	<b>PROCEDURE</b>	Pr Bioch Ma 011
	<b>Utilisation</b> <b>CPG Clarus 580 GC</b>	Version : 5
		Date de 1 <sup>ère</sup> mise en circulation : Version de travail 26/04/2013
		Mise à jour AQ : 02/09/2014
		Page : 1/4

## 1. Préparation du chromatographe :

1.1. Allumer le compresseur (bouton marche/arrêt sur le devant).

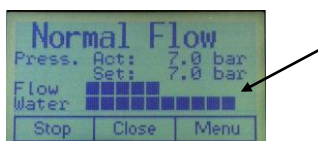
1.2. Allumer le générateur d'air (attendre environ 30 minutes qu'il soit opérationnel avant d'allumer la CPG. Au toucher, la face doit être chaude). Pression réglée sur 6 bars (manomètre sur le côté). Purger l'eau si besoin à côté du manomètre.

1.3. Allumer le générateur d'hydrogène : appuyer sur le bouton « **start** ».

L'unité monte en pression interne, affichage : « **reach normal pressure** ». Attendre qu'il atteigne 100%. Le générateur affiche « **normal pressure** ».

Si la CPG n'est pas encore allumée, le générateur ne peut atteindre sa pression de travail (**Flow** à 0 barre).

Quand la CPG est allumée et que le générateur est opérationnel, il affiche : « **Normal flow ; pression set : 7 bar ; pression act : 7 bar ; Stop et Close** ».



Les barres représentent le débit réel.

10 barres = 160 mL H<sub>2</sub>/mL H<sub>2</sub>O.

On ne doit jamais aller au-delà de 80% du max, sinon **risque de fuite**.

1.4. Mise en route du chromatographe : fermer la porte du four et allumer

l'appareil (bouton marche/arrêt sur le côté).

1.5. Appuyer sur « **login** » sur l'écran de la CPG et s'identifier en tant que « administrateur ».

## 2. Configurer la CPG :

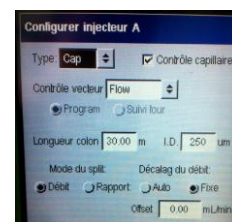
2.1. Appuyer sur « **tools** » puis « **Editeur de méthode** » puis « **fichier** » puis « **nouvelle méthode** » ou « **ouvrir** ». Si nouvelle méthode, procéder à la programmation du four.

Appuyer sur « **Bien** » pour valider son choix.

2.2. Appuyer sur « **appliquer la méthode** » puis « **bien** » pour valider.

2.3. Appuyer sur « **quitter l'éditeur** » : l'écran se remet sur sa position d'attente.

2.4. Vérifier dans « **configuration injecteur A** » que : **Longueur colonne = 30,00 m**, diamètre interne = **250 µm**.



- Vérifier dans « **tools** » puis « **configuration du four** ». T° limite = **220°C**.



- Vérifier dans « **tools** » puis « **configuration A-FID** » que : **Air = 400 mL/min ; H2 = 40 mL/min ; Offset = 5 mV**.




- Vérifier dans la méthode choisie, que :

« **A-Cap** » = température injecteur au **moins 20°C au-dessus** de la température d'ébullition du composé le moins volatil (par ex : **220°C** pour méthode dosage alcools, bien au-dessus des points d'ébullition), la température doit toujours être comprise entre 220 et 250°C.

« **fente** » = split sur **60 mL/min (pour méthode dosage alcools)**.



Rédigé par : M.GENSSE Date : 21/11/2012	Vérifié par : E. SOW – S. GERBELOT Date : 25/04/2013	Approuvé par : P.LAMAUVE Date : 01/09/2014
--------------------------------------------	---------------------------------------------------------	-----------------------------------------------

	<b>PROCEDURE</b>	Pr Bioch Ma 011
	<b>Utilisation CPG Clarus 580 GC</b>	Version : 5
		Date de 1 <sup>ère</sup> mise en circulation : Version de travail 26/04/2013
		Mise à jour AQ : 02/09/2014
		Page : 2/4

- Vérifier que : «**A-FID**» = température détecteur au **moins 20°C au-dessus** de la température d'ébullition du composé le moins volatil (par exemple, **220°C pour méthode dosage alcools**), atténuation sur : **8**.

**La température du FID ne doit jamais être en-dessous de celle du four (sinon alarme qui se déclenche).**

**Remarque** : en mode manuel, n'allumer la flamme que quand la **température du FID est > 100°C**.




-Vérifier que la programmation du four = « **oven** » est correcte.

**Remarques** : la rampe est programmée en °C/min.

On n'injecte pas d'eau dans une CPG.

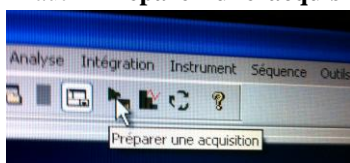
### 3. Préparation du mode injection :

3.1. Pour passer en mode « **injection** », appuyer sur l'icône «  » en haut de l'écran de la CPG : vérifier qu'à l'affichage apparaît « **Ready** » + petite bille verte. Ne pas mettre de compte à rebours.

