

Interface de stockage IST16

Manuel d'utilisation



SRA INSTRUMENTS
210 rue des Sources
69280 Marcy l'Etoile
FRANCE

T : 04.78.44.29.47
F : 04.78.44.29.62
info@sra-instruments.com
www.srainstruments.com

SAS au capital de 150.000 €
RCS Lyon B 342 068 731
APE 4669B
SIRET: 342 068 731 00054
Code TVA FR 40342068731



Table des matières

1. PREAMBULE	5
2. INSTRUCTIONS DE SECURITE	5
2.1 Pour votre protection	5
2.2 Pour les expériences	6
3. DESCRIPTION	6
3.1 Présentation	6
3.2 Principe d'opération	6
3.3 Schéma fluide	7
3.3.1 Mode Stockage	8
3.3.2 Mode Injection	9
3.4 Logiciel de pilotage automatisé	9
4. INSTALLATION	10
4.1 Préparation à l'installation du matériel	10
4.2 Modification du circuit gaz vecteur GC	11
4.3 Installation du capillaire côté injecteur	12
4.4 Installation de la ligne de transfert côté ATG	13
4.5 Events	14
5. INSTALLATION ET CONFIGURATION DU LOGICIEL DE L'IST16	14
5.1 Installation du logiciel	14
5.2 Configuration de l'IST16	14
5.3 Options avancées	16
5.4 Temporisation des commandes	16
6. OPERER AVEC LE LOGICIEL DE L'IST16	17
6.1 Rinçage	17
6.2 Températures	18
6.3 Sélection des boucles	18
6.4 Temps de stockage	19
6.5 Paramètres du rinçage	21
6.6 Options	22

7. MODES VANNE D'INJECTION ET MULTI-INJECTION	22
7.1 Gas sampling valve (sans multi-injection)	23
7.2 Multi-injection	24
8. DIALOGUE AVEC L'INTERFACE	25
9. INTERFACE DE STOCKAGE	26
9.1 Contrôle et maintenance	27
9.2 Modification de l'adresse IP de l'interface	28
9.3 Mode manuel	29
9.3.1 Paramètres de l'analyse	30
9.3.2 Paramètres de stockage	31
9.3.3 Paramètres de rinçage	31
9.3.4 Options	32
9.3.5 Paramètres Gas Sampling	32
9.3.6 Paramètres multi-injection	32
9.4 Messages d'erreurs et de défaut	33
10. OPERATIONS DE MAINTENANCE	34
10.1 Calendrier des opérations de maintenance	34
10.1.1 Après chaque expérimentation	34
10.1.2 Chaque semaine	34
10.1.3 Chaque mois	34
10.1.4 Tous les 6 mois	35
10.2 Nettoyage typique après une expérimentation	35
10.3 Nettoyer la vanne et le rotor	36
10.3.1 Démontez la vanne	36
10.3.2 Nettoyer l'intérieur du corps de la vanne	37
10.3.3 Nettoyer le rotor	37
10.3.4 Changer les tubulures ou les raccords	38
11. LOCALISER L'ORIGINE DU PROBLEME	38
11.1 Problème de débit/pression avec le GC	40
11.1.1 Trouver l'origine du problème	40
11.1.2 Il y a une fuite du côté de l'IST16	41
11.2 Problème de restriction de débit	44
11.2.1 Trouver le problème	44
11.2.2 Nettoyer l'intérieur de l'IST16	45
11.3 Problème d'effet mémoire	46

11.4 Problème d'un haut niveau d'air dans le MS	46
11.5 Problème avec l'affichage du four et le numéro de la vanne multi-position	47
12. DONNEES TECHNIQUES	49
12.1 Alimentation électrique	49
12.2 Dimensions et poids	49
12.3 Instrument	49
12.4 Utilités	49
12.4.1 Gaz vecteurs	50
12.4.2 Répétabilité	50
12.5 Fusibles	50
12.6 Entrées/sorties	50
12.7 Recyclage	50
13. A PROPOS	50
14. ANNEXE I : SORTIES REMOTE & I/O DE L'IST16	51
15. ANNEXE II : CONNECTIQUE DES LIGNES DE TRANSFERT DE L'IST16	52
16. ANNEXE III : ECHANTILLON DE CONTROLE POUR INSTALLATION	53
16.1 Echantillon et conditions	53
16.2 Paramètres de l'instrument	53
16.2.1 TGA	53
16.2.2 IST16	53
16.2.3 GC	53
16.2.4 MSD	53
16.3 Résultats	54
16.3.1 TGA/DSC	54
16.3.2 TGA/IST16/GC-MS	55
16.4 Conclusion	56
17. ANNEXE IV : IST1	57
17.1 Paramètres injection – Mode gas sampling	58
17.2 Paramètres injection – Mode multi-injection	58
18. DECLARATION UE DE CONFORMITE	59

1. Préambule

Pour des raisons de clarté, ce manuel ne contient pas toutes les informations détaillées concernant tous les types de couplage.

De plus, il ne peut pas décrire chaque cas possible concernant l'installation, l'utilisation et la maintenance.

Si vous avez besoin d'informations complémentaires concernant cet appareil ou si vous rencontrez certains problèmes qui ne sont pas suffisamment approfondis dans ce manuel, vous pouvez demander de l'aide auprès de SRA Instruments.

Le contenu de ce manuel ne fait partie d'aucun accord, engagement ou statut légal précédent ou existant et ne change pas ces derniers. Tous les engagements de SRA Instruments sont contenus dans les contrats de vente respectifs qui contiennent aussi les seules et entières conditions de garantie applicables. Ces conditions de garantie mentionnées dans le contrat ne sont ni étendues ni limitées par le contenu de ce manuel.

2. Instructions de sécurité

Informations importantes

Cet instrument a été conçu pour une utilisation dans des conditions bien spécifiques. Si l'équipement est utilisé d'une manière non spécifiée par SRA Instruments, la protection fournie par l'équipement peut en être diminuée.

D'autre part, il est de votre responsabilité d'informer le SAV de SRA Instruments si l'IST16 a été utilisé pour l'analyse d'échantillons dangereux, avant toute maintenance de l'instrument ou lorsqu'un instrument est renvoyé pour réparation.

2.1 Pour votre protection

Avertissements :

Avertissement : Danger électrique



Ne remplacez pas les composants alors que le câble d'alimentation est branché. Pour éviter toute blessure, coupez toujours l'alimentation électrique avant de les toucher. Installez l'IST16 de manière à ce que l'accès au câble d'alimentation soit facile. Assurez-vous que vous branchez le câble sur une prise raccordée à la terre, sinon il y a un risque léthal.

Avertissement : Surfaces chaudes



Plusieurs pièces de l'IST16 fonctionnent à des températures suffisamment hautes pour causer de graves brûlures.

Ces pièces incluent, entre autres :

- les lignes de transfert
- le four des vannes

Vous devez faire extrêmement attention de manière à éviter de toucher ces surfaces chauffées. N'utilisez pas l'appareil si le module IST16 est désassemblé.

Avertissement : La décharge électrostatique est une menace pour l'électronique



La décharge électrostatique peut endommager les cartes électroniques de l'IST16. Si vous devez tenir une carte électronique, portez un bracelet anti électricité statique et tenez-la par les bords.

Avertissement : Utilisation de gaz



N'utilisez pas de gaz qui peuvent former un mélange explosif. N'utilisez pas l'hydrogène comme gaz vecteur ou gaz de purge pour vos analyses.

2.2 Pour les expériences

- Vérifiez que la tension de fonctionnement de l'appareil est compatible avec celle de votre réseau électrique avant de le mettre en route. L'appareil peut être endommagé dans le cas contraire.
- Faites entretenir votre appareil par SRA Instruments ou un de ses distributeurs.
- Utilisez uniquement des gaz et solvants spécifiés dans les procédures d'utilisation.
- N'ouvrez pas le four si la température est supérieure à 100 °C.
- N'ouvrez pas la boîte électronique.
- Éliminez de l'environnement de l'appareil : les vibrations, tout effet magnétique et les gaz explosifs.
- L'IST16 doit être utilisé seulement en intérieur ; il est conçu pour une utilisation à température ambiante et dans des conditions où aucune condensation ne peut apparaître. Installez l'IST16 sur une surface rigide et stable.

3. Description

3.1 Présentation

L'IST16 est une interface permettant de stocker des gaz, développée par SRA Instruments. Elle est généralement couplée à des balances thermogravimétriques de différents constructeurs (Mettler, Setaram, Netzsch, TA...). Ainsi, l'IST16 permet de récupérer et d'isoler des fractions de gaz issues de l'analyse thermique selon une séquence définie par l'utilisateur. Ces fractions peuvent être ensuite injectées séparément en GC-MSD pour une analyse détaillée. Grâce à l'IST16, la durée d'analyse n'est plus une limitation pour l'étude des profils TGA.

3.2 Principe d'opération

L'interface se compose :

1. D'un coffret supérieur comportant le four intégrant les 3 vannes composantes du système
2. D'un coffret inférieur comprenant l'ensemble de l'électronique de pilotage de circulation gaz
3. D'une ligne de transfert 1.2m pour interfaçage vers la TGA
4. D'une ligne de transfert 1.2m pour interfaçage vers l'injecteur Split du Système GC
5. D'une interface tactile



L'IST16 assure le chauffage intégral de l'échantillon de la thermo-balance jusqu'au GC. Il dispose de 2 zones de chauffage indépendantes permettant un maintien en température jusqu'à 250 °C.

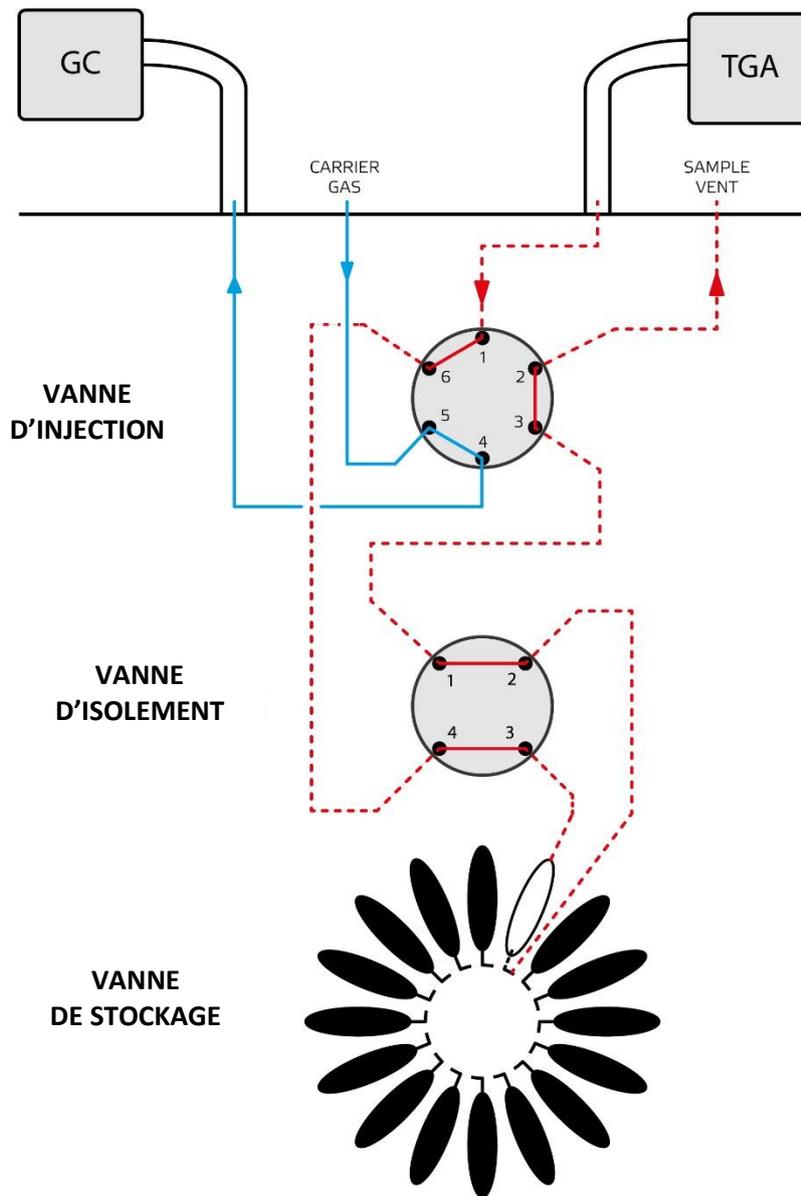
Chacune de ces 2 zones de chauffage est doublée d'une sécurité indépendante qui coupe la puissance en cas de dépassement de seuil. Les alarmes en face avant sont alors actives et il est recommandé de contacter le support après-vente dans ce cas.

3.3 Schéma fluide

L'IST16 est équipé de 3 vannes de commutation haute température. Les 16 boucles de la vanne de stockage ont un volume par défaut de **250 µL** et possèdent un diamètre externe de tube de 1/16 de pouce. L'INOX utilisé dispose d'un traitement de type Sulfinert®.

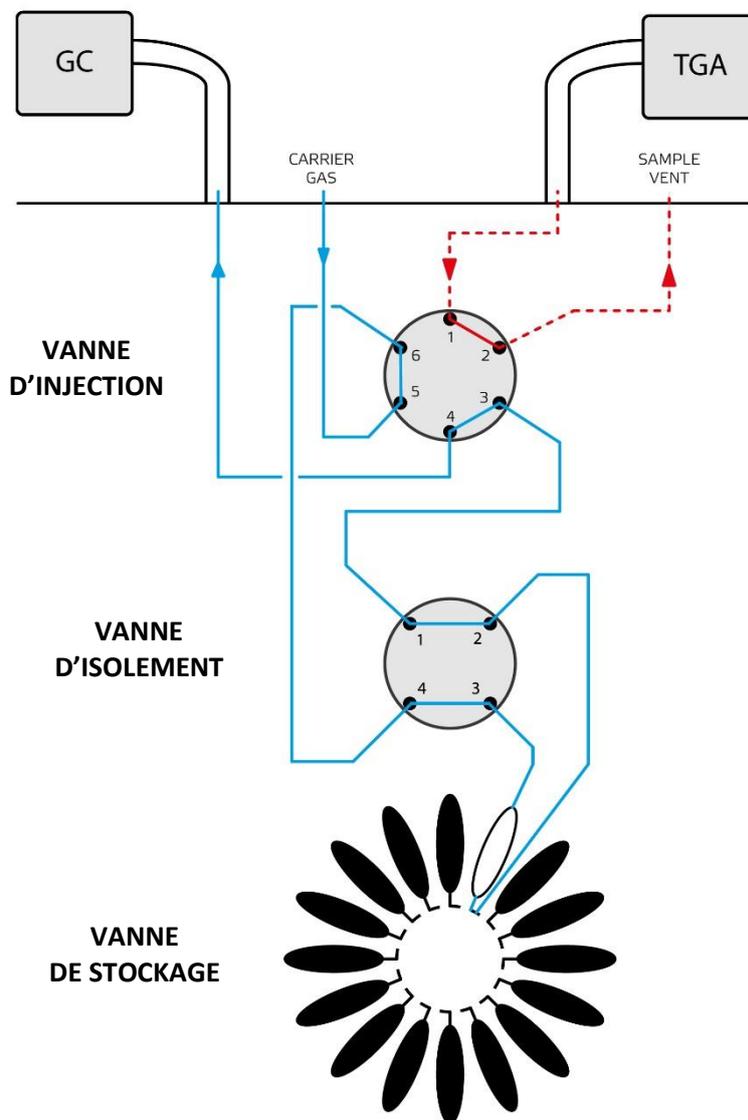
Le schéma fluide se présente ainsi :

3.3.1 Mode Stockage



Ce mode de stockage n'est pas disponible sur l'IST1. Pour celui-ci, référez-vous à l'annexe IV chapitre 17.

3.3.2 Mode Injection



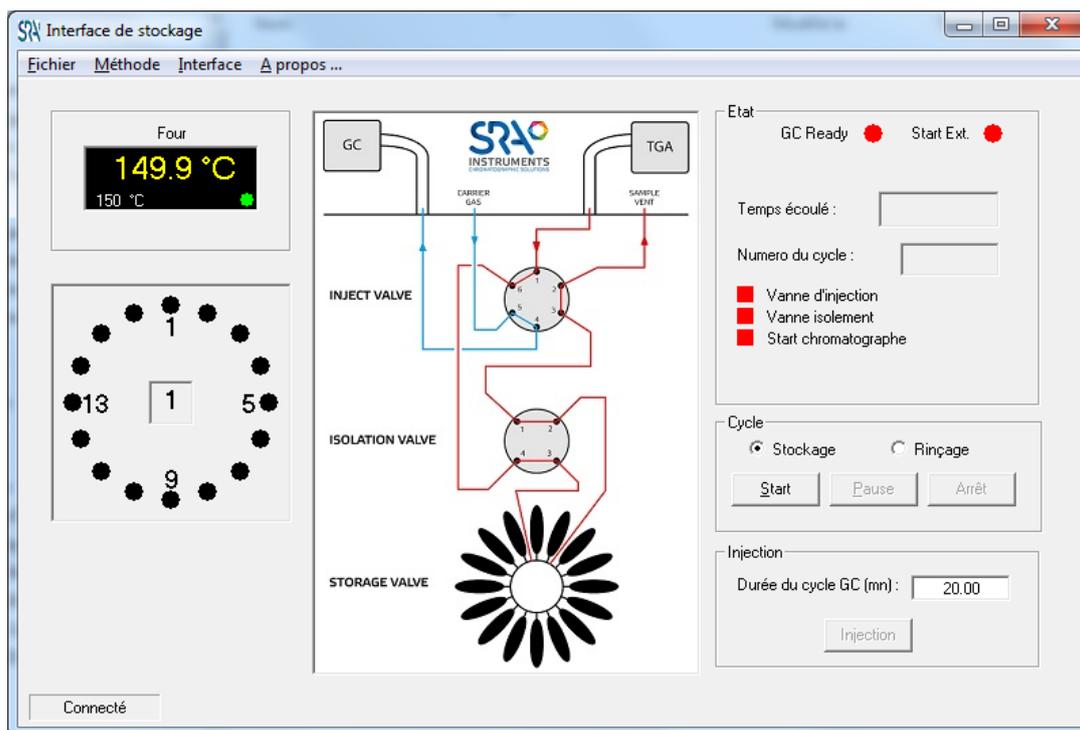
Ce mode d'injection n'est pas disponible sur l'IST1. Pour celui-ci, référez-vous à l'annexe IV chapitre 17.

3.4 Logiciel de pilotage automatisé

Le logiciel IST16 a été développé pour piloter l'interface de stockage IST16.

La séquence de stockage permet de piéger jusqu'à 16 échantillons.

La séquence d'injection permet ensuite d'injecter ces échantillons vers un chromatographe (éventuellement couplé à un spectromètre de masse) de manière automatisée.



