pour protéger le tube photomultiplicateur contre la lumière d'excitation parasite lors des mesures de spectres d'émission.

Lorsque les longueurs d'onde d'émission et d'excitation sont proches, la distorsion due à la diffusion limite considérablement la sensibilité. Quand la longueur d'onde d'émission est égale à deux fois la longueur d'excitation, la lumière dans le 2^{ème} ordre est le facteur limitant. Pour comprendre l'effet de la lumière dans un tel ordre, imaginez que le détecteur fonctionne mais qu'aucun échantillon n'est en train d'être élué à travers la cuve à circulation.

La lampe envoie 1 million de photons vers la cuve à circulation, par exemple à 280 nm. La diffusion à la surface de la cuve à circulation et la diffusion due aux molécules de solvant permet à 0,1 % de cette lumière de sortir de la cuve par la fenêtre située à angle droit avec la lumière incidente. Sans filtre passe-bande, ces 1 000 photons restants atteindraient le réseau d'émission. 90 % de ces photons seraient réfléchis totalement, sans dispersion, vers le photomultiplicateur. Les autres 10 % se disperseraient à 280 nm (1^{er} ordre) et à 560 nm (2^{ème} ordre). Pour éliminer cette lumière parasite, il faut appliquer un filtre passe-bande à environ 280 nm.

Sur la base des applications principales connues, un filtre passe-bande à 295 nm est incorporé pour un fonctionnement sans problème jusqu'à 560 nm (voir [Figure 51](#), page 135).

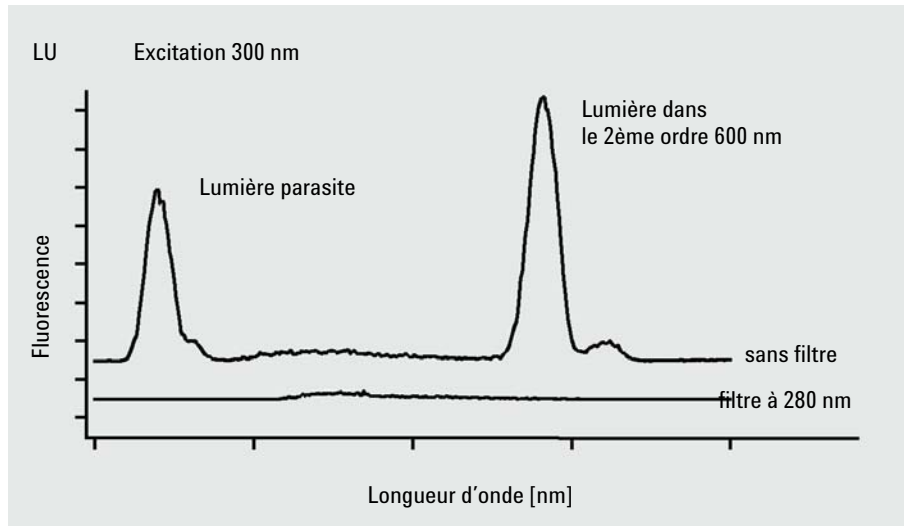


Figure 51 Réduction de la lumière parasite

5 Optimisation du détecteur

Réduction de la lumière parasite



6 Dépannage et diagnostic

Présentation des voyants et des fonctions de test du module 138

Voyants d'état 139

 Voyant d'état de l'alimentation électrique 139

 Témoin d'état du module 140

Interfaces utilisateur 141

Logiciel Agilent Lab Advisor 142

Ce chapitre donne un aperçu des fonctions de dépannage et de diagnostic et des différentes interfaces utilisateur.



Présentation des voyants et des fonctions de test du module

Voyants d'état

Le module est équipé de deux voyants qui indiquent l'état opérationnel (pré-analyse, analyse et erreur) du module. Ces voyants d'état permettent un contrôle visuel rapide du fonctionnement du module.

Messages d'erreur

En cas de défaillance électronique, mécanique ou hydraulique, le module génère un message d'erreur au niveau de l'interface utilisateur. Pour chaque message, vous trouverez une description succincte de la défaillance, la liste des causes probables du problème et la liste des actions correctives pour y remédier (consulter le chapitre Informations sur les erreurs).

Fonctions de test

Une suite de fonctions de test est disponible pour la détection des anomalies/pannes et la vérification opérationnelle après le remplacement d'éléments internes (consultez le chapitre Fonctions de tests et étalonnages).

Recalibration en longueur d'onde

La recalibration en longueur d'onde est recommandée après la réparation de composants internes pour vous assurer du bon état de fonctionnement du détecteur. Le détecteur utilise les propriétés spécifiques des caractéristiques de la lumière d'excitation et d'émission (voir « [Procédure de calibration en longueur d'onde](#) », page 181).

Voyants d'état

Deux voyants d'état sont situés à l'avant du module. Le voyant d'état situé en bas à gauche indique l'état de l'alimentation électrique, et celui en haut à droite indique l'état du module.

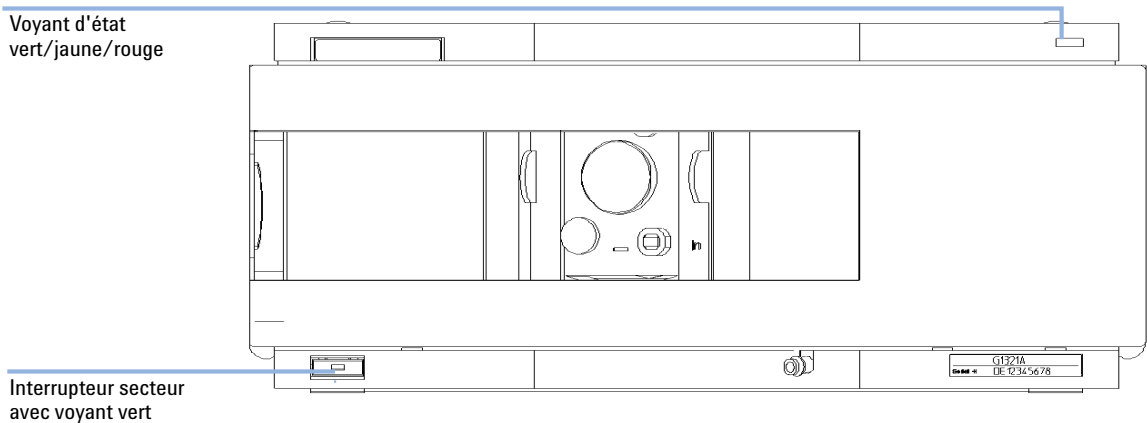


Figure 52 Emplacement des voyants d'état

Voyant d'état de l'alimentation électrique

Le voyant d'état de l'alimentation électrique est intégré dans l'interrupteur d'alimentation principal. Si le voyant est allumé (*en vert*) l'appareil est *sous tension*.

Témoin d'état du module

Le témoin d'état du module indique l'un des six états possibles :

- Lorsque le témoin d'état est *ÉTEINT* (et si le témoin d'alimentation est allumé), le module est en état de *préanalyse*, c'est-à-dire prêt à commencer une analyse.
- Un témoin d'état *vert* indique que le module est en train d'effectuer une analyse (mode *analyse*).
- La couleur *jaune* indique un état *non prêt*. Le module se trouve en état non prêt en attendant qu'un état spécifique soit atteint ou achevé (par exemple, aussitôt après la modification d'un point de consigne) ou pendant une procédure d'autotest.
- Un témoin d'état *rouge* signale une *erreur*. Une situation d'erreur indique que le module a détecté un problème interne qui l'empêche de fonctionner correctement. Généralement, une situation d'erreur nécessite une intervention (par exemple, fuite, éléments internes défectueux). Une situation d'erreur interrompt toujours l'analyse.

Si l'erreur se produit au cours d'une analyse, elle se propage au sein du système CPL, c.-à-d. qu'une DEL rouge peut correspondre à un problème sur un autre module. Utilisez l'affichage des états de l'interface utilisateur pour déterminer l'origine (raison/module) de l'erreur.

- Si le témoin *clignote*, le module est en mode résident (p. ex., pendant la mise à jour du micrologiciel principal).
- Un témoin *clignotant rapidement* indique que le module est dans un mode d'erreur de bas niveau. Dans ce cas, essayez un redémarrage du module ou un démarrage à froid (voir « [Réglages spéciaux](#) », page 246. Essayez ensuite une mise à jour du micrologiciel (voir « [Remplacement du micrologiciel du module](#) », page 202). Si ceci ne résout pas le problème, il est nécessaire de remplacer la carte mère.

Interfaces utilisateur

Les tests disponibles dépendent de l'interface utilisateur. Toutes les descriptions de tests sont basées sur l'utilisation du logiciel Agilent ChemStation comme interface utilisateur. Certaines descriptions ne sont fournies que dans le manuel d'entretien.

Tableau 21 Fonctions de test disponibles pour chaque interface

Test	ChemStation	Instant Pilot G4208A	Lab Advisor
Convertisseur A/N	Non	Non	Oui
Chromatogramme de test	Oui (C)	Non	Oui
Calibration en longueur d'onde	Oui	Oui (M)	Oui
Intensité de la lampe	Oui	Non	Oui
Courant d'obscurité	Oui	Non	Oui

C via une commande
M section Maintenance
D section Diagnostic

Logiciel Agilent Lab Advisor

Le logiciel Agilent Lab Advisor est un produit autonome qui peut être utilisé avec ou sans système de gestion de données. Le logiciel Agilent Lab Advisor facilite la gestion du laboratoire afin d'obtenir des résultats chromatographiques de haute qualité et permet de surveiller en temps réel un seul système CPL Agilent ou tous les systèmes CPG et CPL Agilent configurés sur l'intranet du laboratoire.

Le logiciel Agilent Lab Advisor comporte des fonctions de diagnostic pour tous les modules Agilent Infinity série 1200 . Celles-ci comprennent des outils de diagnostic, des procédures de calibration et des opérations de maintenance pour effectuer toute la maintenance de routine.

Le logiciel Agilent Lab Advisor permet également aux utilisateurs de surveiller l'état de leurs instruments CPL. Une fonction de maintenance préventive (EMF) est également disponible. L'utilisateur peut, en outre, créer un rapport d'état pour chaque instrument CPL. Les fonctions de test et de diagnostic du logiciel Agilent Lab Advisor peuvent différer des descriptions du manuel. Pour plus d'informations, consultez les fichiers d'aide du logiciel Agilent Lab Advisor.

L'utilitaire de l'instrument correspond à une version basique de Lab Advisor avec les fonctionnalités de base nécessaires à l'installation, l'utilisation et la maintenance. Il comporte aucune fonction avancée de réparation, de diagnostic ou de surveillance.



7 Informations concernant les erreurs

Qu'est-ce qu'un message d'erreur ?	144
Messages d'erreur généraux	145
Timeout	145
Shutdown	146
Remote Timeout	147
Lost CAN Partner	148
Leak	149
Leak Sensor Open	150
Leak Sensor Short	151
Compensation Sensor Open	151
Compensation Sensor Short	152
Fan Failed	153
Messages d'erreur du détecteur	154
Lamp Cover Open	154
FLF Board not found	154
ADC Not Calibrated	155
A/D Overflow	156
Flash Lamp Current Overflow	157
No light at reference diode despite lamp is on	157
Flash Trigger Lost	158
Wavelength Calibration Failed	158
Wavelength Calibration Lost	159
Flow Cell Removed	159
Messages d'erreur du moteur	160

Le chapitre suivant explique la signification des messages d'erreur et fournit des informations sur les causes probables et les actions recommandées pour revenir à un état de fonctionnement normal.



Qu'est-ce qu'un message d'erreur ?

Les messages d'erreur s'affichent dans l'interface utilisateur en cas de défaillance électronique, mécanique ou hydraulique (circuit CLHP) qui nécessite une intervention avant de poursuivre l'analyse (par exemple, réparation, échange de fournitures consommables). Lorsqu'une défaillance de ce type se produit, le voyant d'état rouge situé à l'avant du module s'allume, et une entrée d'erreur est consignée dans le journal du module.

Si une erreur se produit en dehors d'une analyse, les autres modules n'en seront pas informés. Si elle se produit pendant une analyse, tous les modules connectés reçoivent une notification, toutes les DEL passent au rouge et l'analyse s'arrête. En fonction du type de module, cet arrêt est effectué différemment. Pour une pompe par exemple, le flux est arrêté pour des raisons de sécurité. Pour un détecteur, le témoin reste allumé pour éviter une durée d'équilibrage. En fonction du type d'erreur, l'analyse suivante peut uniquement démarrer si l'erreur a été résolue, par exemple le liquide d'une fuite a été séché. Les erreurs d'événements probablement uniques peuvent être réparées en allumant le système dans l'interface utilisateur.

Une manipulation spéciale est effectuée en cas de fuite. Une fuite représente un problème de sécurité potentiel et a pu se produire sur un autre module que celui où il a été observé, une fuite entraîne toujours un arrêt de tous les modules, même en dehors d'une analyse.

Dans tous les cas, la propagation de l'erreur a via le bus CAN ou un câble de commande à distance APG (voir documentation de l'interface APG).

Messages d'erreur généraux

Les messages d'erreur généraux sont communs à tous les modules CLHP Agilent et peuvent également apparaître sur d'autres modules.

Timeout

Error ID: 0062

Dépassement du délai d'attente

Le temps imparti a été dépassé.

Cause probable

- 1 L'analyse s'est terminée correctement et la fonction timeout (dépassement du délai d'attente) a arrêté le module comme demandé.
- 2 Un état « non prêt » existait pendant une séquence ou une analyse à injections multiples pendant une durée supérieure au seuil prévu.

Actions suggérées

- Recherchez dans le journal la présence et l'origine d'un état non prêt. Relancez l'analyse si nécessaire.
- Recherchez dans le journal la présence et l'origine d'un état non prêt. Relancez l'analyse si nécessaire.

Shutdown

Error ID: 0063

Arrêt du système

Un instrument externe a émis un signal d'arrêt du système sur la ligne de commande à distance.

Le module surveille en permanence les signaux d'état sur les connecteurs de commande à distance. Ce message d'erreur est généré par une valeur de signal BASSE sur la broche 4 du connecteur d'entrée de commande à distance.

Cause probable

- 1 Détection d'une fuite au niveau d'un autre module relié au système par un bus CAN.
- 2 Détection d'une fuite au niveau d'un instrument extérieur relié au système.
- 3 Arrêt d'un instrument extérieur relié au système.
- 4 Le dégazeur n'est pas parvenu à obtenir un vide suffisant pour le dégazage du solvant.

Actions suggérées

- Corrigez la fuite au niveau de l'instrument externe avant de redémarrer le module.
- Corrigez la fuite au niveau de l'instrument externe avant de redémarrer le module.
- Inspectez les instruments externes à la recherche d'une condition d'arrêt.
- Vérifiez si une situation d'erreur s'est produite au niveau du dégazeur à vide. Consultez le *Manuel d'entretien* du dégazeur, ou celui de la pompe 1260 avec dégazeur intégré.

Remote Timeout

Error ID: 0070

Dépassement de délai sur la commande à distance

Il subsiste un état non-prêt sur le connecteur de commande à distance. Lorsqu'une analyse est lancée, le système s'attend à voir disparaître tous les états non prêt (comme celui qui correspond à la mise à zéro du détecteur) dans un délai d'une minute. Si au bout d'une minute, il subsiste un état non prêt sur la ligne de commande à distance, le message d'erreur est émis.

Cause probable

- 1 État « non prêt » dans l'un des instruments connectés à la ligne de commande à distance.
- 2 Câble de commande à distance défectueux.
- 3 Composants défectueux dans l'instrument montrant un état non prêt.

Actions suggérées

- Vérifiez que l'instrument qui présente l'état « non prêt » est correctement installé et configuré pour l'analyse.
- Remplacez le câble de commande à distance.
- Vérifiez que l'instrument n'est pas défectueux (voir la documentation de l'instrument).

Lost CAN Partner

Error ID: 0071

Perte de communication CAN

Durant une analyse, un défaut de synchronisation ou de communication interne entre des modules du système s'est produit.

Les processeurs du système surveillent continuellement sa configuration. Si un ou plusieurs des modules ne sont plus reconnus comme connectés au système, ce message d'erreur est généré.

Cause probable

- 1 Câble CAN déconnecté.
- 2 Câble CAN défectueux.
- 3 Carte mère défectueuse dans un autre module.

Actions suggérées

- Vérifiez que tous les câbles CAN sont correctement connectés.
 - Vérifiez que tous les câbles CAN sont correctement installés.
- Remplacez le câble CAN.
- Mettez le système hors tension. Redémarrez-le et recherchez le ou les modules qu'il ne reconnaît pas.

Leak

Error ID: 0064

Fuite

Une fuite a été détectée dans le module.

Les signaux émis par les deux capteurs de température (capteur de fuites et capteur de compensation de température ambiante monté sur carte) sont utilisés par l'algorithme de détection de fuite pour déterminer si une fuite est présente. En cas de fuite, le capteur de fuites est refroidi par le solvant. La résistance du capteur de fuites varie alors et est détectée par les circuits de capteur de fuites sur la carte mère.

Cause probable

- 1 Raccords desserrés,
- 2 Capillaire cassé.

Actions suggérées

- Vérifiez que tous les raccords sont bien serrés.
- Remplacez les capillaires défectueux.

Leak Sensor Open

Error ID: 0083

Capteur de fuites ouvert

Le capteur de fuites du module est défectueux (circuit ouvert).

Le courant qui passe au travers du capteur de fuites dépend de la température. Une fuite est détectée quand le solvant refroidit le capteur de fuites, entraînant le changement, dans des limites définies, du courant du capteur de fuites. Si le courant tombe en deçà de la limite inférieure, ce message d'erreur est émis.

Cause probable	Actions suggérées
1 Capteur de fuite non connecté à la carte mère.	Contactez votre technicien Agilent.
2 Capteur de fuites défectueux.	Contactez votre technicien Agilent.
3 Le capteur de fuite n'est pas câblé correctement ou pincé par un élément métallique.	Contactez votre technicien Agilent.

Leak Sensor Short

Error ID: 0082

Court-circuit du capteur de fuites

Le capteur de fuite du module est défectueux (court-circuit).

Le courant qui passe au travers du capteur de fuites dépend de la température. Une fuite est détectée quand le solvant refroidit le capteur de fuites, entraînant le changement, dans des limites définies, du courant du capteur de fuites. Si le courant dépasse la limite supérieure, le message d'erreur est émis.

Cause probable

- 1 Capteur de fuites défectueux.

Actions suggérées

Contactez votre technicien Agilent.

Compensation Sensor Open

Error ID: 0081

Capteur de compensation ouvert

Le capteur de compensation de température (résistance CTN) situé sur la carte mère du module est défectueux (circuit ouvert).

La résistance du capteur de compensation de température de la carte mère dépend de la température ambiante. La variation de la résistance est utilisée pour compenser les variations de la température ambiante. Si la résistance aux bornes du capteur dépasse la limite supérieure, ce message d'erreur est émis.

Cause probable

- 1 Carte mère défectueuse.

Actions suggérées

Contactez votre technicien Agilent.

Compensation Sensor Short

Error ID: 0080

Court-circuit du capteur de compensation

Le capteur de compensation de température (résistance CTN) situé sur la carte mère du module est défectueux (court-circuit).

La résistance du capteur de compensation de température de la carte mère dépend de la température ambiante. La variation de la résistance est utilisée pour compenser les variations de la température ambiante. Si la résistance aux bornes du capteur descend au-dessous de la limite inférieure, le message d'erreur est émis.

Cause probable

1 Carte mère défectueuse.

Actions suggérées

Contactez votre technicien Agilent.

Fan Failed

Error ID: 0068

Ventilateur défaillant

Le ventilateur de refroidissement du module est défaillant.

Le capteur placé sur l'axe du ventilateur permet à la carte mère de surveiller la vitesse du ventilateur. Si la vitesse tombe au-dessous d'une certaine limite pendant un certain laps de temps, ce message d'erreur est émis.

Selon le module, certains ensembles (p. ex., la lampe du détecteur) sont éteints afin d'éviter toute surchauffe à l'intérieur du module.

Cause probable

- 1 Câble du ventilateur débranché.
- 2 Ventilateur défectueux.
- 3 Carte mère défectueuse.

Actions suggérées

- Contactez votre technicien Agilent.
- Contactez votre technicien Agilent.
- Contactez votre technicien Agilent.

Messages d'erreur du détecteur

Lamp Cover Open

Error ID: 6622, 6731

Capot de la lampe ouverte

Le capot de la lampe dans le compartiment optique a été retiré. La lampe ne peut pas être allumée tant que ce message est affiché.

Cause probable

- 1 Capot de la lampe retiré.

Actions suggérées

Contactez votre technicien Agilent.

FLF Board not found

Error ID: 6620, 6730

Carte FLF introuvable

La carte mère (FLM) ne trouve pas la carte FLF. Ce message est associé à un autre message généré par la carte FLF (p. ex. Fuite, ...).

Cause probable

- 1 La carte FLF n'est pas connectée à la carte FLM.
- 2 Carte FLF défectueuse.
- 3 Carte FLM défectueuse.

Actions suggérées

Contactez votre technicien Agilent.
Contactez votre technicien Agilent.
Contactez votre technicien Agilent.

ADC Not Calibrated

Error ID: 6621, 6732

Convertisseur A/N non calibré

Le convertisseur analogique/numérique situé sur la carte FLD ne peut pas être calibré.

Cause probable

- 1 CAN ou autres composants électroniques défectueux.

Actions suggérées

Contactez votre technicien Agilent.

A/D Overflow

Error ID: 6618, 6619

Saturation A/N

Ce message n'est pas généré par la version A.03.66 ou antérieure du micrologiciel.

