

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.sra-instruments.com

SA à Directoire et Conseil de
surveillance 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. CONFIGURATION DE LA COMMUNICATION POUR LE CONVERTISSEUR ETHERNET	14
5.1 Adresse MAC	15
5.2 Configuration des ports	16
5.3 Installation des ports série	17
6. CONFIGURATION ET INSTALLATION DU LOGICIEL DE L'IST16	23
6.1 Installation du logiciel	23
6.2 Configuration des vannes	23
6.3 Configuration du module de régulation	24
6.4 Test du module de régulation du chauffage	24
6.5 Configuration des relais	25
6.6 Configuration des entrées logiques	25
6.7 Options avancées	25
6.8 Temporisation des commandes	26



7. OPERER AVEC LE LOGICIEL DE L'IST16	27
7.1 Températures	27
7.2 Temporisation	28
7.3 Sélection des boucles	28
7.4 Temps de stockage et temps de rinçage	29
7.5 Remarque importante concernant la première boucle	31
7.6 Options	31
8. MODES VANNE D'INJECTION ET MULTI-INJECTION	32
9. PROCEDURE D'ARRET	34
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	35
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, la ligne chauffée 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
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.
- 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. De voyants Power et alarmes températures sur la face avant





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.

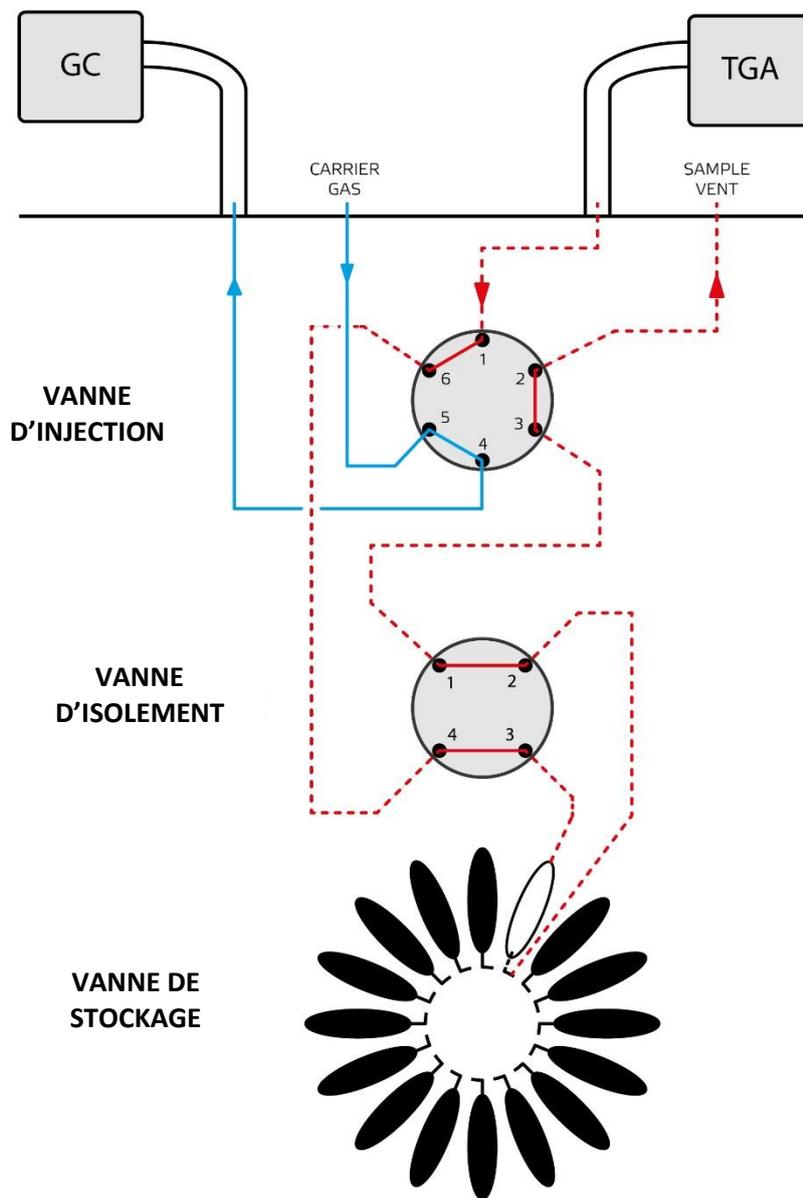
3.3 Schéma fluidique

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 fluidique se présente ainsi :



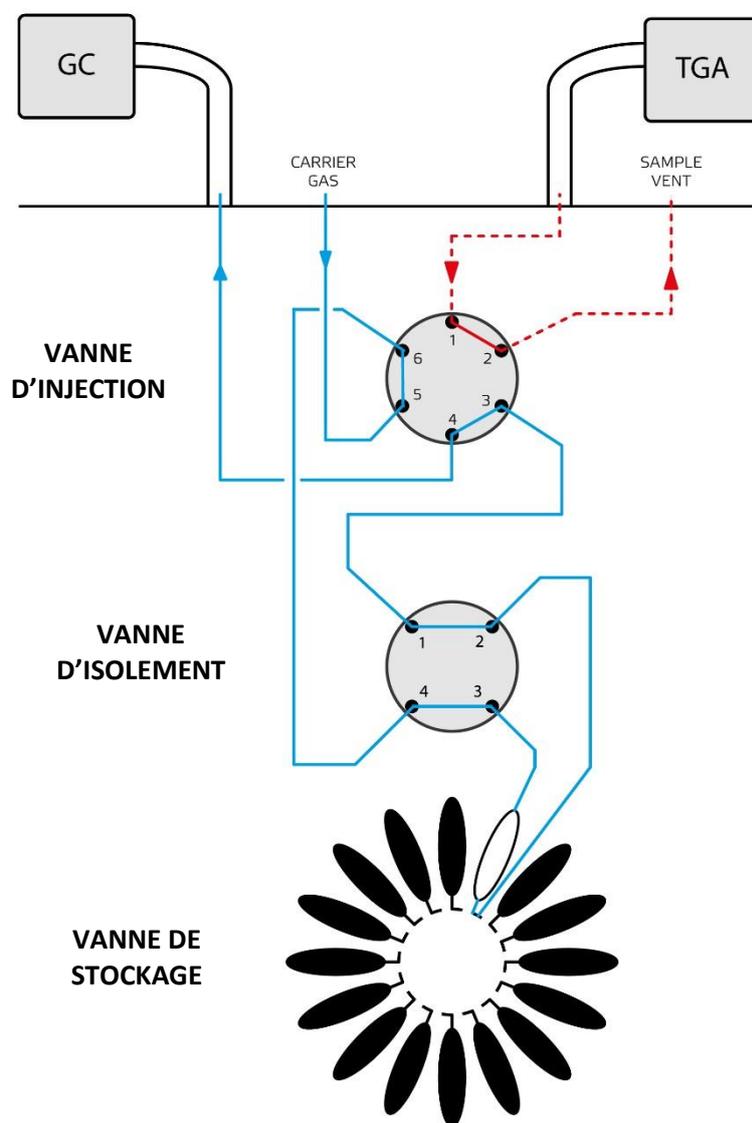
3.3.1 Mode Stockage



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.

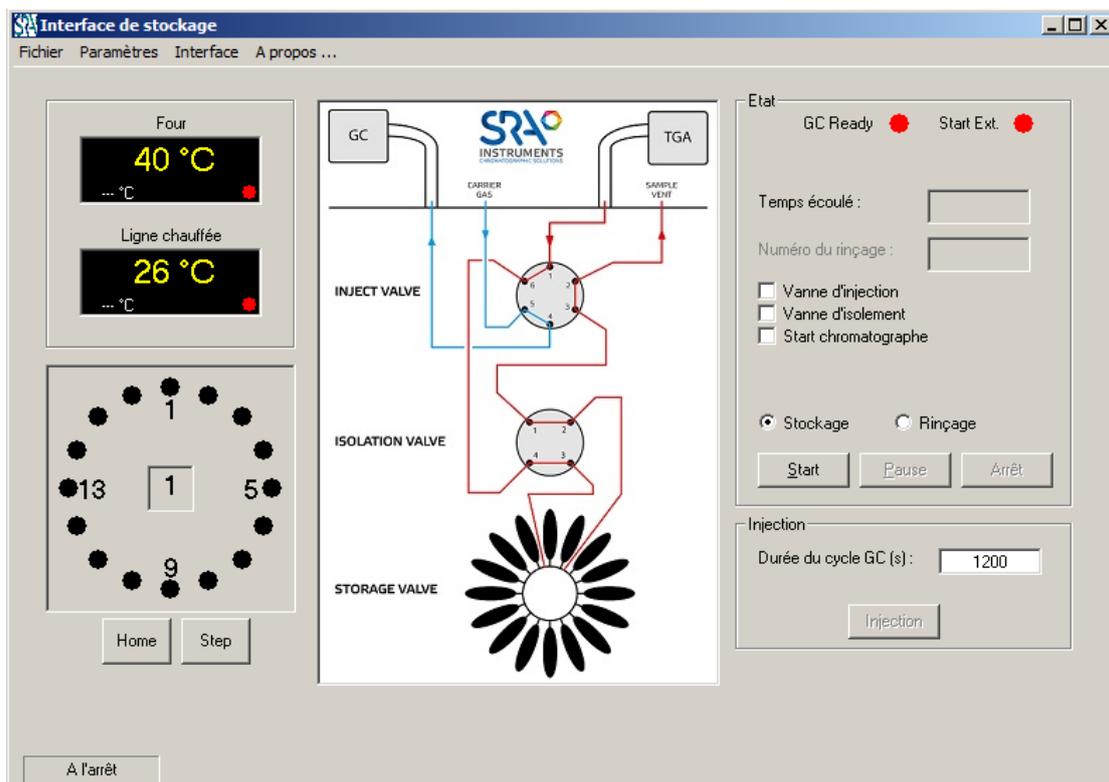
3.4 Logiciel de pilotage automatisé

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.





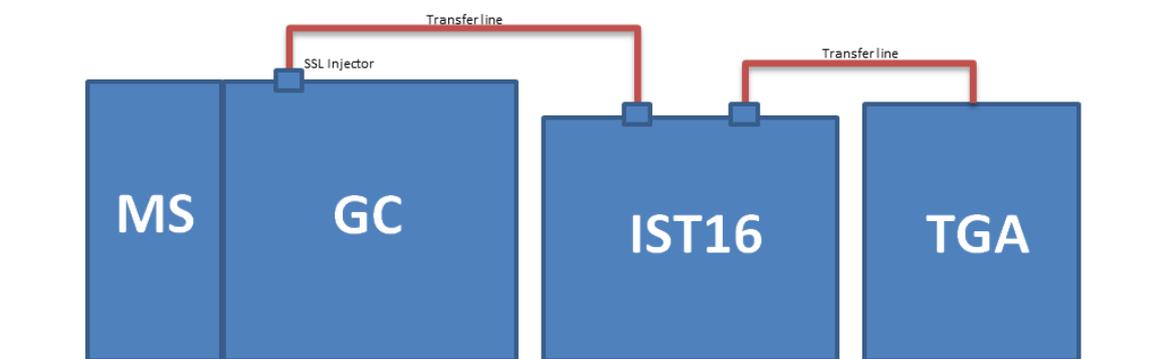
Ce logiciel est optimisé pour un fonctionnement sous Microsoft Windows 7 ou 10.

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

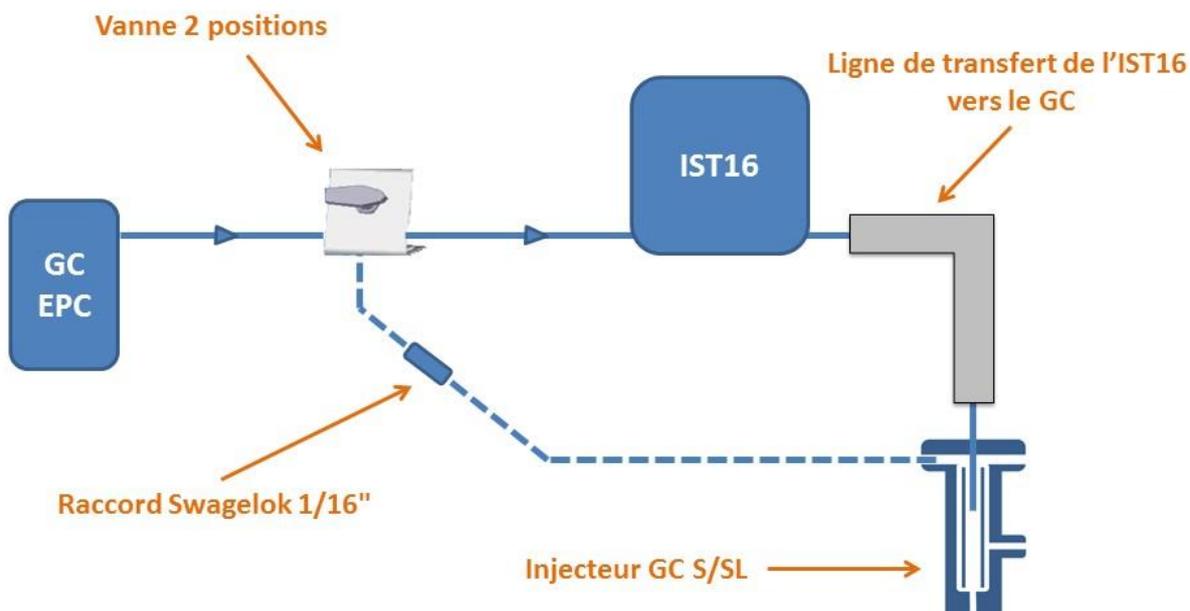


4.2 Modification du circuit gaz vecteur GC

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.