**Attention : ne pas lancer d'injection tant que « Ready » n'apparaît pas.**

3.2. Allumer l'ordinateur avec ses identifiants : **Administrateur**, pas de mot de passe, « **sur cet ordinateur** ». Ouvrir le logiciel « **Azur** ».

3.3. Cliquer dans le menu en haut « **Préparer une acquisition** » ou dans le bandeau du haut « **Instrument** » puis

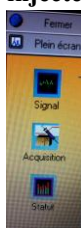


« **préparer une acquisition** » puis cliquer sur « **Clarus** ».

Rentrer les paramètres désirés (nom du fichier, paramètres de l'injection,..), important pour la sauvegarde des données.

Activer « **Etalonnage interne** ».

3.4. **TOUJOURS démarrer une acquisition avant d'injecter** (sinon pas de sauvegarde des données) : pour cela, à



l'ordinateur, cliquer sur le bandeau latéral « **Signal** » puis en haut du chromatogramme le bouton « **flèche**

**verte**  ». L'affichage « **En attente** » doit apparaître en bas.

### 4. Injection :


4.1. **Rincer la seringue Hamilton de 1 µL à l'eau MilliQ puis avec le liquide à injecter 2 fois.**

4.2. Vérifier l'absence de bulles, essayer délicatement au papier essuie-tout l'extrémité de la seringue.

4.3. Injecter 0,1 µL (attention à la lecture de la graduation).


4.4. L'injection doit être très rapide, on retire tout aussi rapidement la seringue et tout de suite après, on appuie sur « **démarrer** » à l'écran de la CPG. Le délai entre l'introduction de la seringue et l'enclenchement du bouton « **démarrer** » ne doit pas excéder **6s**.

L'ordinateur est asservi à la CPG. Automatiquement, l'acquisition se fait par suivi à l'écran de l'ordinateur. Le temps

écoulé apparaît en **vert**, le temps restant en **bleu**. . Si pas de décompte du temps, pas de sauvegarde. L'affichage « **En cours** » vert doit aussi apparaître en bas.

4.5. Pour **zoomer/dézoomer** sur le tracé (utile pour voir si le pic est bien symétrique donc l'injection bonne), **clique**

Rédigé par : M.GENSSE Date : 21/11/2012	Vérifié par : E. SOW – S. GERBELOT Date : 25/04/2013	Approuvé par : P.LAMAUVE Date : 01/09/2014
--------------------------------------------	---------------------------------------------------------	-----------------------------------------------

	<b>PROCEDURE</b>	Pr Bioch Ma 011
	<b>Utilisation CPG Clarus 580 GC</b>	Version : 5
		Date de 1 <sup>ère</sup> mise en circulation : Version de travail 26/04/2013
		Mise à jour AQ : 02/09/2014
		Page : 3/4

**droit** à la souris et suivre les indications.


4.6. Pour arrêter une acquisition, utiliser le menu « **Instrument** » puis « **Stop** » ou, plus simplement, cliquer sur le bouton « **Stop** » du bandeau (à côté de flèche verte). Le logiciel demande alors si sauvegarder.


**Remarque** : éviter cependant les arrêts précoces. Il faut en effet décrocher le maximum d'impuretés de la colonne avant une nouvelle injection.

## 5. Traitement des données :



5.1. Vérifier dans l'onglet « **Affichage** » sur le bandeau du haut que « **Azur Bar** » est bien coché (cela facilite grandement la convivialité du logiciel).

5.3. Pour ouvrir une analyse à traiter, aller dans le menu « **Fichier** » puis « **ouvrir** », puis « **Analyse** »  sélectionner le fichier désiré puis « **OK** » ou s'il a été coché, sur le bandeau latéral « **Nom du fichier** ».

5.4. A l'ouverture, le chromatogramme apparaît (on peut le retrouver en cliquant sur « **Chromatogramme** »  sur le bandeau latéral central). Ce fichier contient le chromatogramme, la méthode de traitement utilisée sur le chromatogramme + toutes les informations associées.

5.5. Afin d'évaluer la **largueur des pics**, cliquer au haut du chromatogramme sur le bouton **PW**  et sélectionner à la souris le pic le plus fin que l'on souhaite intégrer.

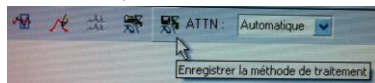
5.6. Dans un second temps, afin d'évaluer le **seuil de détection correct**, cliquer sur le bouton **TH**  et sélectionner à la souris le bruit de fond du chromatogramme.

5.7. Dans la barre du milieu, cliquer sur « **Traitement** »  puis, dans le bandeau du bas, sur « **Identification** »  : nommer les pics, puis sur le bandeau tout en haut cliquer sur « **Intégration** » puis « **Traitement** » ou [F5]. La table des pics est alors automatiquement créée.

## 6. Création d'une méthode de traitement :

6.1. Une fois les données traitées sur un chromatogramme, il est intéressant d'appliquer la même méthode à tous les autres chromatogrammes qui ont été acquis avec le même mode opératoire en CPG afin d'identifier automatiquement les pics d'intérêt.