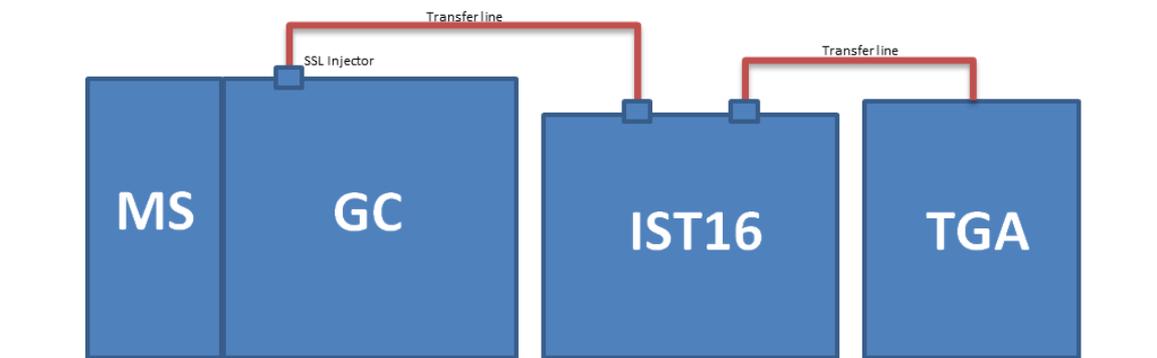
Ce logiciel est optimisé pour un fonctionnement sous Microsoft Windows 7 ou 10.

4. Installation

4.1 Préparation à l'installation du matériel

L'installation de l'IST16 est effectuée par un technicien SRA Instruments ou un partenaire reconnu. Pour pouvoir mettre en place le matériel dans votre laboratoire, il est nécessaire de prévoir :

- 1 alimentation secteur 237 VAC – 16A
- Environ 40 cm de large sur le côté droit du GC
- Habituellement, l'interface s'insère entre le système analytique et la Thermo-balance :

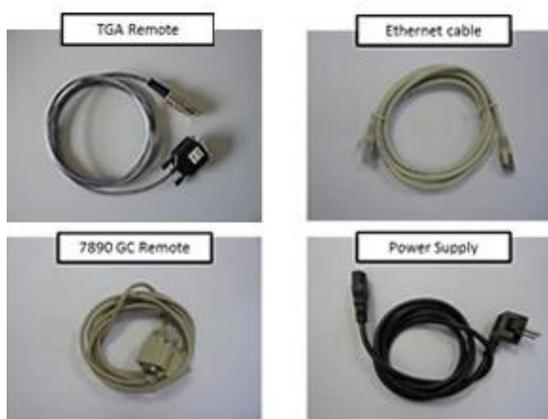


Outillage :

- 1 clé plate 7/16" et 2 clés plates 5/16"
- 1 clé plate de 5 mm
- 1 Tournevis Torx T20 et 1 Tournevis Torx T10
- 1 détecteur de fuite électronique
- Clé Allen 9/64" et Clé Allen 7/64"
- 1 débitmètre électronique

Les câbles suivants sont livrés avec l'IST16 :

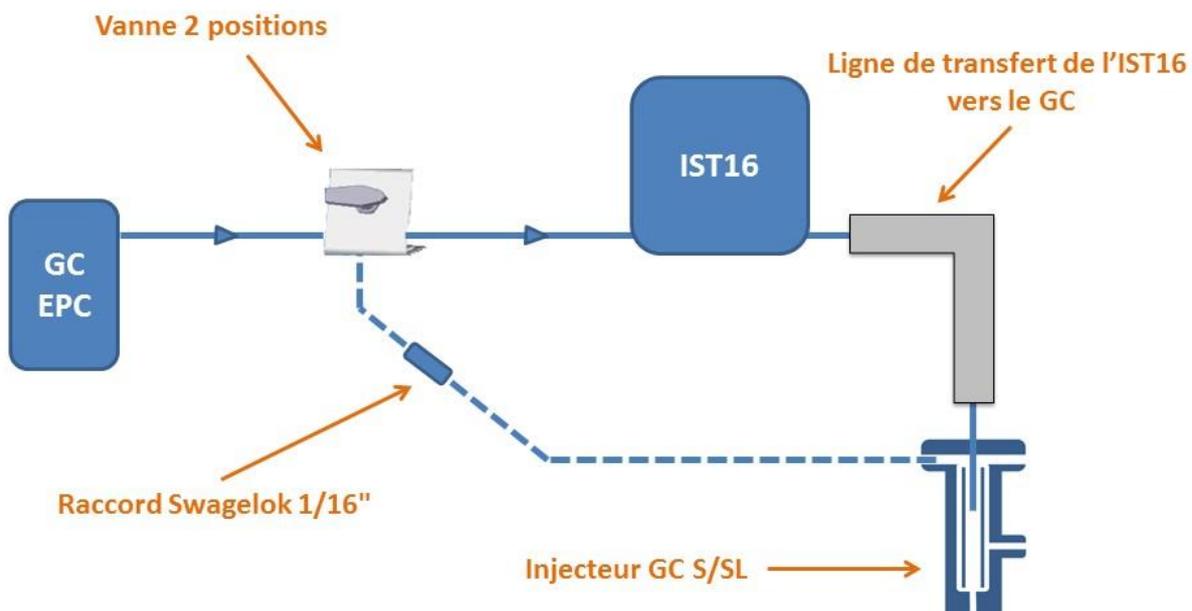
- TGA remote
- Ethernet
- GC remote
- Power Supply



4.2 Modification du circuit gaz vecteur GC

Dans le but d'amener le gaz vecteur à l'IST16, une vanne 3 voies sera montée sur le GC. Cette vanne permet d'aiguiller le gaz vecteur :

- A travers l'interface de stockage pour le mode TGA/IST16/GC-MS, permettant l'injection avec l'IST16.
- Directement vers l'injecteur S/SL pour une utilisation standard du GC. Il est aussi possible d'isoler l'interface de stockage pour la maintenance.



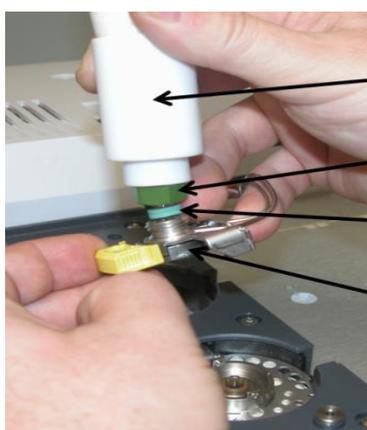
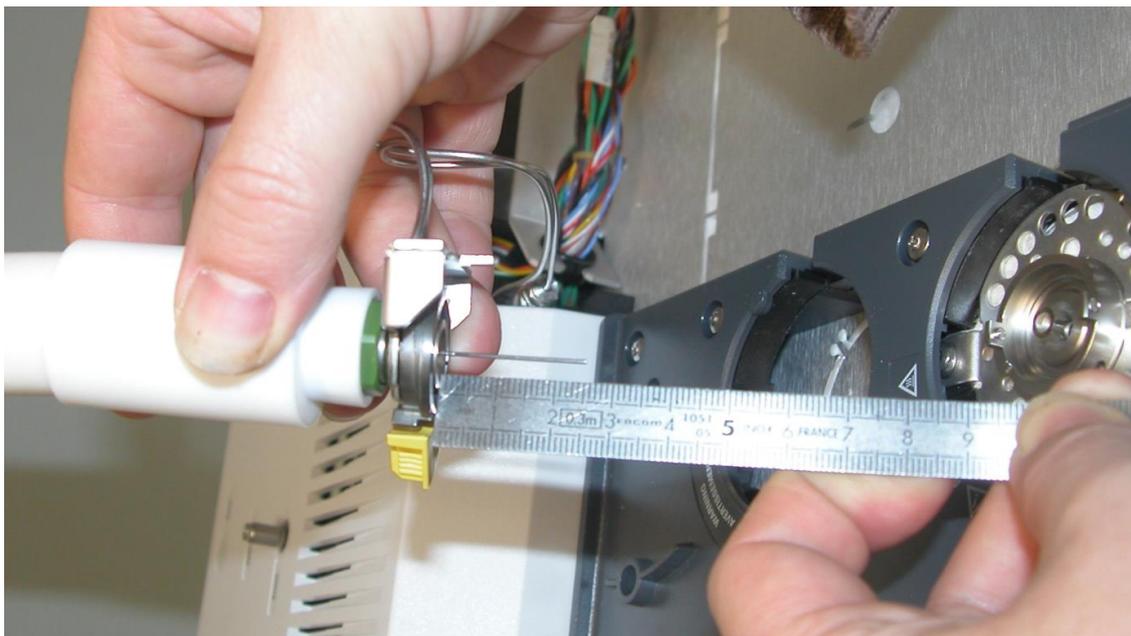
Le raccordement du gaz vecteur entrant sur l'IST16 se situe sur le panneau arrière supérieur. Le raccord est de type 1/16" Swagelok. Nous vous recommandons d'utiliser des férules neuves lors de l'installation et de respecter les recommandations du fabricant de raccord pour le serrage afin d'assurer la meilleure étanchéité. Un contrôle des fuites avec détecteur électronique est recommandé de façon périodique pour vérifier l'absence de fuites pouvant nuire à l'analyse et créer des surconsommations de gaz vecteur.



L'usage du gaz vecteur hydrogène pour l'IST16 n'est pas recommandé. Il est préférable d'utiliser l'hélium pour des raisons de sécurité.

4.3 Installation du capillaire côté injecteur

La ligne de transfert côté injecteur Split/Splitless est fixée par un étrier sur le dessus de la GC. Cette ligne de transfert contient un capillaire inerte en acier inoxydable de 0,8 mm de diamètre externe. Ce capillaire doit entrer dans l'injecteur jusqu'à une profondeur d'environ 25 mm par rapport à l'écrou du septum.



- ← **Ligne de transfert**
- ← **Ecrou de l'injecteur**
- ← **Septum**
- ← **Dessus de l'injecteur SSL**

Nous vous recommandons de faire éventuellement une marque pour ajuster la profondeur une fois la ligne en place.

4.4 Installation de la ligne de transfert côté ATG

La ligne de transfert est normalement livrée avec le raccordement correspondant à votre modèle de TGA. Cela peut être une bride DN16 (cas Mettler) ou un simple raccord double bague (cas TA, Setaram...).

Nous recommandons l'utilisation d'un tube de transfert de diamètre 1/8".

Selon le type de raccordement et le type de thermo-balance, il peut être souhaitable de maintenir mécaniquement la ligne de transfert afin de ne pas perturber la TGA ou de risquer de casser des pièces fragiles composant son four. Nous pouvons étudier avec vous un support adapté à vos conditions d'utilisation. N'hésitez pas à nous contacter pour toute demande particulière.

Pour savoir comment installer la ligne de transfert de l'IST16 sur votre matériel, référez-vous à l'annexe correspondante dans le kit d'installation dédié.

4.5 Events

L'événement échantillon se trouve sur la face arrière supérieure de l'appareil.



Il est recommandé de connecter cet événement à un événement classique ou à une hotte pour éviter l'émission de composés toxiques ou odorants dans l'environnement immédiat de l'appareil. Dans tous les cas, l'événement de l'IST16 doit rester à pression atmosphérique pour ne pas perturber la circulation des gaz à travers l'interface.

5. Installation et configuration du logiciel de L'IST16

5.1 Installation du logiciel

1. **Assurez-vous tout d'abord que l'ordinateur est configuré avec les droits d'Administrateur.**
2. Insérez la clé USB ou le CD-ROM fourni et utilisez l'Explorateur Windows pour afficher les fichiers contenus. Sélectionnez le fichier **Setup. exe**, cliquez avec le bouton droit de la souris sur ce fichier et sélectionnez le menu **Exécuter en tant qu'administrateur**.
3. Une fenêtre de bienvenue s'affiche ; cliquez sur Suivant.
4. Acceptez ensuite les termes du contrat de licence afin de pouvoir poursuivre l'installation.
5. Dans la fenêtre « Dossier de destination », sélectionnez le dossier où seront stockés les fichiers de l'application en tapant son nom ou en cliquant sur Parcourir.
6. Dans la fenêtre « Sélection du dossier du menu Démarrer », sélectionnez le dossier où sera stocké le raccourci permettant de lancer l'application en tapant son nom ou en cliquant sur Parcourir.
7. Dans la fenêtre qui s'affiche, cochez la case si vous souhaitez qu'une icône soit créée sur le Bureau de votre ordinateur.
8. Cliquez sur le bouton Installer pour terminer l'installation.
Avant de lancer l'installation complète de l'application, vous pouvez vérifier les informations saisies en cliquant sur le bouton Précédent et corriger en cas d'erreur.
9. Dans la fenêtre qui s'ouvre, cochez la case « Exécuter IST16 » pour lancer l'application dès que vous aurez quitté l'installation.
10. Cliquez sur le bouton « Terminer » pour clore l'installation de l'application.

5.2 Configuration de l'IST16

Le dialogue avec l'IST16 utilise une connexion Ethernet et il est nécessaire d'indiquer l'adresse IP au logiciel. Cette configuration est accessible par le menu **Interface\Configuration\Adresse IP**.

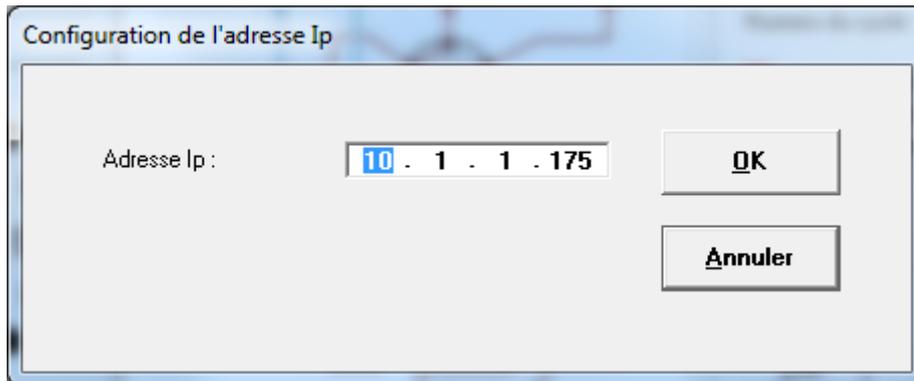
Si une configuration a déjà été effectuée, ce menu est accessible par un mot de passe. Il faut alors taper l'identifiant et le mot de passe suivants :

Identifiant : **Config** Mot de passe : **ist16**

 **La configuration avancée de l'IST16 ne doit pas être utilisée par des personnes non formées.**

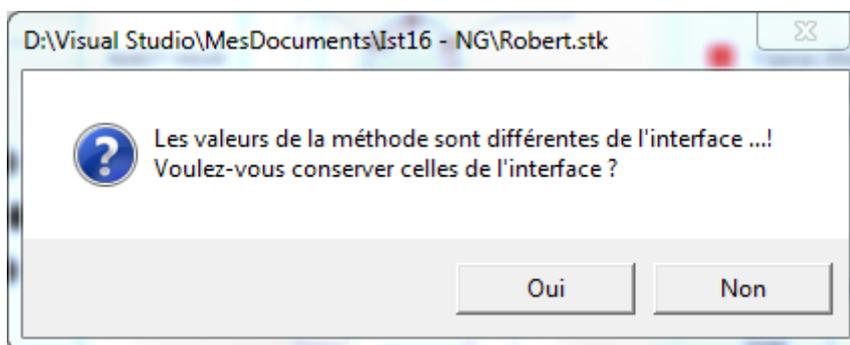
Une fois le mot de passe entré, sélectionnez le menu **Interface\Configuration\Adresse Ip**.

La fenêtre suivante s'affiche :



Tapez l'adresse IP et validez par Ok ; le logiciel essaye automatiquement de se connecter à l'interface.

Lors de la connexion à l'IST16 et si une méthode a déjà été chargée, le message suivant peut apparaître :



Ce message signifie que les valeurs des paramètres de la méthode de l'IST16 sont différentes de celles de la méthode chargée dans l'application.

Si vous cliquez sur Oui, les paramètres de la méthode de l'application seront effacés et remplacés par ceux de l'IST16.

Si vous cliquez sur Non, la méthode de l'application ne sera pas modifiée.

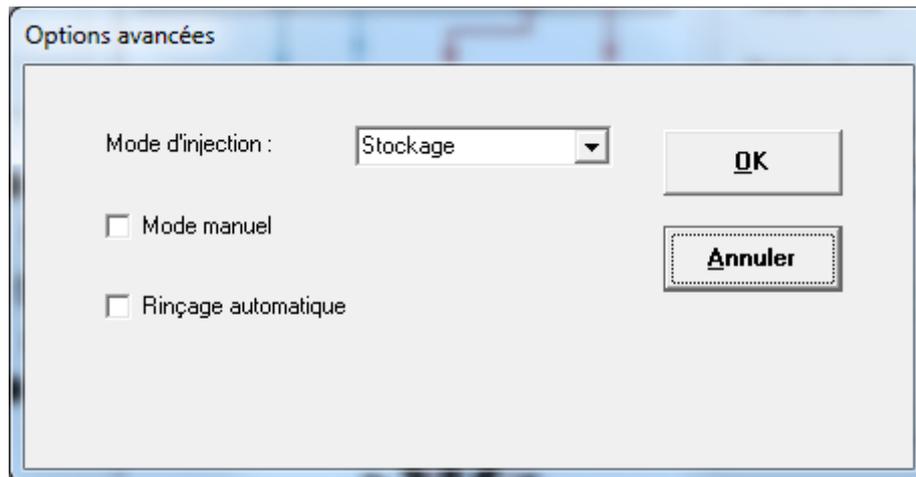
5.3 Options avancées

Il existe trois modes d'utilisation de l'interface.

La sélection de ces modes s'effectue par le menu **Interface\Configuration\Options avancées**.

! Ce menu n'est accessible que si le logiciel est connecté à l'interface.

La page suivante s'affiche :



Par défaut, l'interface est utilisée en mode **Stockage**. Vous pouvez utiliser également les modes Gas sampling valve ou Multi-injection qui seront décrits dans le chapitre 7.

Lorsque la case 'Mode manuel' est cochée, l'utilisateur peut travailler en manuel avec l'IST16 et a accès aux paramètres de la méthode. Pour plus d'informations sur le mode manuel, veuillez-vous référer au chapitre 9.3.

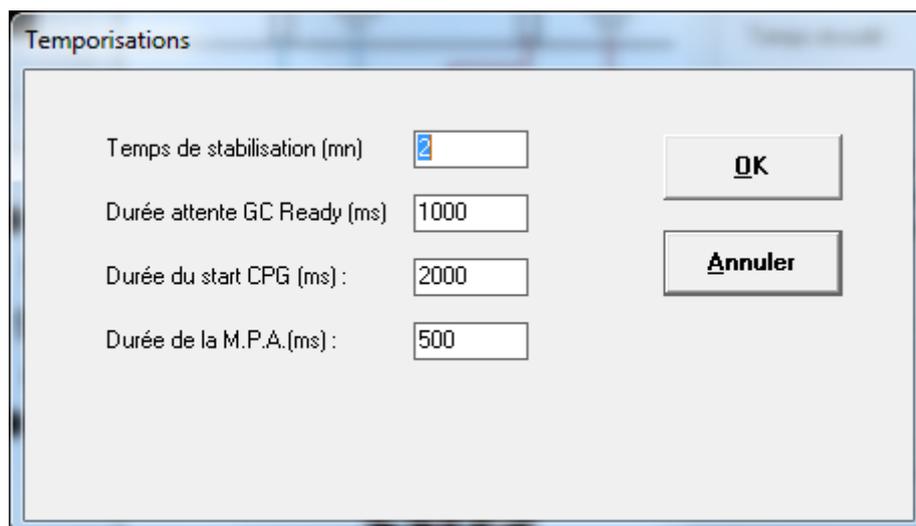
La case à cocher 'Rinçage automatique' permet d'activer la demande de rinçage après les analyses.