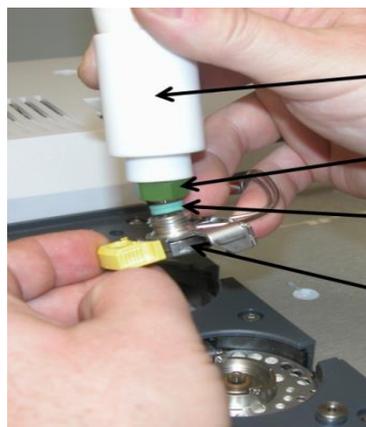
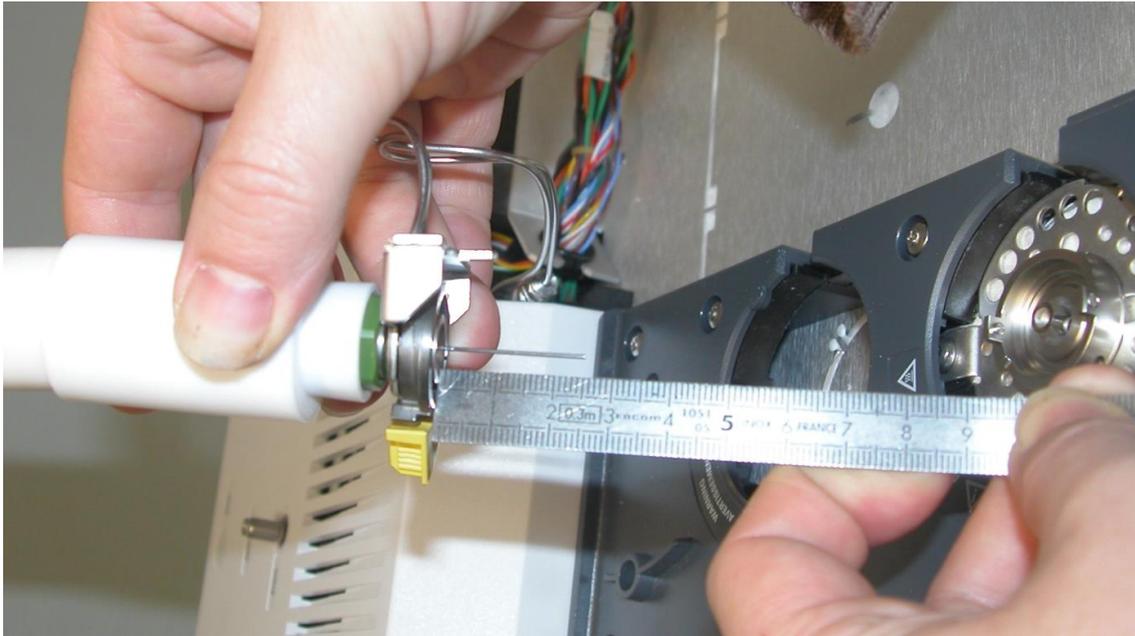
Le raccordement du gaz vecteur entrant sur l'IST16 se situe sur le panneau arrière supérieur. Le raccord est de type 1/16" Swagelok. Nous vous recommandons d'utiliser des férules neuves lors de l'installation et de respecter les recommandations du fabricant de raccord pour le serrage afin d'assurer la 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 de tube de transfert de diamètre 1/16" standard pour minimiser les volumes morts. Cependant dans certaines applications un tube 1/8" peut être préférable. Il est possible de passer un tube 1/8" dans la ligne de transfert et d'effectuer une réduction à l'intérieur du compartiment vannes.

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, regardez l'annexe correspondante dans le kit d'installation dédié.

4.5 Events

L'évent 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. Configuration de la communication pour le convertisseur Ethernet

Les vannes et les parties chauffées de l'interface de stockage sont pilotées avec un protocole de communication en série, mais pour connecter l'IST16 à l'ordinateur il est nécessaire d'utiliser une connexion Ethernet. Un module ADAM 4570 permet la conversion de la transmission du LAN en port série RS485 et RS232.

PORT	TYPE
1	RS485 – Module 4022T (régulations températures et I/O)
2	RS232 – Commandes Vannes

**L'adresse IP par défaut de l'IST16 est :
10.1.1.103**

Configurez l'adresse IP et le subnet mask de votre ordinateur pour être compatible avec l'adresse par défaut de votre IST16 et connectez l'ordinateur avec l'interface de stockage par le câble LAN. Allumez l'IST16.

Les étapes suivantes décrivent la configuration du module ADAM 4570. A partir du CD fourni, installez **Serial Device Server Configuration Utility** présent dans le répertoire **Adam 4570 et +\Utility&Driver\Serial Device Server Configuration Utility**. Si le pare-feu Windows demande des autorisations réseaux pour ce programme, choisissez l'option d'accès total (maison ou lieu de travail).

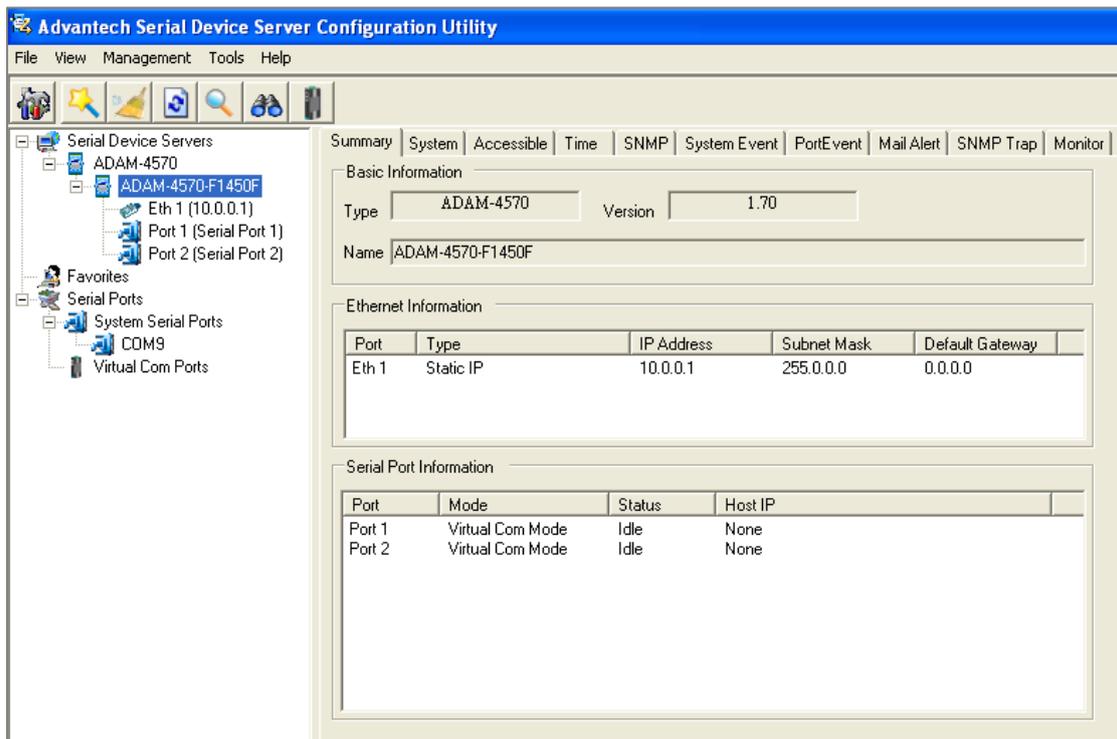
! Pour lancer **Serial Device Server Configuration Utility** il faut faire un clic droit sur le fichier et l'exécuter en mode administrateur.



Après l'installation, démarrez le programme en utilisant ce raccourci sur le bureau :



L'écran principal s'affiche et le module Adam 4570 est automatiquement détecté si la connexion Ethernet est bien paramétrée.



5.1 Adresse MAC

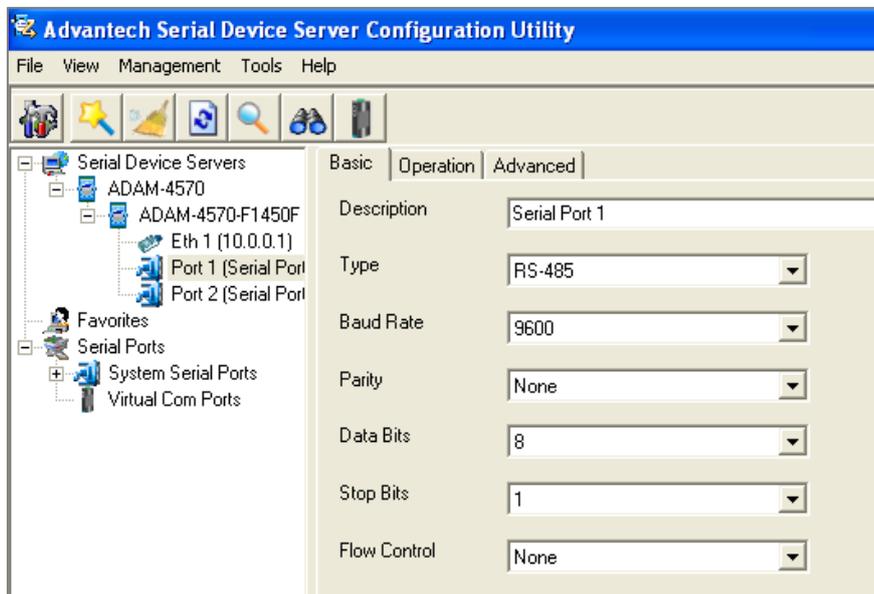
Pour obtenir l'adresse MAC si nécessaire:

1. Connectez-vous au module comme précédemment.
2. Ouvrez une fenêtre DOS sur le PC via le menu Démarrer\Exécuter et en tapant la commande cmd ou command.
3. Lorsque la fenêtre est ouverte, tapez la ligne : Arp -a
4. Récupérez l'adresse MAC dans la ligne correspondant à l'adresse du module.



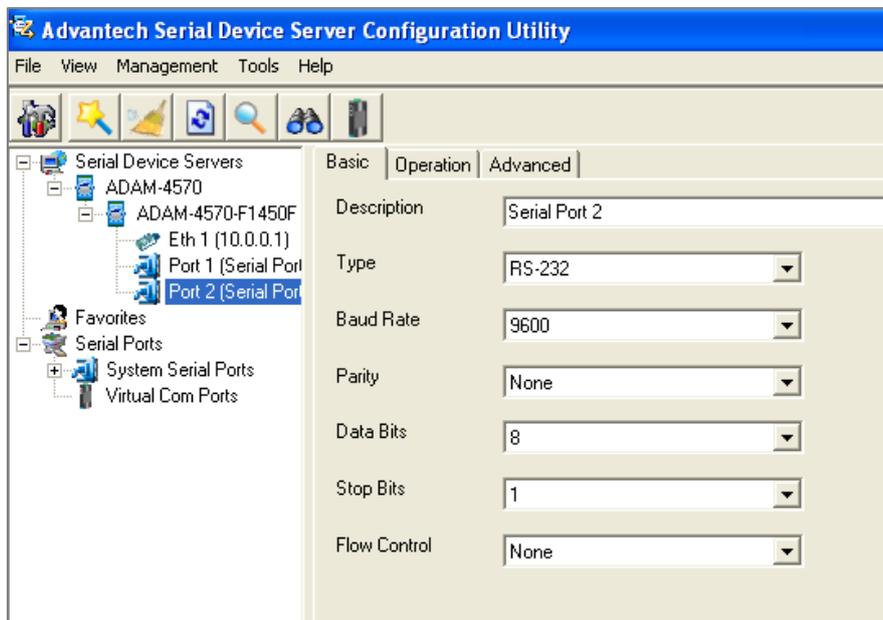
5.2 Configuration des ports

Double-cliquez sur le **Port 1** et définissez le comme ci-dessous (RS-485):



Puis cliquez sur **Apply** ou **Apply All Ports** pour sauvegarder et activer la nouvelle configuration.

Double-cliquez sur le **Port 2** et définissez le comme ci-dessous (RS-232):



Puis cliquez sur **Apply** ou **Apply All Ports** pour sauvegarder et activer la nouvelle configuration.

Lors de la mise à jour, le module se réinitialise et disparaît donc de l'écran. Il faut attendre quelques secondes pour le voir réapparaître.

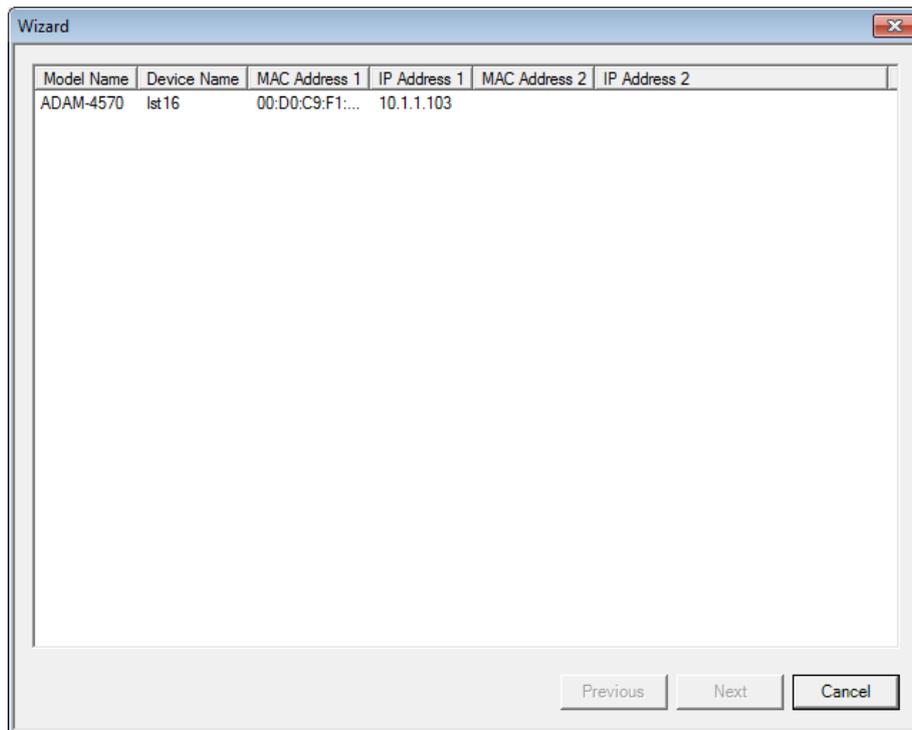


5.3 Installation des ports série

Il est maintenant nécessaire de créer les deux ports virtuels. Pour cela, sélectionnez le menu **Management** puis cliquez sur **Configuration Wizard**.