Il signale une saturation du convertisseur A/N (signal d'échantillon). L'interface utilisateur affiche alors un état "Non prêt" pour le FLD et un événement est enregistré dans le journal. Si le message est affiché pendant une analyse, il indique l'heure de début et de fin de l'événement.

1200 FLD 1 A/D overflow (RT is 0.32 min) 16:33:24 02/11/99

1200 FLD 1 A/D overflow finished (RT is 0.67 min)16:33:46 02/11/99

Si cet événement se produit avant le début d'une analyse, le système bascule en état "Non prêt" et l'analyse ou la séquence ne pourra être démarrée.

Avec les versions A.06.11 ou ultérieure du micrologiciel, une saturation A/N correspond à la présence d'un pic plat (étêté) dans le chromatogramme. Pour plus d'informations, reportez-vous à la section « [Visualisation des limites du CAN](#) », page 127.

Cause probable

- 1 Réglage PMT trop élevé.
- 2 Réglage incorrect de la longueur d'onde.

Actions suggérées

- Réduisez le gain PMT.
- Modifiez le réglage de la longueur d'onde.

Flash Lamp Current Overflow

Error ID: 6704

Saturation du courant de la lampe-éclair

Le courant de la lampe-éclair au xénon est surveillé en continu. Si le courant est trop élevé, une erreur est générée et la lampe est éteinte.

Cause probable	Actions suggérées
1 Court-circuit du déclencheur ou carte FLL défectueuse.	Contactez votre technicien Agilent.
2 Court-circuit de l'ensemble lampe-éclair.	Contactez votre technicien Agilent.

No light at reference diode despite lamp is on

Error ID: 6721

Diode de référence éteinte alors que la lampe est allumée.

- Carte avant (FLF), versions A/B/C :
Aucun mécanisme de rétroaction ne vérifie que la lampe est allumée ! Si le chromatogramme ne présente pas de pics et que l'interface utilisateur affiche que l'état du module est **Ready**, effectuez d'abord un "Test d'intensité de lampe" (voir « [Test d'intensité de lampe](#) », page 164). Si le chromatogramme est plat, effectuez les étapes ci-dessous.
- Carte avant (FLF), version D :
Les éclairs de la lampe-éclair au xénon sont surveillés en continu. Si la lampe n'a pas émis plus de 100 éclairs en série, une erreur est générée et la lampe est éteinte.

Cause probable	Actions suggérées
1 Matériel défectueux.	Contactez votre technicien Agilent.

Flash Trigger Lost

Error ID: 6722

Perte du déclencheur d'éclair

Ce message est affiché lorsque le déclencheur d'éclair n'est plus généré.

Cause probable

- 1 Problème de micrologiciel.
- 2 Mode Multi éteint
- 3 Encodeur défectueux.

Actions suggérées

- Arrêtez puis redémarrez le détecteur.
- Contactez votre technicien Agilent.
- Contactez votre technicien Agilent.

Wavelength Calibration Failed

Error ID: 6703

Échec de la calibration en longueur d'onde

Ce message peut s'afficher pendant la calibration en longueur d'onde.

Si le décalage prévu est plus important que la précision définie pour la longueur d'onde, le message "**Échec de la calibration en longueur d'onde**" est affiché et l'instrument reste à l'état **Not Ready**.

Cause probable

- 1 Lampe-éclair non allumée ou position incorrecte.
- 2 Position de la cellule incorrecte.
- 3 Solvant souillé ou bulles d'air dans cuve.
- 4 Position de l'ensemble monochromateur incorrecte (après remplacement).

Actions suggérées

- Contactez votre technicien Agilent.
- Vérifiez la position de la cellule.
- Rincez la cuve à circulation.
- Contactez votre technicien Agilent.

Wavelength Calibration Lost

Error ID: 6691

Perte de la calibration en longueur d'onde

Après le remplacement d'ensembles monochromateur, les facteurs de calibration doivent être réglés sur les valeurs par défaut (une nouvelle carte FLM est fournie avec des valeurs par défaut). Dans ce cas, la message "**Perte de la calibration en longueur d'onde**" s'affiche et l'instrument reste à l'état **Not Ready**.

Cause probable

- 1 Réglage des paramètres du monochromateur après remplacement.
- 2 Remplacement de la carte FLM.

Actions suggérées

- Effectuez une calibration en longueur d'onde.
- Effectuez une calibration en longueur d'onde.

Flow Cell Removed

Error ID: 6616, 6702, 6760

Cuve à circulation retirée

Le détecteur est doté d'un système de reconnaissance de cuve automatique. Lorsque la cuve à circulation est retirée, la lampe est éteinte et l'instrument bascule à l'état **NOT READY**. Si la cuve à circulation est retirée pendant une analyse, l'instrument commence à s'**SHUT DOWN**.

Cause probable

- 1 La cuve à circulation a été retirée pendant une analyse.

Actions suggérées

- Introduisez la cuve à circulation et allumez la lampe.

7 Informations concernant les erreurs

Messages d'erreur du détecteur

Messages d'erreur du moteur

REMARQUE

Des messages d'erreur concernant le moteur du monochromateur peuvent s'afficher pendant l'*initialisation* ou le *fonctionnement* du détecteur. Des messages spécifiques existent pour la partie excitation et la partie émission. Si une erreur se produit, allumez la lampe. Cela permet d'effacer l'erreur et de réinitialiser les moteurs.

Contactez votre technicien Agilent si des messages concernant le moteur apparaissent.



8 Fonctions de test

Introduction	162
Schéma du trajet de la lumière	163
Test d'intensité de lampe	164
Historique de la lampe	165
Test de signal sur bruit Raman ASTM	166
À l'aide de Lab Advisor Agilent	169
Interprétation des résultats	169
Utilisation du chromatogramme de test intégré	170
Procédure avec Agilent Lab Advisor	170
Vérification de la précision des longueurs d'onde et calibration	172
Test de précision de la longueur d'onde	175
À l'aide de Lab Advisor Agilent	175
Interprétation des résultats	177
À l'aide de ChemStation Agilent (manuellement)	178
Procédure de calibration en longueur d'onde	181

Ce chapitre décrit les fonctions de test intégrées du détecteur.



Introduction

Tous les tests sont décrits pour le logiciel Agilent Lab Advisor B.02.03.

Il est possible que d'autres interfaces utilisateur ne fournissent aucun test ou seulement quelques uns.

Tableau 22 Interfaces et fonctions de tests disponibles

Interface	Remarque	Fonction disponible
Utilitaires de l'instrument Agilent	Des tests de maintenance sont disponibles	<ul style="list-style-type: none"> • Intensité • Calibration en longueur d'onde
Agilent Lab Advisor	Tous les tests sont disponibles	<ul style="list-style-type: none"> • Intensité • Dérive et bruit ASTM • Courant d'obscurité • Convertisseur A/N • Précision de la longueur d'onde • Calibration en longueur d'onde • Chromatogramme de test (Outils) • Balayage des spectres (Outils) • Informations sur le module (Outils) • Diagnostic (Outils)
ChemStation Agilent	Certains tests peuvent être disponibles Ajout de la température	<ul style="list-style-type: none"> • Certains tests Lab Advisor
Agilent Instant Pilot	Certains tests sont disponibles	<ul style="list-style-type: none"> • Intensité • Calibration en longueur d'onde • Balayage des spectres (Outils) • Informations sur le module (Outils) • Diagnostic

Pour obtenir des informations supplémentaires sur l'utilisation de l'interface, consultez la documentation de l'interface.

Schéma du trajet de la lumière

Le trajet de la lumière est présenté dans la [Figure 53](#), page 163.

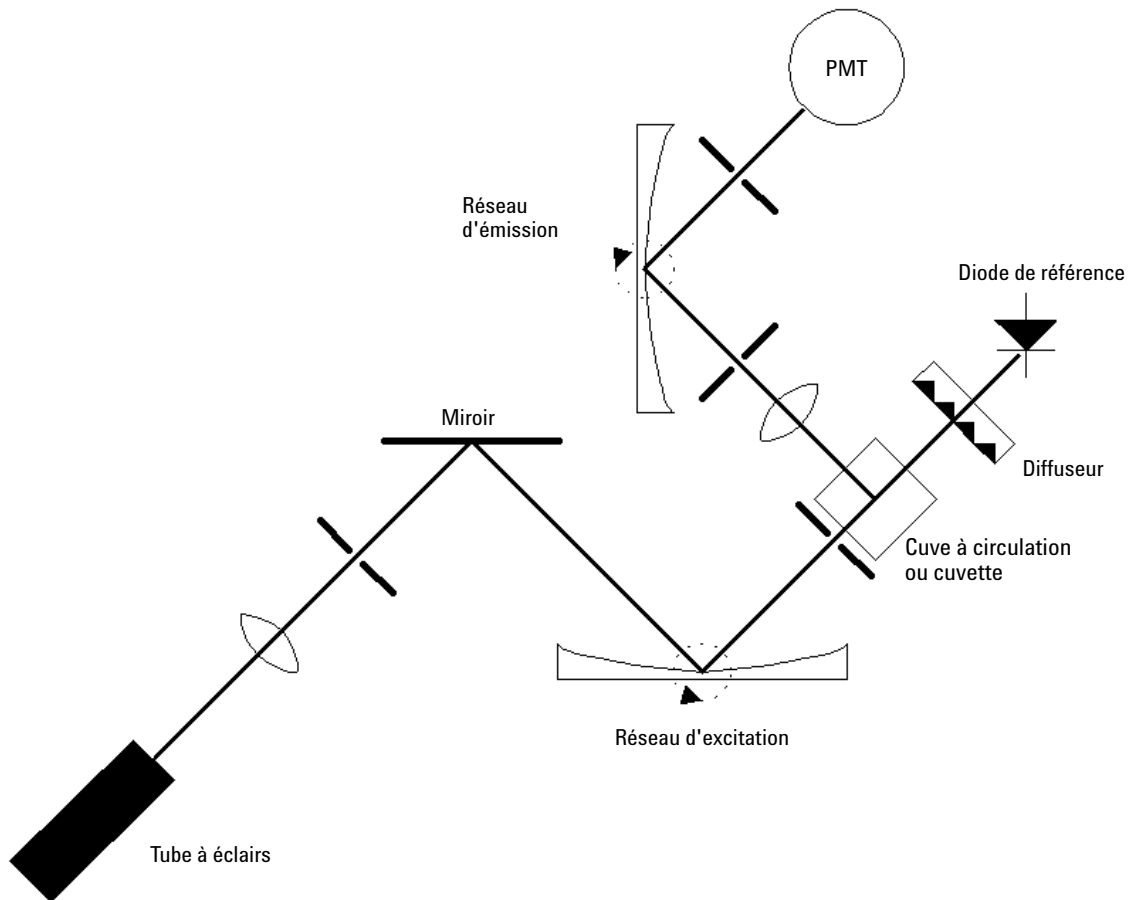


Figure 53 Schéma du trajet de la lumière

Test d'intensité de lampe

Le test d'intensité balaie un spectre d'intensité à l'aide de la diode de référence (200 à 1200 nm par pas de 1 nm) et le stocke dans un tampon de diagnostic. Le résultat du balayage est affiché dans une fenêtre graphique. Aucune évaluation supplémentaire n'a lieu.

Les résultats de ce test sont enregistrés dans l'historique de la lampe (code de date, intensité).

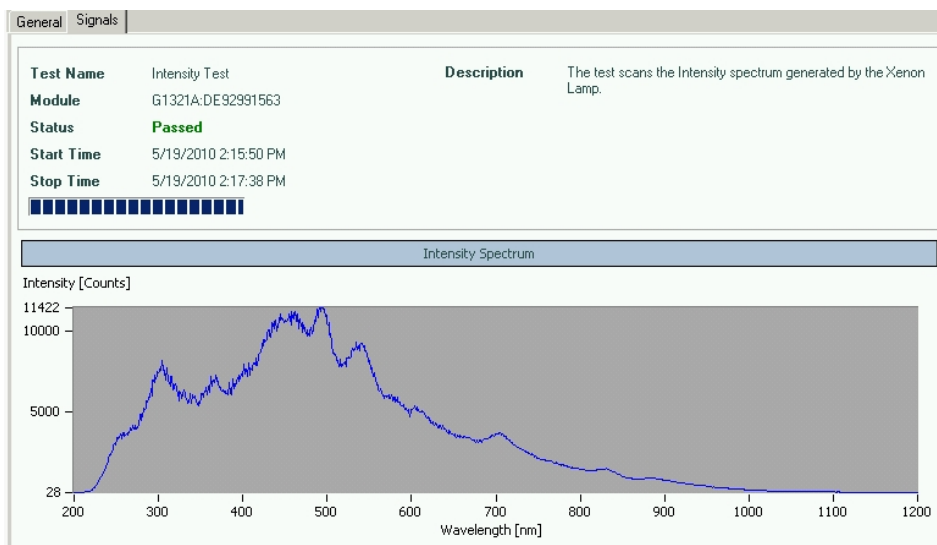


Figure 54 Test d'intensité de lampe (Agilent Lab Advisor)

REMARQUE

Le profil peut varier d'un instrument à un autre. Il dépend de l'ancienneté de la lampe et du contenu de la cuve à circulation (utilisez de l'eau fraîchement préparée).

La dégradation des UV (en particulier en dessous de 250 nm) est considérablement plus élevée que dans le domaine visible. En général, l'utilisation de l'option "**LAMP ON during run**" ou du "**economy mode**" prolonge la vie de la lampe d'un ordre de grandeur.

Historique de la lampe

Les résultats du test d'intensité de lampe (si le dernier remonte à plus d'une semaine) sont enregistrés dans l'historique de la lampe (code de date, intensité à quatre longueurs d'onde différentes : 250, 350, 450 et 600 nm). Les données/tracés peuvent être récupérés à l'aide de la fonction de diagnostic et permettent de voir le profil d'intensité dans le temps.

Available tables:				
Lamp Intensity History				
Date	Reference Diode Counts at 250nm	Reference Diode Counts at 350nm	Reference Diode Counts at 450nm	Reference Diode Counts at 600nm
01/28/2013 14:15	2143	2994	7166	3150
12/17/2012 13:55	10	9	9	9
12/17/2012 13:55	9	9	11	10
12/17/2012 13:49	10	11	10	10
10/29/2012 16:48	388	2120	5776	2766
12/08/2011 10:39	88	1004	1227	935
12/06/2011 11:31	576	2155	5532	2679

Figure 55 Historique d'intensité de lampe (sous **Module Info** dans Agilent Lab Advisor)

Test de signal sur bruit Raman ASTM

Ce test contrôle le rapport signal/bruit Raman ASTM pour les détecteurs FLD G1321.

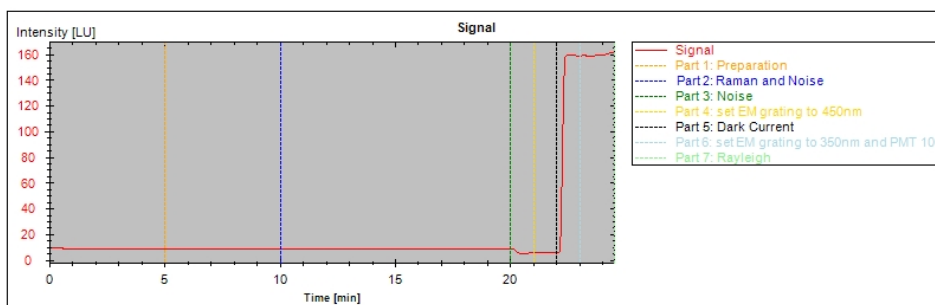


Figure 56 Test de signal sur bruit Raman ASTM (Lab Advisor)

Selon la version du détecteur, les spécifications ont été modifiées.

Tableau 23 Spécifications du test de signal sur bruit Raman ASTM

Instrument	Spécification S/B Raman/obscurité	Spécification S/B Deux canaux	Remarque
G1321C (1260)	500 / 3000		Carte FLF, version D et supérieure
G1321B (1260)	500 / 3000	300	Carte FLF, version D et supérieure
G1321A (1200)	500	300	Carte FLF, version D et supérieure
G1321A (1100)	400		Carte FLF, version B et supérieure
G1321A (1100)	200		Carte FLF, version A

Conditions : Cuve à circulation standard (G1321-60005, G5615-60005), débit de 0,25 mL/min d'eau.

REMARQUE

Les valeurs **Dark** et **Dual WL** sont des spécifications supplémentaires. La valeur **Raman** est utilisée pour le contrôle normal de l'instrument.

REMARQUE

La valeur "mono-canal au signal" peut être mesurée avec Agilent Lab Advisor. Toutes les autres spécifications (qui ne sont pas utilisées pour un contrôle normal) doivent être configurées manuellement à partir des informations du [Tableau 26](#), page 167 et du [Tableau 27](#), page 168.

Tableau 24 Conditions de test de signal sur bruit Raman

Durée	environ 23 minutes
Cuve à circulation standard	G1321-60005, G5615-60005
Solvant	Eau de qualité CPL, dégazée
Débit	0,25 mL/min
Spécification (mono-canal au signal)	> 500 (d'après les paramètres du Tableau 25 , page 167)
Spécification (mono-canal pour le bruit)	> 3000 (d'après les paramètres du Tableau 26 , page 167)
Spécification (deux canaux)	> 300 (d'après les paramètres du Tableau 27 , page 168)

Tableau 25 Paramètres pour les spécifications mono-canal (au signal)

Temps	EX	EM	PMT	Ligne de base
0	350	397	12	Libre
20,30	350	450	12	Libre

Tableau 26 Paramètres pour les spécifications mono-canal (pour le bruit)

Temps	EX	EM	PMT	Ligne de base
0	350	450	14	Libre
20,30	350	397	14	Libre

8 Fonctions de test

Test de signal sur bruit Raman ASTM

Tableau 27 Paramètres pour les spécifications à deux canaux (balayage multi-EM)

Temps	EX	EM_A	EM_B	Spectres	De	À	Pas	PMT	Ligne de base	Ajuster spectre
00,00	350	397	450	Aucun	280	450	10	12	Libre	Éteint
20,30	350	450	450	Aucun	280	450	10	12	Libre	Éteint

Formules pour la valeur signal/bruit Raman ASTM (pour plus d'informations, voir la [Figure 57](#), page 168) :

$$\text{SNR}_{\text{Raman}} = \frac{\text{mean_raman} (\text{ex} = 350, \text{em} = 397) - \text{mean_background} (\text{ex} = 350, \text{em} = 450)}{\text{noise_raman} (\text{ex} = 350, \text{em} = 397)}$$

$$\text{SNR}_{\text{Dark}} = \frac{\text{mean_raman} (\text{ex} = 350, \text{em} = 397) - \text{mean_background} (\text{ex} = 350, \text{em} = 450)}{\text{noise_background} (\text{ex} = 350, \text{em} = 450)}$$

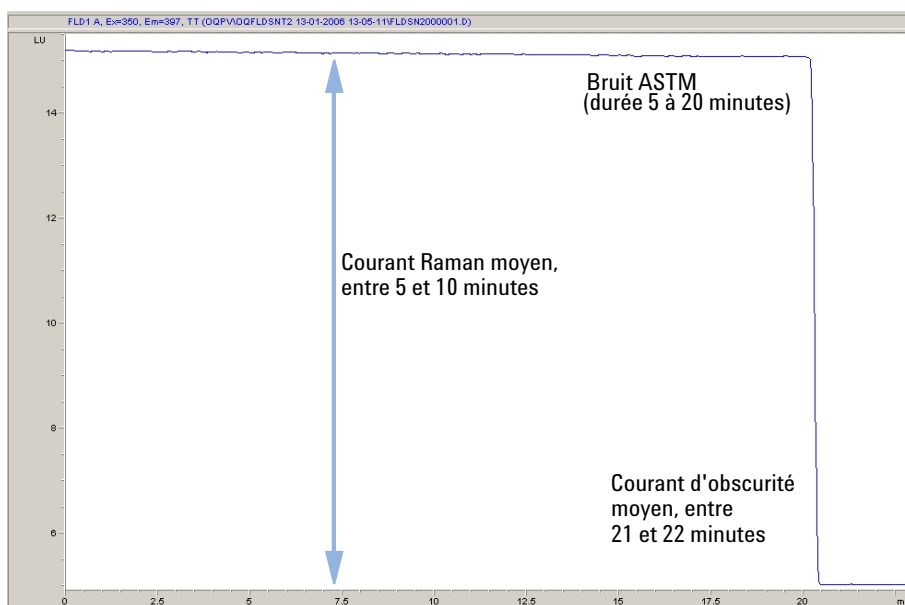


Figure 57 Calcul du rapport signal/bruit Raman ASTM

À l'aide de Lab Advisor Agilent

- 1 Configurez le système HPLC et Lab Advisor.
- 2 Rincez la cuve à circulation à l'eau bidistillée.
- 3 Lancez le test avec le logiciel Agilent Lab Advisor.

Test Name	Raman ASTM Signal/Noise Test	Description	The test determines the detector noise and drift over a period of 15 minutes at wavelength EX/EM= 350/397 nm. Then the wavelength changes to 350/450 nm.
Module	G1321A:DE81700118 (FLD)		
Status	Passed		
Start Time	4/16/2013 2:41:16 PM		
Stop Time	4/16/2013 3:06:24 PM		

Test Procedure		Result	
		Name	Value
✓	1. Check Prerequisites...	Raman ASTM	1337.94 SNR
✓	2. Measurement, Part 1: Preparation	Minimum Raman ASTM Limit	400 SNR
✓	3. Measurement, Part 2: Raman and Noise	Drift	-10.346 LU/h
✓	4. Measurement, Part 3: Noise		
✓	5. Measurement, Part 4: set EM grating to 450nm		
✓	6. Measurement, Part 5: Dark Current		
✓	7. Measurement, Part 6: set EM grating to 350nm and PMT 10		
✓	8. Measurement, Part 7: Rayleigh		
✓	9. Evaluate Data...		