5.4 Temporisation des commandes

Plusieurs commandes doivent rester actives pendant un temps donné. Les valeurs par défaut conviennent pour la plupart des configurations, mais vous pouvez si nécessaire modifier ces temporisations à l'aide du menu **Interface\Configuration\Temporisations**.

! Ce menu n'est accessible que si le logiciel est connecté à l'interface.

La page suivante s'affiche :



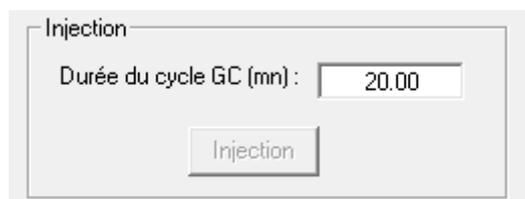
Configuration des temporisations

6. Opérer avec le logiciel de l'IST16

La séquence IST16 typique est comme suit :

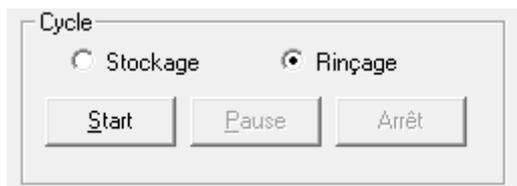
1. Première étape : stockage de l'échantillon dans différentes boucles au temps programmé.
2. Deuxième étape : les boucles sont injectées et analysées l'une après l'autre.
3. Troisième étape : les boucles sont nettoyées avec le gaz qui s'écoule du TGA à la fin de la séquence des analyses GC.

La séquence de stockage ne peut être lancée que lorsque la température du four de l'interface est stable. Avant chaque injection d'une boucle, le logiciel vérifie que le chromatographe en phase gazeuse est en état prêt (couleur verte). La durée de cycle du GC doit correspondre à la durée d'analyse du GC. Elle permet de régler le délai entre deux boucles d'injection.



6.1 Rinçage

La séquence de rinçage peut être lancée lorsque l'IST16 est en repos en validant l'option Rinçage et en cliquant sur le bouton **Start**.



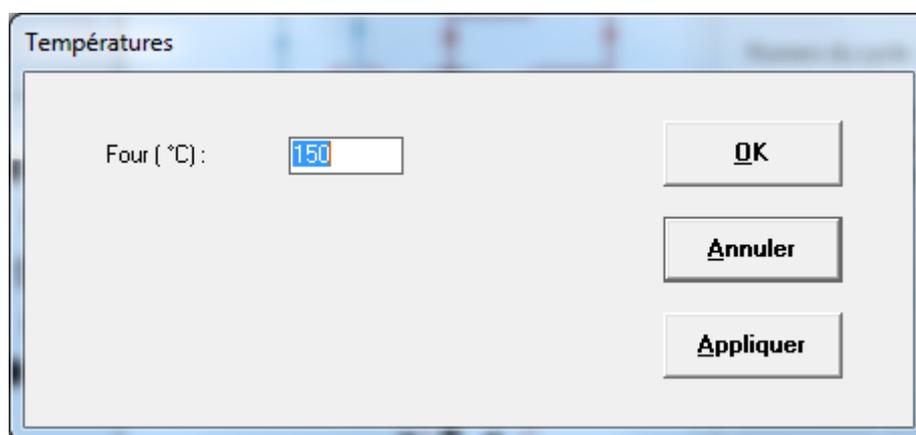
Si l'option 'Rinçage automatique' a été cochée, elle peut être lancée dès que le cycle d'injection a été effectué sur l'ensemble des boucles. Suivant la méthode, il peut y avoir plusieurs séquences de rinçage.

6.2 Températures

La température des lignes de transfert est autorégulée à 250 °C et n'est donc pas modifiable.

La température du four des vannes peut être modifiée dans le menu **Méthode\Températures**.

La fenêtre suivante apparaît :



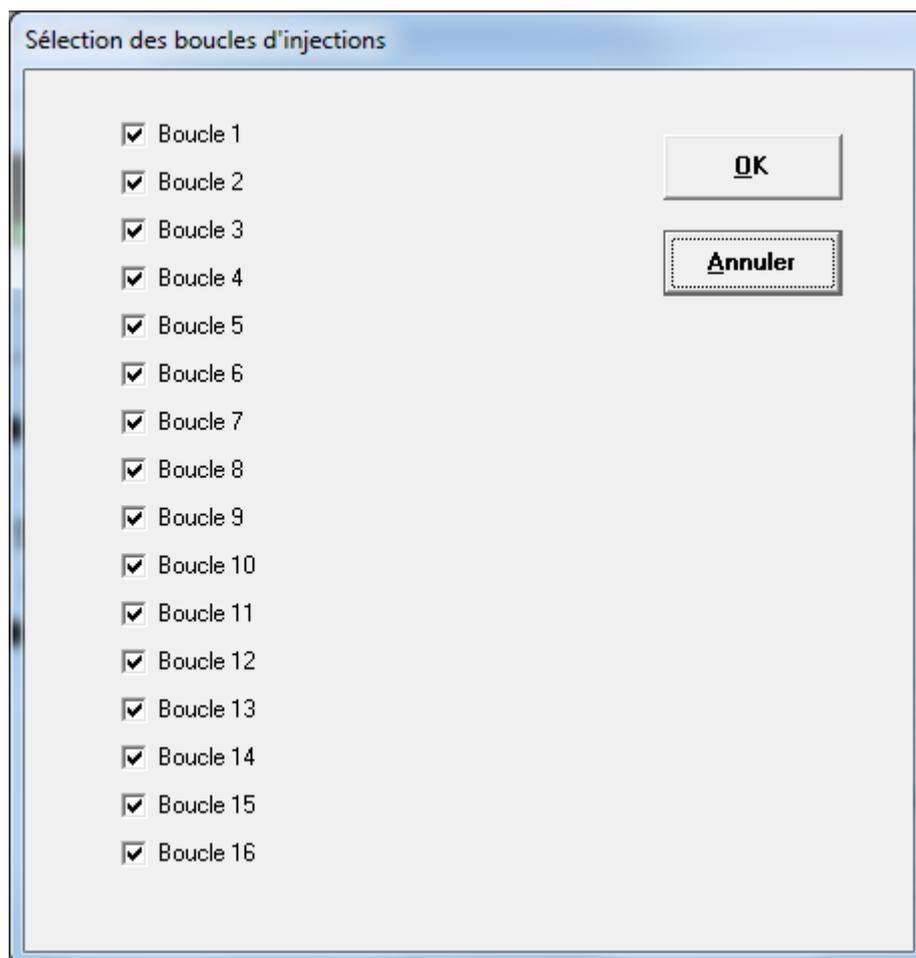
Il est possible de régler la température entre 150 et 250 °C. Cliquez sur "Appliquer" pour envoyer des valeurs à l'interface de stockage, puis cliquez sur "OK" et enregistrez dans la méthode IST16.

Notez que lorsque la température de 150 à 250 °C est appliquée, l'interface de stockage démarrera sa propre procédure de chauffage et déclenchera automatiquement les vannes de commutation lors de l'élévation de la température. Cette opération est faite pour préserver le système des problèmes mécaniques avec les vannes rotatives.

6.3 Sélection des boucles

Pour certaines expériences, il n'est pas nécessaire d'utiliser les 16 boucles de stockage. Dans ce cas, vous pouvez désactiver les boucles qui ne seront pas utilisées dans le menu **Interface\Sélection des boucles**.

Il est fortement recommandé de travailler uniquement avec des boucles consécutives pour maintenir la performance en termes de reproductibilité des résultats.



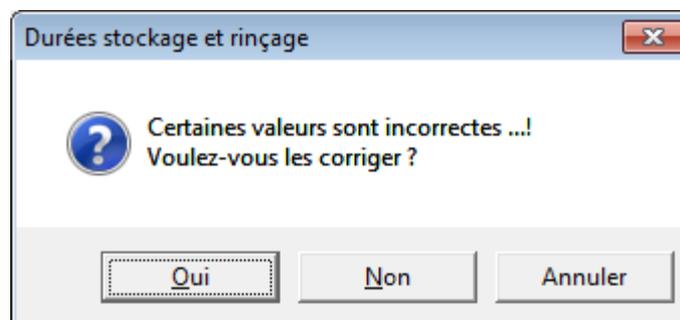
6.4 Temps de stockage

Pendant la séquence de stockage d'une expérience, la vanne multivoie permet à chaque boucle d'être balayée avec le gaz émis pendant un certain temps. Cette durée est définie dans la fenêtre ci-dessous accessible à partir du menu **Méthode\Durée stockage**. Une fraction du gaz émis (typiquement 250 µL) sera stockée dans l'une des 16 boucles à la fin.

Boucle	Durée (secs)
Boucle 1	30
Boucle 2	60
Boucle 3	90
Boucle 4	120
Boucle 5	150
Boucle 6	180
Boucle 7	210
Boucle 8	240
Boucle 9	270
Boucle 10	300
Boucle 11	330
Boucle 12	360
Boucle 13	390
Boucle 14	420
Boucle 15	450
Boucle 16	480

Notez que si un temps défini n'est pas correct, la valeur d'entrée s'affiche en rouge.

Lorsque toutes les modifications sont effectuées, cliquez sur le bouton "Ok" pour valider. Le logiciel contrôle les valeurs et s'il y a une anomalie, il la signale par le message :



- Si vous cliquez sur le bouton "Oui", le logiciel corrige les valeurs et réaffiche la fenêtre.
- Si vous cliquez sur le bouton "Annuler", il réaffiche la fenêtre sans effectuer de modification.

- Si vous cliquez sur le bouton "Non", il ne fait aucune modification. Dans ce cas, il se peut que certaines boucles ne soient pas balayées et stockées correctement.

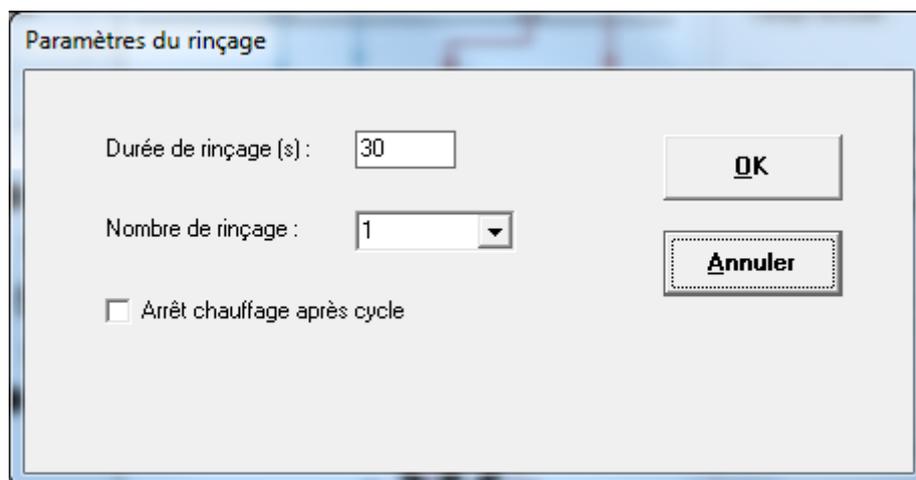
Toutes les valeurs de temps sont sauvegardées avec la méthode.

Remarque importante concernant la première boucle :

La première boucle d'une série de stockage ne doit pas être prise en compte pour la quantification ou pour l'étude de la composition d'un mélange. Il est en effet d'usage de paramétrer sa séquence de stockage avec un temps très court sur la première boucle de la série afin de commencer à stocker les premiers composés d'intérêts sur la deuxième boucle de la série.

6.5 Paramètres du rinçage

Après la séquence d'analyse, vous devez rincer les boucles d'injection. Une durée de rinçage, commune à toutes les boucles utilisées, est accessible par le menu **Méthode\Rinçage**.



The screenshot shows a dialog box titled "Paramètres du rinçage". It has three main input areas: a text box for "Durée de rinçage (s)" containing the number "30", a dropdown menu for "Nombre de rinçage" currently set to "1", and a checkbox for "Arrêt chauffage après cycle" which is not checked. On the right side of the dialog, there are two buttons: "OK" and "Annuler".

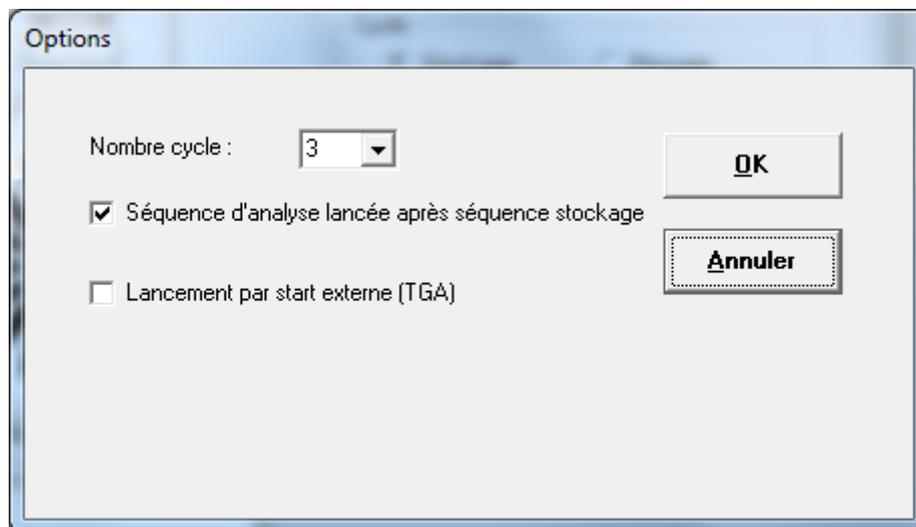
Vous pouvez entrer un temps entre 5 et 900 secondes.

Vous pouvez fixer plusieurs cycles de rinçage ou même effectuer un rinçage en continu.

La case à cocher 'Arrêt chauffage après cycle' permet d'arrêter le chauffage du four et des lignes lorsque le cycle de rinçage est terminé. C'est utile lorsque la manipulation est terminée et que vous désirez mettre l'IST16 en mode standby.

6.6 Options

Le menu **Méthode\Option** permet d'automatiser plusieurs cycles d'injections. A noter, entre le cycle d'injection (analyse) et le cycle de stockage suivant, il n'y a pas de cycle de rinçage.



Le paramètre 'Nombre cycle' permet de définir le nombre de cycles de stockage et d'analyse que vous désirez effectuer.

Généralement dans le cas de multicycle, toutes les boucles ne sont pas utilisées. Il est important de bien paramétrer le cycle d'analyse de la TGA afin que les boucles utilisées par la séquence de stockage soient injectées et analysées. Il est important aussi de cocher la case 'Lancement par start externe' afin que l'IST16 attende le signal de la TGA à la fin de l'analyse de la dernière boucle pour relancer le cycle de stockage suivant.

La case à cocher 'Séquence d'analyse lancée après séquence stockage' permet de lancer le cycle d'injection dès que le cycle de stockage est terminé.

Si la case à cocher 'Lancement par start externe' est activée et que vous lancez le cycle de stockage par le bouton 'Start', l'IST16 attend que la TGA envoie une demande de Start pour démarrer le cycle de stockage.

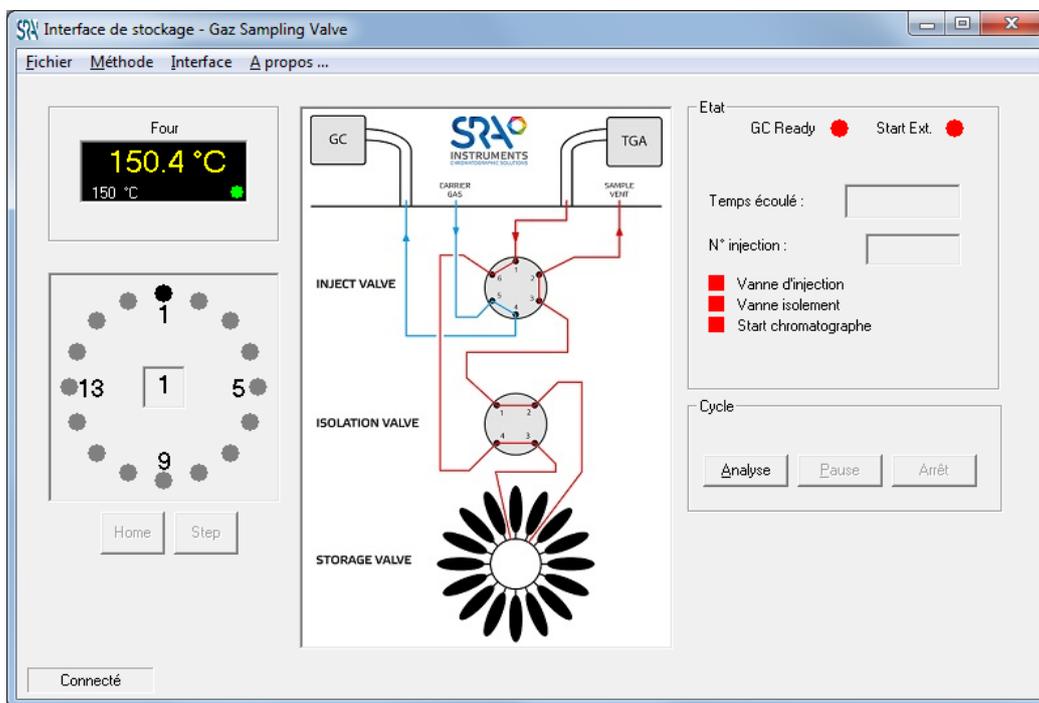
7. Modes vanne d'injection et multi-injection

Les deux modes sont accessibles par le menu **Interface\Configuration\Options avancées**.

Avec ces deux modes, l'interface permet de stocker puis d'injecter une seule boucle plusieurs fois de suite pendant une durée déterminée. Dès que l'injection de la boucle est réalisée, celle-ci repasse en position de stockage.