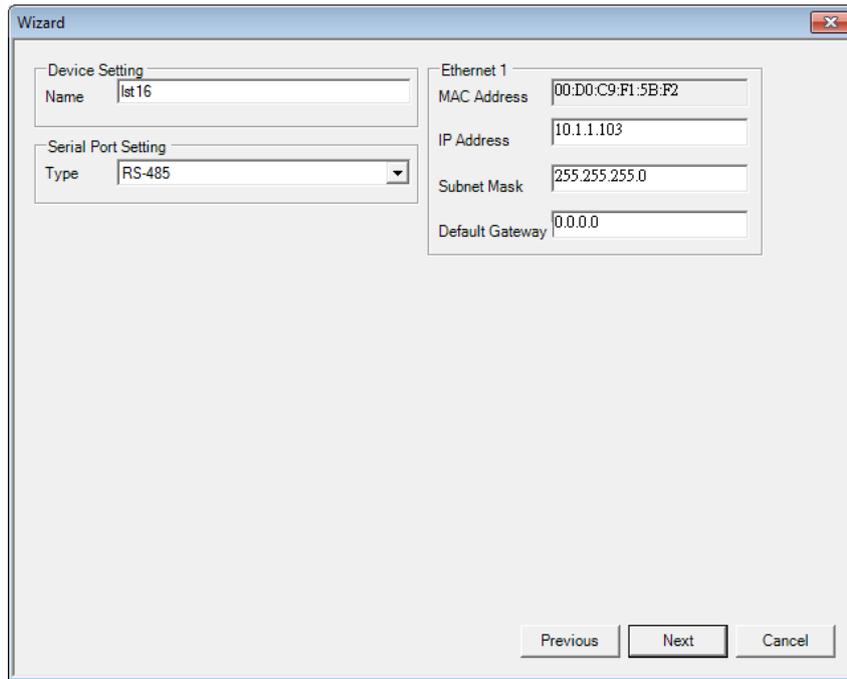
La fenêtre suivante apparaît :



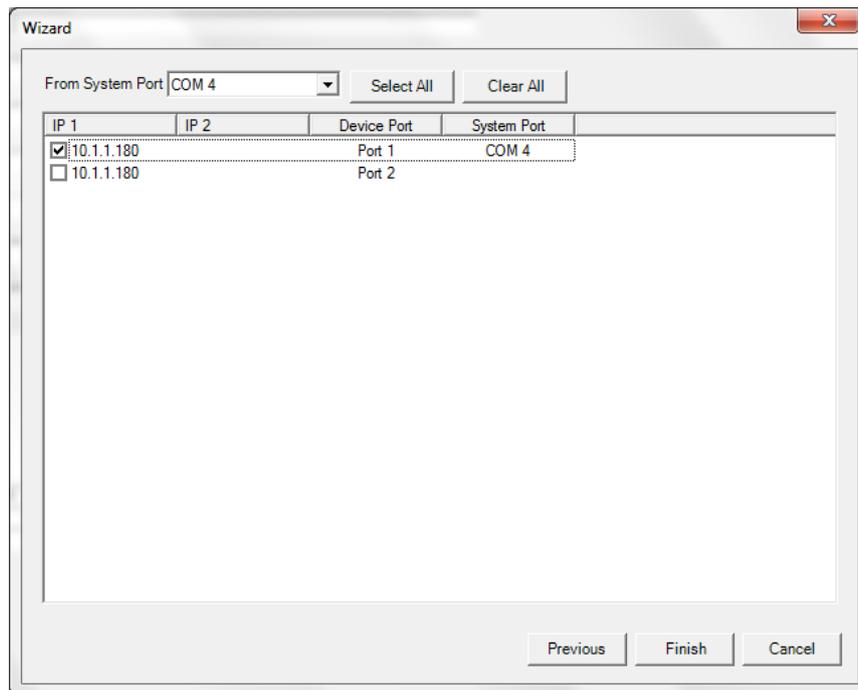
Sélectionnez le module ADAM-4570 et cliquez sur **Next**.

Sélectionnez RS-485 comme port en série et cliquez sur **Next**.





Sélectionnez l'adresse du port virtuel en série pour l'associer au Port 1/RS-485 puis, cliquez sur **Finish** (COM 4 en général).



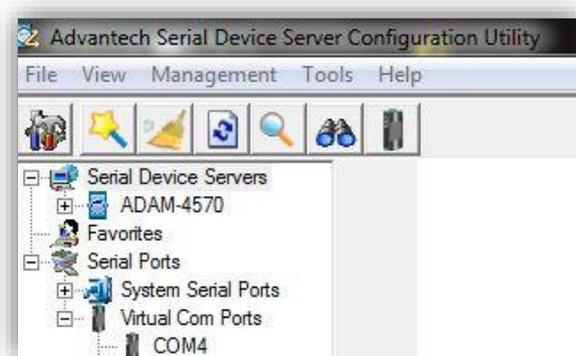
L'installation du port commence. Cette opération peut prendre du temps.

Windows peut afficher l'un des 2 écrans ci-dessous ; cliquez respectivement sur Continuer ou Installer.





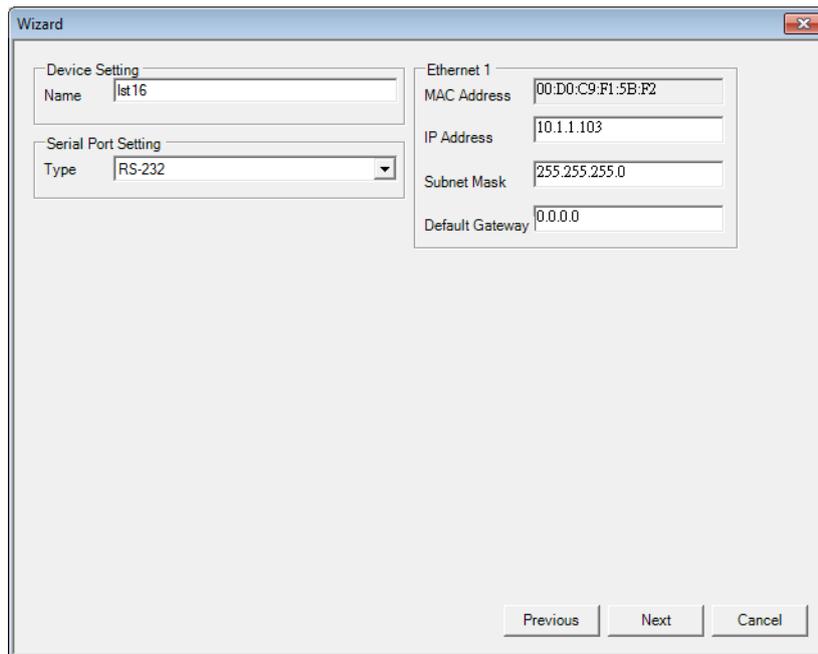
Lorsque l'installation est finie, un message apparaît : "**Wizard complete!**" L'écran principal du logiciel affiche alors les ports virtuels en séries.



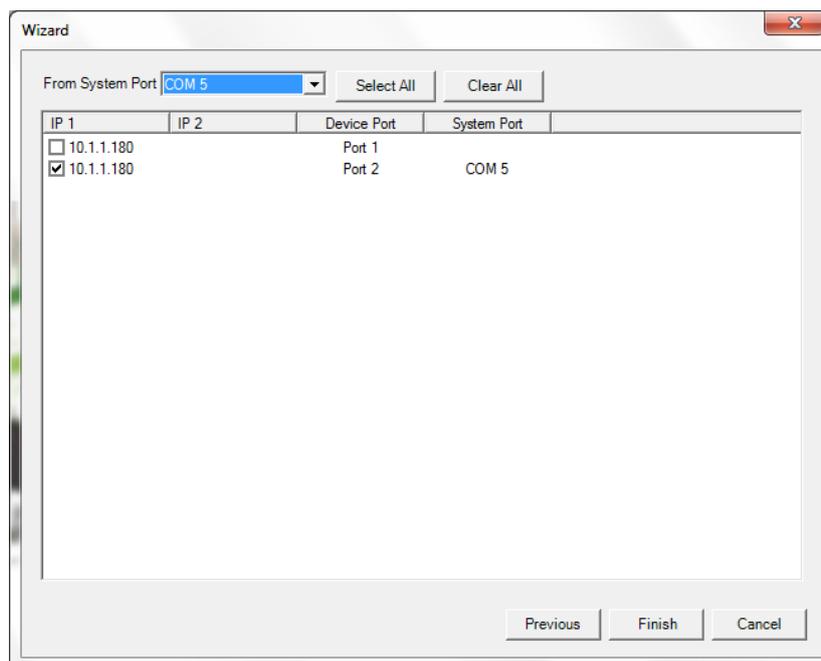
 **Cette opération doit être répétée pour le second port virtuel (Port 2/RS-232).**

Retournez sur la fenêtre précédente en utilisant la **Configuration Wizard**. Pour cette fenêtre, sélectionnez RS-232 comme type de port en série et cliquez sur **Next**.





Sélectionnez l'adresse du port virtuel en série pour lui associer le port 2/RS-232 puis cliquez sur **Finish** (COM 5 en général).



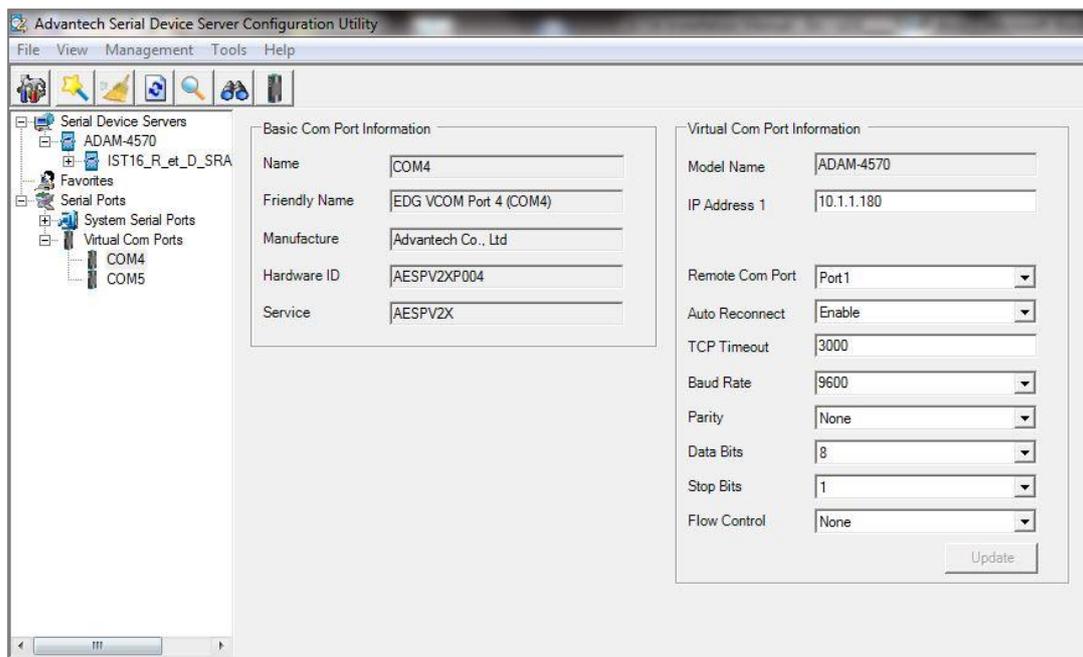
L'installation du port commence. Cette opération peut prendre du temps.

Windows peut afficher l'un des 2 écrans ci-dessous ; cliquez respectivement sur Continuer ou Installer.





Lorsque l'installation est finie, un message apparait : "**Wizard complete!**". L'écran principal du logiciel affiche alors les ports virtuels en séries.

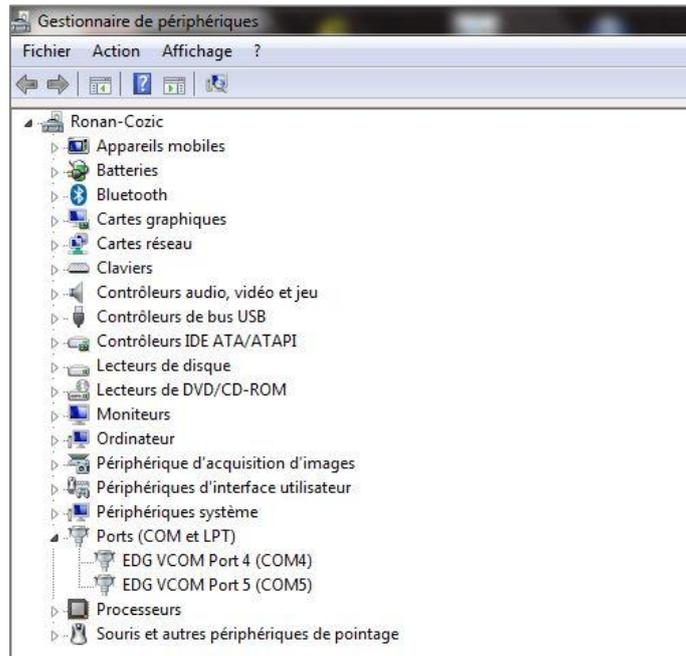


 **Quand la configuration de l'IST16 est terminée, il est nécessaire de le réinitialiser afin que les nouveaux paramètres soient pris en compte.**

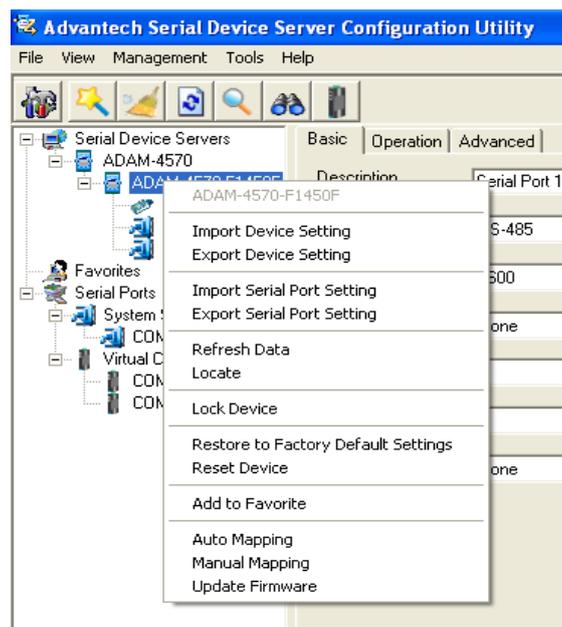
Il n'est pas nécessaire de relancer Windows, les ports sont automatiquement reconnus.

Il est important de mettre le paramètre **Auto Reconnect** avec **Enable** (voir la fenêtre ci-dessus) pour que le port soit automatiquement reconnecté à chaque démarrage de l'ordinateur.

Une fois que l'installation des ports virtuels est terminée, il est possible de vérifier s'ils sont correctement détectés en utilisant le **Microsoft Windows Device Manager**:



La configuration peut être sauvegardée.