Figure 58 Test de signal sur bruit Raman ASTM (Agilent Lab Advisor)

Si ce test échoue (comme illustré ci-dessus), reportez-vous à la section « [Interprétation des résultats](#) », page 169.

Interprétation des résultats

Si les valeurs Raman obtenues avec le test sont faibles, vérifiez que :

- ✓ la cuve à circulation est positionnée correctement,
- ✓ la cuve à circulation est propre (rincez avec de l'eau bidistillée),
- ✓ la cuve ne contient pas de bulles d'air (utilisez le balayage fluorimétrique ou contrôlez visuellement la cuve/cuvette),
- ✓ le filtre d'entrée de solvant fonctionne correctement (peut créer des bulles d'air dans la cuve à circulation).

Utilisation du chromatogramme de test intégré

Cette fonction est disponible dans les logiciels Agilent ChemStation, Lab Advisor et Instant Pilot.

Le chromatogramme de test intégré peut être utilisé pour vérifier le trajet du signal entre le détecteur et le système de données et l'analyse des données ou depuis la sortie analogique jusqu'à l'intégrateur ou au système de données. Le chromatogramme est répété en continu jusqu'à être interrompu manuellement ou après un délai d'exécution maximal.

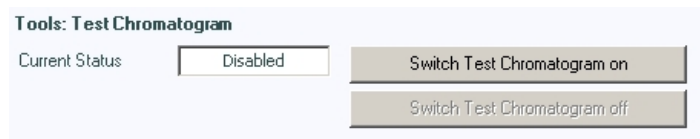
REMARQUE

La hauteur de pic est constante mais l'aire du pic et le temps de rétention dépendent de la largeur de pic définie (voir l'exemple ci-dessous).

Procédure avec Agilent Lab Advisor

Cette procédure d'exécution convient à tous les détecteurs Agilent 1200 Infinity (DAD, MWD, VWD, FLD et RID). L'exemple présenté dans la figure est pour un détecteur à indice de réfraction (RID).

- 1 Assurez-vous que la méthode CPL par défaut est chargée à l'aide du logiciel de commande.
- 2 Lancez le Logiciel Agilent LabAdvisor (version B.01.03 SP4 ou ultérieure) et ouvrez la sélection **Tools** pour le détecteur.
- 3 Ouvrez l'écran du chromatogramme de test



- 4 Lancez le **Test Chromatogram**.
- 5 Allez au **Module Service Center** du détecteur et ajoutez le signal du détecteur à la fenêtre de tracé du signal.

- 6 Pour démarrer un chromatogramme de test, saisissez la ligne de commande : STRT

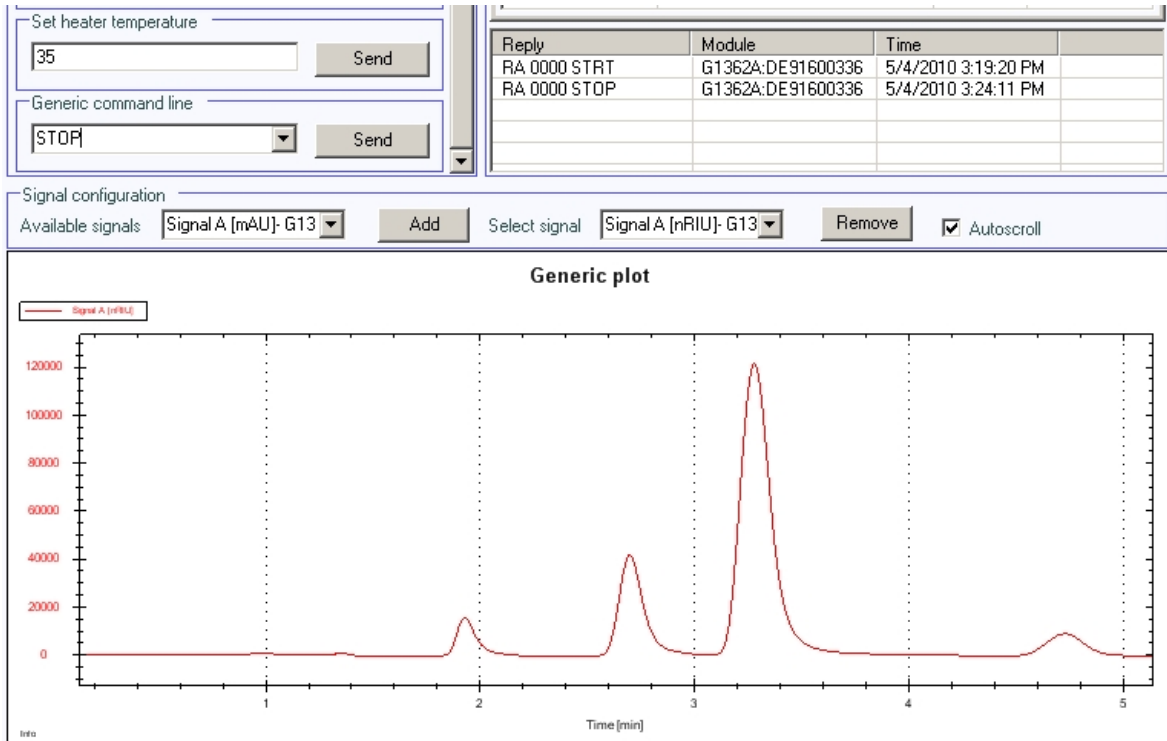


Figure 59 Chromatogramme de test avec Agilent LabAdvisor

- 7 Pour arrêter le chromatogramme de test, saisissez la ligne de commande : STOP

REMARQUE

Le chromatogramme de test est arrêté automatiquement à la fin de l'analyse.

Vérification de la précision des longueurs d'onde et calibration

La calibration en longueur d'onde s'effectue avec une solution de glycogène à forte activité de diffusion élastique (selon la méthode ASTM E388-72-1993 "*Spectral Bandwidth and Wavelength Accuracy of Fluorescence Spectrometers*"). La solution de glycogène est introduite dans la cuve à circulation, puis la fonction intégrée de calibration en longueur d'onde est utilisée.

L'algorithme repose sur l'évaluation de différents ordres de réseau et sur le calcul des échelles de longueurs d'onde des monochromateurs d'excitation et d'émission à l'aide de l'équation fondamentale des réseaux.

REMARQUE

Une calibration en longueur d'onde complète n'est pas toujours nécessaire. Dans la plupart des cas, une vérification rapide de la précision de la longueur d'onde est suffisante (voir le [Tableau 28](#), page 172).

Tableau 28 Raisons principales pour effectuer une vérification ou une calibration

	Vérification	Calibration en longueur d'onde
intérêt	X	
conformité aux BPL	X	
remplacement de cuve	X	(X)
remplacement de lampe	X	(X)
remplacement de monochromateur		X
remplacement de carte mère		X
remplacement d'unité optique		X

(X) requis uniquement si le décalage est trop important.

REMARQUE

Avant la calibration en longueur d'onde, il convient de procéder à la vérification de la précision de la longueur d'onde (voir le « [Test de précision de la longueur d'onde](#) », page 175). Si le décalage est supérieur à ± 3 nm, il faut effectuer la calibration en longueur d'onde comme décrit dans la « [Procédure de calibration en longueur d'onde](#) », page 181.

REMARQUE

La calibration en longueur d'onde prend environ 15 minutes plus le temps de préparation de l'échantillon étalon et du système. Le gain PMT est modifié automatiquement en fonction de l'intensité maximum détectée au cours du balayage, ce qui prend une minute de plus par balayage.

Tableau 29, page 174 montre les étapes de la calibration en longueur d'onde.

Les réseaux d'excitation et d'émission sont calibrés à l'aide de la lumière parasite Rayleigh provenant de la cuve à circulation ou de la cuvette et mesurée à l'aide du tube photomultiplicateur.

The screenshot displays the 'Wavelength Calibration' test procedure in the Agilent Lab Advisor software. The interface is divided into several sections:

- General Information:**
 - Test Name:** Wavelength Calibration
 - Module:** G1321A:DE92991563
 - Approx. Time:** 20 min
 - Status:** Running
- Description:** This procedure performs a Wavelength Verification and Recalibration.
- Test Procedure:** A list of 12 steps, each preceded by a green checkmark, indicating completion:
 1. Check Prerequisites...
 2. Wavelength Verification, Preparation...
 3. WL Verification, Step 1 (EX rotation scan, full circle)...
 4. WL Verification, Step 2 (EX rotation scan, high resolution)...
 5. WL Verification, Step 3 (EX position scan, low resolution)...
 6. WL Verification, Step 4 (EX position scan, high resolution)...
 7. WL Verification, Step 5 (EM rotation scans, full circle)...
 8. WL Verification, Step 6 (EM rotation scan, high resolution, part I)...
 9. WL Verification, Step 7 (EM rotation scan, high resolution, part II)...
 10. WL Verification, Step 8 (EM position scan, low resolution)...
 11. WL Verification, Step 9 (EM position scan, high resolution)...
 12. Calibrate Detector...
- Result Table:**

Name	Value
Ex	1.300 nm
Em	3.400 nm
- Dialog Box:** A 'Wavelength Calibration' dialog box is open, asking: 'Do you want to calibrate the detector using the wavelength verification results?'. It features a 'Yes' button and a 'No' button.

Figure 60 Calibration en longueur d'onde (Agilent Lab Advisor)

8 Fonctions de test

Vérification de la précision des longueurs d'onde et calibration

Tableau 29 Étapes de la calibration en longueur d'onde

Étape	Description	Durée
1	Préparation	30 s maximum
2	Balayage rotationnel d'excitation, cercle complet	60 s
3	Balayage rotationnel d'excitation, haute résolution	44 s
4	Balayage de position d'excitation, basse résolution	55 s variable
5	Balayage de position d'excitation, haute résolution	260 s variable
6.n	Balayage rotationnel d'émission, cercle complet (le nombre de balayages dépend du gain PMT requis, 1 min par balayage)	61 s variable
6.n	Balayage rotationnel d'émission, cercle complet (profil de l'instrument)	9 s
6.n	Balayage rotationnel d'émission, cercle complet (profil de l'instrument)	9 s
6.n	Balayage rotationnel d'émission, cercle complet (profil de l'instrument)	9 s
6.n	Balayage rotationnel d'émission, cercle complet (profil de l'instrument)	9 s
7	Balayage rotationnel d'émission, haute résolution, partie I	44 s
8	Balayage rotationnel d'émission, haute résolution, partie II	44 s
9	Balayage de position d'émission, basse résolution	50 s variable
10	Balayage de position d'émission, haute résolution	250 s variable

REMARQUE

Les durées marquées "variables" peuvent être un peu plus longues.

Quand la lampe est hors tension, la procédure de calibration s'arrête au cours de l'une des deux premières étapes et le message "Échec de la calibration en longueur d'onde" apparaît (voir « [Wavelength Calibration Failed](#) », page 158).

Test de précision de la longueur d'onde

À l'aide de Lab Advisor Agilent

- 1 Configurez le système HPLC et Agilent Lab Advisor.
- 2 Rincez la cuve à circulation à l'eau bidistillée.
- 3 Allumez la lampe du FLD.
- 4 Exécutez le test de précision de la longueur d'onde.
- 5 Le FLD bascule en mode multi-excitation avec une longueur d'onde d'émission à 397 nm et effectue un balayage autour du maximum attendu, soit 350 nm \pm 20 nm.

Par conséquent, le maximum doit se situer à 350 nm \pm 3 nm (voir [Figure 61](#), page 175).

Le FLD bascule en mode multi-émission avec une longueur d'onde d'excitation à 350 nm et effectue un balayage autour du maximum attendu, soit 397 nm \pm 20 nm.

Par conséquent, le maximum doit se situer à 397 nm \pm 3 nm (voir [Figure 61](#), page 175).

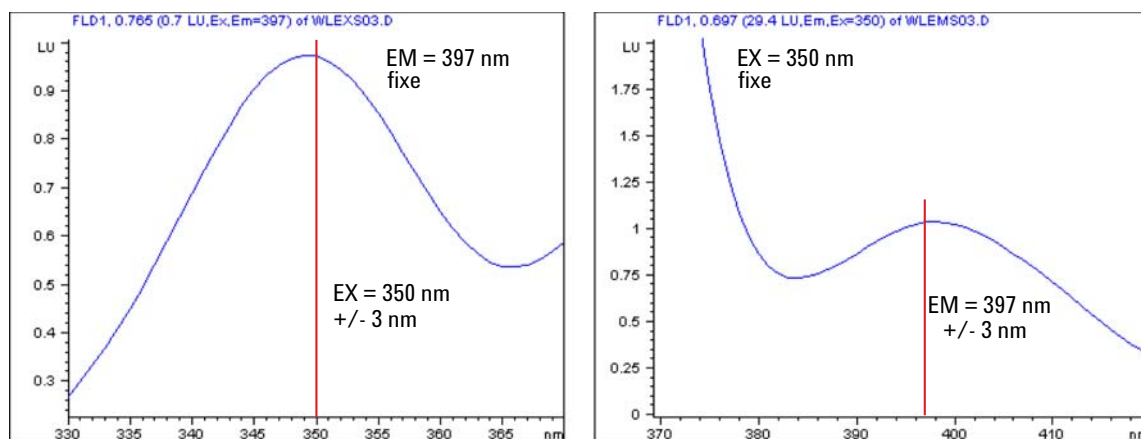


Figure 61 Spectres d'excitation et d'émission (résultats attendus)

8 Fonctions de test

Test de précision de la longueur d'onde

REMARQUE

Le test échoue si les maxima des tracés ne sont pas EM =397 nm et EX =350 nm (± 3 nm) (voir la figure ci-dessous). Reportez-vous à la section « [Interprétation des résultats](#) », page 177.

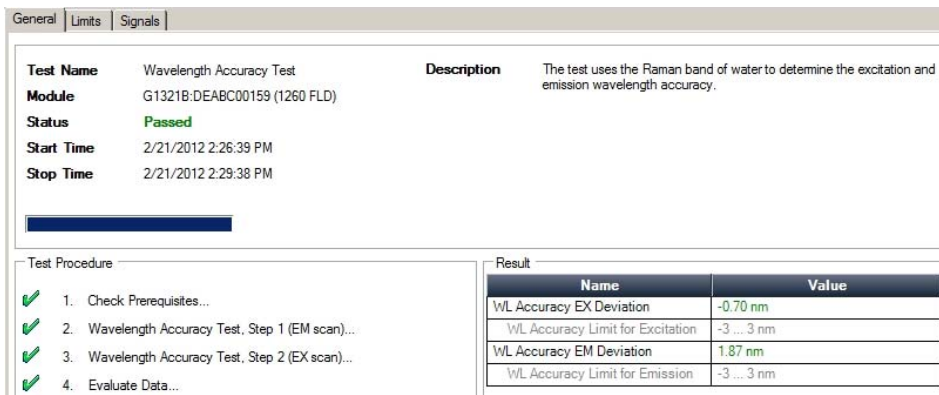


Figure 62 Test de précision de la longueur d'onde avec Lab Advisor

Si le test échoue, observez les maxima des côtés EX et EM sous l'onglet **Signals**.

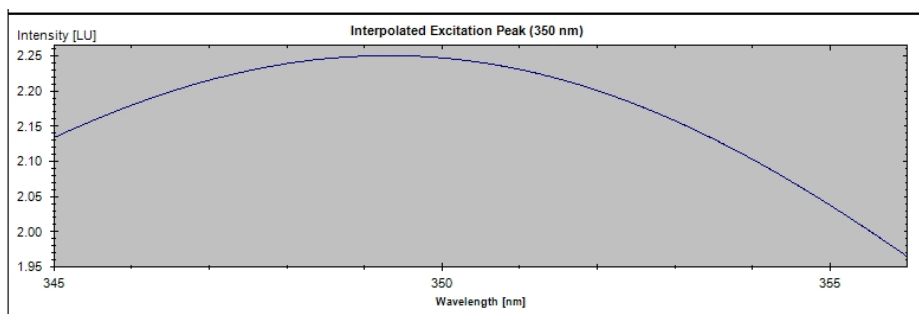


Figure 63 Exemple d'un bon maximum EX

Le test échoue si les maxima des tracés ne sont pas EM =397 nm et EX =350 nm (± 3 nm) (voir la figure ci-dessous). Reportez-vous à la section « [Interprétation des résultats](#) », page 177.

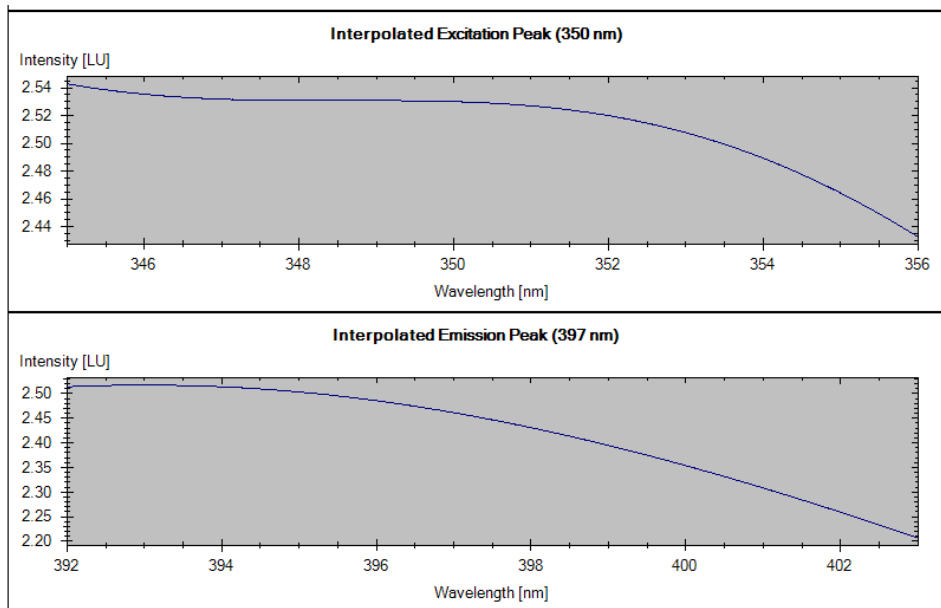


Figure 64 Exemple de mauvais maxima EX et EM (aucun maximum détecté)

Interprétation des résultats

Si le test échoue, vérifiez que :

- ✓ la cuve à circulation est positionnée correctement,
- ✓ la cuve à circulation est propre (rincez avec de l'eau bidistillée),
- ✓ la cuve ne contient pas de bulles d'air (utilisez le balayage fluorimétrique ou contrôlez visuellement la cuve/cuvette),
- ✓ le filtre d'entrée de solvant fonctionne correctement (peut créer des bulles d'air dans la cuve à circulation),
- ✓ aucune contamination n'est présente sur le trajet optique (entretien),
- ✓ l'alignement de la lampe et du déclencheur est correct (entretien).
- ✓ Effectuez une calibration en longueur d'onde.

À l'aide de ChemStation Agilent (manuellement)

- 1 Créez les méthodes WLEMTEST et WLEXTEST comme indiqué dans le [Tableau 30](#), page 178.