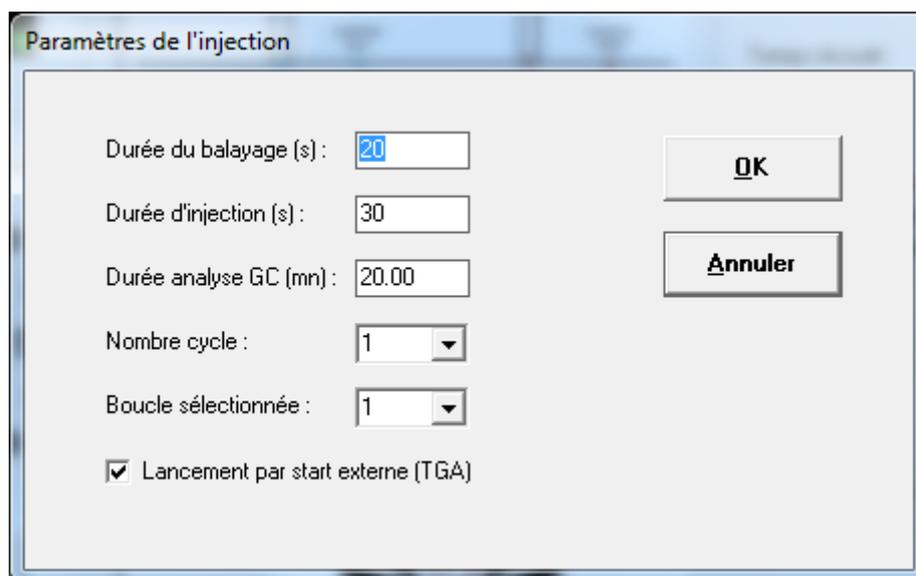
Il existe deux manières de travailler, qui sont décrites dans les paragraphes suivants.

7.1 Gas sampling valve (sans multi-injection)



L'interface injectera une seule fois dans le chromatographe pour chaque analyse. Les paramètres peuvent être modifiés par le menu **Méthode\Injection**.

La fenêtre suivante s'affiche :

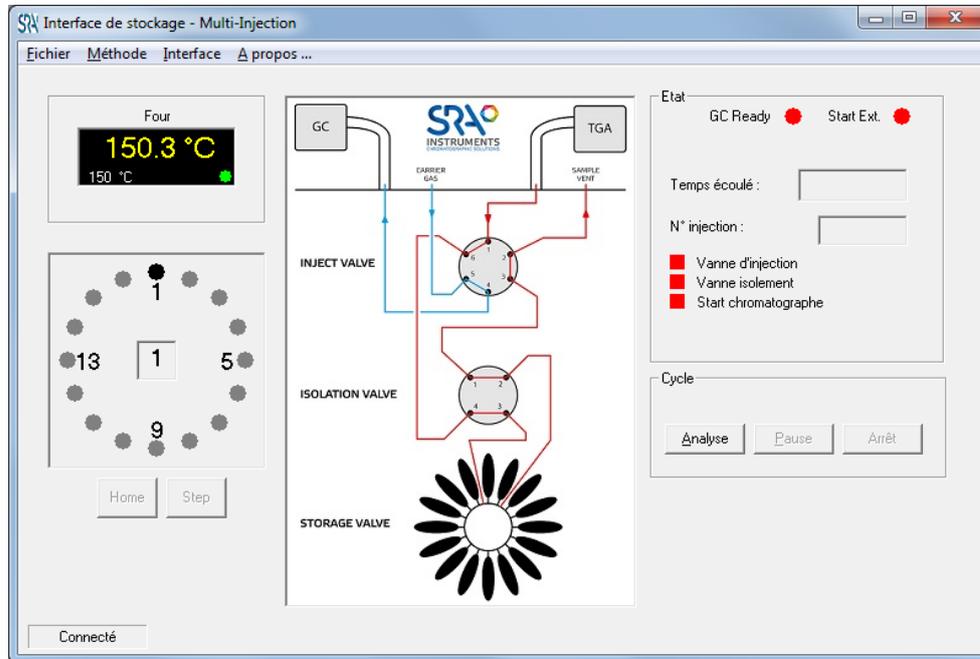


L'injection sera réalisée après le temps de balayage indiqué et le cycle d'analyse sera lancé après l'injection.

Vous pouvez répéter plusieurs fois le cycle.

Si l'option 'Lancement par start externe' est cochée, l'IST16 attendra le start de la TGA pour effectuer le balayage.

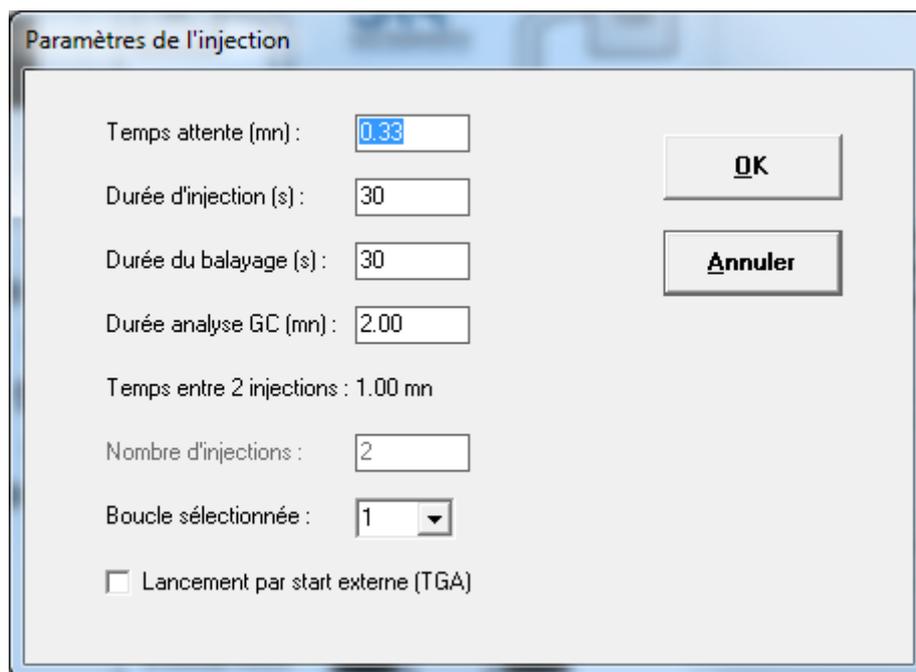
7.2 Multi-injection



L'interface injectera plusieurs fois dans le chromatographe durant la même analyse.

Les paramètres peuvent être modifiés par le menu **Méthode\Injection**.

La fenêtre suivante s'affiche :



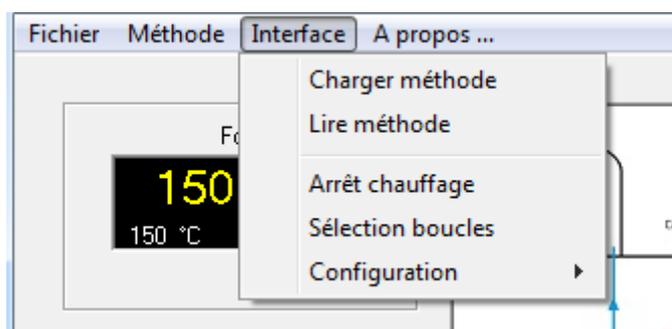
Dans l'exemple ci-dessus, l'interface injecte toutes les minutes lors de l'expérimentation ATG, avec une première injection après 20 secondes de balayage de la boucle.

Si l'option est cochée, le cycle ne démarrera qu'après avoir reçu le start externe de la TGA.

8. Dialogue avec l'interface

Deux menus permettent soit de charger la méthode de l'application vers l'interface ('Charger méthode') soit de récupérer la méthode de l'interface ('Lire méthode').

Ces deux actions sont disponibles sous le menu **Interface** :

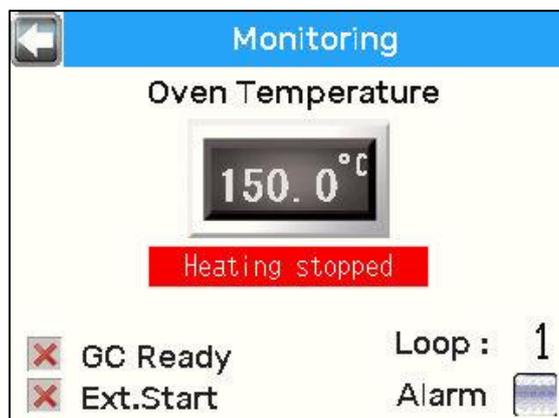


Le sous-menu 'Arrêt chauffage' permet d'arrêter le chauffage du four depuis l'application.

9. Interface de stockage

L'interface de stockage est équipée d'un écran tactile à partir duquel il est possible d'effectuer différentes opérations.

A partir de la page 'Monitoring', il est possible de visualiser l'état de l'interface.



L'affichage permet de visualiser les différents défauts présents ou alarme, l'état des entrées logiques et la température du four.

X : GC Not Ready

O : GC Ready

En cliquant sur la flèche en haut à gauche de l'écran, la page 'Control' s'affiche.



A partir de cette page, il est possible de mettre en marche le chauffage du four et des lignes chauffées. Le champ 'Oven Set Point' permet de fixer la consigne de température du four.

Si le bouton est de couleur **bleue**, le chauffage est à l'arrêt.

Si le bouton est de couleur **rouge**, le chauffage est en service.

9.1 Contrôle et maintenance

Le bouton Outils  en bas à droite de l'écran 'Control' permet d'accéder aux écrans afin d'effectuer différents contrôles ou maintenance. Ce mode est protégé par un mot de passe.



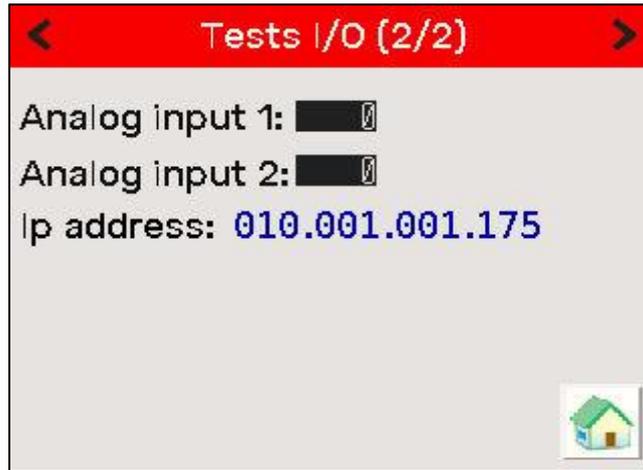
Le mot de passe est : 2947



A partir de cette page, vous pouvez mettre en marche soit le four uniquement soit les lignes chauffées. Vous pouvez piloter la vanne de mise à pression atmosphérique et surveiller la température du four et de la sonde de sécurité ainsi que l'état des entrées logiques.

L'écran suivant vous permet de visualiser la valeur Analog input1 qui est utilisée pour récupérer l'état 'Ready/Not Ready' d'un chromatographe Agilent, valeur analogique. Elle peut prendre deux valeurs :

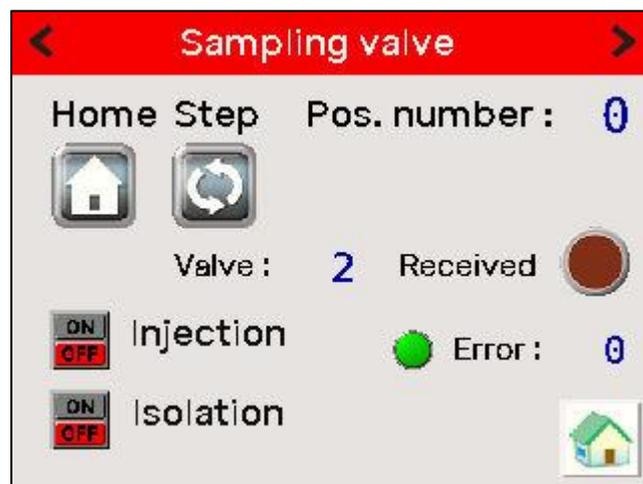
- 0 ou 1, le chromatographe est 'Not Ready'
- 30, le chromatographe est 'Ready'.



La valeur Analog input 2 n'est utilisée que si l'option **lecture de pression** de l'IST16 est activée. En effet, il pourrait être envisager d'équiper l'IST16 d'un capteur de pression et cette entrée permettrait de la lire.

Cette page permet aussi d'afficher l'adresse IP de l'interface. Pour la modification de cette adresse, se reporter au chapitre 9.2.

La dernière page de ce mode permet de contrôler la position des différentes vannes.



9.2 Modification de l'adresse IP de l'interface

A la mise sous tension, un premier écran s'affiche pendant l'initialisation de l'interface puis un second pendant l'initialisation des paramètres.



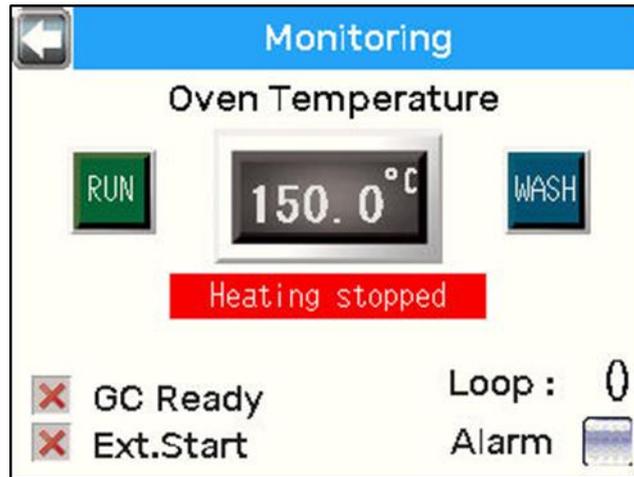
Dans le coin supérieur gauche, le bouton  permet d'accéder aux ressources bas niveau de l'automate.

- Appuyez sur ce bouton. Après un bip, l'automate se met en mode configuration bas niveau, l'affichage de l'onglet '**Home**' renseigne sur la version du firmware du Proface.
- Cliquez sur l'onglet '**Main Unit**', un nouvel écran donne accès à différents boutons.
- Appuyez sur le bouton '**Ethernet**'.
- A partir du nouvel écran, il est possible de changer l'adresse IP et le masque de sous-réseau 'Subnet Mask'. Laissez la valeur du port à 8000. La flèche en bas à droite permet d'afficher l'adresse Mac de l'interface et les champs pour modifier l'adresse de la passerelle 'GateWay'.
- Lorsque vous avez modifié l'adresse IP, cliquez sur le bouton '**Exit**' pour réinitialiser l'interface, puis sur le bouton '**Save changes and exit**', les valeurs seront automatiquement sauvegardées. A la question '**Offline mode will be terminated. Is that all right**', appuyez sur le bouton '**Yes**'.

9.3 Mode manuel

Si le mode manuel est activé au niveau de l'interface, il est possible de modifier les paramètres directement depuis l'automate.

Deux boutons sont présents au niveau de l'écran 'Monitoring'.

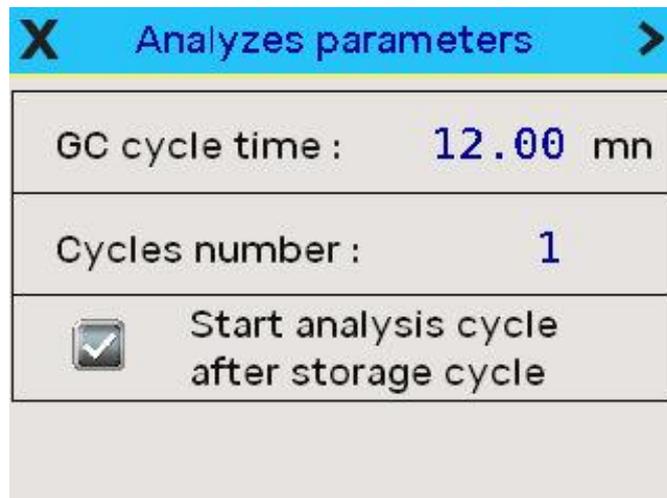


Le bouton Run  permet de lancer le cycle de stockage ou le cycle d'injection lorsque le mode de stockage a été effectué.

Appuyez sur le bouton Wash  pour lancer le cycle de rinçage.

Un bouton supplémentaire est affiché sur l'écran 'Control'. Ce bouton permet d'accéder aux paramètres de la méthode.

9.3.1 Paramètres de l'analyse



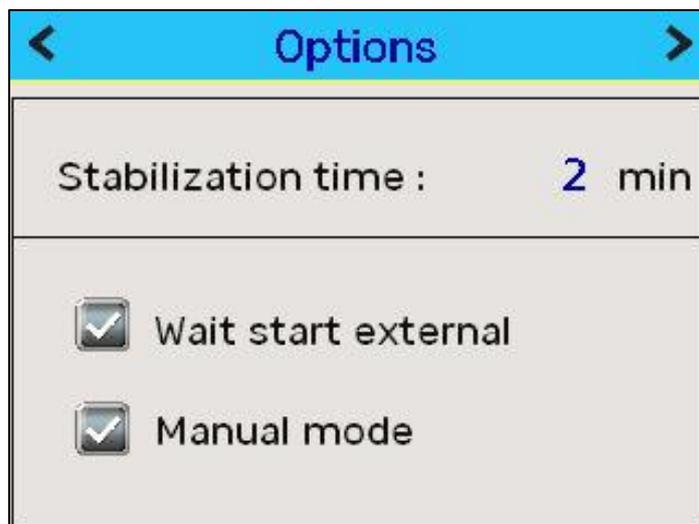
9.3.2 Paramètres de stockage

Storage parameters		
Loop	Time s	Select
1	30	<input checked="" type="checkbox"/>
2	60	<input checked="" type="checkbox"/>
3	90	<input checked="" type="checkbox"/>
4	120	<input checked="" type="checkbox"/>

9.3.3 Paramètres de rinçage

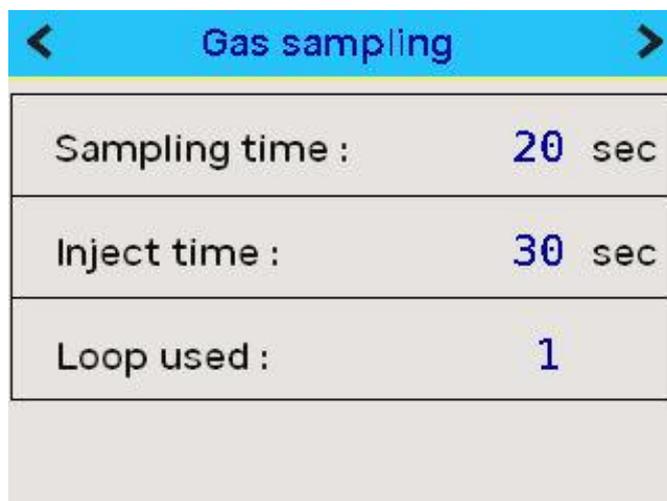
Washing parameters	
Washing number :	1
Washing time for each loop :	30 sec
<input checked="" type="checkbox"/>	Heating off after washing

9.3.4 Options



9.3.5 Paramètres Gas Sampling

Lorsque l'IST16 est configuré en mode Gas Sampling, l'écran 'Storage parameters' n'est pas disponible et est remplacé par l'écran 'Gas Sampling'.