6. Configuration et installation du logiciel de l'IST16

6.1 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.

6.2 Configuration des vannes

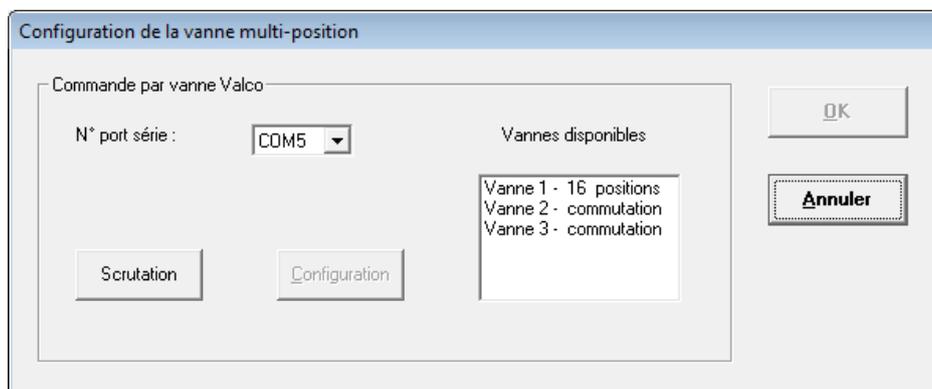
La configuration avancée de l'instrument est accessible par le menu **Interface\Configuration**. Il faut alors taper le mot de passe et l'identifiant avancé.

Identifiant : **System**

Mot de passe : **0478442947**

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

Une fois le mot de passe rentré, sélectionnez le menu **Interface\Configuration\Vannes**.

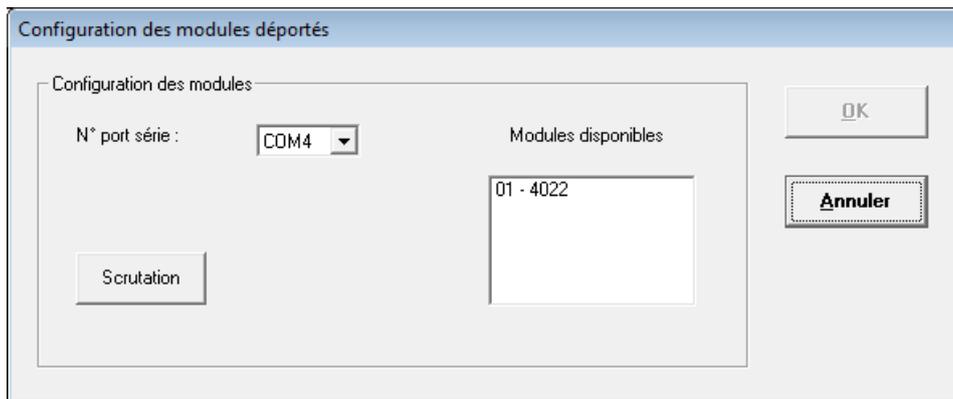


Vous devez sélectionner le port série virtuel de l'ordinateur associé au Port 2/RS-232 (COM 5 en général). Il faut alors cliquer sur le bouton **Scrutation** pour vérifier que la rotation interne des vannes de l'IST16 est bien détectée.

- Vanne 1, vanne multi-position.
- Vanne 2, vanne de commutation 4 voies utilisée pour l'isolement.
- Vanne 3, vanne de commutation 6 voies utilisée pour l'injection.

6.3 Configuration du module de régulation

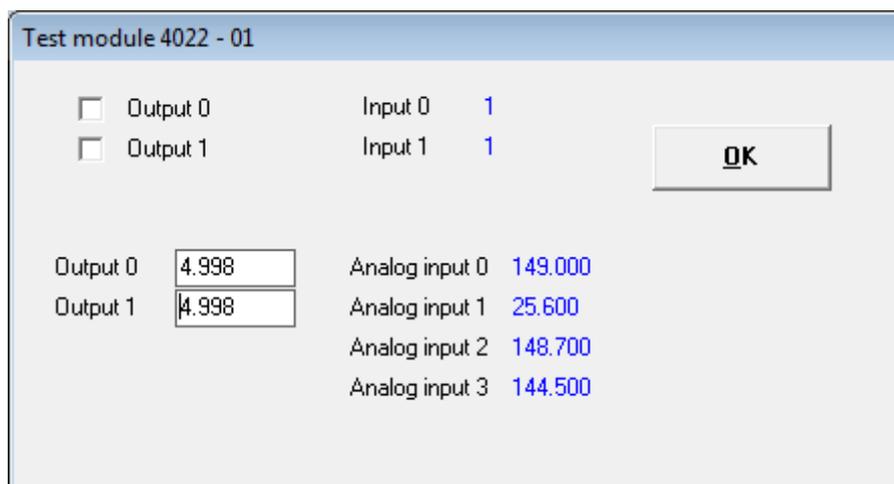
Sélectionnez le menu **Interface\Configuration\Module déporté**. La page suivante d'affiche :



Vous devez sélectionner le port série de l'ordinateur associé au Port 1/RS-485 (COM 4 en général). Vous devez ensuite rechercher les différents modules installés dans le coffret avec le bouton **Scrutation**. Pour valider la configuration, cliquez sur le bouton **Ok**.

6.4 Test du module de régulation du chauffage

Lorsque vous paramétrez le port série de connexion du module de régulation, un bouton **Test** peut être affiché suivant vos droits d'accès. Si vous cliquez sur ce bouton, la fenêtre suivante s'affiche.



Vous pouvez alors vérifier le fonctionnement du module.



6.5 Configuration des relais

Il est possible de vérifier la configuration des relais dans la fenêtre suivante. Pour y accéder, sélectionnez le menu **Configuration\Relais**. Ceci est la configuration par défaut automatiquement proposée après l'installation du logiciel.

	Périphérique	Numéro
Vanne d'isolement :	Vanne	2
Vanne d'injection :	Vanne	3
Vanne M.P.A. :	01 - 4022	1
Vanne de rinçage :	Aucune	1
Start chromatographe :	01 - 4022	2

6.6 Configuration des entrées logiques

Il est possible de vérifier la configuration des entrées logiques dans la fenêtre suivante. Pour y accéder, sélectionnez le menu **Configuration\Entrées logiques**. Ceci est la configuration par défaut automatiquement proposée après l'installation du logiciel.

	N° entrée	Etat au repos
GC Ready	1	<input checked="" type="checkbox"/>
Start externe	2	<input checked="" type="checkbox"/>

Le paramètre **GC Ready** est utilisé par l'IST16 pour vérifier le statut prêt du chromatographe en phase gazeuse avant d'injecter les échantillons stockés dans la colonne.

Le paramètre **Start externe** est utilisé pour démarrer la séquence de stockage quand la TGA commence sa rampe de température.

6.7 Options avancées

Il existe deux modes d'utilisation de l'interface et deux modes de saisie des différents temps.

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



La page suivante s'affiche :



Options avancées

Temps de stabilisation (s) : 60

Mode d'injection : Stockage

Programmation du stockage des boucles en temps cumulé

OK

Annuler

Le « temps de stabilisation » est le temps d'attente lorsque les chauffages du four et des lignes atteignent, à $\pm 5^{\circ}\text{C}$, les températures demandées. L'état « Prêt » de l'interface est obtenu à la suite de ce temps. Si ce temps est nul, aucun contrôle de la température n'est effectué.

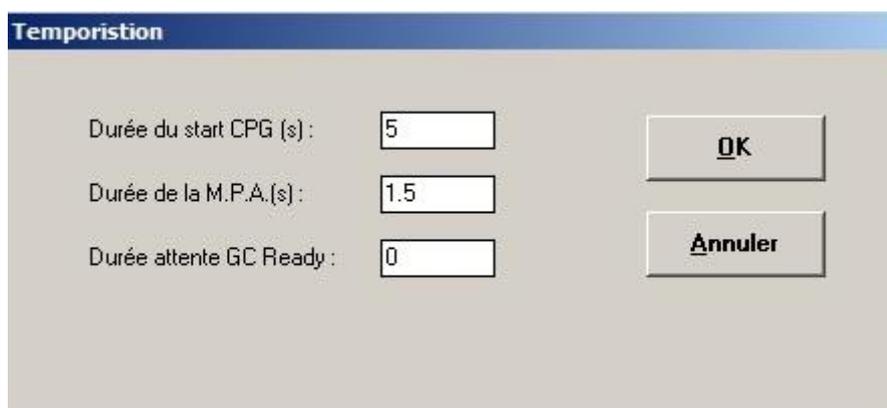
Par défaut, l'interface est utilisée en mode stockage. Vous pouvez utiliser également le mode vanne d'injection qui sera décrit dans le chapitre 8.

Par défaut, les temps de stockage et de rinçage sont saisis comme des durées. Vous avez la possibilité de modifier ce mode afin de les saisir comme des temps programmés par rapport au temps 0.

6.8 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\Temporisation**.

La page suivante s'affiche :



Temporisation

Durée du start CPG (s) : 5

Durée de la M.P.A.(s) : 1.5

Durée attente GC Ready : 0

OK

Annuler

Configuration des temporisations



7. Opérer avec le logiciel de l'IST16

La séquence IST16 typique est comme suit :

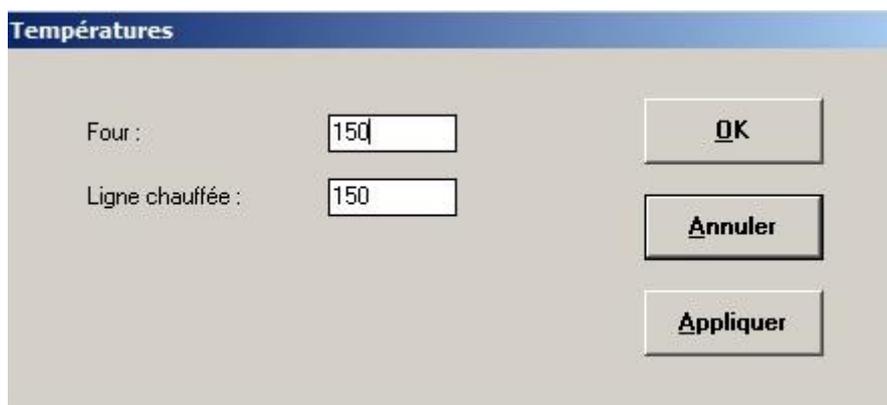
1. Première étape : stockage de l'échantillon dans différentes boucles au temps programmé.
2. Deuxième étape : les boucles sont injectées et analysées l'une après l'autre.
3. Troisième étape : les boucles sont nettoyées avec le gaz qui s'écoule du TGA à la fin de la séquence des analyses GC.

La séquence de stockage ne peut être lancée que lorsque toutes les températures de l'interface de stockage sont stables. Avant chaque injection d'une boucle, le logiciel vérifie que le chromatographe en phase gazeuse est en état prêt (couleur verte). En alternative pour un GC spécial ou d'autres appareils, un "paramètre de temps de cycle GC" peut être utilisé pour régler un délai entre deux boucles d'injection. Si « Temps de cycle GC » n'est pas nécessaire, il est recommandé de le régler à 600 secondes comme ci-dessous (plus court que le temps d'analyse GC).



7.1 Températures

La température du four des vannes et de la ligne de transfert peut être modifiée dans le menu **Paramètres\Températures**. La fenêtre suivante apparaît.



Il est possible de régler les deux températures entre 150 et 250°C. Cliquez sur "Appliquer" pour envoyer des valeurs à l'interface de stockage, puis cliquez sur "OK" et enregistrez 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.

7.2 Temporisation

Certaines commandes doivent rester actives pendant un certain temps. Les paramètres ci-dessous ont été optimisés lors des tests de fin de fabrication IST16 et ne doivent pas être modifiés par un non-spécialiste.

Temporisation

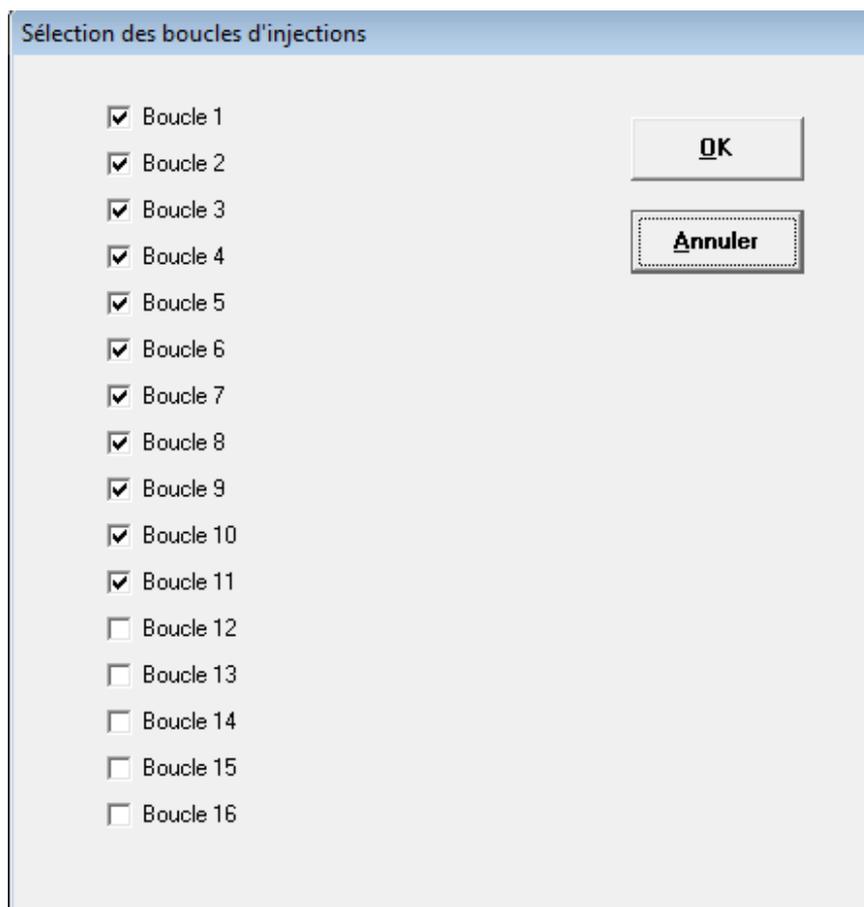
Durée du start CPG (s) :	<input type="text" value="1"/>	<input type="button" value="OK"/> <input type="button" value="Annuler"/>
Durée de la M.P.A.(s) :	<input type="text" value="0.5"/>	
Durée attente GC Ready :	<input type="text" value="0"/>	

7.3 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\Sélectionner les boucles**.