Tableau 30 Paramètres des méthodes

Paramètre	Vérif. de la long. d'onde EM à 397 nm WLEMTEST	Vérif. de la long. d'onde EX à 350 nm WLEXTEST
Largeur de pic	> 0,2 min (4 s, standard)	> 0,2 min (4 s, standard)
Ajuster plage spectrale	Éteint	Éteint
Gain PMT	12	12
Lampe-éclair	Allumée	Allumée
Plage de spectre	EM : 367 à 417 nm, pas de 1 nm	EX : 330 à 380 nm, pas de 1 nm
Enregistrement des spectres	Tous, sans signal	Tous, sans signal
Long. d'onde EX	350 nm, allumée	350 nm, éteinte
Long. d'onde EM	397 nm, éteinte	397 nm, allumée
Paramètres multi-canaux	Multi EM	Multi EX

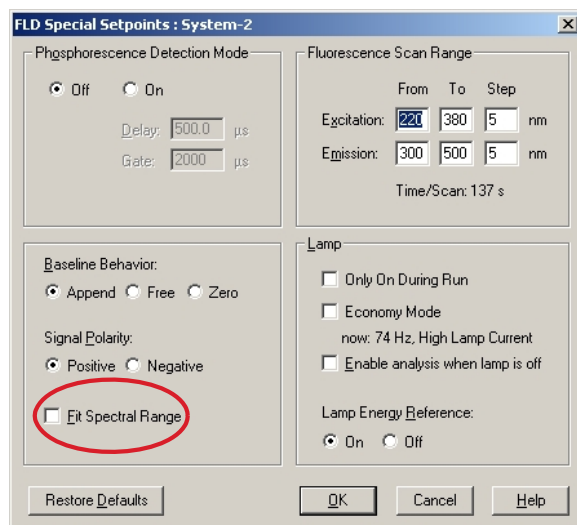


Figure 65 Réglages des points de consigne spéciaux

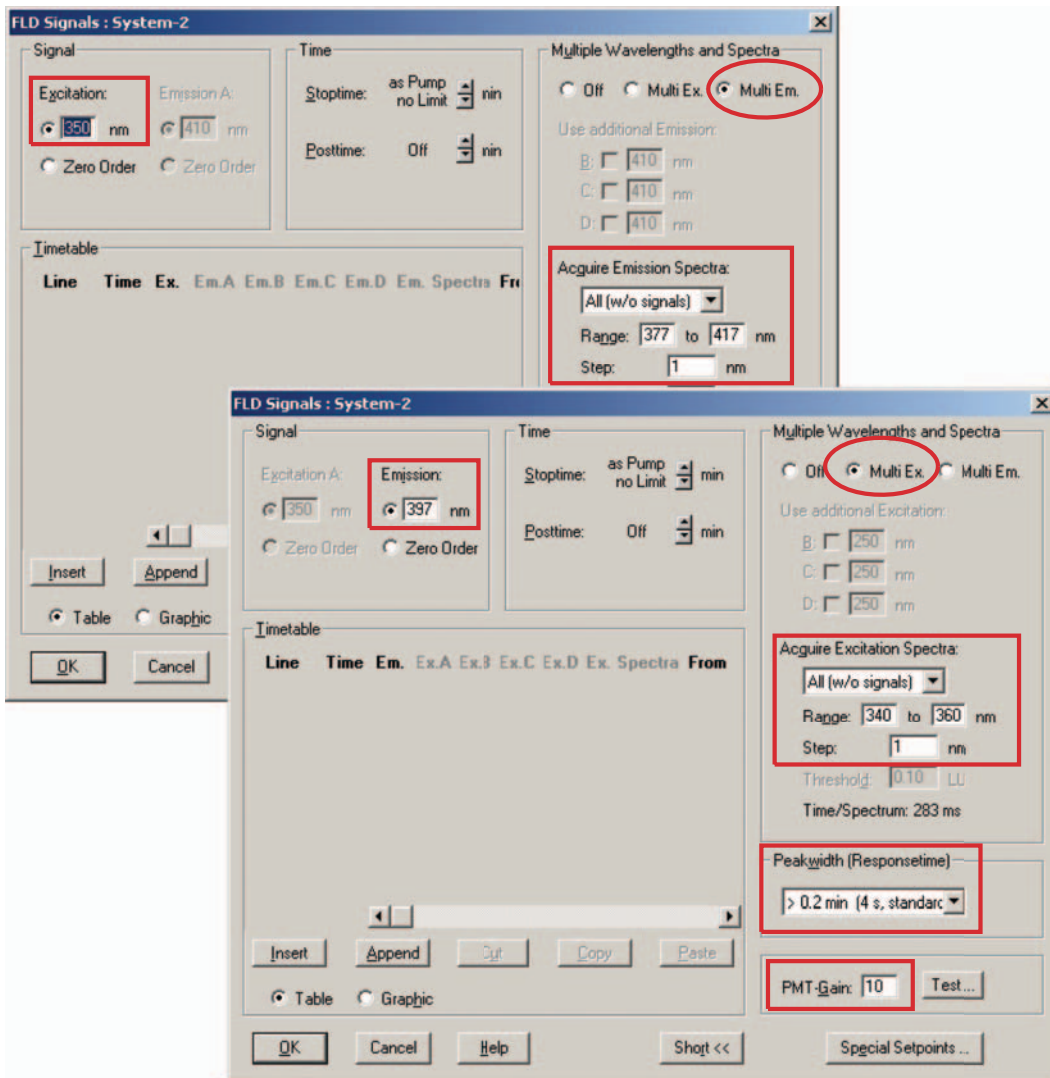


Figure 66 Réglages pour le balayage EM / EX

- 2 Chargez la méthode **WLEXTEST**. Le FLD bascule en mode multi-émission et effectue un balayage autour du maximum attendu, soit $397 \text{ nm} \pm 20 \text{ nm}$.

8 Fonctions de test

Test de précision de la longueur d'onde

- 3 Démarrez la pompe et rincez la cuve avec de l'eau pendant quelques minutes pour vous assurer que la cuve à circulation est bien propre. Le débit doit être entre 0,5 et 1 ml/min et la ligne de base doit être stable.

REMARQUE

Vous pouvez retirer la cuve à circulation pour vérifier qu'elle ne contienne pas de bulles d'air. Après avoir remis en place la cuve, allumez la lampe.

- 4 Ouvrez le tracé de spectre en ligne et observez le maximum comme illustré à la [Figure 61](#), page 175 (gauche).
- 5 Chargez la méthode **WLEMTEST**. Le FLD bascule en mode multi-excitation et effectue un balayage autour du maximum attendu, soit $350 \text{ nm} \pm 20 \text{ nm}$.
- 6 Ouvrez le tracé de spectre en ligne et observez le maximum comme illustré à la [Figure 61](#), page 175 (droite).

Procédure de calibration en longueur d'onde

Quand Lorsque demandé par l'application, ou selon le [Tableau 29](#), page 174.

Outils nécessaires **Description**
Balance de laboratoire

Pièces nécessaires	Référence	Description
	5063-6597	Échantillon d'étalonnage, glycogène
	9301-1446	Seringue
	9301-0407	Aiguille de seringue
	5190-5111	Filtre pour seringue, 0,45 µm, 100/pqt
	0100-1516	Raccords

- 1** Préparation de l'échantillon étalon de glycogène.
 - a** Pour préparer 10 ml de solution étalon, il vous faut 10 mg de l'échantillon de glycogène (une tolérance de ± 20 % est admise).
 - b** Introduisez la quantité d'échantillon préparée dans un flacon adapté.
 - c** Ajoutez 10 ml d'eau distillée dans le flacon et agitez.
 - d** Attendez 5 minutes puis agitez à nouveau. Au bout de 10 minutes, la solution est prête.
- 2** Préparation de la cuve à circulation.
 - a** Rincez la cuve à circulation à l'eau.
 - b** Retirez le capillaire d'entrée de la cuve à circulation.
 - c** Placez l'aiguille sur l'adaptateur de la seringue.
 - d** Aspirez environ 1,0 ml de l'échantillon étalon dans la seringue.
 - e** Maintenez la seringue en position horizontale.
 - f** Retirez l'aiguille.

8 Fonctions de test

Procédure de calibration en longueur d'onde

- g Mettez le filtre en place sur la seringue, puis ajustez l'aiguille sur le filtre.

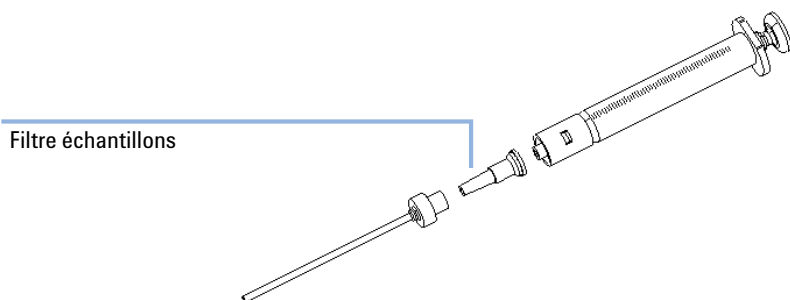


Figure 67 Seringue avec filtre à échantillon

- h Relevez la pointe de l'aiguille, expulsez avec précaution environ 0,5 ml pour éliminer l'air contenu dans la seringue et pour rincer l'aiguille.
- i Placez le raccord PEEK sur l'extrémité de l'aiguille et raccordez-le à l'entrée de la cuve à circulation.

REMARQUE

N'injectez pas la solution étalon sans le filtre à échantillon.

- j Injectez doucement environ 0,2 ml puis attendez environ 10 secondes et injectez encore 0,1 ml. Ceci garantit un remplissage correct de la cuve.
- 3 Calibration en longueur d'onde.

- a Lancez la calibration en longueur d'onde du FLD à partir de l'interface utilisateur (voir [Figure 70](#), page 184).
- Agilent Lab Advisor : **Calibrations**
 - ChemStation Agilent : **Diagnosis > Maintenance > FLD Calibration**
 - Instant Pilot (G4208A) : **Maintenance > FLD > Calibration**

REMARQUE

En cas d'échec de la procédure de calibration en longueur d'onde, reportez-vous à la section « [Wavelength Calibration Failed](#) », page 158.

- b En cas de décalage, appuyez sur **Yes** (Lab Advisor) pour ajuster d'après les nouvelles valeurs ou **Adjust** et **OK** (ChemStation, page suivante). Cette action met l'historique à jour.

General Limits

Test Name Wavelength Calibration **Description** This procedure performs a Wavelength Verification and Recalibration.

Module G1321A:DE92991563

Approx. Time 20 min

Status **Running**

Test Procedure

- ✓ 1. Check Prerequisites...
- ✓ 2. Wavelength Verification, Preparation...
- ✓ 3. WL Verification, Step 1 (EX rotation scan, full circle)...
- ✓ 4. WL Verification, Step 2 (EX rotation scan, high resolution)...
- ✓ 5. WL Verification, Step 3 (EX position scan, low resolution)...
- ✓ 6. WL Verification, Step 4 (EX position scan, high resolution)...
- ✓ 7. WL Verification, Step 5 (EM rotation scans, full circle)...
- ✓ 8. WL Verification, Step 6 (EM rotation scan, high resolution, part I)...
- ✓ 9. WL Verification, Step 7 (EM rotation scan, high resolution, part II)...
- ✓ 10. WL Verification, Step 8 (EM position scan, low resolution)...
- ✓ 11. WL Verification, Step 9 (EM position scan, high resolution)...
- ➔ 12. Calibrate Detector...

Result

Name	Value
Ex	1.300 nm
Em	3.400 nm

Wavelength Calibration

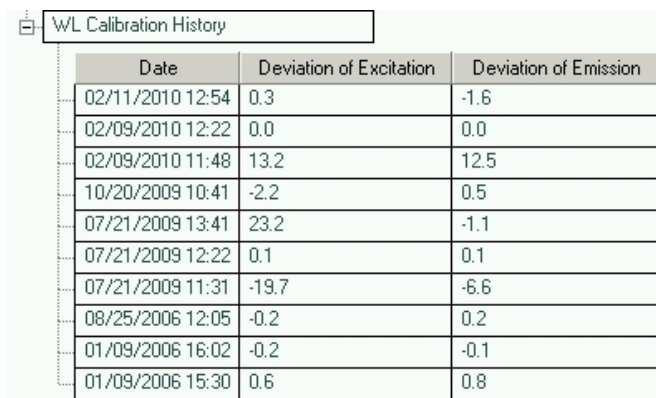
Do you want to calibrate the detector using the wavelength verification results?

Yes No

Figure 68 Calibration en longueur d'onde (Agilent Lab Advisor)

8 Fonctions de test

Procédure de calibration en longueur d'onde



Date	Deviation of Excitation	Deviation of Emission
02/11/2010 12:54	0.3	-1.6
02/09/2010 12:22	0.0	0.0
02/09/2010 11:48	13.2	12.5
10/20/2009 10:41	-2.2	0.5
07/21/2009 13:41	23.2	-1.1
07/21/2009 12:22	0.1	0.1
07/21/2009 11:31	-19.7	-6.6
08/25/2006 12:05	-0.2	0.2
01/09/2006 16:02	-0.2	-0.1
01/09/2006 15:30	0.6	0.8

Figure 69 Historique de calibration (sous Infos module dans Agilent Lab Advisor)

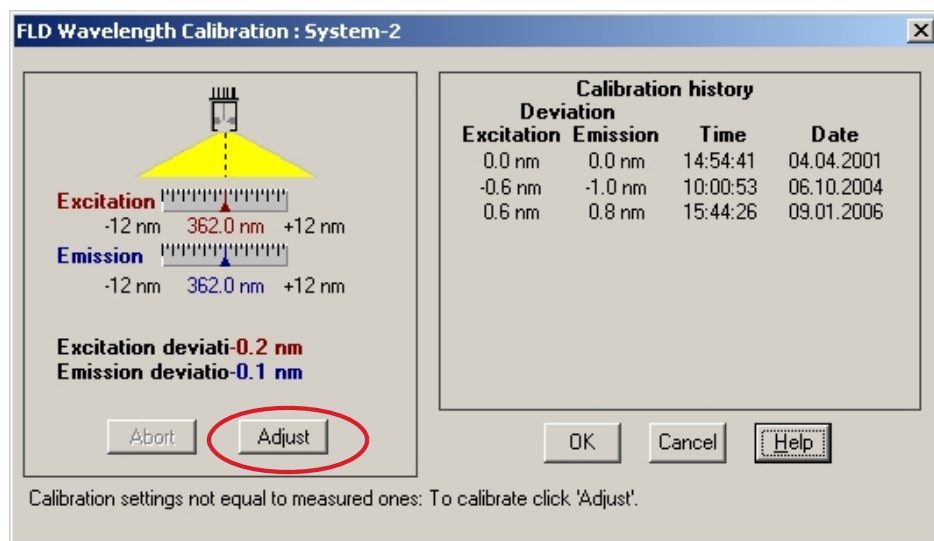


Figure 70 Calibration en longueur d'onde (ChemStation Agilent)

REMARQUE

Pour consulter l'historique (ChemStation), lancez une calibration en longueur d'onde et abandonnez-le immédiatement. À ce stade, aucun changement n'intervient au niveau de la calibration.

REMARQUE

Rincez la cuve à circulation à l'eau pure à un débit minimum de 1,5 ml/min pour éliminer le glycogène de la cuve et des capillaires. Sans rinçage l'utilisation ultérieure d'un solvant organique peut provoquer l'obstruction des capillaires.

- 4 Vérification à l'aide du « [Test de précision de la longueur d'onde](#) », page 175.
 - a Reconnectez le capillaire au niveau de la cuve à circulation.
 - b Suivez la procédure « [Test de précision de la longueur d'onde](#) », page 175.

8 Fonctions de test

Procédure de calibration en longueur d'onde



9 Maintenance

Introduction à la maintenance	188
Avertissements et mises en garde	189
Présentation de la maintenance	191
Nettoyage du module	192
Remplacement d'une cuve à circulation	193
Utilisation de la cuvette	197
Rinçage de la cuve à circulation	198
Élimination des fuites	199
Remplacement des pièces du système d'élimination des fuites	200
Remplacement de la carte d'interface	201
Remplacement du micrologiciel du module	202
Tests et calibrations	203

Ce chapitre fournit les informations générales concernant la maintenance et la réparation du détecteur.



Introduction à la maintenance

Le module est conçu pour permettre une maintenance facile. Les opérations de maintenance peuvent être effectuées depuis l'avant du module lorsque celui-ci est en place dans la pile des modules.

REMARQUE

Le module ne comporte pas d'éléments réparables.
Ne pas ouvrir le module.

Avertissements et mises en garde

AVERTISSEMENT

Solvants, échantillons et réactifs toxiques, inflammables et dangereux

La manipulation de solvants, d'échantillons et de réactifs peuvent comporter des risques pour la santé et la sécurité.

- Lors de la manipulation de ces produits, respectez les règles de sécurité (lunettes, gants et vêtements de protection) telles qu'elles figurent dans la fiche de sécurité fournie par le fournisseur, et respectez les bonnes pratiques de laboratoire.
 - Le volume des substances doit être réduit au minimum requis pour l'analyse.
 - L'instrument ne doit pas fonctionner dans une atmosphère explosive.
-

AVERTISSEMENT

Risques de lésions oculaires



L'exposition directe à la lumière UV produite par la lampe du système optique peut occasionner des lésions oculaires.

- La lampe du système optique doit impérativement être éteinte avant son retrait.
-

AVERTISSEMENT

Électrocution

Certaines réparations sur le module peuvent occasionner des blessures, par exemple une électrocution, si le capot est ouvert.

- Ne retirez pas le capot du module.
 - Seul un personnel agréé est autorisé à effectuer des réparations internes au module.
-

AVERTISSEMENT

Blessures corporelles et détérioration de l'appareil

Agilent n'est pas responsable de tous dommages causés, totalement ou partiellement, par une utilisation incorrecte des produits, des altérations, ajustements ou modifications non autorisées des produits, le non-respect des procédures exposées dans les modes d'emploi des produits Agilent, ou l'usage des produits en violation avec les lois, règles ou réglementations applicables.

→ Utiliser les produits Agilent seulement comme stipulé dans les modes d'emploi des produits Agilent.

ATTENTION

Normes de sécurité pour les équipements externes

→ Si un équipement externe est connecté à l'instrument, assurez-vous que seuls des accessoires testés et approuvés sont utilisés, conformément aux normes de sécurité appropriées au type d'équipement externe.

Présentation de la maintenance

Les pages qui suivent décrivent les opérations de maintenance (réparations simples) du détecteur que vous pouvez effectuer sans ouvrir le capot principal.

Tableau 31 Réparations simples

Opération	Fréquence normale	Notes
Remplacement de la cuve à circulation	Si l'application demande un type de cuve à circulation différent ou si la cuve est défectueuse.	Ensemble complet Vous devez effectuer une calibration en longueur d'onde après chaque remplacement. Si la cuve à circulation est retirée puis réintroduite dans le détecteur, vous devez procéder à une vérification rapide de la calibration. Si elle échoue, vous devez effectuer une recalibration en longueur d'onde (voir « Vérification de la précision des longueurs d'onde et calibration », page 172).
Rinçage de la cuve à circulation	Si la cuve à circulation est contaminée.	
Séchage du capteur de fuites	Si une fuite s'est produite.	Vérifiez l'absence de fuites.
Remplacement du système d'évacuation des fuites	S'il est cassé ou corrodé.	Vérifiez l'absence de fuites.

Nettoyage du module

Pour nettoyer le boîtier du module, utilisez un chiffon doux légèrement humecté avec de l'eau, ou une solution d'eau et de détergent doux.

AVERTISSEMENT

La pénétration de liquide dans le compartiment électronique du module peut entraîner des risques d'électrocution et endommager le module.

- N'utilisez pas un chiffon excessivement imbibé au cours du nettoyage.
 - Videz toutes les voies de solvant avant d'ouvrir une connexion dans le circuit.
-

Remplacement d'une cuve à circulation



Pour les modules Bio-Inert, utilisez exclusivement des pièces Bio-Inert !

Quand Si une application demande un type de cuve à circulation différent ou si la cuve à circulation est défectueuse (fuite).

Outils nécessaires **Description**
Clé, 1/4 inch (6,4 mm)
pour raccordement de capillaires

Pièces nécessaires	Quantité	Référence	Description
	1	G1321-60005	Cuve à circulation, 8 µL, 20 bar (pH 1 – 9,5)
	1	G1321-60015	Cuve à circulation, 4 µL, 20 bar (pH 1 – 9,5)
	1	G5615-60005	La cuve à circulation Bio-Inert, 8 µL, 20 bar (pH 1–12) comprend un kit de capillaires pour cuves à circulation BIO (réf. G5615-68755)
	1	G1321-60007	Kit cuvette FLD, 8 µL, 20 bar

Préparations Arrêtez le débit.

ATTENTION

Dégradation de l'échantillon et contamination de l'instrument

Les pièces métalliques du circuit peuvent interagir avec les biomolécules de l'échantillon, entraînant une dégradation et une contamination de ce dernier.

- Pour les applications Bio-Inert, utilisez toujours des pièces bioinertes dédiées identifiables par le symbole Bio-Inert ou d'autres marqueurs décrits dans le présent manuel.
- Ne mélangez pas des modules ou pièces bioinertes et non inertes au sein d'un même système Bio-Inert.

9 Maintenance

Remplacement d'une cuve à circulation

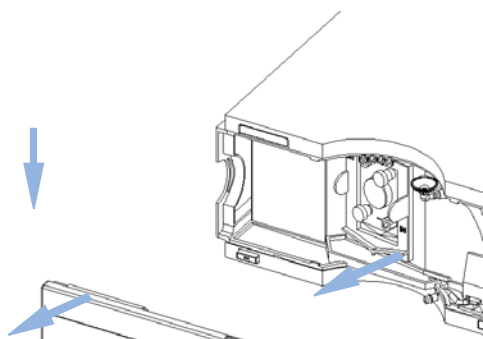
REMARQUE

N'installez PAS le capillaire d'entrée sur le raccord de sortie de la cuve à circulation. Cela affecterait les performances du détecteur.

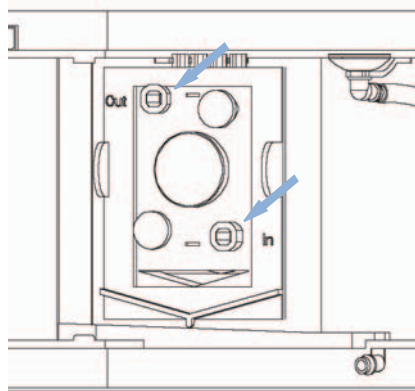
REMARQUE

Si la cuve à circulation est restée inutilisée pendant un certain temps (remisée), rincez-la avec de l'alcool isopropylique et fermez-la avec Bouchon à vis - Raccord (0100-1259).

- 1** Appuyez sur les boutons de libération et retirez le capot avant pour accéder à la zone de la cuve à circulation.

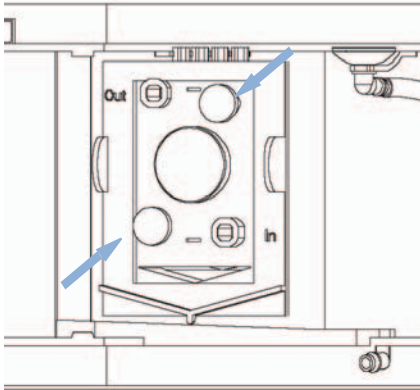


- 2** Déconnectez les capillaires au niveau de la cuve à circulation.