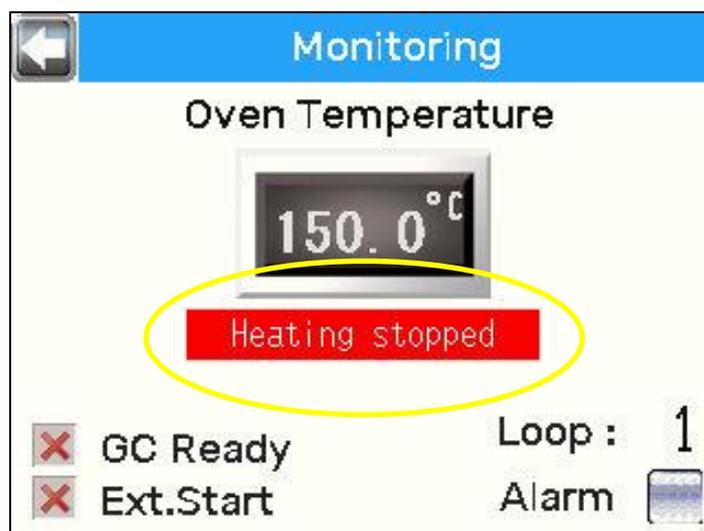
9.3.6 Paramètres multi-injection

Lorsque l'IST16 est configuré en mode Multi-injection, l'écran 'Storage parameters' n'est pas disponible et est remplacé par l'écran 'Multi-injection'.

Multi-Injection	
Waiting time :	20 sec
Sampling time :	30 sec
Inject time :	120 sec
Loop used :	1

9.4 Messages d'erreurs et de défaut

Les différents messages d'erreur ou de défaut sont affichés au niveau de l'écran 'Monitoring'.



Différentes informations peuvent s'afficher :

- Message Oven Ready : Cela signifie que la température du four est atteinte et que la séquence de stockage peut être effectuée.
- Message Oven Not Ready : Cela signifie que la température du four est en train de varier.
- Message Heating stopped : Cela signifie que le chauffage est à l'arrêt et qu'aucun cycle de stockage ne peut être effectué.
- Message Heating alarm : Ce message apparaît s'il y a un défaut de chauffage au niveau du four.
 - o Soit le four ne chauffe pas bien qu'il soit en fonctionnement. Au bout de 3 min, la température n'a pas dépassé le seuil de sécurité.
 - o Soit la température ne descend pas alors que le chauffage est arrêté.
 - o Soit la température du four n'arrive pas à atteindre la consigne demandée.

- Message Heating security
 - o Soit la température lue de la sonde de sécurité est supérieure à la température de consigne maximale autorisée et l'écart dépasse le seuil de sécurité.
 - o Soit la différence entre la température lue de la sonde du four et la température lue de la sonde de sécurité est supérieure ou inférieure au seuil de sécurité.
- Message Position fault : Ce message apparaît si la vanne multi-position n'est pas reconnue (perte d'identifiant, hors tension ou défectueuse) ou si elle n'arrive pas à se mettre à la position demandée.
- Message Isol.valve default : Ce message apparaît si la vanne d'isolement n'est pas reconnue (perte d'identifiant, hors tension ou défectueuse).
- Message Inject valve default : Ce message apparaît si la vanne d'injection n'est pas reconnue (perte d'identifiant, hors tension ou défectueuse).

Ces informations sont aussi affichées au niveau du logiciel.



En fin de cycle, l'IST16 réinitialise ces paramètres et vérifie la présence des vannes.

10. Opérations de maintenance

10.1 Calendrier des opérations de maintenance

10.1.1 Après chaque expérimentation

- Nettoyez le four ATG avec un débit d'air d'environ 200 mL/min : montée en température de 50 °C/min jusqu'à 1000 °C pendant 30 min.
 **L'ATG ne doit pas être couplée à l'IST16 à ce moment.**
- Nettoyez le raccord en acier inoxydable de diamètre 1/8" située entre le tube PTFE et la ligne de transfert en entrée de l'IST16 avec du solvant.
- Remplacez le tube de protection en Téflon® si nécessaire.

10.1.2 Chaque semaine

- Vérifiez le niveau d'air et d'eau à l'aide du signal du MSD en faisant circuler le gaz vecteur dans l'IST16, en mode standby. Si le niveau est trop haut, effectuez une recherche de fuites dans toute la configuration.
- Nettoyez la voie de passage de l'échantillon de l'IST16 avec un solvant (~ 20 mL) si vous n'utilisez pas un tube de protection en Téflon®.

10.1.3 Chaque mois

- Vérifiez l'état du liner en verre dans l'injecteur GC.

10.1.4 Tous les 6 mois

- Vérifiez l'état du rotor de la vanne de stockage, nettoyez-le avec du solvant ou remplacez-le si nécessaire.

Remplacez si nécessaire :

- Filaments et multiplicateur d'électrons du MSD.
- Rotor des vannes 6 ou 4 positions de l'IST16.

10.2 Nettoyage typique après une expérimentation

IST16

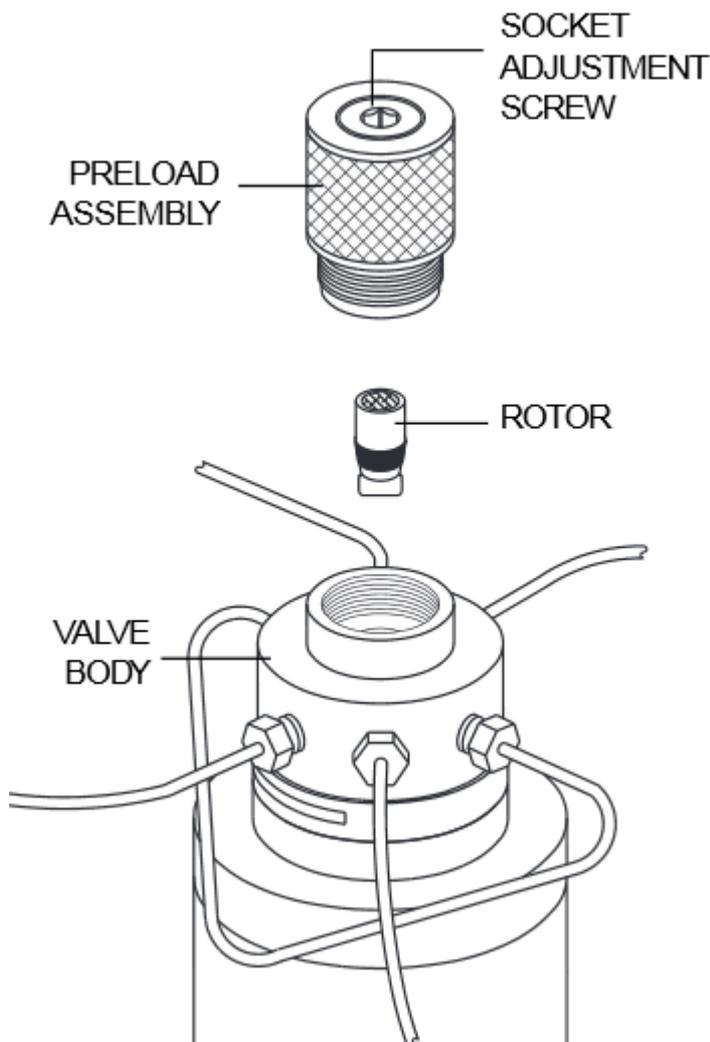
- Vérifiez tous les raccords amovibles entre la ligne de transfert d'entrée et l'ATG et si nécessaire nettoyez-les avec de l'éthanol ou de l'isopropanol.
- Vous pouvez également remplacer le tube de protection en Téflon® si nécessaire.
- La séquence programmable de nettoyage de l'IST16 est utilisée pour nettoyer les boucles après une séquence (un temps total d'au moins 5 minutes de nettoyage pour chaque boucle est recommandé).
- Comme blanc de référence, vous pouvez lancer une séquence avec le gaz de purge de l'ATG de manière à vérifier que toutes les boucles sont propres.

ATG

- Déconnectez l'IST16 de l'ATG.
- Effectuez un plateau à 1000 °C pendant 30 min, en utilisant un fort débit d'air.

Note : Les étapes a, b, e et f peuvent être effectuées après la fin de l'analyse ATG et pendant les analyses GC-MS.

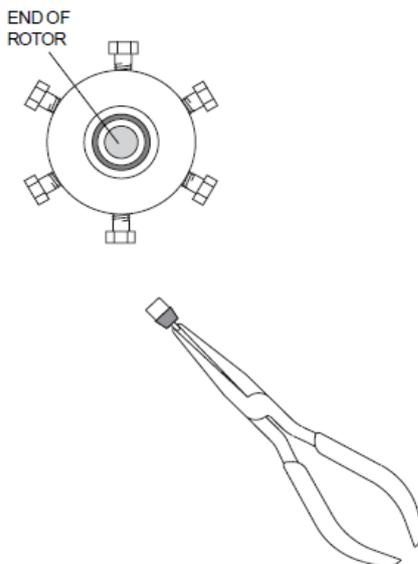
10.3 Nettoyer la vanne et le rotor



10.3.1 Démontez la vanne

1. Coupez la chauffe de l'IST16.
2. Attendez que la température du four soit aux environs de 50 °C sinon le filetage du "preload assembly" risque d'être définitivement bloqué.
3. Dévissez totalement le "preload assembly".
4. Actionnez la vanne de stockage à partir du logiciel pour désengager le rotor du corps de vanne.
5. **Notez le sens de positionnement du rotor** et retirez-le avec précaution à l'aide d'un aimant ou d'une pince plate.

 **Le sens du rotor est critique**



10.3.2 Nettoyer l'intérieur du corps de la vanne

1. Après avoir enlevé le rotor, humidifiez un bout de coton avec du méthanol ou de l'alcool isopropylique.
2. Nettoyez délicatement en tamponnant l'intérieur du corps de la vanne de manière à enlever tout résidu.
3. Faites attention également à enlever toute fibre issue du nettoyage.
4. Vérifiez visuellement l'intérieur du corps de la vanne. La surface conique doit être lisse. La présence d'une éraflure entre les trous peut en effet entraîner une fuite, dans ce cas, le corps de la vanne doit être remplacé.



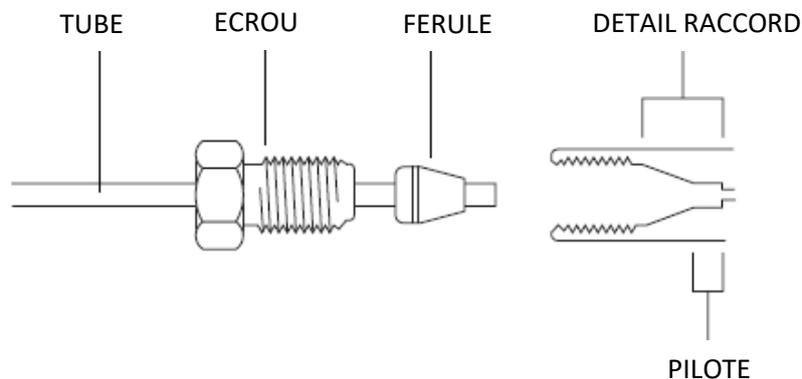
Rotor d'origine

Rotor sale après
plusieurs mois
d'analyses

10.3.3 Nettoyer le rotor

1. Saisissez soigneusement l'embout du rotor en prenant garde de ne pas endommager le métal ou le polymère.
2. Immergez-le brièvement dans le solvant (méthanol ou alcool isopropylique).
3. Essuyez délicatement avec un chiffon propre le polymère et veillez à ne laisser aucune fibre du tissu.
4. Inspectez le rotor. Si celui-ci présente des éraflures ou des rétrécissements, il doit être changé.

10.3.4 Changer les tubulures ou les raccords



Pièces d'un raccord Valco

1. Faites attention à l'état des tubulures en 1/16" ; elles doivent être propres à l'intérieur et sans éraflure à l'extérieur.
2. La température du four de l'IST16 doit être inférieure à 50 °C.
3. Insérez le nouvel assemblage de raccordement dans l'orifice de la vanne, en vissant l'écrou manuellement de 2-3 tours.
4. Poussez la tubulure de manière à ce qu'elle se mette en place ; ceci est essentiel pour avoir une connexion correcte avec un volume mort nul.
5. Tournez l'écrou manuellement jusqu'à ce que vous puissiez le serrer à la main.
6. Utilisez la clé plate appropriée et vissez l'écrou d'un ¼ de tour (90°) après le point où la ferule commence à toucher la tubulure.

11. Localiser l'origine du problème

Le couplage TGA/IST16/GC-MS est une solution complexe et puissante qui comprend 3 appareils indépendants : une ATG, un IST16 et un GC-MS.

Chaque appareil peut avoir un problème et de ce fait affecter les résultats donnés par les 2 autres.

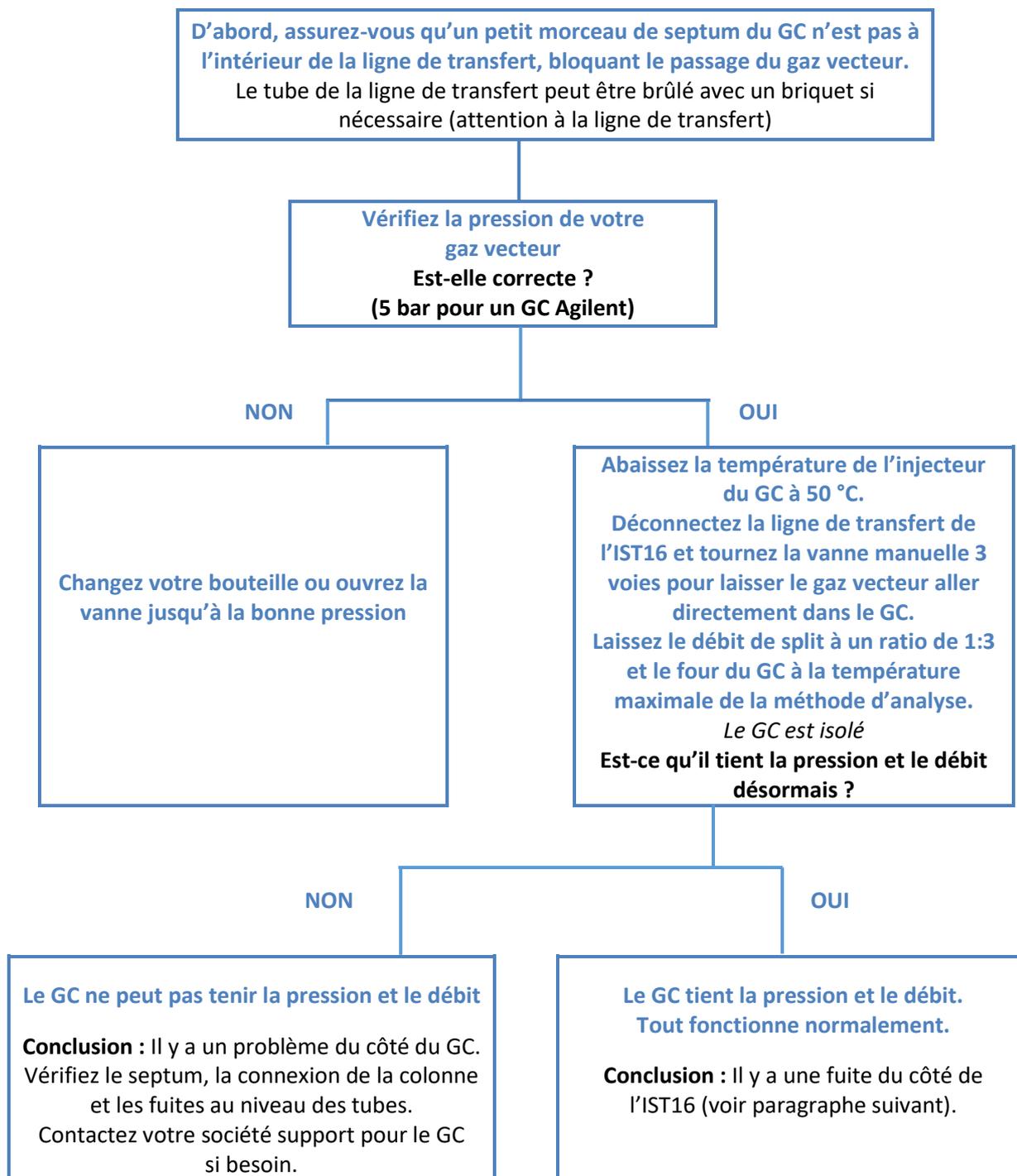
Ce chapitre essaie de vous aider à localiser les problèmes les plus fréquents.

Un détecteur de fuite et un débitmètre sont nécessaires pour détecter et résoudre la plupart des problèmes rencontrés avec l'IST16 et le GC-MS.

Problèmes les plus courants	Paragraphe
Pas de débit dans le GC Pas de pression dans le GC Le GC ne peut pas tenir la pression	11.1
Pas de pic Un petit pic Une restriction de débit Une pression en sortie du four de l'ATG	11.2
Effet mémoire	11.3
Haut niveau d'air dans le MS	11.4
Problème avec l'affichage du four et le numéro de la vanne multi position	11.5

11.1 Problème de débit/pression avec le GC

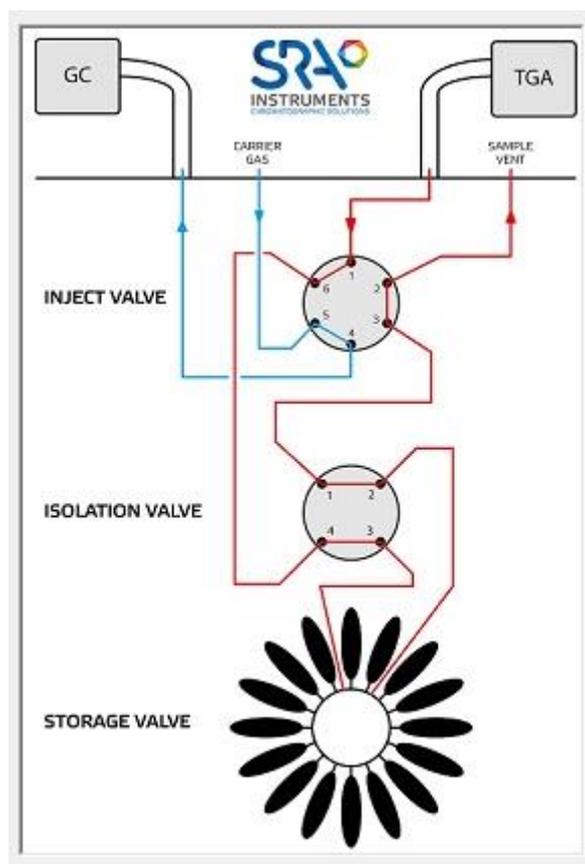
11.1.1 Trouver l'origine du problème



11.1.2 Il y a une fuite du côté de l'IST16

1. Abaissez la température de l'injecteur et du four à 50 °C.
2. Reconnectez la ligne de transfert de l'IST16 à l'injecteur.
3. Laissez le débit de split à un ratio de 1:3 et le four du GC à la température maximale de la méthode d'analyse.
4. Abaissez la température de l'IST16 à 50 °C. Assurez-vous que la vanne manuelle 3 voies est bien en position IST16.
5. Utilisez l'interface de l'IST16 pour vous aider à trouver la fuite, menu Maintenance, écran 'Sampling valve'