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





7.4 Temps de stockage et temps de rinçage

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

En outre, vous devez entrer un temps de lavage pour chaque boucle (généralement de 30 à 300 secondes). Ce temps de lavage est la durée de l'étape de nettoyage de chaque boucle qui sera atteinte après la fin de la séquence d'injection.



Durées stockage et rinçage

Programmation du stockage des boucles en temps cumulé

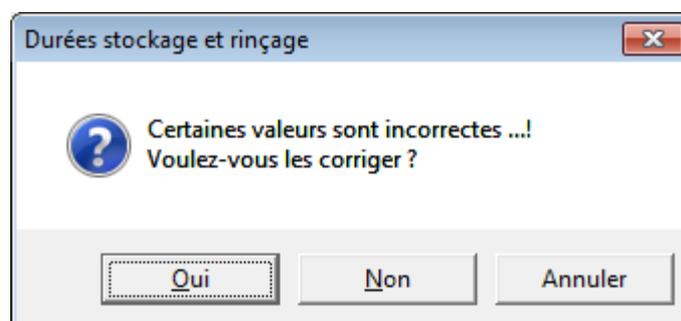
	Stockage	Rinçage
Boucle 1 :	0	0
Boucle 2 :	10	2
Boucle 3 :	20	4
Boucle 4 :	30	30
Boucle 5 :	40	40
Boucle 6 :	50	50
Boucle 7 :	60	60
Boucle 8 :	62	70
Boucle 9 :	80	80
Boucle 10 :	90	90
Boucle 11 :	100	100
Boucle 12 :	110	110
Boucle 13 :	120	120
Boucle 14 :	130	130
Boucle 15 :	140	140
Boucle 16 :	150	150
Durée totale :	150 secs	

OK

Annuler

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 "Ok", 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.

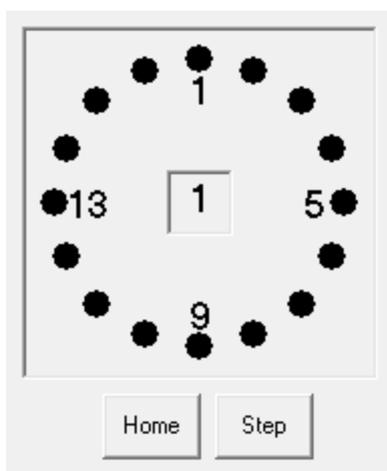
Toutes les valeurs de temps sont sauvegardées avec la méthode.

7.5 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.

Lorsque l'ensemble des boucles a été injecté, le logiciel peut, suivant la méthode, lancer une ou plusieurs séquences de rinçage.

Vous pouvez également directement lancer une séquence de rinçage lorsque l'IST16 est en repos en cochant l'option **Rinçage** et en cliquant sur le bouton **Start**. Toujours lorsque l'interface est en repos, vous avez la possibilité de commuter la vanne multi-position par les boutons "Home" et "Step".



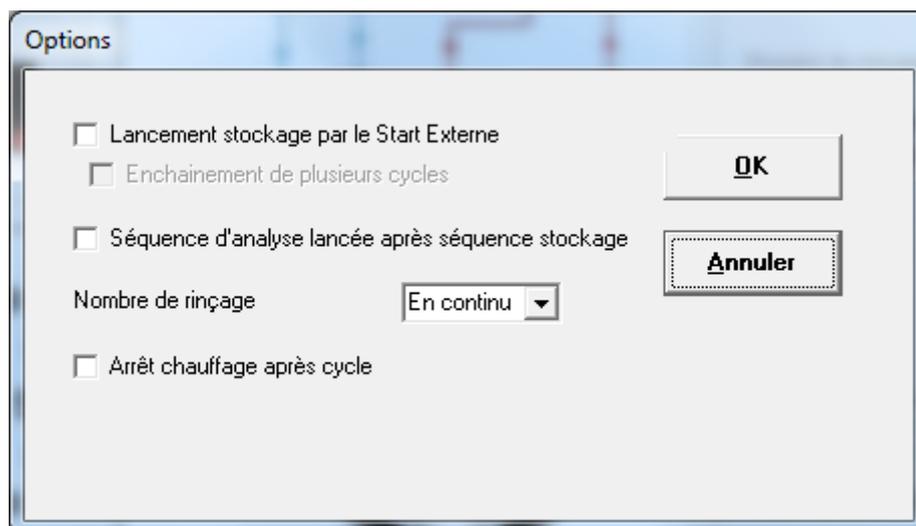
L'appui sur le bouton "**Home**" permet de positionner la vanne sur la première position active.
L'appui sur le bouton "**Step**" permet de faire avancer la vanne d'une position active.

7.6 Options

Par défaut, le logiciel attend une action de l'opérateur pour enchaîner chaque séquence.

Vous avez la possibilité d'enchaîner automatiquement ces séquences via le menu **Paramètres\Options**.





Cochez le ou les enchaînement(s) désiré(s).

Lancement stockage par le Start Externe : si coché, après que le pré-lancement manuel ait été fait, l'IST16 attendra la commande provenant de l'appareil externe (généralement la TGA).

Séquence d'analyse lancée après séquence stockage : si coché, ces 2 étapes sont automatiquement enchaînées.

Arrêt chauffage après cycle : si coché, le four et les lignes de transfert seront automatiquement arrêtés après la séquence d'analyse.

Lorsque les cases à cocher "Lancement stockage par le Start Externe" et "Séquence d'analyse lancée après séquence stockage" sont cochées, la case à cocher "Enchaînement de plusieurs cycles" est disponible.

Dans ce cas, l'IST16 se remet en "attente start externe" à la fin de l'analyse de la dernière boucle stockée. Attention, il est nécessaire de modifier le temps de cycle de la TGA en conséquence

8. 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 :

1. sans multi-injection (gaz sampling valve): l'interface injectera une seule fois dans le chromatographe pour chaque analyse. Les paramètres peuvent être modifiés par le menu **Paramètres\Injection**. La fenêtre suivante s'affiche :



Paramètres de l'injection

Durée d'injection (s) :

Durée du cycle GC (mn) :

Boucle sélectionnée :

Lancement par start externe

Injection en : minutes secondes

N° injection	Injection à
1	0.00
2	21.00
3	41.00
4	61.00
5	

OK

Annuler

Dans l'exemple ci-dessus, 4 analyses GC à partir de 4 échantillons distincts au niveau de l'ATG pourront être réalisées.

- 2. avec multi-injection : l'interface injectera plusieurs fois dans le chromatographe durant la même analyse.

Les paramètres peuvent être modifiés par le menu **Paramètres\Injection**. La fenêtre suivante s'affiche :

Paramètres de l'injection

Temps attente (mn) :

Durée d'injection (s) :

Durée du balayage (s) :

Durée analyse GC (mn) :

Temps entre 2 injections : 1.00 mn

Nombre d'injections :

Boucle sélectionnée :

Lancement par start externe

OK

Annuler



Dans l'exemple ci-dessus, l'interface injecte toutes les minutes lors de l'expérimentation ATG, avec une première injection après 5 minutes de balayage de la boucle.

9. Procédure d'arrêt

Avant d'arrêter électriquement l'IST16, il est obligatoire de valider le menu « Arrêt chauffage ». Il coupe les deux chauffages de l'IST16.



Une fois que l'IST16 a atteint les deux consignes de 100°C, il peut être éteint électriquement. Cette opération peut prendre plus d'une heure.

Au moment de sa remise en route, l'IST16 ne chauffe pas de manière automatique. Pour le remettre en service, il suffit de charger une méthode, l'IST16 lancera alors une procédure dédiée de chauffage.

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 1/16" 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 (~ 20mL) 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.

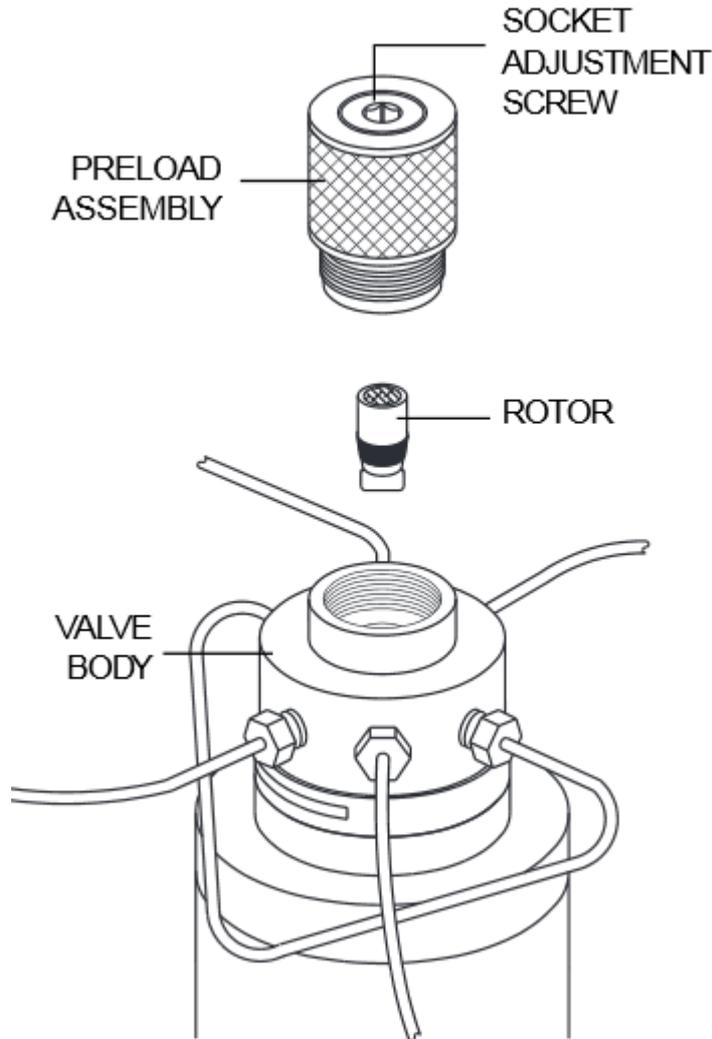
ATG

- 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



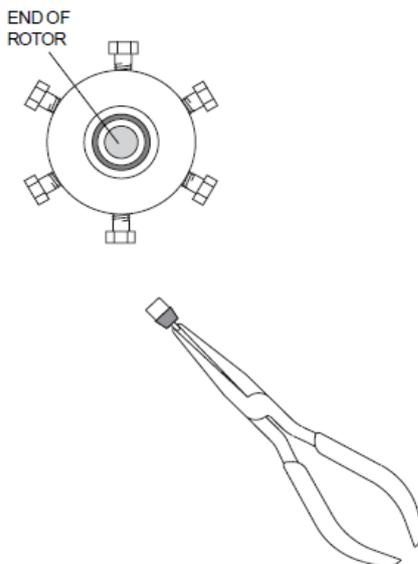
10.3.1 Démontez la vanne

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

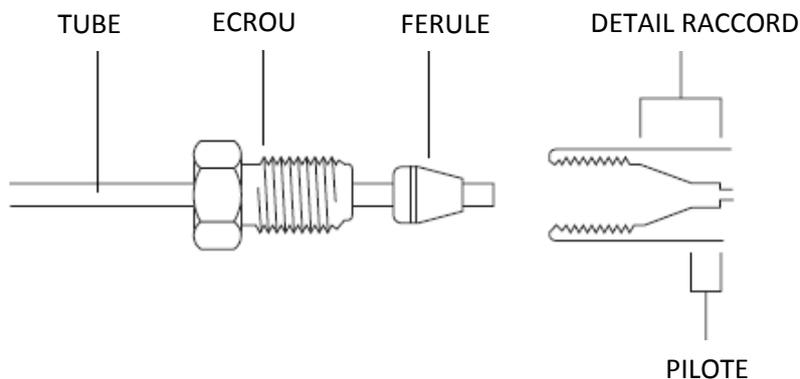
Rotor sale après plusieurs mois d'analyses

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.

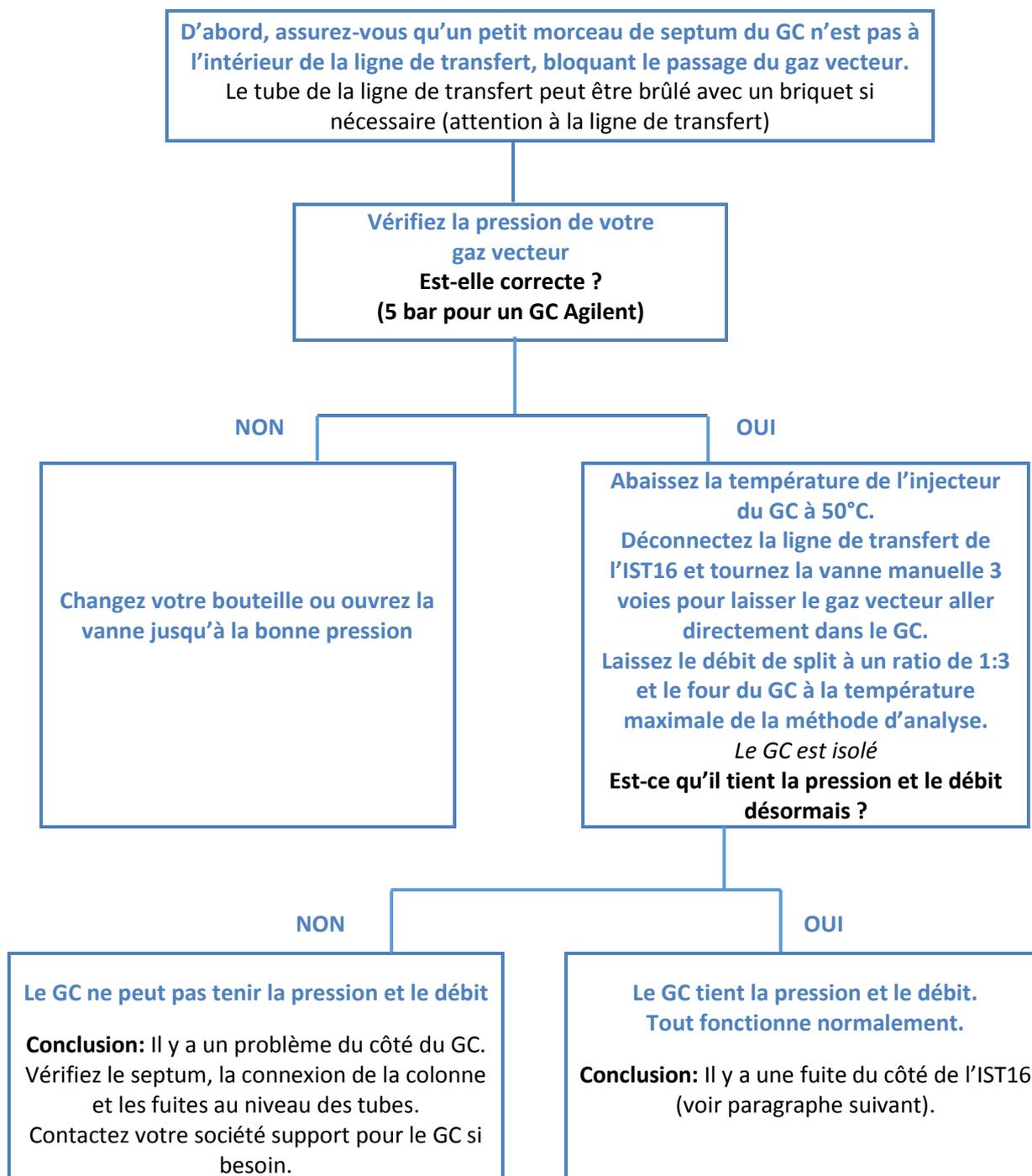


Problèmes les plus courants	Paragraphe
Pas de débit dans le GC Pas de pression dans le GC Le GC ne peut pas tenir la pression	11.1
Pas de pic Un petit pic Une restriction de débit Une pression en sortie du four de l'ATG	11.2
Effet mémoire	11.3
Haut niveau d'air dans le MS	11.4
Problème avec l'affichage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