Remplacement d'une cuve à circulation

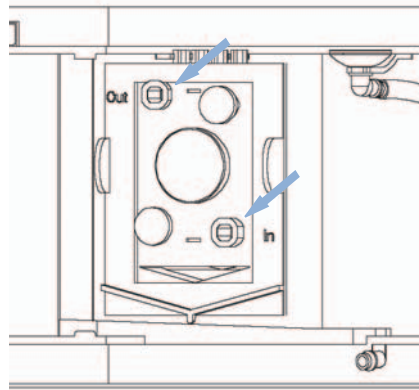
- 3** Devisez les vis moletées et retirez la cuve à circulation du compartiment.

**REMARQUE**

La plaque fixée sur la cuve à circulation indique la référence, le volume et la pression maximale de la cuve. Le type de cuve est détecté automatiquement.

Aucune pièce de la cuve à circulation ne peut être remplacée. Si la cuve est défectueuse (fuite), il faut la remplacer complètement.

- 4** Insérez la cuve à circulation et serrez les vis moletées. Reconnectez les capillaires au niveau de la cuve à circulation. N'installez PAS le capillaire d'entrée sur le raccord de sortie de la cuve à circulation. Cela affecterait les performances du détecteur ou endommagerait l'instrument.

**REMARQUE**

Si un autre détecteur est ajouté au système, le détecteur à fluorescence doit être en dernière position, sauf si l'autre détecteur est un détecteur évaporateur comme lors d'un couplage CPL/MSD. Sinon, du fait de la contre-pression produite par le second détecteur, la cuve à circulation peut être soumise à une pression trop forte et être endommagée (la pression maximum est de 20 bars, soit 2 MPa).

Utilisez toujours le jeu de capillaires de sortie fourni avec le kit d'accessoires.

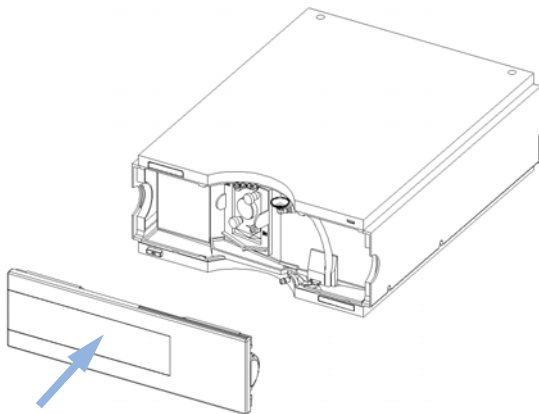
REMARQUE

Pour déceler des fuites, établissez un débit et observez la cuve à circulation (à l'extérieur du compartiment de cuve) et tous les raccords des capillaires.

9 Maintenance

Remplacement d'une cuve à circulation

- 5 Remettez le capot avant en place.



REMARQUE

Effectuez une vérification de la longueur d'onde pour contrôler le positionnement correct de la cuve, comme indiqué au chapitre « [Vérification de la précision des longueurs d'onde et calibration](#) », page 172.

Utilisation de la cuvette

La cuvette est utilisée pour les mesures hors ligne (mesures sans circulation de liquide). Elle est globalement comparable à une cuve à circulation standard, à quelques différences près :

- raccords de capillaires à alésage large qui facilitent les injections avec une seringue
 - levier d'identification pour système de reconnaissance automatique des cuves.
- 1** Installez la cuve à la place de la cuve à circulation standard.
 - 2** Connectez le tuyau d'évacuation à la sortie de la cuve.
 - 3** Utilisez la seringue (voir « [Kit de cuvette](#) », page 207) pour injecter le composé.
 - 4** Paramétrez un balayage fluorimétrique (à partir de « Special Setpoints », Points de consigne spéciaux).
 - 5** Sélectionnez « Take Fluorescence Scan » (Balayage fluorimétrique) pour lancer la mesure hors ligne.

Rinçage de la cuve à circulation

Quand Si la cuve est contaminée

Outils nécessaires

Description
seringue en verre
Adaptateur

Pièces nécessaires

Quantité	Description
1	Eau bidistillée, acide nitrique (65 %), tuyaux d'évacuation

AVERTISSEMENT

Concentration dangereuse d'acide nitrique

Le rinçage à l'acide nitrique n'est pas un remède infallible contre les salissures de la cuve. Il doit être utilisé en dernier recours pour éviter d'avoir à remplacer la cuve. Notez que la cuve n'est pas un consommable.

→ Respectez les règles de sécurité.

REMARQUE

La présence de solvants aqueux dans la cuve à circulation peut favoriser le développement d'algues. Les algues sont fluorescentes. Par conséquent, ne laissez pas la cuve à circulation reposer remplie d'un solvant aqueux. Ajoutez un faible pourcentage de solvant organique (par exemple, de l'acétonitrile ou du méthanol à ~5 %).

- 1 Rincez à l'eau bidistillée.
- 2 Rincez à l'acide nitrique (65 %) à l'aide d'une seringue en verre.
- 3 Laissez cette solution dans la cuve pendant environ une heure.
- 4 Rincez à l'eau bidistillée.

REMARQUE

Ne dépassez pas la limite de pression de 20 bars (0,2 MPa).

Élimination des fuites

Quand En cas de fuite au niveau de la cuve à circulation ou sur les raccords capillaires

Outils nécessaires **Description**
Papier absorbant
Clé, 1/4 inch (6,4 mm)
pour raccordement de capillaires

- 1 Déposez le capot avant.
- 2 Avec du papier, séchez la zone du capteur de fuites et le bac de récupération des fuites.
- 3 Recherchez la présence de fuites dans les raccords capillaires et la zone de la cuve à circulation, et corrigez si nécessaire.
- 4 Remettez le capot avant en place.

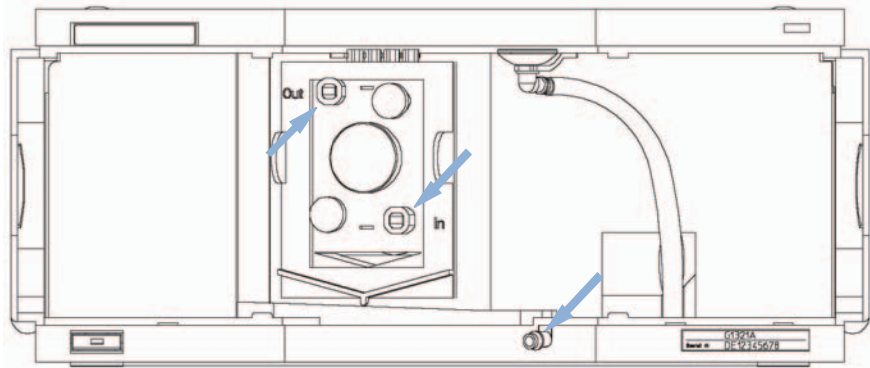


Figure 71 Observation des fuites

9 Maintenance

Remplacement des pièces du système d'élimination des fuites

Remplacement des pièces du système d'élimination des fuites

Quand Si les pièces sont corrodées ou cassées

Pièces nécessaires	Quantité	Référence	Description
	1	5041-8388	Entonnoir de collecte des fuites
	1	5041-8389	Support d'entonnoir à fuite
	1	5042-9974	Tuyau d'évacuation de fuites (1,5 m, 120 mm requis)

- 1 Déposez le capot avant.
- 2 Extrayez l'entonnoir de fuites de son support.
- 3 Enlevez l'entonnoir de fuites avec le tuyau.
- 4 Insérez l'entonnoir de fuites avec le tuyau, dans sa position.
- 5 Insérez l'entonnoir de fuites dans son support.
- 6 Remettez le capot avant en place.

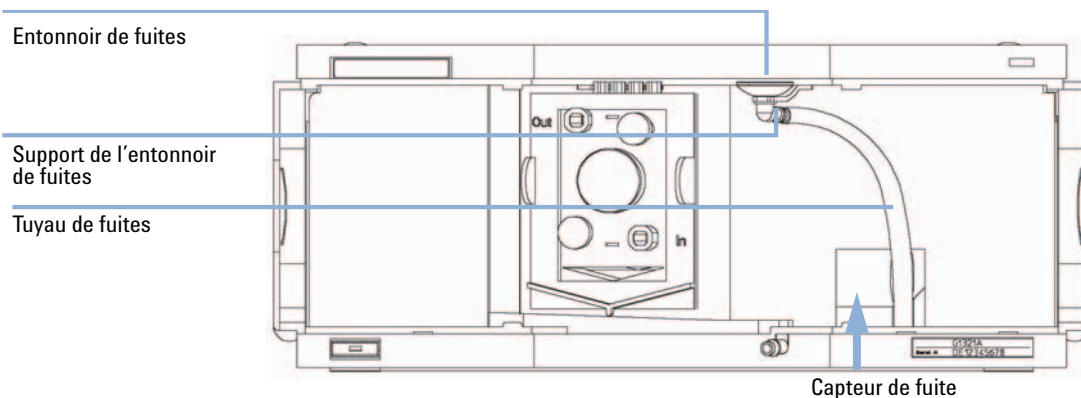


Figure 72 Remplacement des pièces du système d'élimination des fuites

Remplacement de la carte d'interface

Quand Pour toutes les réparations à l'intérieur du détecteur ou pour l'installation de la carte

Pièces nécessaires	Quantité	Référence	Description
	1	G1351-68701	Carte d'interface (DCB) avec contacts externes et sorties DCB
	1	G1369B ou G1369-60002	Carte d'interface LAN
ou	1	G1369C ou G1369-60012	Carte d'interface (LAN)

- 1 Pour remplacer la carte d'interface, desserrez les deux vis, retirez la carte, insérez la nouvelle carte d'interface et fixez-la avec ses vis.

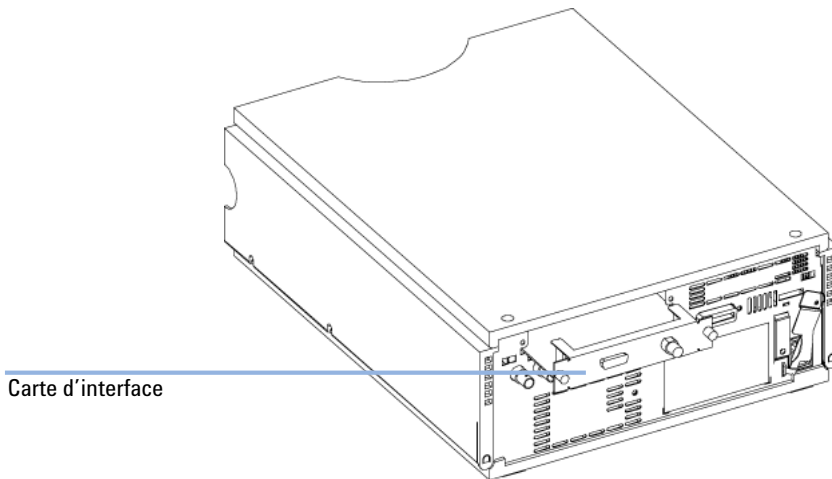


Figure 73 Emplacement de la carte d'interface

Remplacement du micrologiciel du module

Quand	<p>L'installation d'un micrologiciel plus récent peut s'avérer nécessaire</p> <ul style="list-style-type: none"> • si une version plus récente résout les problèmes de versions plus anciennes ou • pour que tous les systèmes bénéficient de la même révision (validée). <p>L'installation d'un micrologiciel plus ancien peut s'avérer nécessaire</p> <ul style="list-style-type: none"> • pour que tous les systèmes disposent de la même révision (validée) ou • si un nouveau module avec un micrologiciel plus récent est ajouté à un système ou • si un logiciel tiers requiert une version particulière.
--------------	---

Outils nécessaires	Description
	Outil de mise à niveau du micrologiciel LAN/RS-232
ou	Logiciel Agilent Lab Advisor
ou	Instant Pilot G4208A (uniquement si pris en charge par le module)

Pièces nécessaires	Quantité	Description
	1	Micrologiciel, outils et documentation du site Internet Agilent

Préparations Lisez la documentation de mise à jour fournie avec l'outil de mise à jour du progiciel.

Pour la mise à niveau (version antérieure/ultérieure) du micrologiciel du module, respectez les étapes suivantes :

- 1 Téléchargez le micrologiciel du module requis, l'outil de mise à jour LAN/RS-232 FW et la documentation les plus récents sur le site Web Agilent.
 - http://www.chem.agilent.com/_layouts/agilent/downloadFirmware.aspx?whid=69761
- 2 Téléchargez le micrologiciel dans le module comme indiqué dans la documentation.

Informations spécifiques au module

Il n'y a pas d'informations spécifiques à ce module.

Tests et calibrations

Les tests suivants doivent être réalisés après le remplacement de la lampe et de la cuve à circulation :

- « Test d'intensité de lampe », page 164.
- « Vérification de la précision des longueurs d'onde et calibration », page 172

9 Maintenance

Tests et calibrations



10 Pièces pour la maintenance

Présentation des pièces utilisées pour la maintenance 206

Kit de cuvette 207

Kit d'accessoires 208

Ce chapitre présente des informations sur les pièces utilisées pour la maintenance.



10 Pièces pour la maintenance

Présentation des pièces utilisées pour la maintenance

Présentation des pièces utilisées pour la maintenance

Référence	Description
G1321-60005	Cuve à circulation, 8 µL, 20 bar (pH 1 – 9,5)
ou G1321-60015	Cuve à circulation, 4 µL, 20 bar (pH 1 – 9,5) nécessite un capillaire de diam. int. de 0,12 mm (p. ex. p/n G1316-87318, longueur 300 mm), pièce du kit de capillaires pour diam. int. de 0,12 mm (p/n G1316-68716)
ou G5615-60005	La cuve à circulation Bio-Inert, 8 µL, 20 bar (pH 1–12) comprend un kit de capillaires pour cuves à circulation BIO (réf. G5615-68755)
G5615-68755	Kit de capillaires pour cuves à circulation BIO, comprend capillaire PK 0,18 mm x 1,5 m et raccords en PEEK 10/pqt (p/n 5063-6591)
G1321-60007	Kit cuvette FLD, 8 µL, 20 bar
9301-0407	Aiguille de seringue
9301-1446	Seringue
5067-4691	Panneau avant DAD/VWD/FLD (1260/1290)
5041-8388	Entonnoir de collecte des fuites
5041-8389	Entonnoir de fuites
5041-8387	Clip de tube
5062-2463	Tuyau annelé en PP, diam. int. 6,5 mm, 5 m
5062-2462	Tube PTFE 0,8 mm x 2 m, commande ultérieure 5 m
5181-1516	Câble CAN, Agilent entre modules, 0,5 m
5181-1519	Câble CAN, Agilent entre modules, 1 m
G1369B ou G1369-60002	Carte d'interface LAN
5023-0203	Câbles réseau croisés (blindés, 3 m (pour connexion point à point)
5023-0202	Câble réseau à paires torsadées, blindé, 7 m (pour connexion point à point)
01046-60105	Module Agilent à usage général (Analogique)
G1351-68701	Carte d'interface (DCB) avec contacts externes et sorties DCB

Pièces utilisées pour la calibration en longueur d'onde, voir le « [Kit d'accessoires standard](#) », page 208.

Kit de cuvette

Référence	Description
G1321-60007	Kit de cuvette pour FLD, 8 µL, 20 bar comprend :
5062-2462	Tube PTFE 0,8 mm x 2 m, commande ultérieure 5 m
79814-22406	Raccord ST
0100-0043	Ferrule avant ST
0100-0044	Ferrule arrière ST
0100-1516	Raccords
9301-0407	Aiguille de seringue
9301-1446	Seringue

Kit d'accessoires

Kit d'accessoires standard

Kit d'accessoires (G1321-68755) Ce kit contient des accessoires et outils nécessaires pour l'installation et la réparation/calibration du détecteur.

Composant	Référence	Description
1	5062-2462	Tube PTFE 0,8 mm x 2 m, commande ultérieure 5 m
2	0100-1516	Raccords
3	G1315-87311	Capillaire ST 0,17 mm x 380 mm S/S Colonne à détecteur (inclut ferrule avant ST, ferrule arrière ST et raccord ST)
4	0100-0043	Ferrule avant ST
5	0100-0044	Ferrule arrière ST
6	79814-22406	Raccord ST

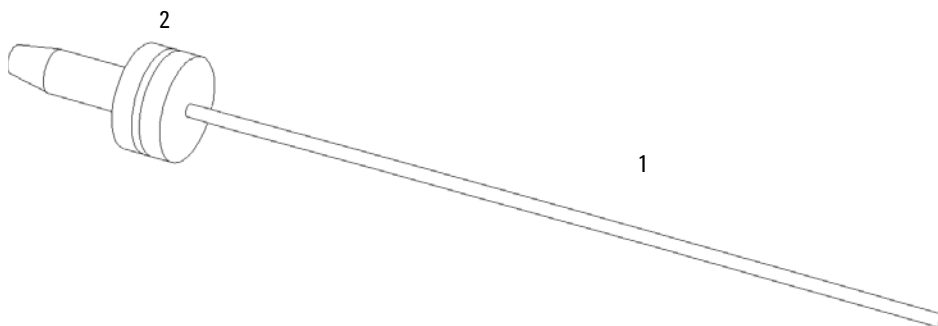


Figure 74 Pièces du tuyau d'évacuation

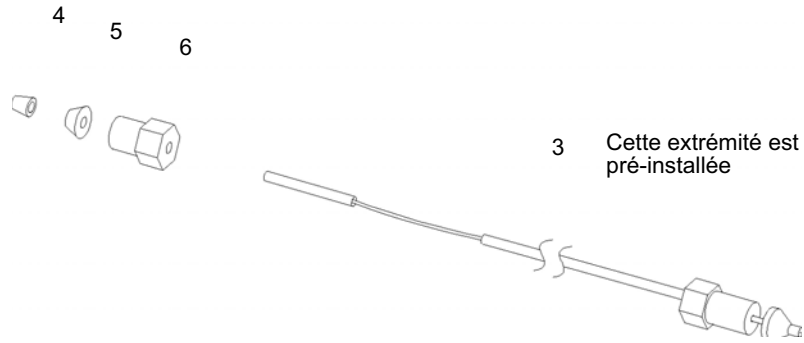


Figure 75 Pièces du capillaire d'entrée (colonne-détecteur)

Kit de capillaires pour cuves à circulation BIO

Kit de capillaires pour cuves à circulation BIO, comprend capillaire PK 0.18 mm x 1.5 m et raccords en PEEK 10/pqt (p/n 5063-6591) (G5615-68755) comprend :

Référence	Description
0890-1763	Capillaire PK 0,18 mm x 1,5 m
5063-6591	Raccords PEEK 10/pqt

10 Pièces pour la maintenance

Kit d'accessoires



11 Identification des câbles

Présentation générale des câbles	212
Câbles analogiques	214
Câbles de commande à distance	216
Câbles DCB	219
Câbles réseau CAN/LAN	221
Câble de contacts externes	222
Entre module Agilent et PC	223

Ce chapitre fournit des informations sur les câbles utilisés avec les modules Agilent Infinity série 1200.



Présentation générale des câbles

REMARQUE

Pour garantir un bon fonctionnement et le respect des règles de sécurité ou de compatibilité électromagnétique, ne jamais utiliser d'autres câbles que ceux fournis par Agilent Technologies.

Câbles analogiques

Référence	Description
35900-60750	Liaison module Agilent - intégrateurs 3394/6
35900-60750	Convertisseur analogique/numérique Agilent35900A
01046-60105	Câbles universels (cosses à fourche)

Câbles de commande à distance

Référence	Description
03394-60600	Liaison module Agilent - intégrateurs 3396A série I Intégrateurs Agilent 3396 Série II/3395A, voir la section pour plus de détails « Câbles de commande à distance », page 216
03396-61010	Liaison module Agilent - intégrateurs 3396 série III / 3395B
5061-3378	Câble de commande à distance
01046-60201	Liaison module Agilent - connexion universelle

Câbles DCB

Référence	Description
03396-60560	Liaison module Agilent - intégrateurs 3396
G1351-81600	Liaison module Agilent - connexion universelle

Câbles CAN

Référence	Description
5181-1516	Câble CAN, Agilent entre modules, 0,5 m
5181-1519	Câble CAN, Agilent entre modules, 1 m

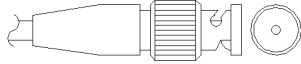
Câbles LAN

Référence	Description
5023-0203	Câbles réseau croisés (blindés, 3 m (pour connexion point à point)
5023-0202	Câble réseau à paires torsadées, blindé, 7 m (pour connexion point à point)

Câbles RS-232

Référence	Description
G1530-60600	Câble RS-232, 2 m
RS232-61601	Câble RS-232, 2,5 m Instrument vers PC, broche 9/9 (femelle). Ce câble comporte un boîtier de circuit intégré spécifique, rendant impossible la connexion avec une imprimante ou table traçante. Il est également appelé « câble Null Modem » avec une liaison complète là où est établi le câblage entre les broches 1-1, 2-3, 3-2, 4-6, 5-5, 6-4, 7-8, 8-7, 9-9.
5181-1561	Câble RS-232, 8 m

Câbles analogiques

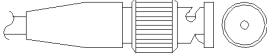


Une extrémité de ces câbles dispose d'un connecteur BNC à connecter sur les modules Agilent. L'autre extrémité dépend de l'instrument sur lequel la connexion doit être effectuée.