1^{ère} étape



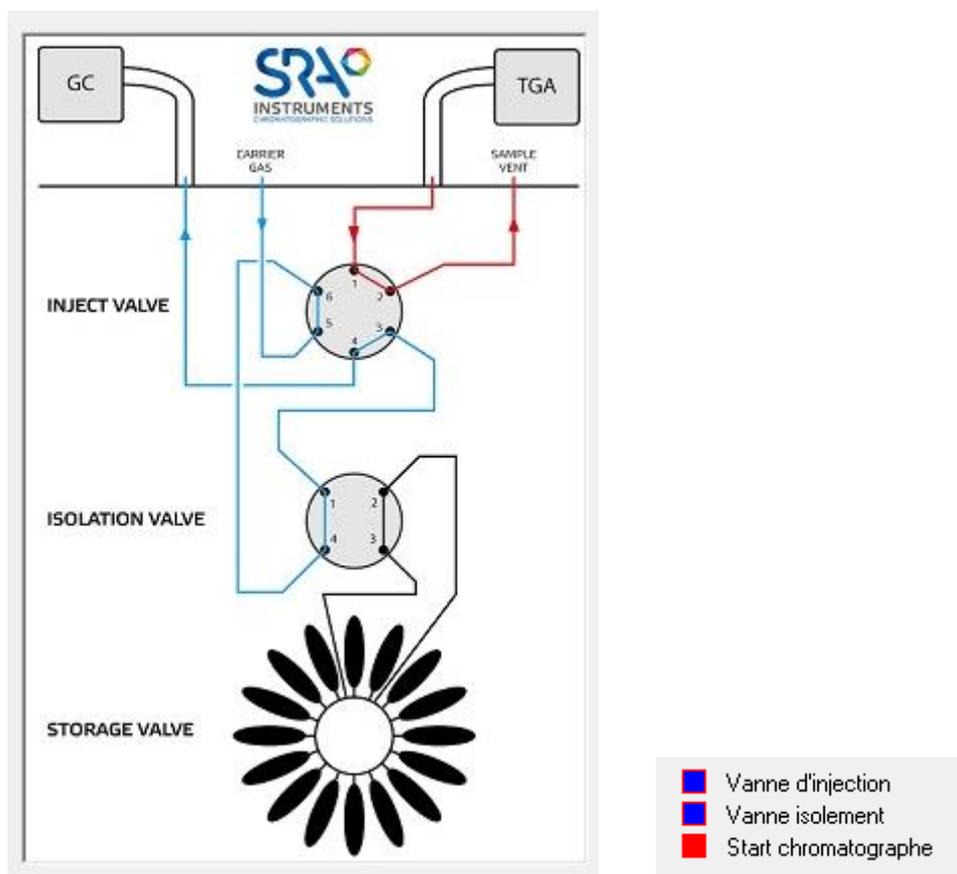
Légende : ■ Inactif ■ Actif

Dans cette configuration de l'IST16, la fuite peut être :

- Du côté du septum du GC → changez le septum si nécessaire.
- Vérifiez la ligne de transfert si le passage est bloqué par le septum → **coupez une petite partie de la ligne de transfert du côté du GC ou changez-la si nécessaire.**
- Entre la vanne manuelle 3 voies et le panneau de connexion du gaz vecteur à l'arrière de l'IST16 → **vérifiez s'il y a une fuite et changez le tube et les férules si nécessaire.**

- Dans le four de l'IST16, situé entre le panneau arrière de l'IST16 et la vanne d'injection → **vérifiez s'il y a une fuite et changez le tube et les férules si nécessaire.**
- Sur le rotor de la vanne d'injection → **nettoyez le rotor (voir paragraphe 10.3) ; remplacez-le si nécessaire.**
- Si le GC tient la pression dans cette position passez à la 2^{ème} étape.

2^{ème} étape

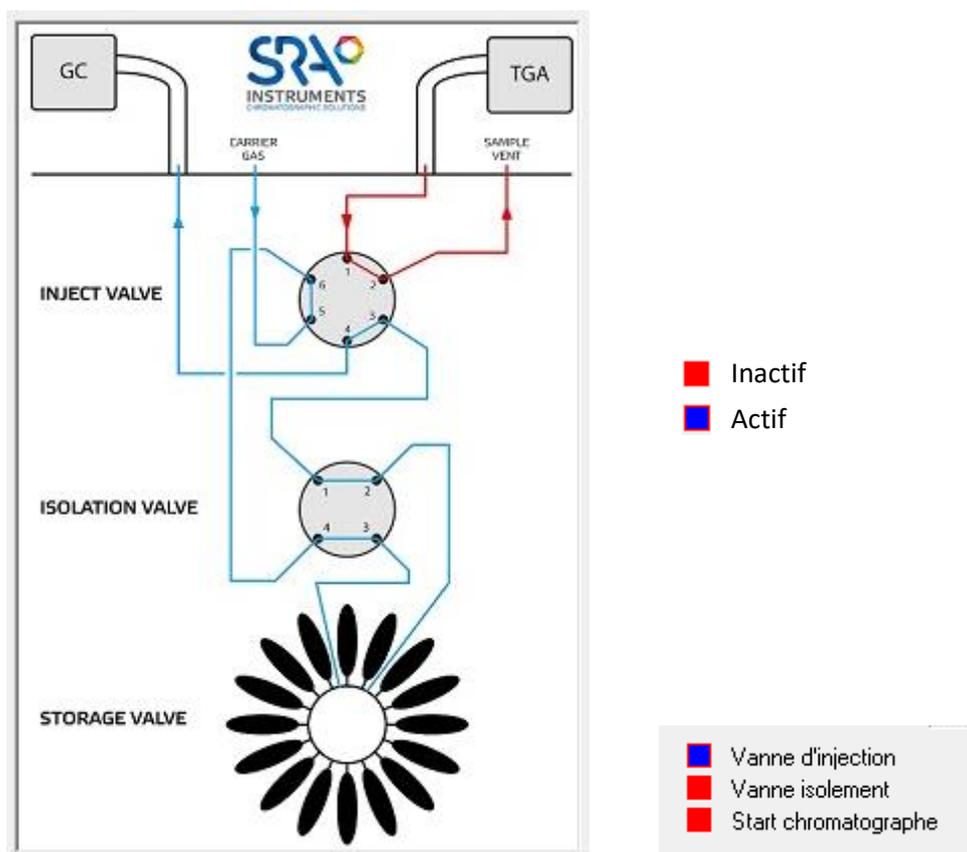


Légende : ■ Inactif ■ Actif

Dans cette configuration de l'IST16, la fuite peut être :

- Entre la connexion de la vanne d'injection et la connexion de la vanne d'isolement → **vérifiez s'il y a une fuite et changez le tube et les férules si nécessaire**
- Sur le rotor de la vanne d'isolement → **nettoyez le rotor (voir paragraphe 10.3) ; remplacez-le si nécessaire**
- Si le GC tient la pression dans cette position, passez à la 3^{ème} étape

3^{ème} étape



Légende : ■ Inactif ■ Actif

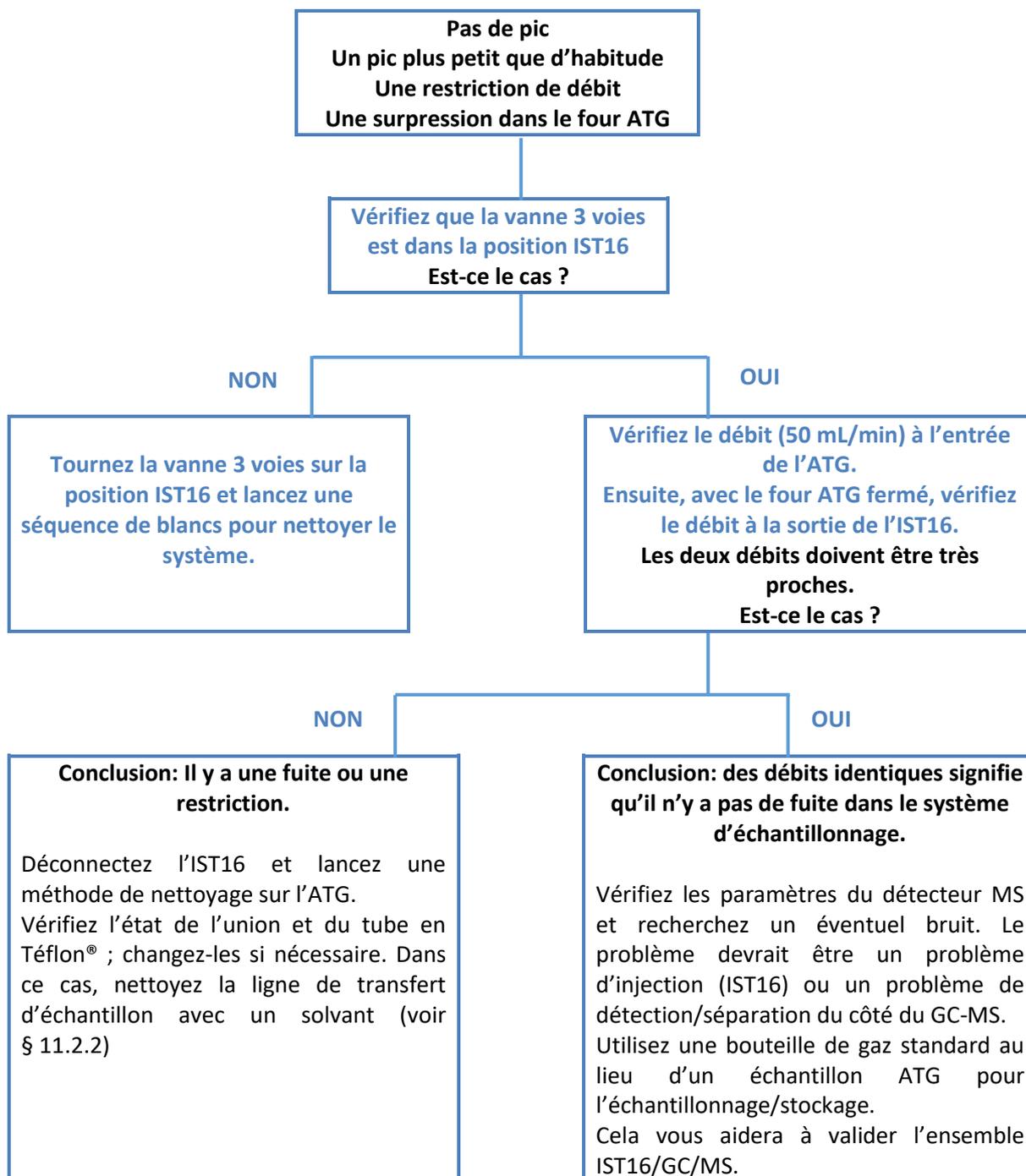
Dans cette configuration de l'IST16, la fuite peut être :

- Sur la boucle sélectionnée → **changez de boucle et vérifiez si la fuite a disparu, remplacez-la si nécessaire.**
- Sur le rotor de la vanne de stockage → **nettoyez le rotor (voir paragraphe 10.3) ; remplacez-le si nécessaire.**
- Sur la connexion entre la vanne d'isolement et la vanne de stockage → **vérifiez s'il y a une fuite et changez le tube et les férules si nécessaire.**
- Sur la vanne de mise à pression atmosphérique, inspectez l'évent en plastique situé sur le panneau arrière → **si vous détectez de l'hélium à la sortie du tube dans cette configuration, cela signifie que la vanne de pression atmosphérique fuit. Changez la vanne de pression atmosphérique.**

Contactez SRA Instruments ou votre société support pour l'ATG pour les étapes suivantes.

11.2 Problème de restriction de débit

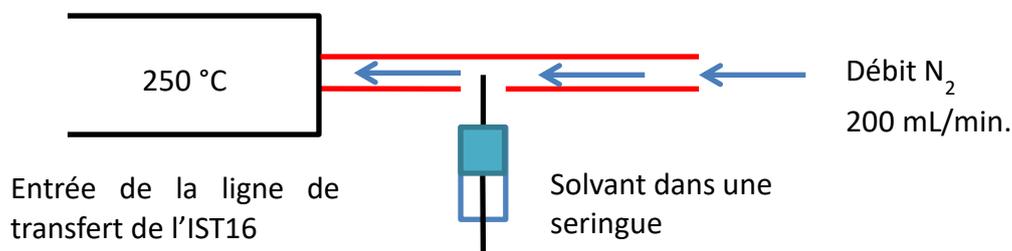
11.2.1 Trouver le problème



11.2.2 Nettoyer l'intérieur de l'IST16

Après une contamination importante ou une restriction persistante, il est possible de nettoyer l'intérieur de l'IST16 avec un solvant.

Utilisez un débit d'azote d'environ 200 mL/min (si possible sans passer par l'ATG) pour pousser un petit volume de solvant (alcool isopropylique ou méthanol) dans le système à travers l'entrée de la ligne de transfert d'entrée.

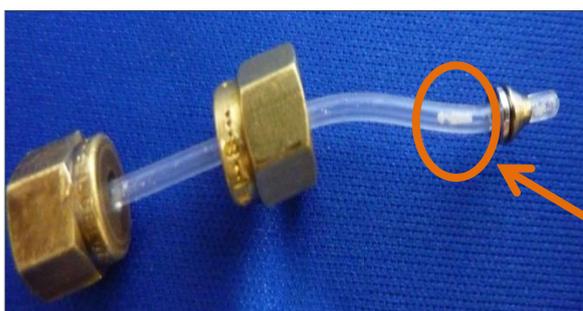


1. Programmez l'appareil à 250 °C (ligne et four) et utilisez un flux d'azote pour pousser doucement un petit volume de solvant (alcool isopropylique) dans le système.
2. Une boucle contaminée ou une ligne de transfert peut également être remplacée. Le rotor doit être nettoyé après cette opération. Placez une évacuation à la sortie de l'IST16 dans un flacon de récupération (des produits peuvent sortir sous forme liquide).



Des réactions exothermiques peuvent se produire lors de cette étape

3. A la fin du nettoyage, lancez une séquence de lavage à partir du logiciel IST16 en utilisant un flux d'azote (5 minutes de lavage par boucle) pendant 2 heures.
4. Après le nettoyage : démarrez une analyse GC-MS utilisant le stockage avec de l'azote pour vérifier l'effet mémoire.
5. Utilisez un tube Téflon® de 20 cm pour protéger l'IST16 des composés les plus lourds.

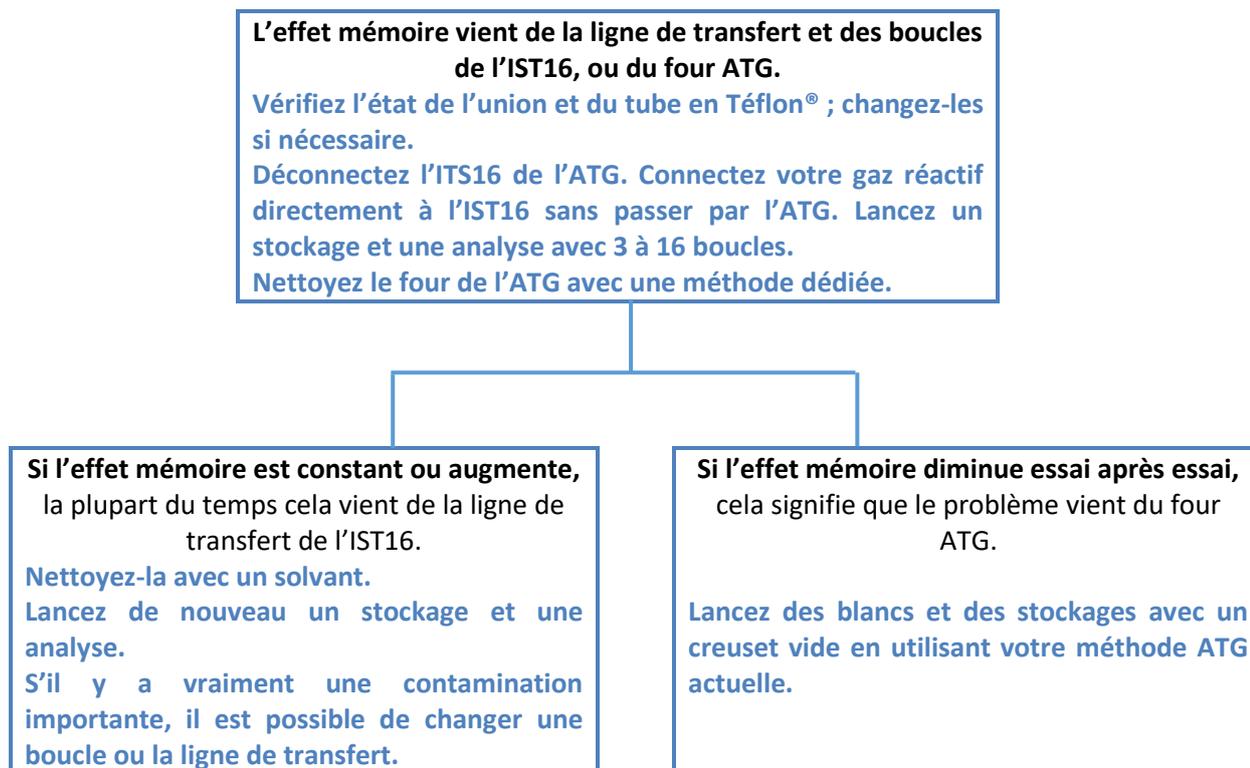


Présence de particules dans le tube PTFE après analyse de PE-HD

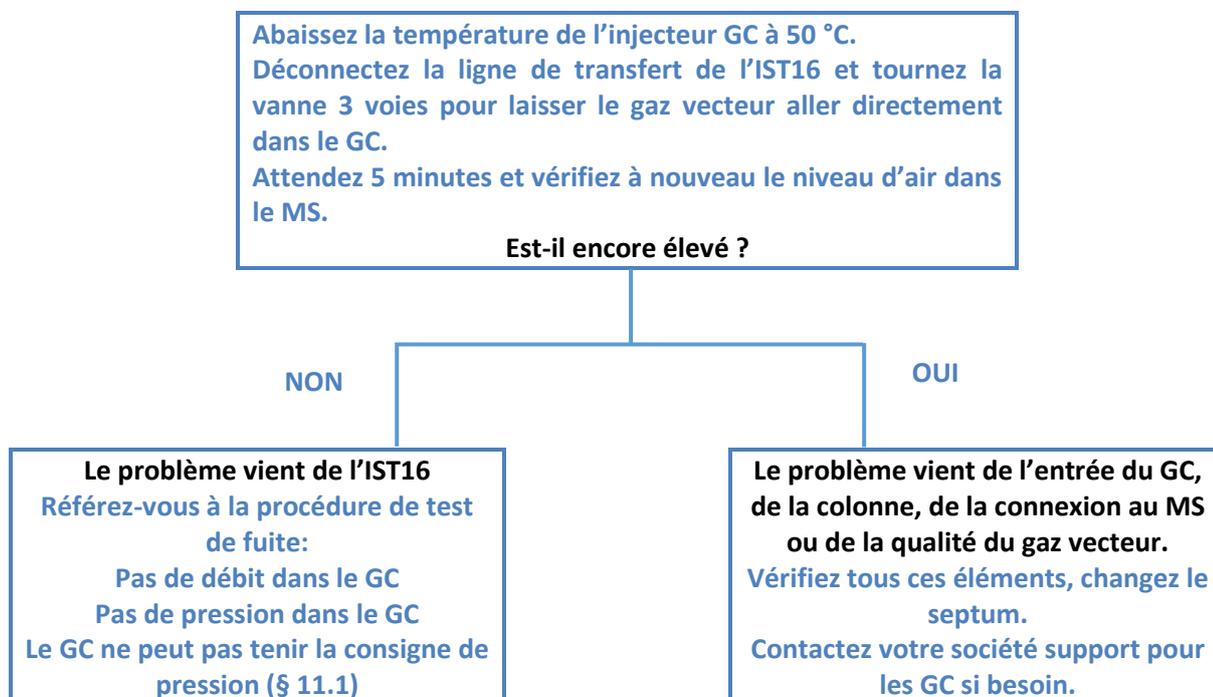


Le tube en Téflon® peut aussi stopper les composés halogénés.