11.1 Problème de débit/pression avec le GC

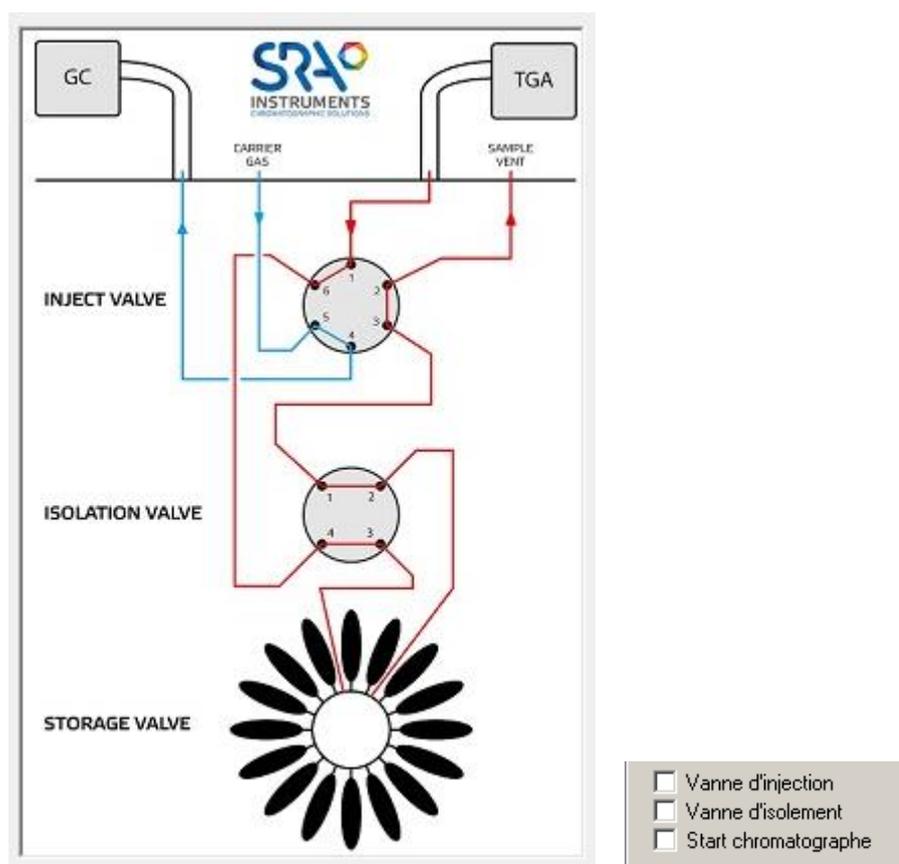
11.1.1 Trouver l'origine du problème



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 le logiciel de l'IST16 pour vous aider à trouver la fuite.

1^{ère} étape



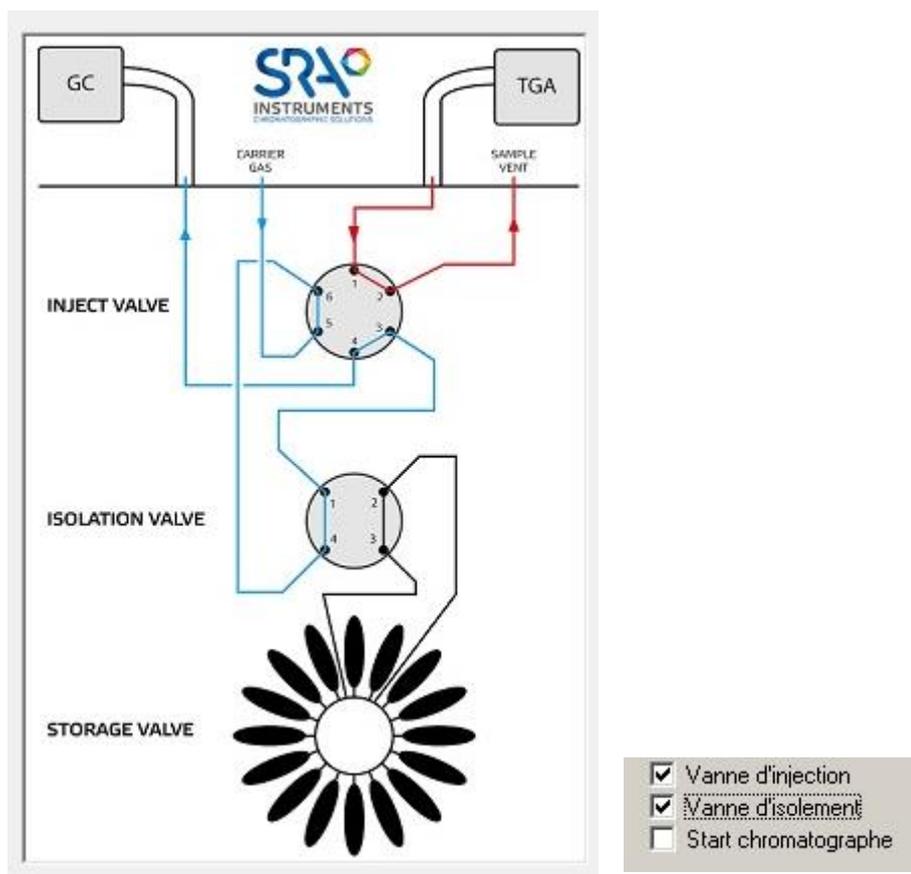
Dans cette configuration de l'IST16, la fuite peut être :

- 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

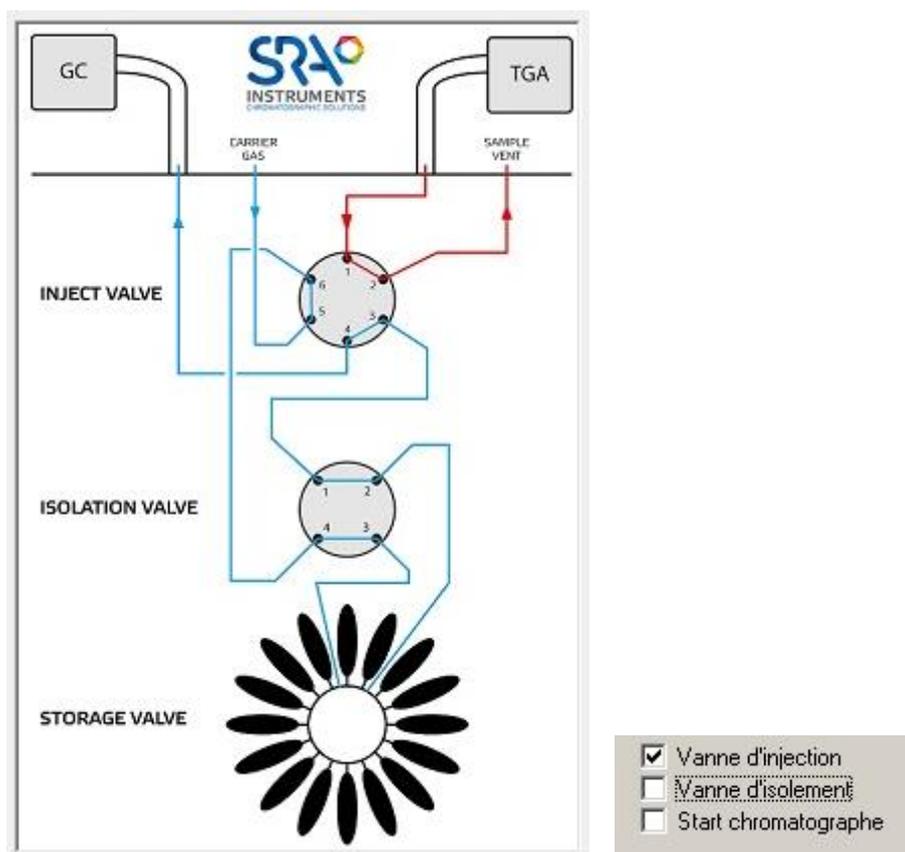


Dans cette configuration de l'IST16, la fuite peut être :

- 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



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

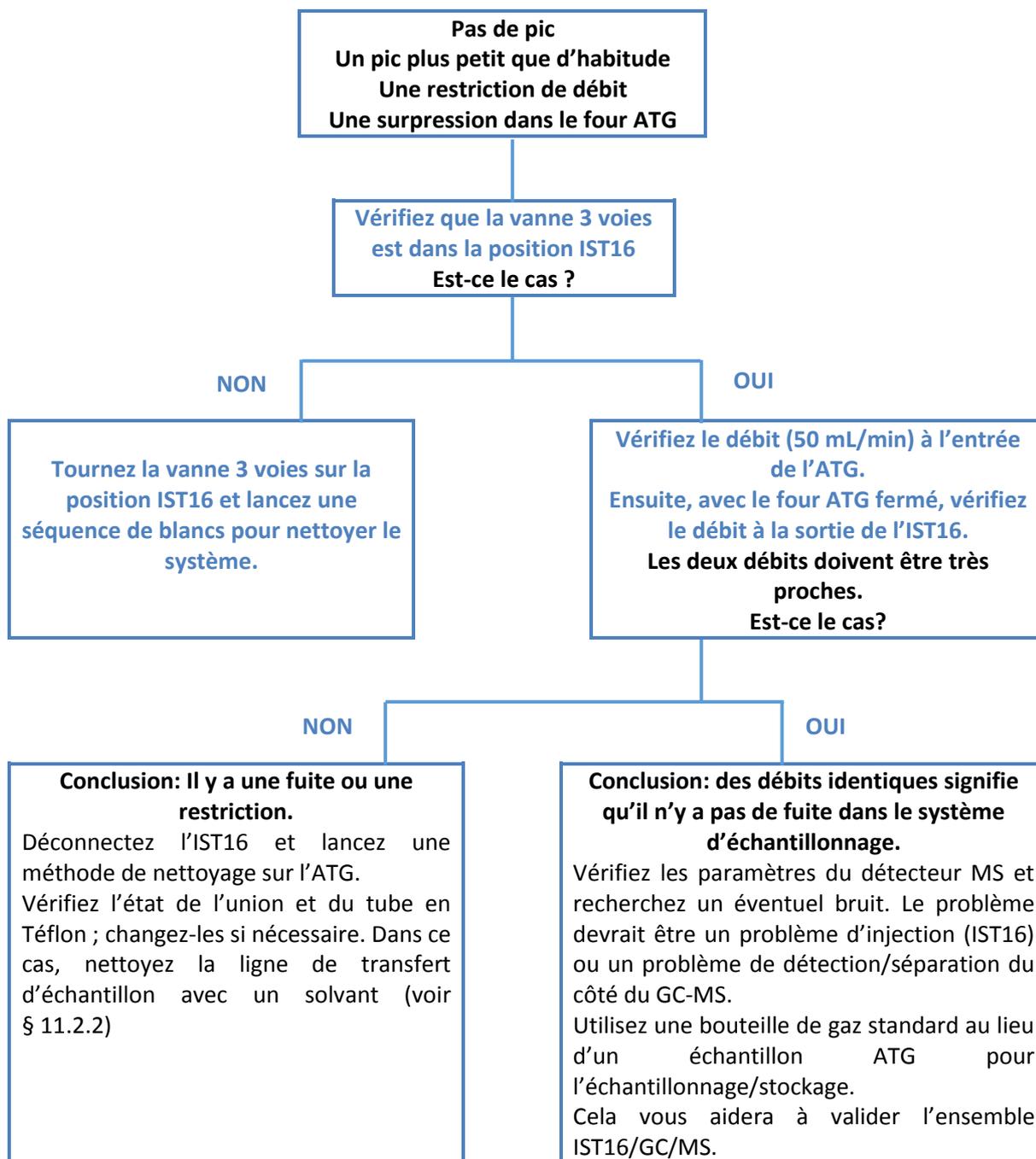
- Sur la boucle sélectionnée → **changez de boucle et vérifiez si la fuite a disparu, remplacez-la si nécessaire.**
- Sur le rotor de la vanne de stockage → **nettoyez le rotor (voir paragraphe 10.3) ; remplacez-le si nécessaire.**
- Sur la connexion entre la vanne d'isolement et la vanne de stockage → **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

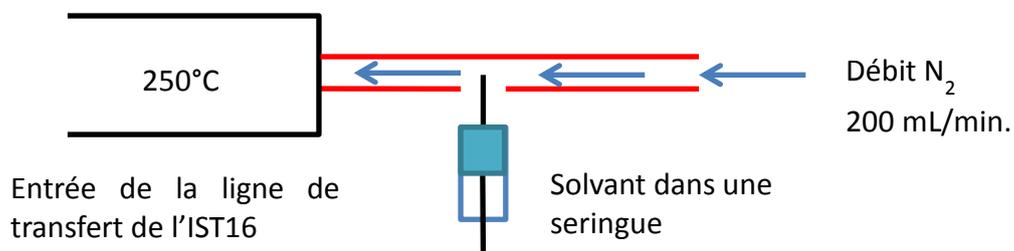
11.2.1 Trouver le problème



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.