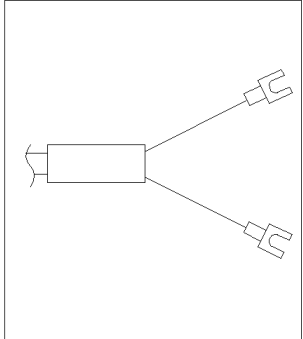
Entre module Agilent et intégrateurs 3394/6

Réf. 35900-60750	Broche 3394/6	Broche pour module Agilent	Nom du signal
	1		Non connecté
	2	Blindage	Analogique -
	3	Central	Analogique +

Module Agilent - connecteur BNC

Réf. 8120-1840	Fiche BNC mâle	Broche pour module Agilent	Nom du signal
	Blindage	Blindage	Analogique -
	Central	Central	Analogique +

Entre le module Agilent et le connecteur universel

Réf. 01046-60105	Broche	Broche pour module Agilent	Nom du signal
	1		Non connecté
	2	Noir	Analogique -
	3	Rouge	Analogique +

Câbles de commande à distance



Une extrémité de ces câbles dispose d'un connecteur de commande à distance APG (Analytical Products Group) Agilent Technologies à brancher sur les modules Agilent. L'autre extrémité dépend de l'instrument qui doit recevoir la connexion.

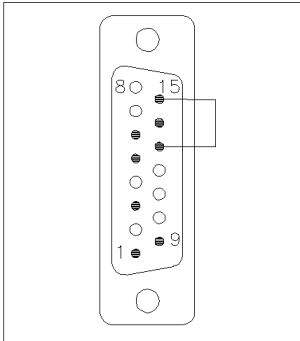
Entre module Agilent et intégrateurs 3396A

Réf. 03394-60600	Broche 3396A	Broche pour module Agilent	Nom du signal	Niveau actif (TTL)
	9	1 - Blanc	Terre numérique	
	NC	2 - Marron	Préparation analyse	Faible
	3	3 - Gris	Démarrer	Faible
	NC	4 - Bleu	Arrêt	Faible
	NC	5 - Rose	Non connecté	
	NC	6 - Jaune	Sous tension	Élevée
	5,14	7 - Rouge	Prêt	Élevée
	1	8 - Vert	Arrêter	Faible
	NC	9 - Noir	Requête de démarrage	Faible
		13, 15		Non connecté

Module Agilent - intégrateurs 3396 série II / 3395A

Utiliser le câble Liaison module Agilent - intégrateurs 3396A série I (03394-60600) et couper la broche n° 5 côté intégrateur. Sinon, l'intégrateur imprimera MARCHE ; (non prêt).

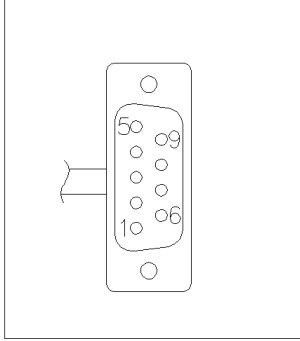
Entre module Agilent et intégrateurs 3396 série III / 3395B

Réf. 03396-61010	Broche 33XX	Broche pour module Agilent	Nom du signal	Niveau actif (TTL)
	9	1 - Blanc	Terre numérique	
	NC	2 - Marron	Préparation analyse	Faible
	3	3 - Gris	Démarrer	Faible
	NC	4 - Bleu	Arrêt	Faible
	NC	5 - Rose	Non connecté	
	NC	6 - Jaune	Sous tension	Élevée
	14	7 - Rouge	Prêt	Élevée
	4	8 - Vert	Arrêter	Faible
	NC	9 - Noir	Requête de démarrage	Faible
	13, 15		Non connecté	

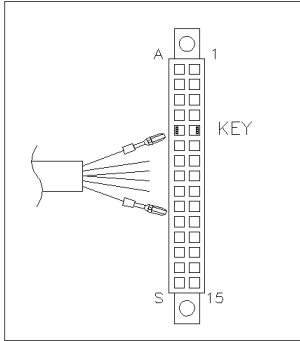
11 Identification des câbles

Câbles de commande à distance

Entre module Agilent et convertisseurs N/A Agilent 35900

Réf. 5061-3378	Broche 35900 N/A	Broche pour module Agilent	Nom du signal	Niveau actif (TTL)
	1 - Blanc	1 - Blanc	Terre numérique	
	2 - Marron	2 - Marron	Préparation analyse	Faible
	3 - Gris	3 - Gris	Démarrer	Faible
	4 - Bleu	4 - Bleu	Arrêt	Faible
	5 - Rose	5 - Rose	Non connecté	
	6 - Jaune	6 - Jaune	Sous tension	Élevée
	7 - Rouge	7 - Rouge	Prêt	Élevée
	8 - Vert	8 - Vert	Arrêter	Faible
	9 - Noir	9 - Noir	Requête de démarrage	Faible

Entre le module Agilent et le connecteur universel

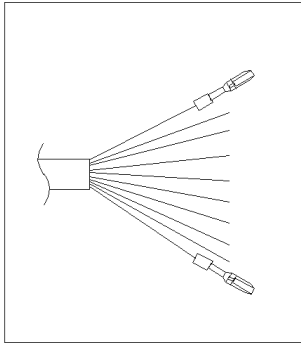
Réf. 01046-60201	Couleur du fil	Broche pour module Agilent	Nom du signal	Niveau actif (TTL)
	Blanc	1	Terre numérique	
	Marron	2	Préparation analyse	Faible
	Gris	3	Démarrer	Faible
	Bleu	4	Arrêt	Faible
	Rose	5	Non connecté	
	Jaune	6	Sous tension	Élevée
	Rouge	7	Prêt	Élevée
	Vert	8	Arrêter	Faible
	Noir	9	Requête de démarrage	Faible

Câbles DCB



Une extrémité de ces câbles dispose d'un connecteur DCB 15 broches à brancher sur les modules Agilent. L'autre extrémité dépend de l'instrument sur lequel le câble doit être branché.

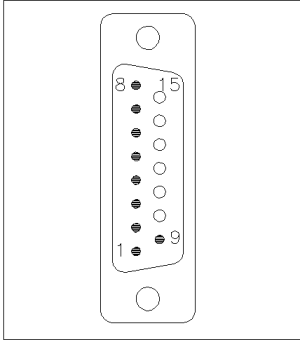
Entre le module Agilent et le connecteur universel

Réf. G1351-81600	Couleur du fil	Broche pour module Agilent	Nom du signal	Nombre DCB
	Vert	1	DCB 5	20
	Violet	2	DCB 7	80
	Bleu	3	DCB 6	40
	Jaune	4	DCB 4	10
	Noir	5	DCB 0	1
	Orange	6	DCB 3	8
	Rouge	7	DCB 2	4
	Marron	8	DCB 1	2
	Gris	9	Terre numérique	Gris
	Gris/rose	10	DCB 11	800
	Rouge/Bleu	11	DCB 10	400
	Blanc/Vert	12	DCB 9	200
	Marron/Vert	13	DCB 8	100
	Non connecté	14		
	Non connecté	15	+ 5 V	Faible

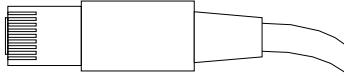
11 Identification des câbles

Câbles DCB

Entre module Agilent et intégrateurs 3396

Réf. 03396-60560	Broche 3396	Broche pour module Agilent	Nom du signal	Nombre DCB
	1	1	DCB 5	20
	2	2	DCB 7	80
	3	3	DCB 6	40
	4	4	DCB 4	10
	5	5	DCB 0	1
	6	6	DCB 3	8
	7	7	DCB 2	4
	8	8	DCB 1	2
	9	9	Terre numérique	
	NC	15	+ 5 V	Faible

Câbles réseau CAN/LAN



Les deux extrémités de ce câble comportent une fiche modulaire, à raccorder au connecteur CAN ou LAN des modules Agilent.

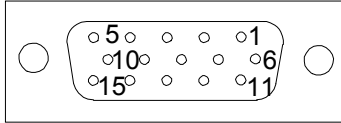
Câbles CAN

Référence	Description
5181-1516	Câble CAN, Agilent entre modules, 0,5 m
5181-1519	Câble CAN, Agilent entre modules, 1 m

Câbles réseau (LAN)

Référence	Description
5023-0203	Câbles réseau croisés (blindés, 3 m (pour connexion point à point)
5023-0202	Câble réseau à paires torsadées, blindé, 7 m (pour connexion point à point)

Câble de contacts externes



L'une des extrémités de ce câble comporte une prise 15 broches à brancher sur la carte d'interface des modules Agilent. L'autre extrémité est universelle.

Entre la carte d'interface du module Agilent et le connecteur universel

Réf. G1103-61611	Couleur	Broche pour module Agilent	Nom du signal
	Blanc	1	EXT 1
	Marron	2	EXT 1
	Vert	3	EXT 2
	Jaune	4	EXT 2
	Gris	5	EXT 3
	Rose	6	EXT 3
	Bleu	7	EXT 4
	Rouge	8	EXT 4
	Noir	9	Non connecté
	Violet	10	Non connecté
	Gris/rose	11	Non connecté
	Rouge/Bleu	12	Non connecté
	Blanc/Vert	13	Non connecté
	Marron/Vert	14	Non connecté
	Blanc/Jaune	15	Non connecté

Entre module Agilent et PC

Référence	Description
G1530-60600	Câble RS-232, 2 m
RS232-61601	Câble RS-232, 2,5 m Instrument vers PC, broche 9/9 (femelle). Ce câble comporte un boîtier de circuit intégré spécifique, rendant impossible la connexion avec une imprimante ou table traçante. Il est également appelé « câble Null Modem » avec une liaison complète là où est établi le câblage entre les broches 1-1, 2-3, 3-2, 4-6, 5-5, 6-4, 7-8, 8-7, 9-9.
5181-1561	Câble RS-232, 8 m

11 Identification des câbles

Entre module Agilent et PC



12 Informations sur le matériel

Description du micrologiciel	226
Cartes d'interface optionnelles	229
Raccordements électriques	233
Vue arrière du module	234
Informations sur le numéro de série	235
Interfaces	236
Présentation des interfaces	239
Réglage du commutateur de configuration 8 bits (sans LAN intégré)	243
Paramètres de communication RS-232C	244
Réglages spéciaux	246
Maintenance préventive	248
Structure de l'instrument	249

Ce chapitre décrit le détecteur de manière plus détaillée d'un point de vue matériel et électronique.



Description du micrologiciel

Le micrologiciel de l'instrument est constitué de deux parties indépendantes :

- une partie non spécifique à l'instrument, appelée *système résident*
- une partie spécifique à l'instrument, appelée *système principal*

Système résident

La partie résidente du micrologiciel est identique pour tous les modules Agilent 1100/1200/1220/1260/1290. Il présente les caractéristiques suivantes :

- possibilités complètes de communication (CAN, LAN et RS-232C)
- gestion de la mémoire
- possibilité de mettre à jour le micrologiciel du « système principal »

Système principal

Il présente les caractéristiques suivantes :

- possibilités complètes de communication (CAN, LAN et RS-232C)
- gestion de la mémoire
- possibilité de mettre à jour le micrologiciel du « système résident »

Le système principal comprend en outre des fonctions instruments qui se subdivisent en fonctions communes telles que:

- synchronisation des analyses à l'aide du câble de commande à distance APG,
- traitement des erreurs ;
- fonctions de diagnostic ;
- ou des fonctions spécifiques aux modules telles que
 - événements internes comme le contrôle de la lampe, les mouvements du filtre ;
 - recueil des données brutes et conversion en absorbance.

Mises à jour du micrologiciel

Les mises à jour de micrologiciel peuvent être exécutées depuis l'interface utilisateur :

- Outil de mise à jour du micrologiciel et du PC avec des fichiers locaux sur le disque dur
- Instant Pilot (G4208A) avec fichiers sur clé USB
- Logiciel Agilent Lab Advisor B.01.03 et supérieur

Les conventions de dénomination des fichiers sont :

PPPP_RVVV_XXX.dlb, où

PPP est le numéro de produit, par exemple, 1315AB pour le détecteur à barrette de diodes G1315A/B,

R est la version du micrologiciel, par exemple, A pour G1315B ou B pour le détecteur à barrette de diodes G1315C,

VVV est le numéro de révision, par exemple 102 pour la révision 1.02,

XXX est le numéro de version du micrologiciel.

Pour des instructions relatives à la mise à jour du micrologiciel, consultez la section *Remplacement du micrologiciel* du chapitre "Maintenance" or utilisez la documentation fournie avec les *Outils de mise à jour du micrologiciel*.

REMARQUE

La mise à jour du système principal ne peut être effectuée qu'à partir du système résident. La mise à jour du système résident ne peut être effectuée qu'à partir du système principal.

Les micrologiciels principal et résident doivent être de la même version.

12 Informations sur le matériel

Description du micrologiciel

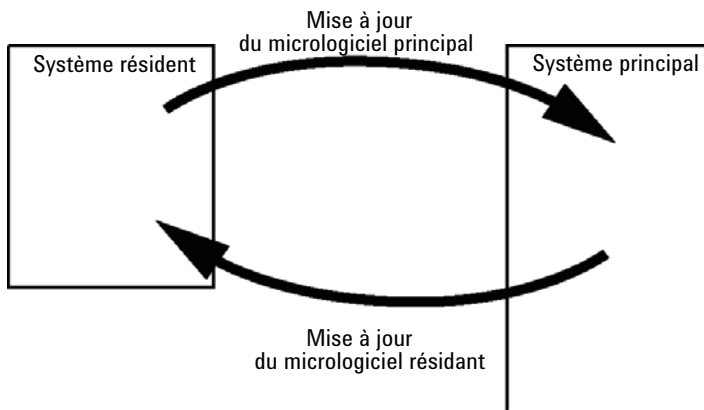


Figure 76 Mécanisme de mise à jour du micrologiciel

REMARQUE

Certains modules sont limités par rapport à l'installation d'une version antérieure en raison de la version de leur carte mère ou de leur micrologiciel initial. Par exemple, un détecteur à barrette de diodes G1315C SL ne peut pas recevoir une version de micrologiciel antérieure à B.01.02 ou A.xx.xx.

Certains modules peuvent être re-qualifiés (p. ex. G1314C en G1314B) afin de permettre leur fonctionnement dans un environnement logiciel spécifique. Dans ce cas, les fonctionnalités du type cible sont utilisées et les fonctionnalités originales sont perdues. À la suite d'une re-qualification, (p. ex. de G1314B en G1314C), les fonctionnalités originales redeviennent disponibles.

Toutes ces informations spécifiques sont détaillées dans la documentation fournie avec les outils de mise à jour du micrologiciel.

Les outils de mise à jour du micrologiciel, le micrologiciel et la documentation sont disponibles sur le site Internet Agilent.

- http://www.chem.agilent.com/_layouts/agilent/downloadFirmware.aspx?whid=69761

Cartes d'interface optionnelles

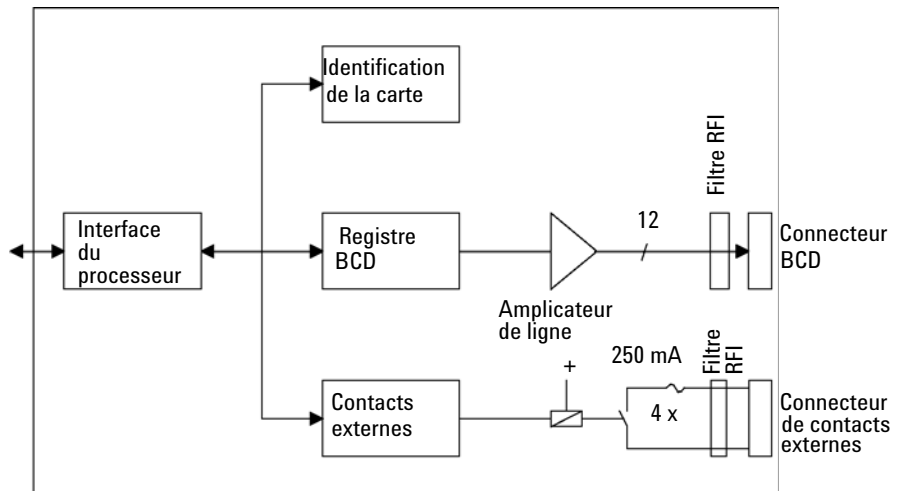
Carte BCD / contact externe

Les modules Agilent Infinity série 1200 comportent un emplacement de carte optionnelle qui permet d'ajouter une carte d'interface aux modules. Certains modules n'ont pas cet emplacement à carte. Reportez-vous à la section « Interfaces », page 236 pour plus de détails.

Cartes d'interface optionnelles

Référence	Description
G1351-68701	Carte d'interface (DCB) avec contacts externes et sorties DCB
2110-0004	Fusible pour carte DCB, 250 mA

La carte BCD fournit des données BCD pour le numéro de flacon de l'échantillonneur automatique Agilent série 1200 et quatre contacts externes. Les contacts de fermeture externes sont des contacts relais. Les réglages maximum sont : 30 V (CC, CA) ; 250 mA (avec fusible).



12 Informations sur le matériel

Cartes d'interface optionnelles

Il s'agit de câbles ordinaires pour raccorder la sortie BCD (voir « Câbles DCB », page 219) et les sorties externes (voir « Câble de contacts externes », page 222) aux dispositifs externes.

Tableau 32 Organisation détaillée des raccords (1200)

Broche	Nom du signal	Nombre DCB
1	DCB 5	20
2	DCB 7	80
3	DCB 6	40
4	DCB 4	10
5	DCB 0	1
6	DCB 3	8
7	DCB 2	4
8	DCB 1	2
9	Terre numérique	
10	DCB 11	800
11	DCB 10	400
12	DCB 9	200
13	DCB 8	100
15	+5 V	Faible

Carte d'interface LAN

Les modules Agilent comportent un emplacement de carte optionnelle qui permet d'ajouter une carte d'interface. Certains modules n'ont pas cet emplacement à carte. Reportez-vous à la section « Interfaces », page 236 pour plus de détails.

Référence	Description
G1369B ou G1369-60002	Carte d'interface LAN
ou G1369C ou G1369-60012	Carte d'interface (LAN)

REMARQUE

Une carte est obligatoire par instrument Agilent Infinity 1260. Il est conseillé d'ajouter la carte LAN au détecteur ayant la fréquence d'acquisition la plus élevée.

REMARQUE

Reportez-vous à la documentation de la carte d'interface LAN G1369 pour des informations concernant sa configuration.

Les cartes suivantes peuvent être utilisées avec les modules Agilent Infinity 1260.

Tableau 33 Cartes LAN

Type	Fournisseur	Réseaux pris en charge
Carte d'interface LAN (G1369B ou G1369-60002) ou Carte d'interface (LAN) (G1369C ou G1369-60012)	Agilent Technologies	Fast Ethernet, Ethernet/802.3, RJ-45 (10/100Base-TX) <i>recommandé lors de nouvelles commandes</i>
LAN, carte d'interface (G1369A ou G1364-60001)	Agilent Technologies	Fast Ethernet, Ethernet/802.3, RJ-45 (10/100Base-TX) <i>(obsolète)</i>
J4106A ¹	Hewlett Packard	Ethernet/802.3, RJ-45 (10Base-T)

12 Informations sur le matériel

Cartes d'interface optionnelles

Tableau 33 Cartes LAN

Type	Fournisseur	Réseaux pris en charge
J4105A ¹	Hewlett Packard	Token Ring/802.5, DB9, RJ-45 (10Base-T)
J4100A ¹	Hewlett Packard	Fast Ethernet, Ethernet/802.3, RJ-45 (10/100Base-TX) + BNC (10Base2)

¹ Il se peut qu'il soit impossible de commander ces cartes. Le micrologiciel minimum pour ces cartes JetDirect de Hewlett Packard est A.05.05.

Câbles LAN recommandés

Référence	Description
5023-0203	Câbles réseau croisés (blindés, 3 m (pour connexion point à point))
5023-0202	Câble réseau à paires torsadées, blindé, 7 m (pour connexion point à point)

Raccordements électriques

- Le bus CAN est un bus série qui permet des échanges de données à grande vitesse. Les deux connecteurs pour le bus CAN sont utilisés pour le transfert et la synchronisation des données du module interne.
- Deux sorties analogiques indépendantes fournissent des signaux pour les intégrateurs ou le traitement des données.
- L'emplacement de la carte d'interface est utilisé pour les contacts externes et pour la sortie du numéro de bouteille DCB, ou pour les connexions LAN.
- Le connecteur de commande à distance peut être utilisé avec d'autres instruments d'analyse Agilent Technologies si vous voulez utiliser des fonctionnalités telles que le démarrage, l'arrêt, l'arrêt commun, la préparation, etc.
- Avec le logiciel approprié, le connecteur RS-232C permet, via une liaison de même type, de piloter le module depuis un ordinateur. Ce connecteur est activé et peut être configuré avec le commutateur de configuration.
- Le connecteur d'entrée d'alimentation accepte une tension de secteur de 100 – 240 VAC \pm 10 % à une fréquence secteur de 50 ou 60 Hz. La consommation maximale varie en fonction du module. Le module est dépourvu de sélecteur de tension, car une large plage de tensions d'entrée est acceptée par l'alimentation. Il ne comporte pas non plus de fusibles externes accessibles car le bloc d'alimentation intègre des fusibles électroniques automatiques.

REMARQUE

Pour garantir un bon fonctionnement et le respect des normes de sécurité et de compatibilité électromagnétique, n'utilisez jamais d'autres câbles que ceux fournis par Agilent Technologies.