11.3 Problème d'effet mémoire

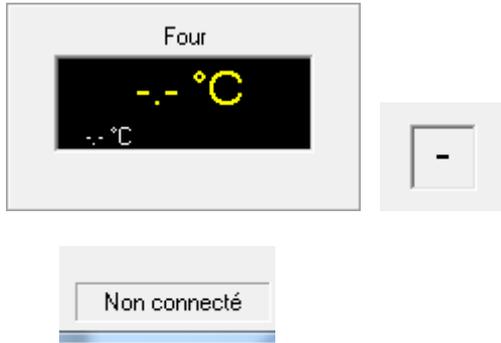


11.4 Problème d'un haut niveau d'air dans le MS



11.5 Problème avec l'affichage du four et le numéro de la vanne multi-position

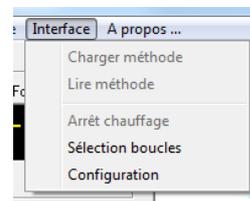
Si vous voyez ceci :



L'indication « Non connecté » signifie qu'il y a eu une perte de connexion avec l'IST16.

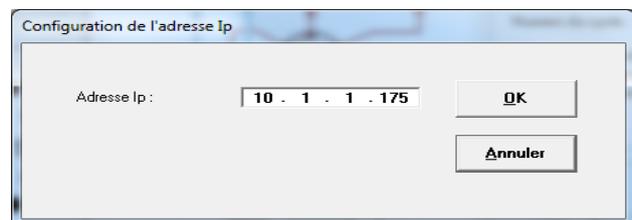
Fermez l'application et arrêtez l'IST16. Puis mettez-le sous tension et relancez l'application.

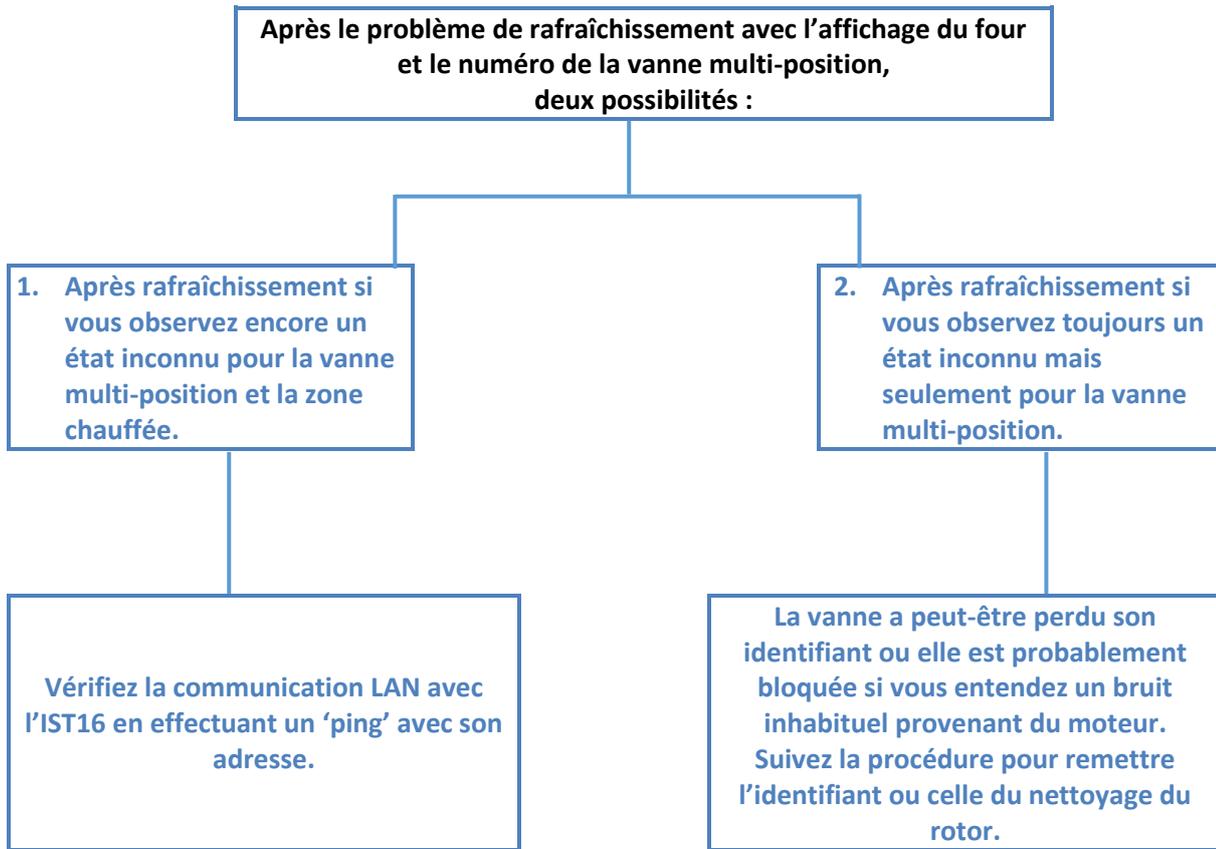
Si la connexion n'est toujours pas établie, activez la configuration avec le menu **Interface\Configuration** en utilisant l'utilisateur **Config** et le mot de passe **ist16**



Affichez la fenêtre 'Configuration de l'adresse Ip' avec le menu **Interface\Configuration\Adresse Ip**

Changez l'adresse IP si nécessaire et validez avec le bouton **OK**.





12. Données techniques

12.1 Alimentation électrique

Alimentation électrique d'entrée : + 220 VAC

Alimentation électrique de sortie : + 24 VDC

Consommation électrique, max 2,5A / 220 VAC

12.2 Dimensions et poids

- H 450 ; P 400 ; L 370 mm
- 25 kg

12.3 Instrument

Système de données

- Logiciel IST16 SRA

Nombre de boucles

- 16 en acier inox Sulfinert™

Nombres de vannes

- 3 (injection, stockage, isolement) avec gestion automatique

Zones chauffées

- 2 régulées électroniquement

Volume de boucle

- 250 µL en standard, volumes adaptés sur demande

Lignes de transfert chauffées

- Faible diamètre interne x 1,15 mètres en acier inox Sulfinert™ ; Tmax = 300 °C

Température du boîtier des vannes

- 250 °C comme température standard de travail (300 °C peut-être atteint pour des applications spécifiques)

Port Ethernet

- Port Ethernet IEEE 802.3u 10/100 BASE-T compatible Ethernet rapide

12.4 Utilités

L'interface IST16 SRA doit être située entre l'ATG et le GC. Cela nécessite un espace d'au moins 40 cm de large.

Alimentation : 220-240 VAC ; 1000 W max

Le GC

- Nécessite une entrée split/splitless, remote start-in, remote ready-out

Le PC

- Nécessite Windows 7, une connexion Ethernet

L'ATG

- Nécessite remote start-out (fermeture par contact)

12.4.1 Gaz vecteurs

L'IST16 est compatible avec l'hélium, l'azote et l'argon, avec des raccords Swagelok.

12.4.2 Répétabilité

Les RSD typiques à température et pression constantes incluant le système MPA SRA : $\leq 5\%$

12.5 Fusibles

Présence de 2 fusibles à l'arrière de l'appareil en bas à droite.

Appareil 220 VAC

- Fusibles T4AH, 250 VAC

Appareil 110 VAC

- Fusibles T6.2AH, 110 VAC

Pour les changer, coupez l'alimentation électrique et débranchez le câble d'alimentation.

12.6 Entrées/sorties

Voir les annexes

12.7 Recyclage



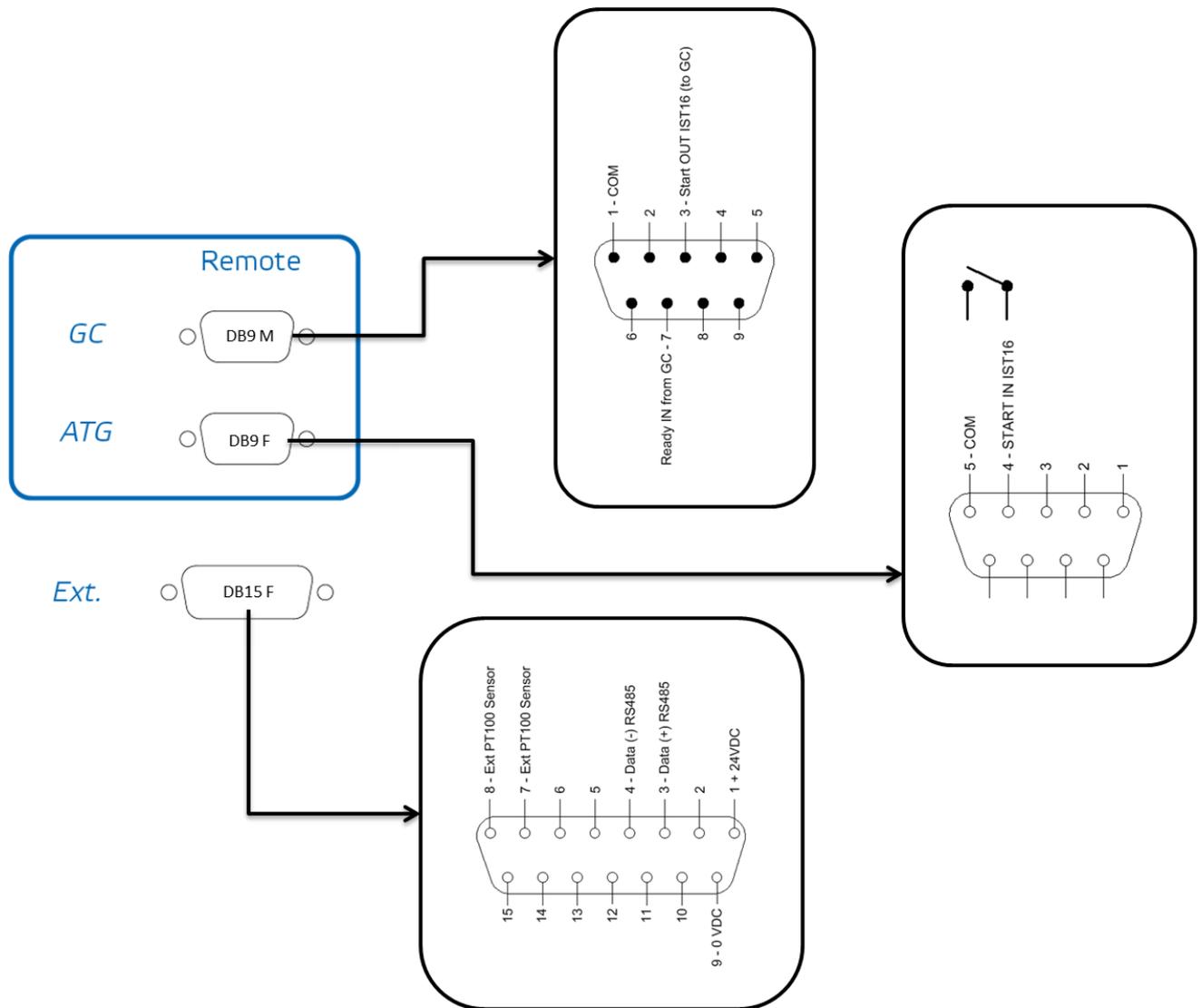
Ne jetez pas cet appareil. Adressez-vous à un organisme de recyclage compétent.

13. A propos



Ce menu permet de visualiser la version du logiciel.

14. Annexe I : Sorties Remote & I/O de l'IST16

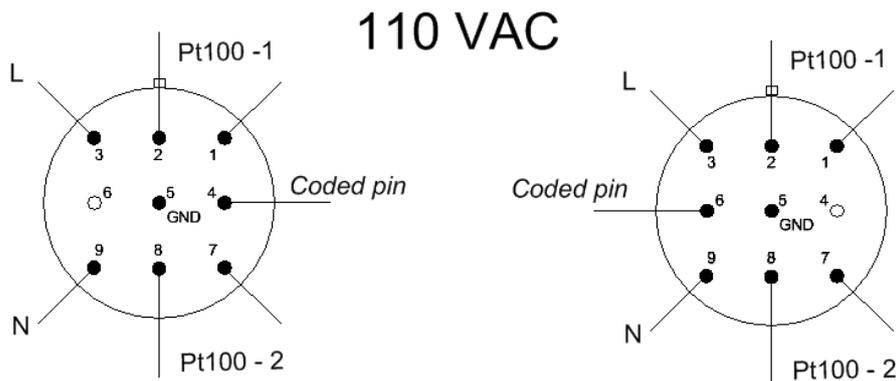


15. Annexe II : Connectique des lignes de transfert de l'IST16

Le câble d'alimentation dépend du voltage de votre IST16 :

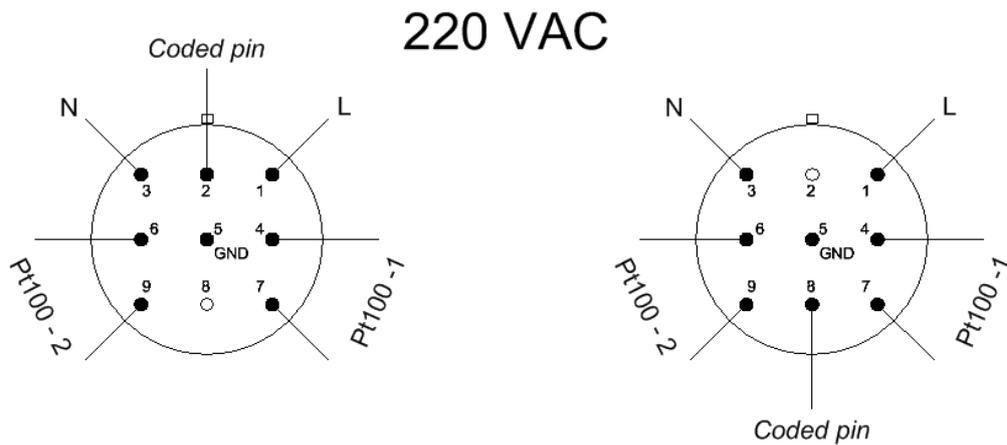
INPUT TRANSFER LINE

OUTPUT TRANSFER LINE



INPUT TRANSFER LINE

OUTPUT TRANSFER LINE



16. Annexe III : Echantillon de contrôle pour installation

16.1 Echantillon et conditions

- Echantillon : Carbonate de calcium (CaCO₃)
- Cellule de mesure : TGA/DSC 3+ avec détecteur SDTA, Interface de stockage IST16, 7890A GC / 5975C MSD Agilent.
- Prétraitement : Aucun
- Préparation de l'échantillon : Voir les données chiffrées correspondantes

16.2 Paramètres de l'instrument

16.2.1 TGA

- Gaz réactif / de purge : 30 mL/min, N₂ qualité 5.0
- Gaz de protection : 20 mL/min, N₂ qualité 5.0
- Méthode : 500 °C à 1000 °C à 20 °C/min.
- Creuset : Alumine 70 µL
- Masse échantillon : environ 10 mg

16.2.2 IST16

Température des lignes de transfert et des vannes : 250 °C

16.2.3 GC

- Température du port d'entrée : 280 °C
- Split : 3:1
- Débit de purge du septum : 1 mL/min
- Caractéristiques de la colonne : HP-5 60 m x 0,32 mm x 0,25 µm
- Débit dans la colonne : 0,8 mL/min.
- Programme de température du four : 50 °C pendant 4 min, 20 °C/min. à 100 °C, isotherme à 100 °C pendant 1 min.

16.2.4 MSD

- Mode Scan : m/z de 35 à 55
- Gain EMV : 1

16.3 Résultats

16.3.1 TGA/DSC

La figure 1 présente les résultats de la TGA en utilisant le creuset d'alumine de 70 µL contenant environ 10 mg de carbonate de calcium. La méthode a consisté en un chauffage de 500 °C à 1000 °C à 20 °C/min. L'azote a été utilisé comme gaz protecteur et réactif à des débits de 20 mL/min et 30 mL/min respectivement.

La courbe TGA normalisée à la masse initiale de l'échantillon est représentée en noir et la courbe DTG en rouge. La courbe DTG correspond à la première dérivée d'une courbe TGA. Dans une courbe DTG, une perte de masse TGA est affichée comme un pic. Ceci facilite la détermination des limites pour l'évaluation des pertes de masse de la TGA.

L'échantillon présente une étape de décomposition d'environ 44 % dans la plage de température étudiée sous atmosphère azotée. Elle commence à environ 600 °C et a sa pente maximale autour de 780 °C. La perte de masse mesurée de 44 % pour la calcination du carbonate de calcium correspond bien aux changements de masse prévus. D'après la stœchiométrie de la réaction ($\text{CaCO}_3 \rightarrow \text{CaO} + \text{CO}_2$), la perte de poids théorique calculée est de 44 %.

L'effet observé à environ 900 °C correspond au changement de position de l'IST16 du mode stockage au mode injection (après collecte de la dernière boucle) et n'est pas lié à un effet thermique.