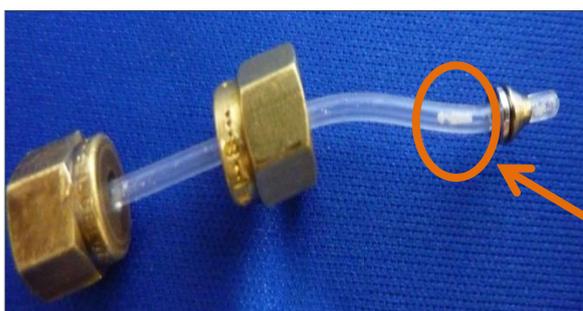


1. Programmez l'appareil à 250°C (ligne et four) et utilisez un flux d'azote pour pousser doucement un petit volume de solvant (alcool isopropylique) dans le système.
2. Une boucle contaminée ou une ligne de transfert peut également être remplacée. Le rotor doit être nettoyé après cette opération. Placez 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

L'effet mémoire vient de la ligne de transfert et des boucles de l'IST16, ou du four ATG.
Vérifiez l'état de l'union et du tube en Téflon ; changez-les si nécessaire.
Déconnectez l'IST16 de l'ATG. Connectez votre gaz réactif directement à l'IST16 sans passer par l'ATG. Lancez un stockage et une analyse avec 3 à 16 boucles.
Nettoyez le four de l'ATG avec une méthode dédiée.

Si l'effet mémoire est constant ou augmente, la plupart du temps cela vient de la ligne de transfert de l'IST16.
Nettoyez-la avec un solvant.
Lancez de nouveau un stockage et une analyse.
S'il y a vraiment une contamination importante, il est possible de changer une boucle ou la ligne de transfert.

Si l'effet mémoire diminue essai après essai, cela signifie que le problème vient du four ATG.
Lancez des blancs et des stockages avec un creuset vide en utilisant votre méthode ATG actuelle.

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

Abaissez la température de l'injecteur GC à 50°C.
Déconnectez la ligne de transfert de l'IST16 et tournez la vanne 3 voies pour laisser le gaz vecteur aller directement dans le GC.
Attendez 5 minutes et vérifiez à nouveau le niveau d'air dans le MS.
Est-il encore élevé ?

NON

Le problème vient de l'IST16
Référez-vous à la procédure de test de fuite:
Pas de débit dans le GC
Pas de pression dans le GC
Le GC ne peut pas tenir la consigne de pression (§ 11.1)

OUI

Le problème vient de l'entrée du GC, de la colonne, de la connexion au MS ou de la qualité du gaz vecteur.
Vérifiez tous ces éléments, changez le septum.
Contactez votre société support pour les GC si besoin.



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

Si vous voyez ceci :



La plupart du temps il s'agit d'un problème de communication.

Démarrez/arrêtez l'IST16.

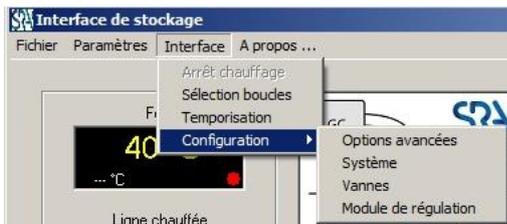
Vous pouvez essayer de rafraîchir la communication dans le menu interface puis cliquez sur configuration



Utilisateur : Config
Mot de passe : ist16

Alors vous pouvez accéder aux sous-menus :

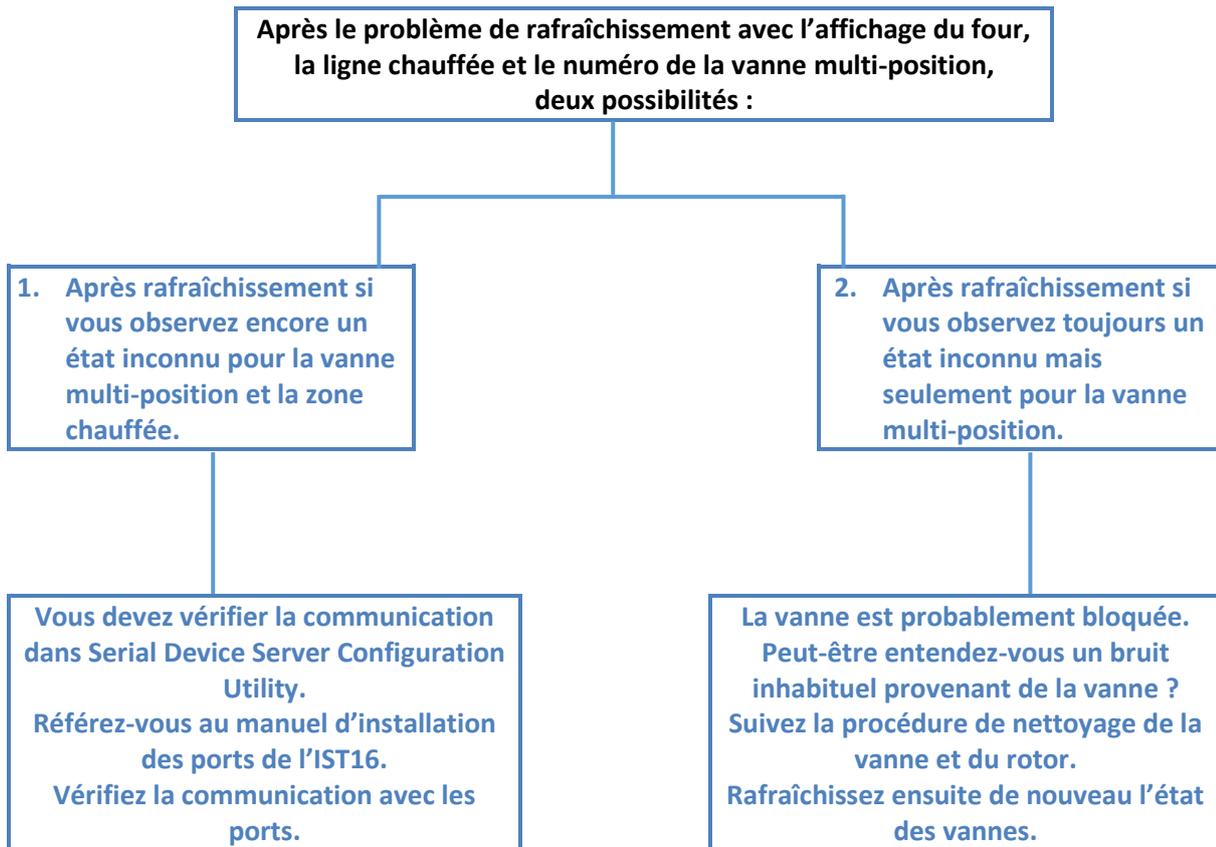
- Vannes
- Module de régulation



Cliquez sur *Scrutation* pour rafraîchir la communication.

Faites-le pour le sous-menu des vannes et pour les sous-menus du module électronique.





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

IST16 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.

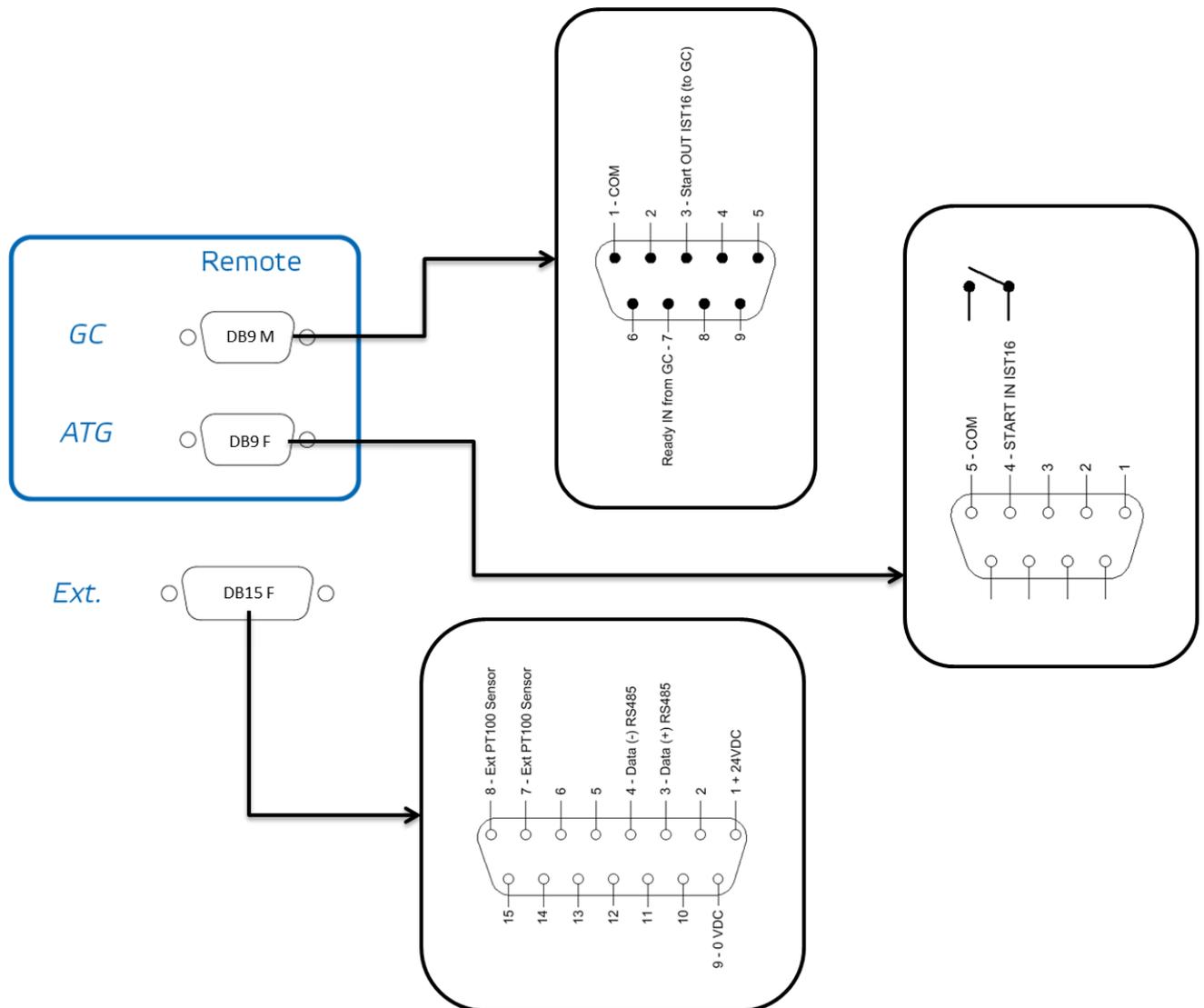
SRA INSTRUMENTS
210 rue des Sources
69280 Marcy l'Etoile
FRANCE

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

SA à Directoire et Conseil de
surveillance au capital de 150.000 €
RCS Lyon B 342 068 731
APE 4669B
SIRET: 342 068 731 00054
Code TVA FR 40342068731



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

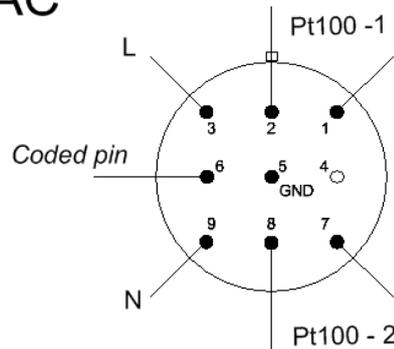
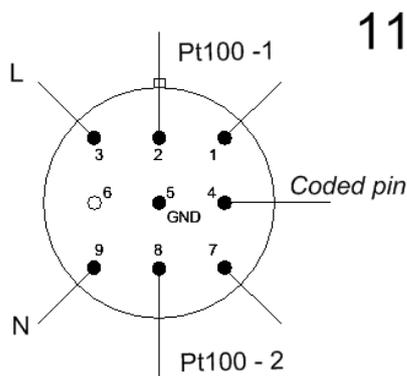


15. Annexe II : Connectique des lignes de transfert de l'IST16

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

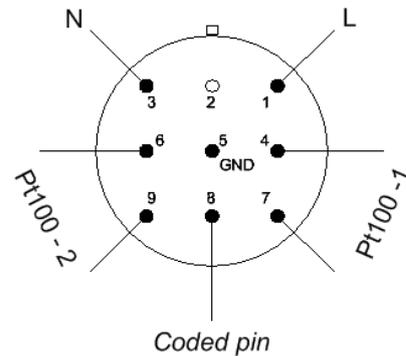
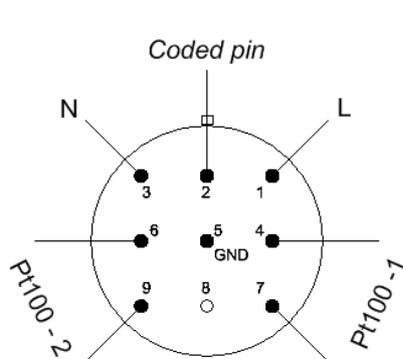
INPUT TRANSFER LINE

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.