Vue arrière du module

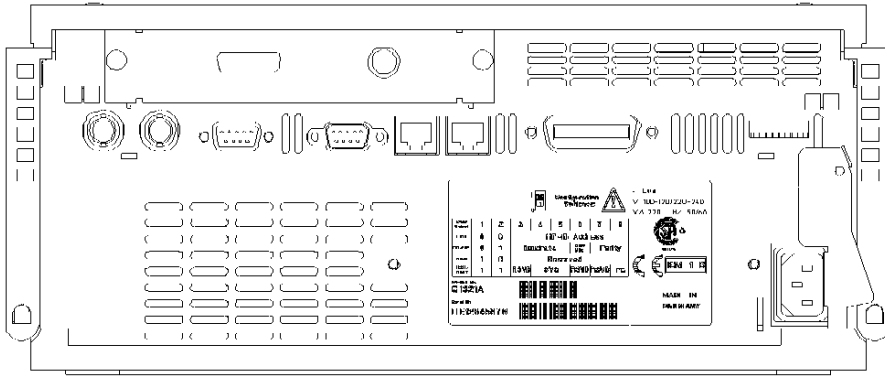


Figure 77 Vue arrière du détecteur – Raccordements électriques et étiquette

REMARQUE

L'interface GPIB a été retirée avec l'introduction des modules Infinity 1260.

Informations sur le numéro de série

Informations sur le numéro de série des instruments 1260 Infinity

Le numéro de série de l'étiquette de l'instrument comporte les informations suivantes :

PPXZZ00000	Format
PP	Pays de fabrication <ul style="list-style-type: none"> • DE = Allemagne • JP = Japon • CN = Chine
X	Caractère alphabétique de A à Z (utilisé pour la fabrication)
ZZ	Code alpha-numérique de 0 à 9, A à Z, où chaque combinaison désigne sans ambiguïté un module (plusieurs codes peuvent exister pour un même module)
00000	Numéro de série

Informations sur le numéro de série pour les instruments 1200 et 1290 Infinity

Le numéro de série de l'étiquette de l'instrument comporte les informations suivantes :

PPASSNNNNN	Format
PP	Pays de fabrication <ul style="list-style-type: none"> • DE = Allemagne • JP = Japon • CN = Chine
ASS	année et semaine de la dernière modification de fabrication majeure, par exemple 820 peut dater la semaine 20 de l'année 1998 or 2008
NNNNN	numéro de série réel

Interfaces

Les modules Agilent 1200 Infinity comportent les interfaces suivantes :

Tableau 34 Interfaces des systèmes Agilent Infinity série 1200

Module	CAN	LAN/BCD (en option)	LAN (intégré)	RS -232	Analo- gique	Commande à distance APG	Spécial
Pumps							
Pompe iso. G1310B Pompe quat. G1311B Pompe quat. VL G1311C Pompe bin. G1312B Pompe bin. clinique K1312B Pompe bin. VL G1312C Pompe cap. 1376A Pompe nano. G2226A Pompe quat. Bio-inert G5611A	2	Oui	Non	Oui	1	Oui	
Pompe bin. G4220A/B Pompe quaternaire G4204A	2	Non	Oui	Oui	Non	Oui	CAN-CC- SORTIE pour esclaves CAN
Pompe prép. G1361A	2	Oui	Non	Oui	Non	Oui	CAN-CC- SORTIE pour esclaves CAN
Samplers							
G1329B ALS ALS Prép. G2260A	2	Oui	Non	Oui	Non	Oui	THERMOSTAT pour G1330B/K1330B
G1364B FC-PS G1364C FC-AS G1364D FC- μ S G1367E HiP ALS K1367E HiP ALS clinique G1377A HiP micro ALS G2258A DL ALS G5664A Bio-inert FC-AS Échantillonneur automatique Bio-inert G5667A	2	Oui	Non	Oui	Non	Oui	THERMOSTAT pour G1330B/K1330B CAN-CC- SORTIE pour esclaves CAN

Tableau 34 Interfaces des systèmes Agilent Infinity série 1200

Module	CAN	LAN/BCD (en option)	LAN (intégré)	RS -232	Analo- gique	Commande à distance APG	Spécial
G4226A ALS	2	Oui	Non	Oui	Non	Oui	
Detectors							
G1314B VWD VL G1314C VWD VL+	2	Oui	Non	Oui	1	Oui	
G1314E/F VWD K1314F clinique	2	Non	Oui	Oui	1	Oui	
G4212A/B DAD K4212B DAD Clinique	2	Non	Oui	Oui	1	Oui	
G1315C DAD VL+ G1365C MWD G1315D DAD VL G1365D MWD VL	2	Non	Oui	Oui	2	Oui	
G1321B FLD K1321B FLD clinique G1321B FLD	2	Oui	Non	Oui	2	Oui	
G1362A RID	2	Oui	Non	Oui	1	Oui	
G4280A ELSD	Non	Non	Non	Oui	Oui	Oui	Contact EXT AUTOZÉRO
Others							
Commande de vanne G1170A	2	Non	Non	Non	Non	Non	1
G1316A/C CCT K1316C TCC clinique	2	Non	Non	Oui	Non	Oui	
G1322A DÉG K1322A DÉG clinique	Non	Non	Non	Non	Non	Oui	AUX
G1379B DÉG	Non	Non	Non	Oui	Non	Oui	
G4225A DÉG K4225A DÉG clinique	Non	Non	Non	Oui	Non	Oui	

12 Informations sur le matériel

Interfaces

Tableau 34 Interfaces des systèmes Agilent Infinity série 1200

Module	CAN	LAN/BCD (en option)	LAN (intégré)	RS -232	Analo- gique	Commande à distance APG	Spécial
G4227A Flex Cube	2	Non	Non	Non	Non	Non	CAN-CC- SORTIE pour esclaves CAN 1
G4240A CHIP CUBE	2	Oui	Non	Oui	Non	Oui	CAN-CC- SORTIE pour esclaves CAN THERMOSTAT pour G1330A/B (NON UTILISÉ), K1330B

¹ Nécessite un module HÔTE avec LAN intégré (p. ex. G4212A ou G4220A avec un micrologiciel de version B.06.40 ou C.06.40 ou ultérieure) ou avec une carte LAN supplémentaire G1369C

REMARQUE

Le détecteur (DAD/MWD/FLD/VWD/RID) le point d'accès préféré pour un contrôle via le LAN. La liaison entre modules s'effectue par l'intermédiaire de l'interface CAN.

- Connecteurs CAN comme interface avec d'autres modules
- Connecteur LAN comme interface avec le logiciel de commande
- RS-232C comme interface avec un ordinateur
- Connecteur de commande à distance (REMOTE) comme interface avec les autres produits Agilent
- Connecteur(s) de sortie analogique pour la sortie des signaux

Présentation des interfaces

CAN

L'interface CAN est une interface de liaison entre modules. Il s'agit d'un système bus série à 2 fils capable de transmettre, en temps réel, des données à grande vitesse.

LAN

Les modules disposent soit d'un emplacement à interface pour une carte LAN (p. ex. l'interface Agilent G1369B/C LAN) ou d'une interface LAN intégrée (p. ex. les détecteurs G1315C/D DAD et G1365C/D MWD). Cette interface permet de contrôler le module/système via un ordinateur connecté avec le logiciel de commande approprié. Certains modules ne présentent ni interface LAN intégrée ni emplacement à interface pour une carte LAN (p. ex. commande de vanne G1170A ou Flex Cube G4227A). Il s'agit de modules hébergés qui nécessitent un module hôte avec micrologiciel version B.06.40 ou ultérieure ou avec une carte LAN G1369C supplémentaire.

REMARQUE

Si un détecteur Agilent (DAD/MWD/FLD/VWD/RID) est inclus dans le système, l'interface LAN doit être connectée au DAD/MWD/FLD/VWD/RID (en raison du débit de données plus important). Si aucun détecteur Agilent n'est inclus dans le système, l'interface LAN doit être installée sur la pompe ou sur l'échantillonneur automatique.

RS-232C (Série)

Le connecteur RS-232C permet de contrôler le module depuis un ordinateur par le biais d'une connexion RS-232C, à l'aide d'un logiciel adapté. Ce connecteur peut être configuré avec le module du commutateur de configuration à l'arrière du module. Voir la section *Paramètres de communication RS-232C*.

REMARQUE

Il n'est pas possible de configurer les cartes mères équipées d'un LAN intégré. Elles sont préconfigurées pour

- 19 200 bauds,
- 8 bits de données sans parité
- un bit de départ et un bit de stop (non réglable) sont toujours utilisés.

12 Informations sur le matériel

Interfaces

L'interface RS-232C se comporte comme un ETCD (équipement terminal de communication de données) avec un connecteur de type SUB-D mâle à 9 broches. Le brochage est le suivant :

Tableau 35 Tableau de connexion RS-232C

Broche	Direction	Fonction
1	Entrée	DCD
2	Entrée	RxD
3	Sortie	TxD
4	Sortie	DTR
5		Terre
6	Entrée	DSR
7	Sortie	RTS
8	Entrée	CTS
9	Entrée	RI

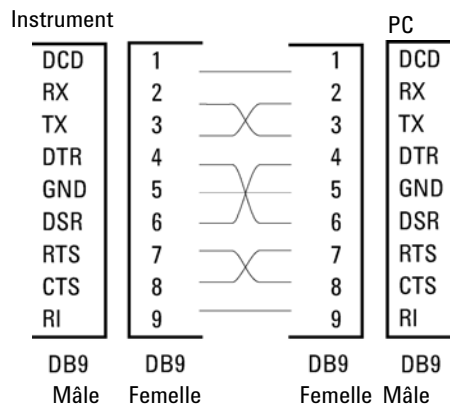


Figure 78 Câble RS-232

Signal de sortie analogique

Le signal de sortie analogique peut être envoyé à un enregistreur. Pour plus de détails, voir la description de la carte mère du module.

Commande à distance APG

Le connecteur de commande à distance APG peut être combiné à d'autres instruments d'analyse Agilent Technologies si vous souhaitez utiliser des fonctionnalités telles que l'arrêt commun, la préparation, etc.

La commande à distance permet une connexion rapide entre instruments individuels ou systèmes et permet de coordonner les analyses avec un minimum d'éléments.

Le connecteur subminiature D est utilisé. Le module est équipé d'un connecteur à distance avec ses entrées/sorties (technique du OU câblé).

Pour assurer un maximum de sécurité dans un système d'analyse distribué, une ligne est dédiée au **SHUT DOWN** des parties critiques du système dès qu'un module quelconque détecte un problème grave. Pour vérifier si tous les modules participants sont sous tension ou correctement alimentés, une ligne est définie pour résumer l'état de **POWER ON** de tous les modules connectés. Le contrôle de l'analyse est maintenu par un signal **READY** pour l'analyse suivante, suivi du **START** de l'analyse et du **STOP** facultatif de l'analyse déclenchée sur les lignes respectives. Par ailleurs, des signaux de **PREPARE** et de **START REQUEST** peuvent être émis. Les niveaux de signal sont définis comme suit :

- niveaux TTL standard (0 V est le vrai logique, + 5,0 V est faux)
- la sortance vaut 10 ,
- la charge d'entrée est 2,2 kOhm contre + 5,0 V, et
- les sorties sont du type collecteur ouvert, entrées/sorties (technique du OU câblé).

REMARQUE

Tous les circuits TTL communs fonctionnent avec un bloc d'alimentation de 5 V. Un signal TTL est défini comme étant « faible » (ou L pour « low ») lorsque compris entre 0 V et 0,8 V et « élevé » (ou H pour « high ») lorsque compris entre 2,0 V et 5,0 V (par rapport à la borne de terre).

Tableau 36 Distribution des signaux de commande à distance

Broche	Signal	Description
1	DGND	Terre numérique
2	PREPARE	(L) Demande de préparation à l'analyse (par exemple : étalonnage, lampe du détecteur allumée). Le récepteur correspond à tout module effectuant des activités de préanalyse.
3	START	(L) Demande de démarrage d'une analyse/table d'événements chronoprogammés. Le récepteur peut être tout module effectuant des opérations d'analyse contrôlées.
4	SHUT DOWN	(L) Le système a rencontré un problème (par exemple : une fuite : la pompe s'arrête). Le récepteur correspond à tout module capable de renforcer la sécurité.
5		Non utilisé
6	POWER ON	(H) Tous les modules connectés au système sont sous tension. Le récepteur peut être tout module qui dépend du fonctionnement d'autres modules.
7	READY	(H) Le système est prêt pour l'analyse suivante. Le récepteur peut être n'importe quel contrôleur de séquence.
8	STOP	(D) Demande d'état prêt à bref délai (par exemple : arrêt de l'analyse, abandon ou arrêt de l'injection). Le récepteur peut être tout module effectuant des opérations d'analyse contrôlées.
9	START REQUEST	(L) Demande de démarrer le cycle d'injection (par la touche de démarrage de tout module, par exemple). Le récepteur est l'échantillonneur automatique.

Interfaces spéciales

Il n'y a pas d'interface spéciale pour ce module.

Réglage du commutateur de configuration 8 bits (sans LAN intégré)

Le commutateur de configuration 8 bits est situé à l'arrière du module.

Ce module ne dispose pas d'une interface LAN intégrée. Il peut être commandé par l'intermédiaire de l'interface LAN d'un autre module, auquel il est relié par une connexion CAN.

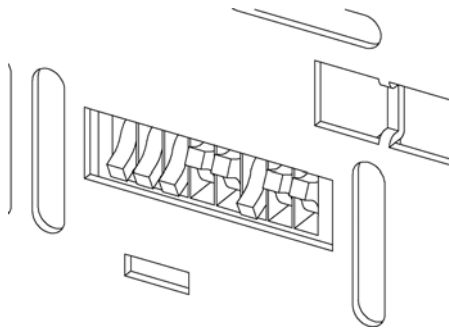


Figure 79 Commutateur de configuration (les paramètres dépendent du mode configuré)

Tous les modules sans carte LAN :

- La configuration par défaut doit être TOUS LES MICROINTERRUPTEURS DIP EN POSITION BASSE (meilleurs paramètres),
 - Mode Bootp pour LAN et,
 - 19 200 bauds, 8 bits de données / 1 bit d'arrêt sans parité avec RS -232,
- Interrupteur DIP 1 vers le bas et interrupteur DIP 2 vers le haut : permet des réglages RS-232 spécifiques,
- Pour les modes boot/test, les microinterrupteurs DIP 1 et 2 doivent être en position HAUTE, plus le mode requis.

REMARQUE

Pour un fonctionnement normal, utilisez les réglages par défaut (optimal).

12 Informations sur le matériel

Réglage du commutateur de configuration 8 bits (sans LAN intégré)

Les réglages de ce commutateur fournissent des paramètres de configuration pour le protocole de communication série et les procédures d'initialisation spécifiques de l'instrument.

REMARQUE

Avec l'arrivée du système Agilent 1260 Infinity, toutes les interfaces GPIB ont été abandonnées. Le mode de communication préféré est l'interface LAN.

REMARQUE

Les tableaux suivants présentent les paramètres du commutateur de configuration pour des modules sans LAN intégré seulement.

Tableau 37 Réglage du commutateur de configuration 8 bits (sans carte LAN intégrée)

Sélection du mode	1	2	3	4	5	6	7	8
RS-232C	0	1	Vitesse en baud			Bits de données	Parité	
Réservé	1	0	Réservé					
TEST/INIT	1	1	Réservé	SYS		Réservé	Réservé	FC

REMARQUE

Les paramètres LAN sont configurés sur la carte interface LAN G1369B/C. Reportez-vous à la documentation fournie avec la carte.

Paramètres de communication RS-232C

Le protocole de communication utilisé dans le compartiment à colonnes n'autorise que le protocole de synchronisation matériel (CTS/RTR).

Les commutateurs 1 en position basse et 2 en position haute signifient que les paramètres RS-232C vont être modifiés. Une fois les modifications terminées, l'instrument à colonnes devra à nouveau être mis sous tension pour que les nouvelles valeurs soient stockées dans la mémoire non volatile du système.

Réglage du commutateur de configuration 8 bits (sans LAN intégré)

Tableau 38 Paramètres de communication RS-232C (sans LAN intégré)

Sélection du mode	1	2	3	4	5	6	7	8
RS-232C	0	1	Débit (bauds)			Bits de données	Parité	

Utilisez les tableaux suivants pour sélectionner les paramètres que vous souhaitez utiliser pour la communication RS-232C. Le chiffre 0 signifie que le commutateur est en position basse, et le chiffre 1 signifie que le commutateur est en position haute.

Tableau 39 Débit en bauds (sans LAN intégré)

Commutateurs			Débit (bauds)	Commutateurs			Débit (bauds)
3	4	5		3	4	5	
0	0	0	9600	1	0	0	9600
0	0	1	1200	1	0	1	14400
0	1	0	2400	1	1	0	19200
0	1	1	4800	1	1	1	38400

Tableau 40 Paramètres des bits de données (sans LAN intégré)

Commut 6	Taille du mot de données
0	7 bits
1	8 bits

Tableau 41 Paramètres de parité (sans LAN intégré)

Commutateurs		Parité
7	8	
0	0	Aucune

12 Informations sur le matériel

Réglage du commutateur de configuration 8 bits (sans LAN intégré)

Tableau 41 Paramètres de parité (sans LAN intégré)

0	1	Impaire
1	1	Paire

Un bit de départ et un bit de stop (non réglable) sont toujours utilisés.

Par défaut le module fonctionnera à 19 200 bauds, 8 bits de données sans parité.

Réglages spéciaux

Les réglages spéciaux sont requis pour des actions spécifiques (normalement pour un cas de service).

Système résident de démarrage

Ce mode peut être nécessaire pour les procédures de mise à niveau du micrologiciel en cas d'erreurs de chargement de ce dernier (partie principale du micrologiciel).

Si vous utilisez les configurations de commutateurs ci-après et que vous remettez l'instrument sous tension, le micrologiciel de l'instrument reste en mode résident. Il ne fonctionne pas en tant que module. Il n'utilise que les fonctions de base du système d'exploitation, par exemple, pour la communication. C'est dans ce mode que le micrologiciel principal peut être téléchargé (à l'aide des utilitaires de mise à niveau).

Tableau 42 Réglages du système résident de démarrage (sans LAN intégré)

Sélection du mode	COM1	COM2	COM3	COM4	COM5	COM6	COM7	COM8
TEST/BOOT	1	1	0	0	1	0	0	0

Démarrage à froid forcé

Un démarrage à froid forcé peut être utilisé pour amener le module dans un mode défini avec les réglages de paramètres par défaut.

Réglage du commutateur de configuration 8 bits (sans LAN intégré)

ATTENTION

Perte de données

Le démarrage à froid forcé efface toutes les méthodes et données stockées en mémoire. Les journaux de diagnostic et de réparation ainsi que les paramètres d'étalonnage font exception et sont conservés.

→ Enregistrez les méthodes et données avant d'exécuter un démarrage à froid forcé.

L'utilisation des configurations de commutateurs ci-après, suivie de la remise sous tension de l'appareil force une réinitialisation du système.

Tableau 43 Paramètres de démarrage à froid forcé (sans LAN intégré)

Sélection du mode	COM1	COM2	COM3	COM4	COM5	COM6	COM7	COM8
TEST/BOOT	1	1	0	0	0	0	0	1

Maintenance préventive

La maintenance impose le remplacement des composants sujets à l'usure ou aux contraintes mécaniques. Dans l'idéal, la fréquence de remplacement des composants devrait se baser sur l'intensité d'utilisation du module et sur les conditions analytiques, et non sur un intervalle de temps prédéfini. La fonction de maintenance préventive (**EMF**) contrôle l'utilisation de certains composants de l'instrument et fournit des informations lorsque les limites programmables par l'utilisateur sont dépassées. Une indication visuelle sur l'interface utilisateur vous informe que certaines opérations de maintenance sont nécessaires.

Compteurs EMF

Chaque compteur EMF augmente en fonction de l'utilisation. Une limite maximale peut être définie pour informer visuellement l'utilisateur du dépassement de la limite. Certains compteurs peuvent être remis à zéro une fois la procédure de maintenance exécutée.

Utilisation des compteurs EMF

Les limites EMF réglables des compteurs EMF permettent d'adapter la maintenance préventive du système aux exigences spécifiques de l'utilisateur. Le cycle de maintenance approprié dépend des exigences d'utilisation. Par conséquent, les limites maximales doivent être définies en fonction des conditions d'utilisation spécifiques de l'instrument.

Réglage des limites EMF

Le réglage des limites EMF doit être optimisé sur un ou deux cycles de maintenance. Des limites EMF initiales par défaut doivent être définies. Quand les performances de l'instrument indiquent que la maintenance est nécessaire, notez les valeurs indiquées par les compteurs EMF. Utilisez ces valeurs (ou des valeurs légèrement inférieures) pour définir des limites EMF, puis remettez à zéro les compteurs EMF. La prochaine fois que les nouvelles limites EMF seront dépassées sur les compteurs EMF, l'indicateur EMF s'affichera, rappelant à l'utilisateur qu'une maintenance est nécessaire.

Structure de l'instrument

La conception industrielle du module incorpore plusieurs caractéristiques novatrices. Elle utilise le concept E-PAC d'Agilent pour le conditionnement des assemblages électroniques et mécaniques. Ce concept repose sur l'utilisation de séparateurs en plastique, constitués de stratifiés de mousse de polypropylène expansé (EPP), sur lesquels sont placés les éléments mécaniques et les cartes électroniques du module. Ce conditionnement est ensuite déposé dans un boîtier interne métallique, lui-même abrité dans un boîtier externe en plastique. Cette technologie de conditionnement présente les avantages suivants :

- élimination presque totale des vis, écrous ou liens de fixation, réduisant le nombre de composants et augmentant la vitesse de montage et de démontage ;
- moulage des canaux d'air dans les couches en plastique, de sorte que l'air de refroidissement atteigne exactement les endroits voulus ;
- protection par les structures en plastique des éléments électroniques et mécaniques contre les chocs physiques ;
- fonction de blindage de l'électronique par la partie métallique interne du boîtier : permet de protéger l'instrument contre des interférences électromagnétiques externes et de prévenir les émissions de l'instrument lui-même

12 Informations sur le matériel

Structure de l'instrument



13 Annexe

Informations de sécurité générales	252
Directive sur les déchets d'équipements électriques et électroniques (DEEE) (2002/96/CE)	255
Informations sur les piles au lithium	256
Perturbations radioélectriques	257
Émissions sonores	258
Radiation UV (lampe UV seulement)	259
Informations sur les solvants	260
Agilent Technologies sur Internet	262






Ce chapitre fournit des informations générales et des informations concernant la sécurité.