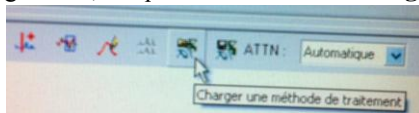
Aller dans le menu « **analyse** » tout en haut puis « **Enregistrer la méthode de traitement** ». Donner un nom puis « **OK** » ou, sur le bandeau en haut du chromatogramme, cliquer sur l'icône « **Enregistrer la méthode de traitement** »



## 7. Utilisation d'une même méthode de traitement pour tous les chromatogrammes :

7.1. Pour ouvrir une analyse à traiter, allez dans le menu « **Fichier** » puis « **Ouvrir** », puis « **Clarus 580** » sélectionner le fichier désiré puis « **OK** » ou, plus simplement, bandeau latéral « **Nom du fichier** » sauvegardé.


7.2. Sur le bandeau en haut du chromatogramme, cliquer sur l'icône « **Charger une méthode de traitement** » et




recupérer la méthode de traitement désirée. ou menu tout en haut « **Analyse** » et « **Charger une méthode de traitement** »

7.3. Aller dans le menu « **Intégration** » tout en haut puis « **Traitement** » puis « **OK** » ou directement [F5].


Aller ensuite dans le menu « **Intégration** » puis « **Identification et quantification** » puis « **OK** » ou directement [F7]. Les pics identifiés précédemment par la méthode de traitement s'affichent alors automatiquement sur le chromatogramme.

**Remarque** : si présence de nouveaux pics identifiés, dans la barre du milieu, cliquer sur « **Traitement** »  puis, dans

Rédigé par : M.GENSSE Date : 21/11/2012	Vérifié par : E. SOW – S. GERBELOT Date : 25/04/2013	Approuvé par : P.LAMAUVE Date : 01/09/2014
--------------------------------------------	---------------------------------------------------------	-----------------------------------------------

 <b>LYCEE SAINT-PAUL IV</b>	<b>PROCEDURE</b>	Pr Bioch Ma 011
	<b>Utilisation CPG Clarus 580 GC</b>	Version : 5
		Date de 1 <sup>ère</sup> mise en circulation : Version de travail 26/04/2013
		Mise à jour AQ : 02/09/2014
		Page : 4/4

le bandeau du bas, sur « **Identification**  ». Nommer les nouveaux pics.


7.4. **Visualisation** des résultats. Aller dans « **Résultats**  » pour visualiser la Table des résultats.

Affichage : Tr, Aire ; % Aire.

Au bas du tableau de résultats, cliquer sur « **Résultats (identifiés)** » pour n'afficher que les résultats des pics identifiés.

7.5. **Imprimer un rapport**. Au choix :

- Méthode simplifiée : aller dans le menu « **Fichier** » puis « **Imprimer** » puis sélectionner une méthode. Le format « **Etalonnage interne** » est très bien pour une application avec les élèves (Impression seule du chromatogramme + tableau des résultats).

- Méthode intégrale : dans l'onglet « **Affichage** » sur le bandeau du haut, cocher « **Sélecteur de données** ». Cliquer sur l'icône de la barre du milieu « **Format du rapport**  ». Choisir un format et modifier ses paramètres internes selon ce que l'on souhaite imprimer. Cliquer sur « **Aperçu avant impression** » en haut et si OK sur « **Imprimer** ».

## 8. Recommencer une nouvelle acquisition

8.1. Fermer le fichier du chromatogramme et, éventuellement le sauvegarder, ou, tout en bas, cliquer sur « **Clarus 580** » qui correspond à l'instrument. Recommencer à partir du 3.3.

## 9. Mise en standby de la CPG (mode d'attente si fonctionnement sur plusieurs jours)

9.1. Appuyer sur « **tools** » puis « **Editeur de méthode** » puis « **Fichier** » puis « **Ouvrir** » puis « **Standby** ».

Appuyer sur « **Bien** » pour valider son choix.

Programmer dans « **Configuration** » :

**Four à 90°C.**

**FID : débit de flamme = 0, air = 0, T° FID = 220°C.**

**A-Cap = Off.**

L'appareil se met sur des débits nuls de H<sub>2</sub> et d'air mais ne s'arrête pas complètement.

## 10. Arrêt de la CPG (si pas de fonctionnement pendant plusieurs semaines)

10.1. Programmer dans « **Configuration** » :

**Four = 20°C ; A-Cap = Off ; FID = Off.**

10.2. Attendre 30 à 45 minutes que le four soit froid (< à 35°C).

10.3. Couper l'**alimentation** puis couper le générateur H<sub>2</sub> : boutons « **Close** » puis « **Stop** ».

10.5. Vérifier que le manomètre du générateur d'air soit **redescendu à 0** ou purger l'air.

10.6. Débrancher l'intégralité des appareils (prévention des surtensions en absence d'un onduleur).

Rédigé par : M.GENSSE Date : 21/11/2012	Vérifié par : E. SOW – S. GERBELOT Date : 25/04/2013	Approuvé par : P.LAMAUVE Date : 01/09/2014
--------------------------------------------	---------------------------------------------------------	-----------------------------------------------