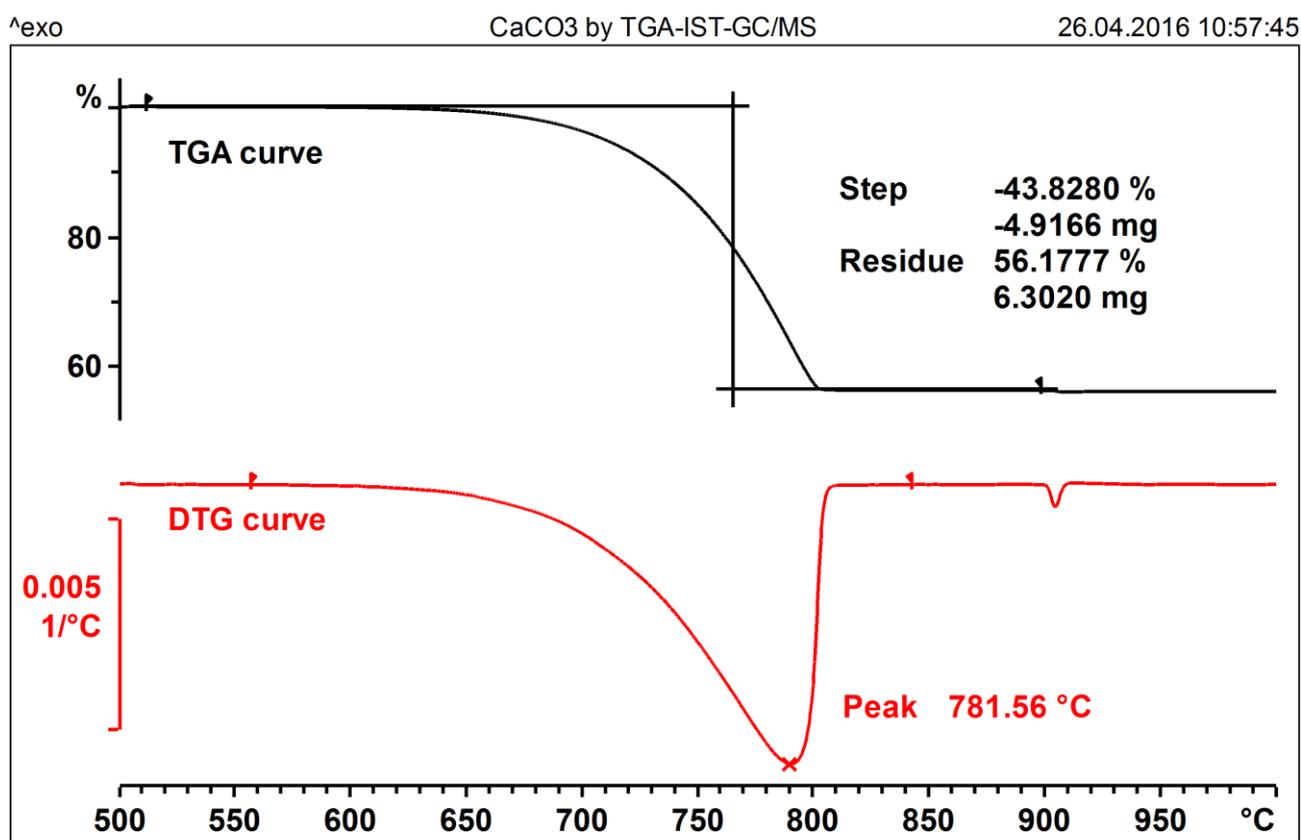


Figure 1 : Courbes TGA et DTG



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.

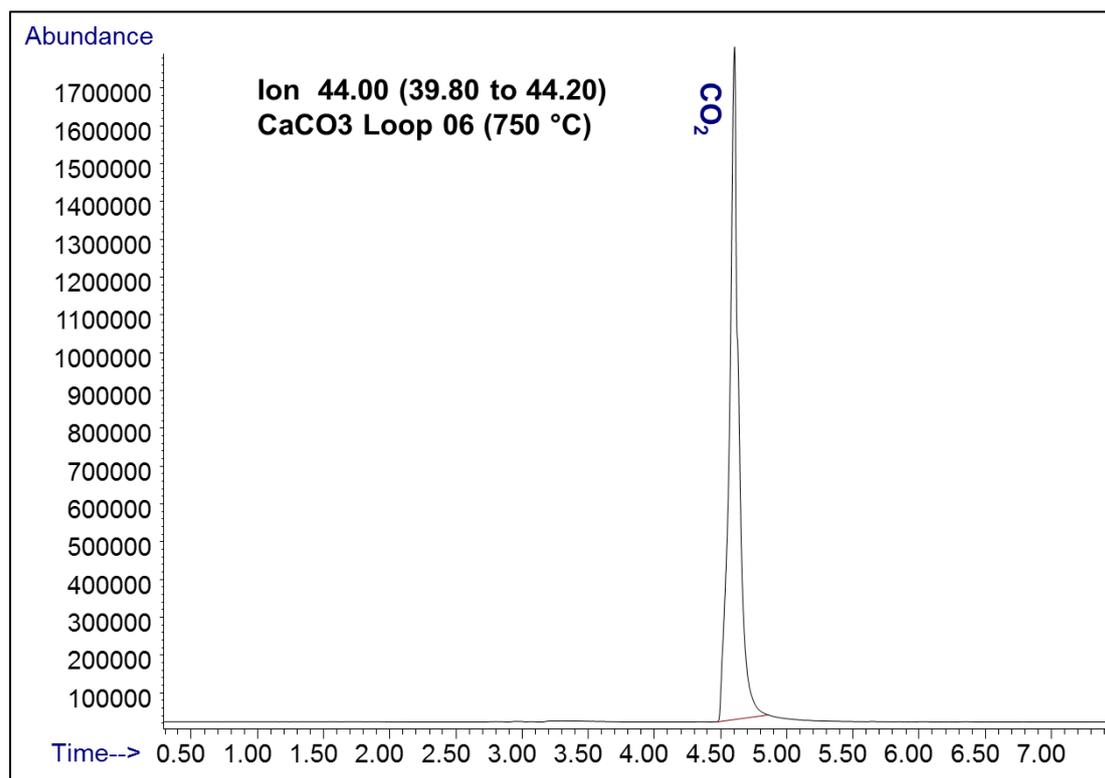


Figure 2 : m/z 44 de la boucle 06 (750 °C) (sans soustraction du fond)

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).

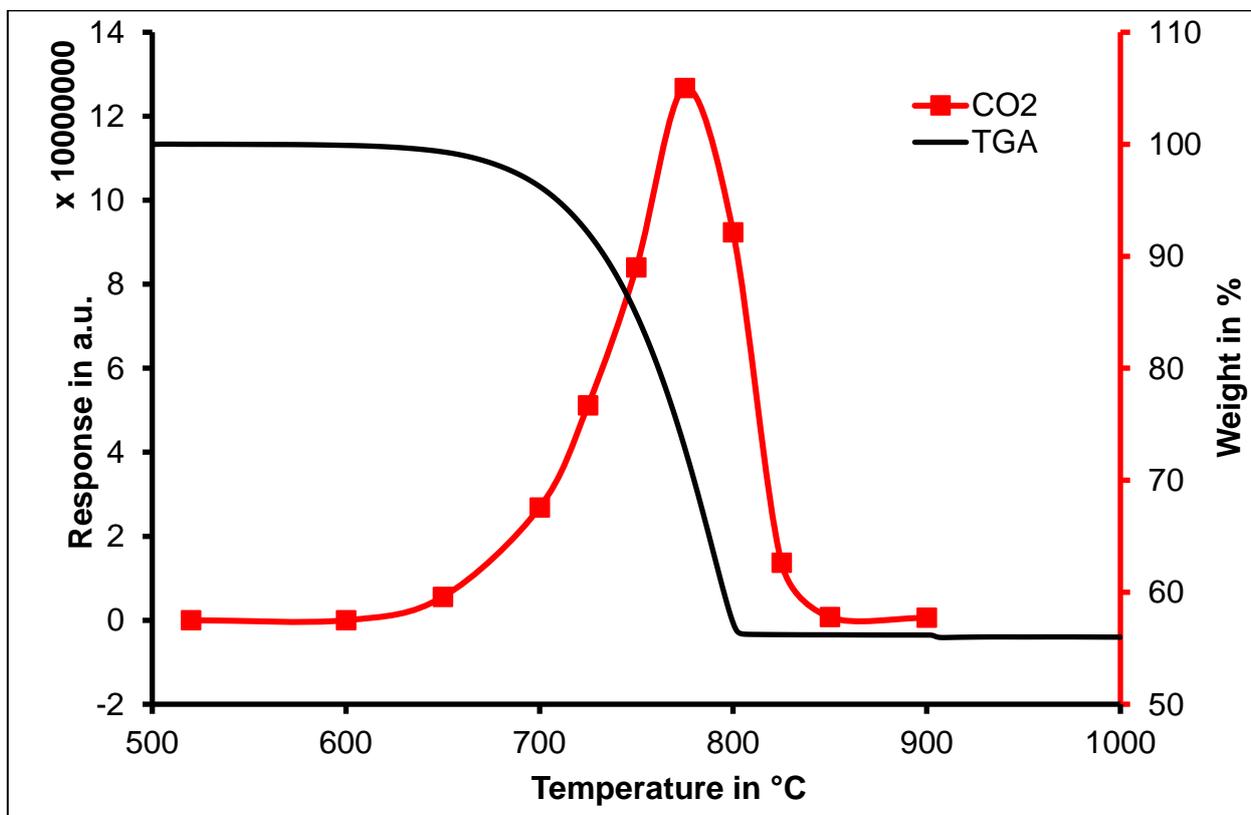


Figure 3 : Courbe TGA et profil d'évolution m/z 44

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.

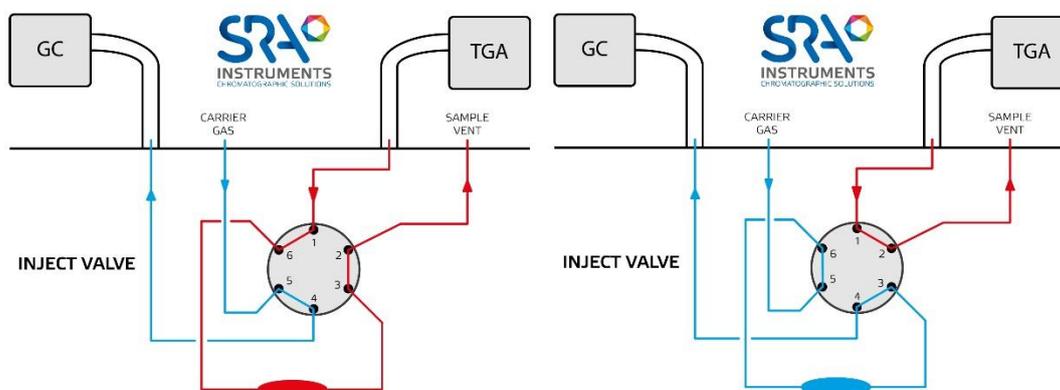
Clause de non-responsabilité

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.



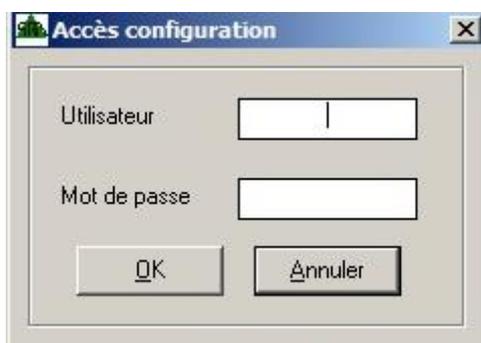
17. Annexe IV : IST1

L'IST1 contient seulement 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. Il est nécessaire de choisir le type d'interface IST1 dans la configuration. Seuls les modes multi-injection (par défaut) et vanne d'échantillonnage de gaz sont disponibles.

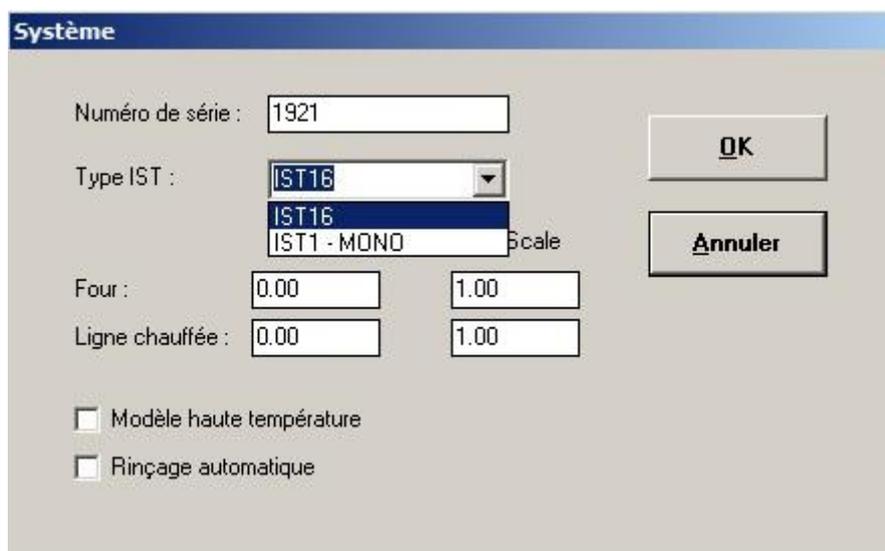
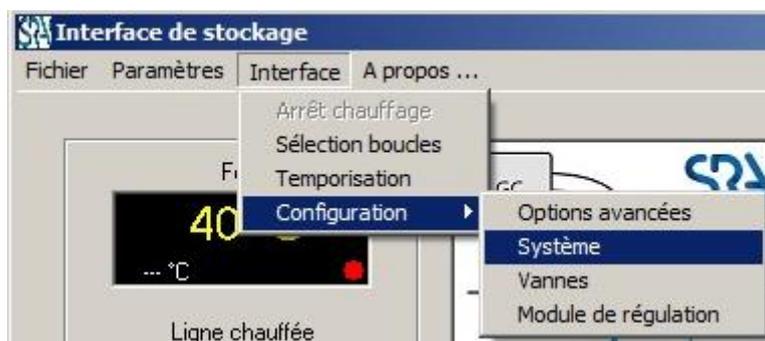
Toutes les configurations sont accessibles via le menu **Interface\Configuration**. Ce menu est protégé par un mot de passe.



Utilisateur : **Config** et Mot de passe : **ist16**



Vous pouvez choisir le type d'interface qui sera utilisé par le système.



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.



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

- EN 61010-1:2010 "Règles de sécurité pour appareils électriques de mesurage, de régulation et de laboratoire – Partie 1 : Exigences générales"
- EN 61010-2-081:2015 "Règles de sécurité pour appareils électriques de mesurage, 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

- EN 61326-1:2013 "Matériel électrique de mesure, de commande et de laboratoire – Exigences relatives à la CEM – Partie 1 : Exigences générales"
- NF-EN 61000-4-2:2009-06 "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 20 décembre 2017

Représentant légal,
Luigi COBELLI

Luigi COBELLI


210 rue des Sources
69280 MARCY L'ETOILE
Tél. 04.78.44.29.47
Fax 04.78.44.29.62
www.sra-instruments.com
SIRET 342 068 731 00054

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.sra-instruments.com

SA à Directoire et Conseil de
surveillance au capital de 150.000 €
RCS Lyon B 342 068 731
APE 4669B
SIRET: 342 068 731 00054
Code TVA FR 40342068731