Informations de sécurité générales

Symboles de sécurité

Tableau 44 Symboles de sécurité

Symbole	Description
	L'appareil est marqué de ce symbole quand l'utilisateur doit consulter le manuel d'instructions afin d'éviter les risques de blessure de l'opérateur et de protéger l'appareil contre les dommages.
	Indique des tensions dangereuses.
	Indique une borne de terre protégée.
	Indique qu'il est dangereux pour les yeux de regarder directement la lumière produite par la lampe au deutérium utilisée dans ce produit.
	L'appareil comporte ce symbole pour indiquer qu'il présente des surfaces chaudes et que l'utilisateur ne doit pas les toucher lorsqu'elles sont chaudes.

AVERTISSEMENT

Un AVERTISSEMENT

vous met en garde contre des situations qui pourraient causer des blessures corporelles ou entraîner la mort.

→ N'allez pas au-delà d'un avertissement tant que vous n'avez pas parfaitement compris et rempli les conditions indiquées.

ATTENTION

Le message ATTENTION

vous prévient lors de situations risquant d'entraîner la perte de données ou d'endommager l'équipement.

→ N'allez pas au-delà d'une mise en garde « Attention » tant que vous n'avez pas parfaitement compris et rempli les conditions indiquées.

Informations générales de sécurité

Les consignes générales de sécurité suivantes doivent être respectées lors de toutes les phases de fonctionnement, d'entretien et de réparation de cet instrument. Le non-respect de ces consignes ou des avertissements spécifiques énoncés ailleurs dans ce manuel, est en violation des normes de sécurité applicables à la conception, à la fabrication et à l'usage prévu de l'instrument. Agilent Technologies ne peut être tenu responsable du non-respect de ces exigences par le client.

AVERTISSEMENT

Vérifiez la bonne utilisation des équipements.

La protection fournie par l'équipement peut être altérée.

→ Il est recommandé à l'opérateur de cet instrument de l'utiliser conformément aux indications du présent manuel.

Normes de sécurité

Cet instrument est un instrument de classe de sécurité I (comportant une borne de mise à la terre) et a été fabriqué et contrôlé conformément aux normes de sécurité internationales.

Fonctionnement

Avant de brancher l'alimentation électrique, effectuez chaque étape de la procédure d'installation. Par ailleurs, vous devez respecter les consignes suivantes.

Ne retirez pas les capots de l'instrument pendant son fonctionnement. Avant la mise sous tension de l'instrument, toutes les bornes de mise à la terre, rallonges électriques, transformateurs et dispositifs qui y sont raccordés doivent être reliés à une terre de protection par le biais d'une prise de masse. Toute interruption de la connexion à la terre de protection crée un risque d'électrocution pouvant entraîner des blessures graves. Si l'intégrité de cette protection devient suspecte, l'instrument doit être mis hors service et son utilisation doit être interdite.

Assurez-vous que les fusibles sont remplacés uniquement par des fusibles à courant nominal spécifié et de type spécifié (fusion normale, temporisés, etc.). N'utilisez pas de fusibles réparés et ne court-circuitez pas les porte-fusibles.

Certains des réglages décrits dans le manuel sont effectués sur un instrument sous tension dont les capots de protection ont été retirés. Les potentiels présents en de nombreux points peuvent, en cas de contact, causer des blessures.

Il convient d'éviter, dans la mesure du possible, d'effectuer des opérations de réglage, de maintenance et de réparation sur un instrument ouvert sous tension. Si c'est inévitable, ces opérations doivent être effectuées par une personne qualifiée et consciente du danger. Ne tentez pas d'effectuer une opération de maintenance interne ou un réglage sans la présence d'une autre personne capable de donner les premiers secours et d'assurer une réanimation. Ne remplacez pas les composants lorsque le câble d'alimentation est branché.

N'utilisez pas l'instrument en présence de gaz ou fumées inflammables. Dans un tel environnement, le fonctionnement de tout instrument électrique représente un danger certain.

N'effectuez pas de substitutions de pièces ou des modifications non autorisées.

Il se peut que les condensateurs situés à l'intérieur de l'instrument soient encore chargés, bien que l'instrument ait été débranché de sa source d'alimentation. Des tensions dangereuses sont présentes dans cet instrument, capables de causer des blessures graves. Vous devez procéder avec extrême précaution lorsque vous manipulez, testez et ajustez cet instrument.

Lorsque vous manipulez des solvants, respectez les règles de sécurité (lunettes, gants et vêtements de protection) telles qu'elles figurent dans la fiche de sécurité fournie par le fournisseur du solvant, particulièrement s'il s'agit de produits toxiques ou dangereux.

Directive sur les déchets d'équipements électriques et électroniques (DEEE) (2002/96/CE)

Extrait

La Directive sur les déchets d'équipements électriques et électroniques (DEEE) (2002/96/CE), adoptée par la Commission Européenne le 13 février 2003, définit la responsabilité du producteur sur tous les équipements électriques et électroniques dès le 13 août 2005.

REMARQUE



Ce produit est conforme aux exigences de la directive DEEE (2002/96/CE). L'étiquette apposée indique que l'utilisateur ne doit éliminer ce produit électrique/électronique avec les déchets ménagers domestiques.

Catégorie de produit : En référence aux types d'équipements de l'Annexe I de la Directive DEEE, ce produit est classé comme « Instrument de surveillance et de contrôle ».

Ne pas éliminer avec les déchets ménagers domestiques

Pour se débarrasser des produits usagés, contacter l'agence Agilent la plus proche ou se connecter sur www.agilent.com pour plus de détails.

Informations sur les piles au lithium

AVERTISSEMENT

Les piles au lithium ne peuvent pas être éliminées avec les déchets ménagers. Le transport de piles au lithium déchargées par des transporteurs réglementés IATA/ICAO, ADR, RID ou IMDG n'est pas autorisé.

Il y a risque d'explosion si la pile est remplacée de manière incorrecte.

- Les piles au lithium déchargées doivent être éliminées localement, conformément aux réglementations locales en matière d'élimination de déchets.
 - Remplacez uniquement par une pile de même type ou d'un type équivalent recommandé par le fabricant de l'équipement.
-

Perturbations radioélectriques

Les câbles fournis par Agilent Technologies sont blindés afin d'optimiser la protection contre les perturbations radioélectriques. Tous les câbles respectent les normes de sécurité ou de compatibilité électromagnétique.

Test et Mesure

Si l'équipement de test et de mesure est utilisé avec des câbles non blindés ou utilisé pour des mesures dans des montages ouverts, l'utilisateur doit s'assurer que, dans les conditions d'utilisation, les limites d'interférence radio sont toujours respectées.

Émissions sonores

Déclaration du fabricant

Cette déclaration permet de garantir la conformité aux exigences de la directive allemande du 18 janvier 1991 relative aux émissions sonores.

Le niveau de pression acoustique de ce produit (au niveau de l'opérateur) est inférieur à 70 dB.

- Niveau de pression acoustique < 70 dB (A)
- Au niveau de l'opérateur
- Fonctionnement normal
- Selon ISO 7779 : 1988/EN 27779/1991 (Essai de type)

Radiation UV (lampe UV seulement)

Les rayonnements ultraviolets (200 à 315 nm) émanant de ce produit sont limitées de telle sorte que l'exposition énergétique incidente reçue par la peau ou l'œil non protégés de l'opérateur ou du personnel de service, soit inférieure aux valeurs limites d'exposition suivantes, d'après l'Association américaine des hygiénistes industriels (American Conference of Governmental Industrial Hygienists) :

Tableau 45 Limites de radiation UV

Exposition/jour	Irradiation effective
8 heures	0,1 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$
10 minutes	5,0 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$

En principe, les valeurs de radiation sont très inférieures à ces limites :

Tableau 46 Valeurs types de radiation UV

Position	Irradiation effective
Lampe installée, à 50 cm	moyenne 0,016 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$
Lampe installée, à 50 cm	maximum 0,14 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$

Informations sur les solvants

Cuve à circulation

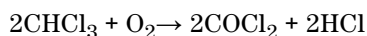
Pour assurer un fonctionnement optimal de votre cuve à circulation :

- Évitez d'utiliser des solutions alcalines (pH > 9,5) susceptibles d'attaquer le quartz et de nuire aux propriétés optiques de la cuve à circulation.
- Si la cuve à circulation est transportée à des températures inférieures à 5 °C, veillez à la remplir d'alcool.
- La présence de solvants aqueux dans la cuve à circulation peut favoriser le développement d'algues. Ne laissez donc jamais stagner ce type de solvants dans la cuve. Ajoutez une petite quantité de solvant organique (par exemple, environ 5 % d'acétonitrile ou de méthanol).

Utilisation de solvants

Respectez les recommandations suivantes lors de l'utilisation de solvants.

- L'utilisation de verre ambré peut empêcher le développement d'algues.
- Les petites particules peuvent obstruer les capillaires et les vannes de manière irréversible. Il faut donc toujours filtrer les solvants avec des filtres de 0,4 µm.
- Évitez d'utiliser les solvants suivants, qui sont corrosifs sur l'acier :
 - Les solutions d'halogénures alcalins et de leurs acides (par exemple l'iodure de lithium, le chlorure de potassium, etc.),
 - Les concentrations élevées d'acides inorganiques, tels que l'acide sulfurique ou nitrique, et des solvants organiques en particulier aux températures élevées (si votre méthode chromatographique le permet, remplacez ces acides par de l'acide phosphorique ou un tampon phosphate, moins corrosifs pour l'acier inoxydable),
 - Les solvants ou mélanges halogénés qui forment des radicaux et/ou des acides, comme :



Cette réaction, dans laquelle l'acier inoxydable joue sans doute le rôle de catalyseur, se produit rapidement avec le chloroforme sec si le processus de séchage élimine l'alcool stabilisant,

- Les éthers de qualité chromatographique, qui peuvent contenir des peroxydes (par exemple, le THF, le dioxane, le di-isopropyléther). De tels éthers doivent être filtrés avec de l'oxyde d'aluminium sec qui adsorbe les peroxydes,
- Les solvants contenant des agents complexants forts (l'EDTA, par exemple),
- Les mélanges de tétrachlorure de carbone avec l'isopropanol ou le THF.

Agilent Technologies sur Internet

Pour les toutes dernières informations sur les produits et les services Agilent Technologies, visitez notre site Internet à l'adresse suivante :

<http://www.agilent.com>

Glossaire d'IU

A

Adjust
Ajuster

D

Dark
Obscurité

Detectors
DéTECTEURS

Diagnosis > Maintenance > FLD Calibration
Diagnostic > Maintenance > Calibration du FLD

Dual WL
Deux canaux

E

economy mode
mode économie

F

FLD-Signals
Signaux FLD

L

LAMP ON during run
Lampe allumée pendant l'analyse

M

Module Info
Infos module
Module Service Center
Centre de maintenance du module

N

no economy
aucune économie
Not Ready
Non prêt
NOT READY
NON PRÊT

O

Others
Autres

P

Peakwidth
Largeur de pic
Peakwidth (Responsetime)
Largeur de pic (temps de réponse)
POWER ON
MISE SOUS TENSION
PREPARE
PRÉPARATION
Pumps
Pompes

R

Ready
Prêt
READY
PRÊT

S

Samplers
Échantillonneurs

SEND
ENVOYER
SHUT DOWN
ARRÊTER
Signals
Signaux
START
DÉMARRAGE
START REQUEST
REQUÊTE DE DÉMARRAGE
STOP
ARRÊT

T

Test Chromatogram
chromatogramme de test
Threshold
Seuil
Timetable
tableau de chronoprogrammation
Tools
Outils

Y

Yes
Oui

Index

A

Agilent
 sur Internet 262
 Agilent Lab Advisor 142
 algues 260, 198, 260
 altitude de fonctionnement 39
 altitude hors fonctionnement 39
 analogique
 câble 214
 arrêt du système 146
 avertissements et mises en garde 189

B

Bio-Inert 193
 matériaux 32

C

Câble réseau
 LAN 221, 221
 câble
 analogique 214
 CAN 221, 221
 contact externe 222
 d'alimentation 58
 De commande à distance 216
 de connexion de la ChemStation 58
 de connexion de la commande à distance APG 58
 de connexion du bus CAN 58
 de connexion LAN 58
 Décimal codé binaire 219
 RS-232 223
 câbles d'alimentation 37
 Câbles de commande

à distance 212

Câbles

analogiques 212
 CAN 213
 DCB 212
 LAN 213
 RS-232 213

calibration en longueur d'onde 172

CAN 239

capteur de compensation ouvert 151

capteur de fuites ouvert 150

capteur de température 149

caractéristiques de performance 40, 44, 47

caractéristiques physiques 39

caractéristiques

communications 42, 46, 49
 cuve à circulation 42, 45, 48
 fonctionnalités BPL 43, 46, 49
 fréquence des impulsions 40, 44, 47
 monochromateurs 41, 44, 47
 performance 40, 44, 47
 physiques 39
 précision de la longueur d'onde 40
 sécurité et maintenance 42, 46, 49
 sorties analogiques 42, 45, 48

Carte BCD

contacts externes 229

carte HP JetDirect 231

carte

carte HP JetDirect 231

cartes

carte LAN 231

chromatogramme de test 170

classe de sécurité I 253

commande à distance APG 241

Commande à distance

Câble de 216

Commutateur de configuration 8 bits
 sans LAN intégré 243

condensation 38

condenseur d'émission 16

condenseur d'excitation 16

configuration de la pile de modules 57, 58

configuration de la pile

vue arrière 58

vue avant 57

configuration et installation du système
 optimisation de la configuration en pile 54

Configuration

en deux piles 57

pile unique 55

contact externe

câble 222

contacts externe

carte BCD 229

court-circuit du capteur de compensation 152

court-circuit du capteur de fuites 151

cuve à circulation 16, 21, 260

informations sur les solvants 260

cuvette 10

utilisation 197

D

DCB

Câble 219

- déballage 52
 - décalage de la longueur d'onde des spectres 118, 118
 - défectueux à l'arrivée 52
 - dégradation des UV 18, 164
 - dégradation, UV 18, 164
 - dépannage
 - messages d'erreur 138
 - voyants d'état 138
 - dépannage
 - messages d'erreur 144
 - voyants d'état 139
 - dépassement du délai d'attente 145
 - détection de fluorescence 24
 - détection de phosphorescence 25
 - détection multi-canal 92
 - développement de méthodes
 - 1 - recherche d'impuretés dans le système CPL 79
 - 2 - optimisation des limites de détection et de la sélectivité 81
 - 3 - paramétrage des méthodes de routine 92
 - détection multi-canal 92
 - réalisation d'un balayage fluorimétrique 82
 - dimensions 39
 - diode de référence 23
- É**
- échantillon étalon 181
- E**
- emballage
 - endommagé 52
 - EMF
 - maintenance préventive 248
 - encombrement 38
 - Exigences d'installation
 - câbles d'alimentation 37
 - exigences relatives au site 35
- F**
- fente d'émission 16
 - fente d'excitation 16
 - filtre passe-bande 16
 - fluorescence et phosphorescence 13
 - Fonctionnalités BPL 43, 46, 49
 - Fonctionnement du détecteur 12, 12
 - fonctions de test 138, 163
 - fonctions
 - sécurité et maintenance 42, 46, 49
 - fréquence secteur 39
 - fuite 149
 - fuites
 - élimination 199
- G**
- glycogène 181
- H**
- historique de la lampe 165
 - humidité 39
- I**
- identification des pièces
 - câbles 211
 - kit d'accessoires 208
 - présentation 206
 - informations de sécurité
 - piles au lithium 256
 - informations sur les solvants 111, 260
 - installation
 - de la cuve à circulation et des capillaires 66
 - du détecteur 63
 - encombrement 38
 - exigences relatives au site 35
 - raccordements des liquides 66
 - interfaces spéciales 242
 - interfaces 236
 - Internet 262
- L**
- lampe-éclair au xénon 16, 17
 - LAN
 - Carte d'interface LAN 231
 - largeur de pic
 - sélection 131
 - liste de contrôle de livraison 53
 - Logiciel Agilent Lab Advisor 142
 - longueur d'onde
 - recalibration 138, 163
 - lumière parasite 134
 - luminescence 12
- M**
- maintenance
 - définition 188
 - présentation 191
 - préventive 248
 - remplacement du micrologiciel 202
 - matériaux
 - bio-inert 32
 - message
 - Capot de la lampe ouverte 154
 - Carte FLF introuvable 154
 - Convertisseur A/N non calibré 155
 - Cuve à circulation retirée 159
 - dépassement de délai sur la commande à distance 147
 - Échec de la calibration en longueur d'onde 158
 - messages concernant le moteur 160
 - Perte de la calibration en longueur d'onde 159
 - Perte du déclencheur d'éclair 158

Index

- Saturation A/N 156
- Saturation du courant de la lampe-éclair 157
- messages d'erreur généraux 145
- messages d'erreur
 - arrêt du système 146
 - capteur de fuites ouvert 150
 - court-circuit du capteur de fuites 151
 - dépassement de délai sur la commande à distance 147
 - dépassement du délai d'attente 145
 - Échec de la calibration en longueur d'onde 158
 - fuite 149
 - perte de communication CAN 148
 - Perte de la calibration en longueur d'onde 159
 - ventilateur défaillant 153
- messages d'erreur
 - Capot de la lampe ouverte 154
 - capteur de compensation ouvert 151
 - Carte FLF introuvable 154
 - Convertisseur A/N non calibré 155
 - court-circuit du capteur de compensation 152
 - Cuve à circulation retirée 159
 - erreurs du moteur 160
 - Perte du déclencheur d'éclair 158
 - Saturation A/N 156
 - Saturation du courant de la lampe-éclair 157
- mesures hors ligne 10
- micrologiciel
 - description 226
 - mise à niveau (version antérieure/ultérieure) 202
 - mises à niveau 227, 202
 - outil de mise à jour 227
 - système principal 226
- miroir 16
- mises en garde et avertissements 189
- monochromateur d'émission 20
- monochromateur d'excitation 18
- monochromateur
 - EM 20, 16
 - EX 18, 16
- N**
- nettoyage 192
- niveau sonore 258
- Normes de sécurité 39
- numéro de série informations 235, 235
- O**
- optimisation
 - configuration en pile 54
- optimisation
 - exemple 97
- P**
- Paramètres de communication RS-232C 244
- paramètres de largeur de pic 133
- paramètres de temps de réponse 133
- paramètres
 - largeur de pic 133
 - temps de réponse 133
- perte de communication CAN 148
- perturbations radioélectriques 257
- photoluminescence 12
- pièces du kit d'accessoires 208
- pièces
 - détériorées 53
 - manquantes 53
- pile au lithium 256
- piles
 - informations de sécurité 256
- plage de fréquences 39
- plage de tension 39
- PMT
 - gain 122, 22
 - plage 27
 - test de gain 116
 - tube photomultiplicateur 22
- poils 39
- précision de la longueur d'onde 40
- présentation de l'unité optique 16
- Présentation du détecteur 10
- Présentation générale des câbles 212
- procédure de calibration en longueur d'onde 172, 181
- puissance consommée 39
- R**
- raccordements électriques
 - descriptions 233
- Raman 15
- recalibration en longueur d'onde 138, 163
- réglages spéciaux
 - démarrage à froid forcé 246
 - système résident de démarrage 246
- remarques sur l'alimentation 36
- remplacement de la carte d'interface (DCB/LAN) 201
- réparations
 - du détecteur 187
 - élimination des fuites 199
 - mises en garde et avertissements 189
 - remplacement du micrologiciel 202
 - remplacement du système d'élimination des fuites 200

- remplacement d'une cuve à circulation 193
- réseau d'émission 16
- réseau d'excitation 16
- RS-232C
 - Câble 223
 - paramètres de communication 244

S

- sécurité
 - informations générales 253
 - symboles 252
- sélection
 - largeur de pic 131
 - temps de réponse 131
- signal analogique 240
- solvants 260
- structure de l'instrument 249
- système de référence 23, 23

T

- témoin d'état 140
- température ambiante de fonctionnement 39
- température ambiante hors fonctionnement 39
- température de fonctionnement 39
- température hors fonctionnement 39
- temps de réponse 27
 - sélection 131
- tension secteur 39
- test d'intensité de lampe 164
- Test signal/bruit Raman 166
- tests
 - chromatogramme de test 170
 - fonctions 163
 - historique de la lampe 165
 - intensité de lampe 164
 - Raman ASTM signal/bruit 166

- test de gain PMT 116
- tube photomultiplicateur
 - emplacement du PMT 16
 - PMT 22

U

- utilisation de la cuvette 197

V

- ventilateur défaillant 153
- voyant d'état de l'alimentation électrique 139
- vue avant du module 63

Contenu de ce manuel

Ce manuel contient des informations techniques relatives au détecteur à fluorescence Agilent Infinity 1260 (G1321B SPECTRA, G1321C) et au détecteur à fluorescence Agilent série 1100/fonctions BPL1200 G1321A (obsolète).

- introduction et spécifications,
- installation,
- utilisation et optimisation,
- dépannage et diagnostic,
- maintenance,
- identification des pièces,
- sécurité et informations connexes.

© Agilent Technologies 2010-2012, 2013

Printed in Germany
05/2013



G1321-93014