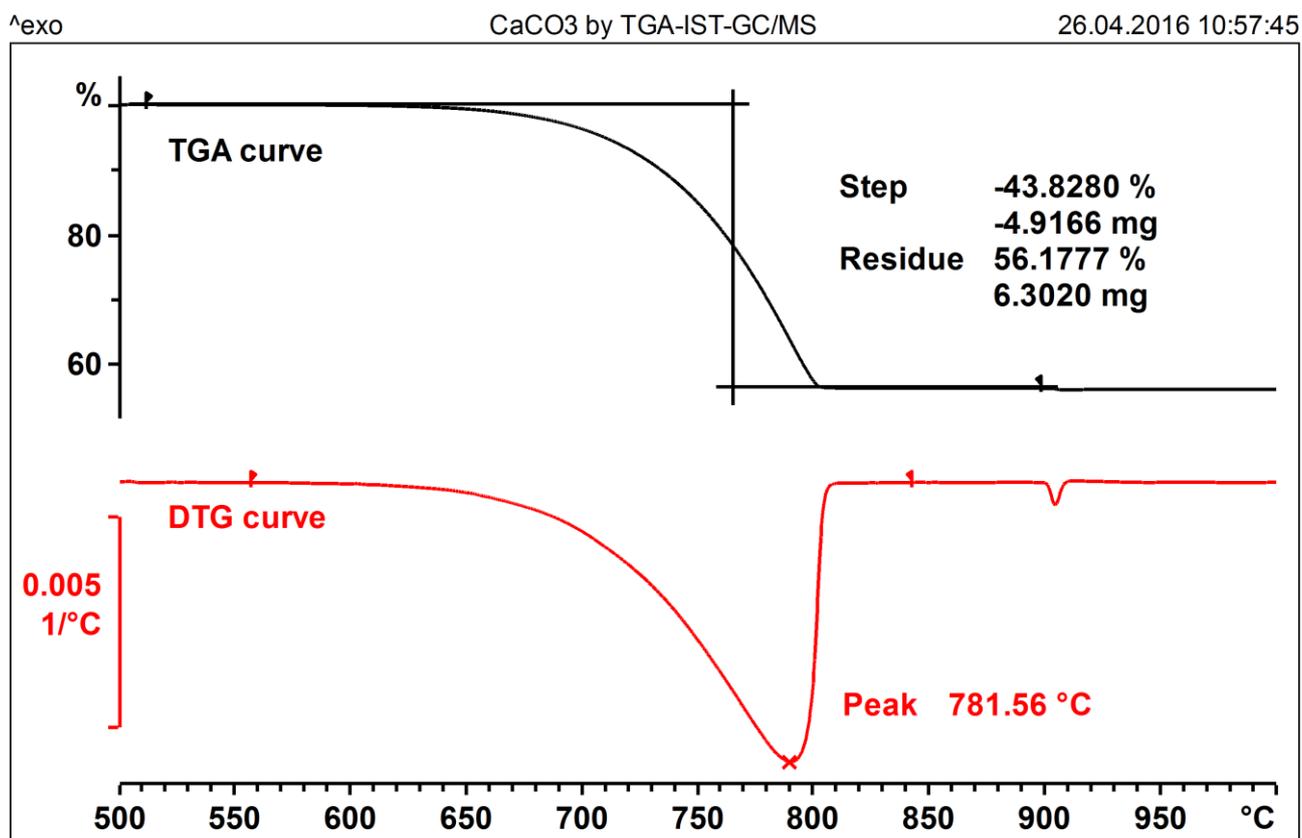


Figure 1 : Courbes TGA et DTG

16.3.2 TGA/IST16/GC-MS

La TGA a été couplée à un Agilent 7890B GC / 5977A MS au moyen de l'interface de stockage IST16. La même méthode que celle décrite à la section 16.3.1 a été utilisée pour la TGA. La température d'entrée du GC était de 280 °C avec un split de 3:1. Le programme du four était de : 50 °C pendant 4 min, suivi d'un chauffage à 20 °C/min jusqu'à 100 °C et d'un isotherme à 100 °C pendant 1 min. La colonne était une HP-5ms de 60 m x 0,32 mm x 0,25 µm. Le débit dans la colonne était de 0,8 mL/min. Le mode Scan de m/z 35 à m/z 55 et un gain EMV de 1 ont été utilisés pour le détecteur MS. Les lignes de transfert de l'interface IST16 et le four ont été réglés à 250 °C. Un tube filtrant en PTFE est placé entre la sortie TGA et la ligne de transfert de l'IST16 pour protéger l'interface.

Sur la base de la figure 1, les températures de stockage du gaz ont été réglées selon le tableau 2 ci-dessous.

Numéro de boucle de l'IST16	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Temp. en °C de la TGA	520	600	650	700	725	750	775	800	825	850	900

Tableau 2 : Numéros des boucles de stockage aux températures sélectionnées

Après le prélèvement de la boucle 11, les échantillons stockés dans les 11 boucles avaient été automatiquement injectés un par un dans le GC. Par exemple, la figure 2 affiche m/z 44 (pour le CO₂) de la boucle 06 (750 °C). Le pic observé à environ 4,6 minutes correspond au CO₂ de la calcination du CaCO₃.

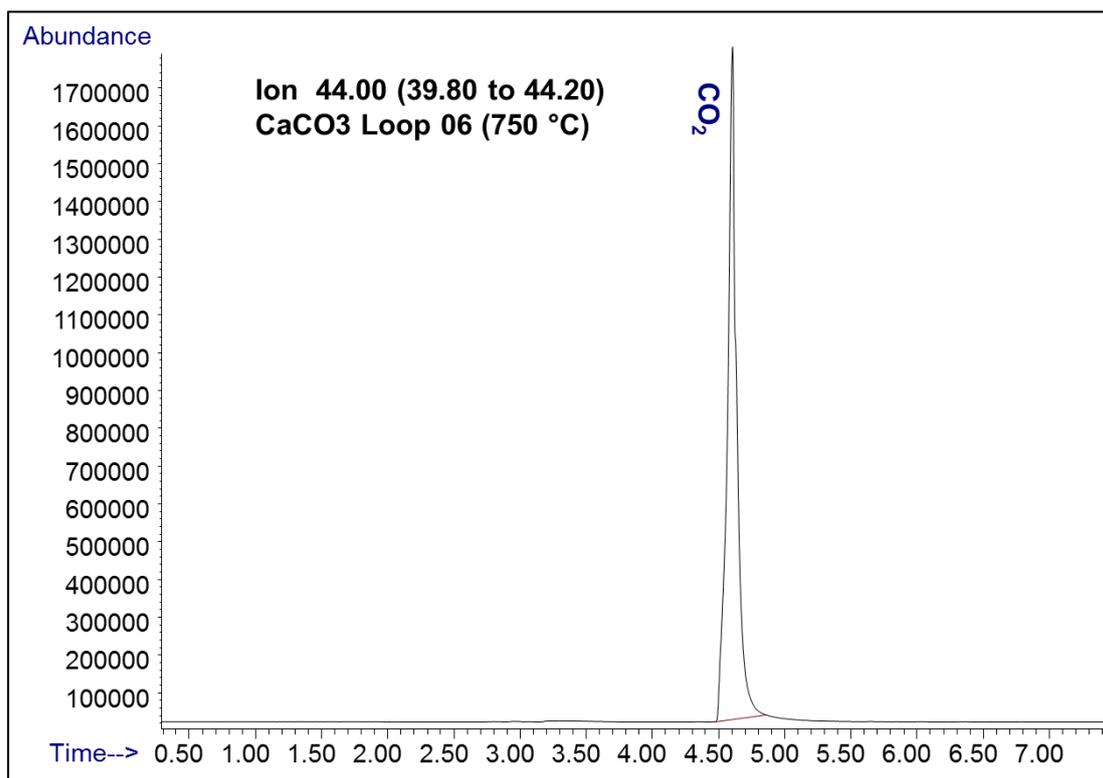


Figure 2 : m/z 44 de la boucle 06 (750 °C) (sans soustraction du fond)

En utilisant toutes les boucles, on obtient des profils d'émission de CO₂ au long de la décomposition thermique. Pour ce faire, la surface du pic de fragmentation m/z 44 dans le spectre MS, caractéristique du

CO₂, est calculée pour chaque boucle. De cette manière, son profil d'évolution dépendant de la température est établi. Ceci est illustré dans la figure 3. La courbe TGA est représentée en noir (axe droit) et m/z 44 en rouge (axe gauche).

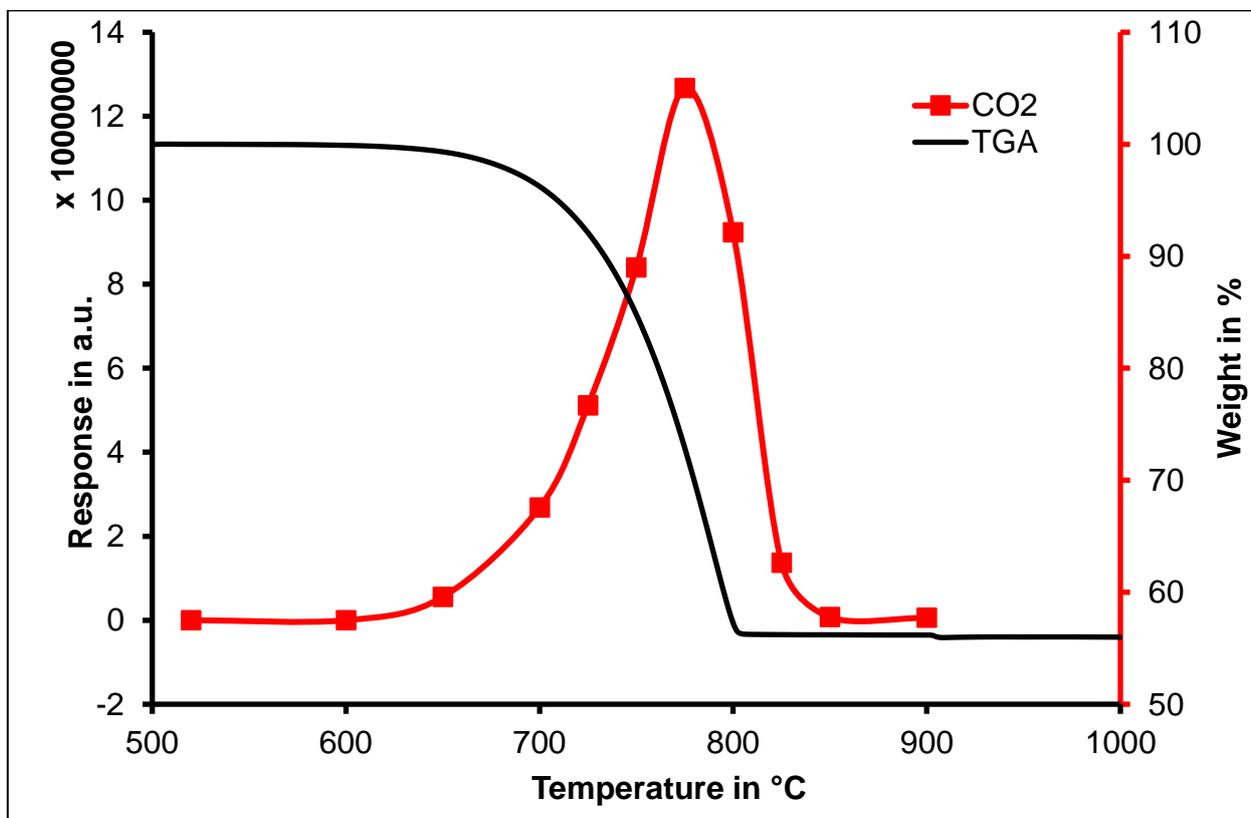


Figure 3 : Courbe TGA et profil d'évolution m/z 44

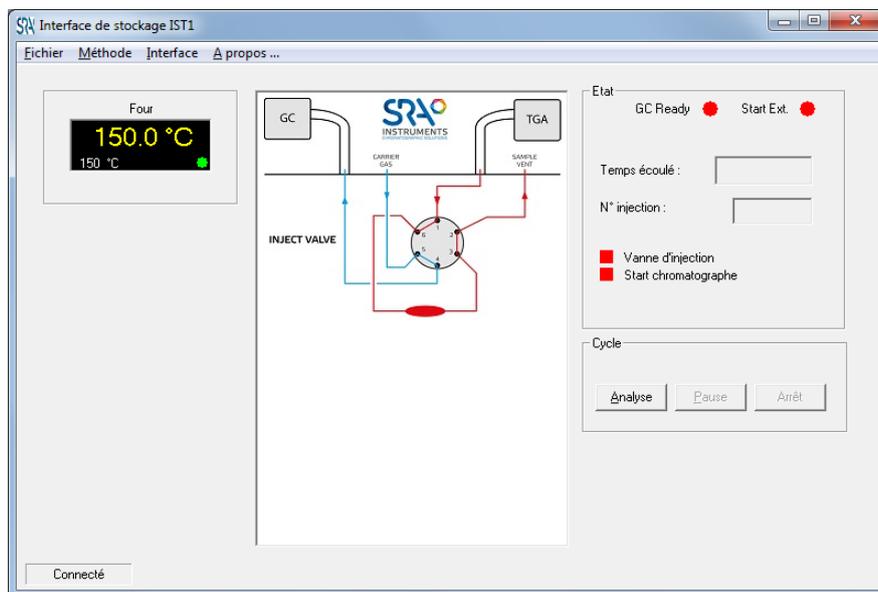
16.4 Conclusion

Le carbonate de calcium (CaCO₃) peut être utilisé comme étalon pour la vérification sur site du système TGA-IST16-GC/MS. CaCO₃ se décompose en CaO et CO₂. La perte de masse mesurée par la TGA doit être de 44 % selon la stœchiométrie de la calcination du carbonate de calcium (CaCO₃ → CaO + CO₂). Comme seul le CO₂ évolue, il n'y a aucun risque de contamination et la méthode d'acquisition du GC n'est que de 7,5 minutes. Comme on peut l'observer sur la figure 3, le CO₂ est toujours détecté même si le processus de décomposition est terminé. Ceci peut être résolu soit en utilisant une masse d'échantillon plus faible comme par exemple 5 mg, un débit de gaz réactif plus important comme par ex. 50 ou 70 mL/min, soit un rapport de division plus important comme par ex. 10:1 ou 20:1. Le même test doit être répété en utilisant d'autres colonnes livrées avec le système GC/MS lors de l'installation.

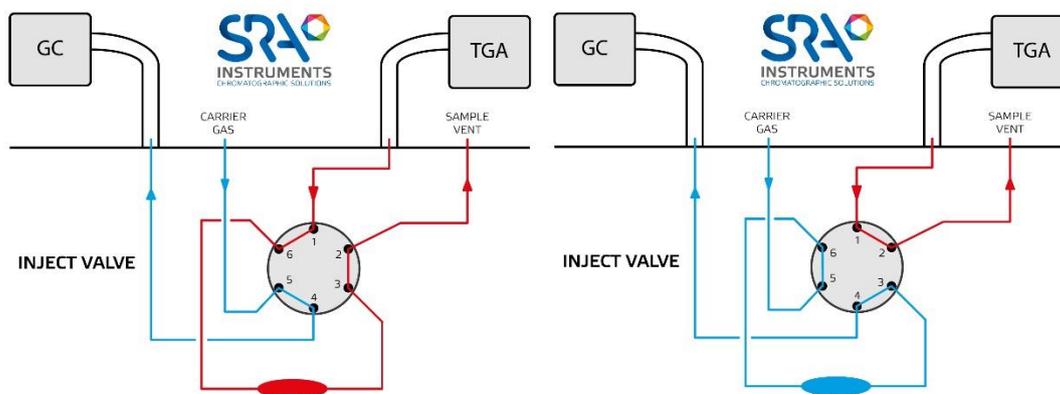
Clause de non-responsabilité

Ce rapport présente un ou plusieurs exemples d'analyse. Les expériences ont été réalisées avec le plus grand soin à l'aide des instruments spécifiés dans la description de chaque application. Les résultats ont été évalués en fonction de l'état actuel de nos connaissances. Cela ne vous dispense toutefois pas de tester personnellement l'adéquation des exemples à vos propres méthodes, instruments et buts. Etant donné que le transfert et l'utilisation d'une application sont indépendants de notre volonté, nous n'assumons aucune responsabilité.

17. Annexe IV : IST1



L'IST1 est une configuration spéciale car il est équipé seulement d'une vanne de transfert haute température (voir schéma) avec deux positions, la position de chargement (à gauche) et la position d'injection (à droite).



L'installation et la configuration du logiciel sont semblables à l'IST16. Seuls les modes Gas sampling valve (par défaut) et Multi-injection sont disponibles.

Pour les opérations de maintenance, les recommandations sont les mêmes que pour l'IST16.

Notez qu'il est possible de passer d'une version IST1 MONO à une version IST16 en retournant l'unité à l'usine de fabrication.

17.1 Paramètres injection – Mode gas sampling

Les paramètres de l'injection sont disponibles sous le menu **Méthode\Injection**. La fenêtre suivante s'affiche :

The dialog box 'Paramètres de l'injection' contains the following fields and controls:

- Durée du balayage (s): 20
- Durée d'injection (s): 30
- Durée analyse GC (mn): 5.00
- Nombre cycle: 1 (dropdown menu)
- Lancement par start externe (TGA)
- Buttons: OK, Annuler

Le paramètre 'Durée analyse GC' doit correspondre à la durée d'analyse de la méthode du GC.

Il est possible de lancer plusieurs cycles, chaque cycle pouvant démarrer à la réception d'un start externe provenant de la TGA. Les recommandations sont les mêmes que pour l'utilisation avec un IST16.

17.2 Paramètres injection – Mode multi-injection

Les paramètres de l'injection sont disponibles sous le menu **Méthode\Injection**. La fenêtre suivante s'affiche :

The dialog box 'Paramètres de l'injection' contains the following fields and controls:

- Temps attente (mn): 0.33
- Durée d'injection (s): 30
- Durée du balayage (s): 25
- Durée analyse GC (mn): 5.00
- Temps entre 2 injections: 0.92 mn
- Nombre d'injections: 5
- Lancement par start externe (TGA)
- Buttons: OK, Annuler

L'utilisation est la même qu'avec un IST16.

18. Déclaration UE de conformité

Nous,



SRA Instruments
210 Rue des Sources
69280 MARCY L'ETOILE
FRANCE

En tant que fabricant, nous déclarons sous notre seule responsabilité que le type d'appareil

IST16 Interface de stockage gaz	
---	--

auquel cette déclaration se rapporte, répond aux Exigences Essentielles de Santé et de Sécurité qui lui sont applicables et qui sont définies par les Directives suivantes ainsi que les ajouts et/ou modifications ultérieurs :

- 1/ Directive 2014/35/UE, Annexe I
- 2/ Directive 2014/30/UE, Annexe I

Le respect des exigences ci-dessus a été assuré en appliquant les normes suivantes :

1/ Directive 2014/35/UE – Basse tension

- NF EN 61010-1/A1:2019 "Règles de sécurité pour appareils électriques de mesure, de régulation et de laboratoire – Partie 1 : Exigences générales"
- NF EN 61010-2-081:2015 "Règles de sécurité pour appareils électriques de mesure, de régulation et de laboratoire – Partie 2-081 : Exigences particulières pour les appareils de laboratoire, automatiques et semi-automatiques, destinés à l'analyse et autres usages"

2/ Directive 2014/30/UE – Compatibilité électromagnétique

- NF EN 61326-1:2013 "Matériel électrique de mesure, de commande et de laboratoire – Exigences relatives à la CEM – Partie 1 : Exigences générales"
- NF EN 61000-4-2:2009 "Compatibilité électromagnétique (CEM) – Partie 4-2 : techniques d'essai et de mesure – Essai d'immunité aux décharges électrostatiques"

Conformément aux directives susmentionnées (Module A), l'équipement mentionné ci-dessus est soumis, en ce qui concerne les aspects de conception et de production, au *contrôle interne de la fabrication* : **E FAB 13**

Marcy l'Etoile, le 9 Avril 2020

Représentant légal,
Armando MILIAZZA



SRA INSTRUMENTS
210 rue des Sources
69280 Marcy l'Etoile
FRANCE

T : 04.78.44.29.47
F : 04.78.44.29.62
info@sra-instruments.com
www.srainstruments.com

SAS au capital de 150.000 €
RCS Lyon B 342 068 731
APE 4669B
SIRET: 342 068 731 00054
Code TVA FR 40342068731

