

Waters™

Systèmes Alliance iS HPLC

Manuel d'utilisation

Table des matières

| | |
|---|-----------|
| 1 Généralités..... | 8 |
| 1.1 Avis de droits d'auteur..... | 8 |
| 1.2 À propos de la documentation relative aux systèmes Alliance iS..... | 8 |
| 1.2.1 Recherche d'informations..... | 8 |
| 1.3 Marques..... | 9 |
| 1.4 Règles de sécurité..... | 9 |
| 1.4.1 Avertissement sur le symbole de danger..... | 9 |
| 1.4.2 Avertissement de sécurité électrique..... | 10 |
| 1.4.3 Avis relatif à la mauvaise utilisation de l'équipement..... | 10 |
| 1.4.4 Conseils de sécurité..... | 10 |
| 1.5 Utilisation de l'appareil..... | 10 |
| 1.5.1 Symboles rencontrés..... | 10 |
| 1.5.2 Objectif et public concerné..... | 12 |
| 1.5.3 Usage prévu du système..... | 12 |
| 1.5.4 Informations sur le Système Alliance iS Bio HPLC..... | 12 |
| 1.5.5 Étalonnage..... | 13 |
| 1.5.6 Contrôle de la qualité..... | 13 |
| 1.6 Considérations relatives à la compatibilité électromagnétique..... | 13 |
| 1.6.1 Avertissement de la FCC relatif aux émissions de radiation..... | 13 |
| 1.6.2 Aspects de la technologie de communication en champ proche (NFC, Near-Field Communication)/RFID..... | 13 |
| 1.6.3 Classification ISM : ISM Groupe 1, classe A..... | 14 |
| 1.6.4 Canada – Avis sur la gestion des spectres d'émissions..... | 14 |
| 1.6.5 Autres considérations de compatibilité électromagnétique spécifiques au pays..... | 14 |
| 1.7 Ressources complémentaires..... | 15 |
| 1.8 Contacter Waters..... | 16 |
| 1.9 Remarques et suggestions..... | 17 |
| 2 Conseils de sécurité..... | 18 |
| 2.1 Symboles d'avertissement..... | 18 |
| 2.2 Mises en garde..... | 19 |
| 2.3 Symbole « flacon interdit »..... | 19 |

| | |
|---|-----------|
| 2.4 Protection requise..... | 20 |
| 2.5 Avertissements applicables à tous les instruments et dispositifs Waters..... | 20 |
| 2.6 Symboles électriques..... | 24 |
| 2.7 Symboles relatifs à la manipulation..... | 25 |
| 3 Présentation générale du système..... | 26 |
| 3.1 Caractéristiques du système..... | 26 |
| 3.1.1 Injecteur automatique de type FTN (Flow Through Needle)..... | 27 |
| 3.2 Modules..... | 27 |
| 3.2.1 Fonctionnalités du détecteur TUV..... | 29 |
| 3.2.2 Caractéristiques du détecteur PDA..... | 37 |
| 3.2.3 Fonctions du module d'injection..... | 47 |
| 3.2.4 Fonctions de la pompe..... | 53 |
| 3.2.5 Caractéristiques du four à colonne avec option refroidissement..... | 53 |
| 3.2.6 Fonctionnalités de l'écran tactile..... | 55 |
| 3.2.7 Fonctionnalités d'Empower..... | 60 |
| 4 Préparation du système..... | 62 |
| 4.1 Mise en marche du système..... | 62 |
| 4.2 Mise hors tension du système..... | 63 |
| 4.3 Connecteur de signaux d'entrées/sorties..... | 63 |
| 4.4 Installation de la colonne..... | 65 |
| 4.5 Ouverture de la console depuis le logiciel Empower..... | 66 |
| 4.6 Amorçage du système..... | 67 |
| 4.6.1 Amorçage du système de lavage des joints..... | 68 |
| 4.6.2 Amorçage de la pompe..... | 70 |
| 4.6.3 Amorçage du module d'injection..... | 71 |
| 4.7 Sélection des boucles d'extension..... | 72 |
| 4.8 Installation et remplacement des boucles d'extension..... | 73 |
| 4.8.1 Installation d'une boucle d'extension dans un système à une vanne..... | 73 |
| 4.9 Modification des paramètres de configuration de l'aiguille et de la boucle d'extension..... | 75 |
| 4.10 Sélection du positionnement de l'aiguille..... | 76 |

| | | |
|----------|---|-----------|
| 4.11 | Création d'un nouveau type de plaque..... | 77 |
| 4.11.1 | Création d'un nouveau type de plaque en utilisant un type de plaque existant comme modèle..... | 77 |
| 4.12 | Paramètres avancés..... | 77 |
| 4.12.1 | Sélection d'une vitesse de prélèvement adaptée à la seringue de prélèvement de l'échantillon..... | 77 |
| 4.12.2 | Récupération d'une quantité maximale d'échantillon depuis les flacons..... | 78 |
| 4.13 | Séparation des déchets de condensation et des déchets LC..... | 78 |
| 5 | Gestion des méthodes..... | 84 |
| 5.1 | Transfert de méthodes..... | 84 |
| 5.2 | Mesure du volume de retard..... | 84 |
| 6 | Analyse de routine quotidienne..... | 85 |
| 6.1 | Connexion au Système Alliance iS HPLC et déconnexion de ce système..... | 85 |
| 6.2 | Démarrage du matériel et du logiciel..... | 85 |
| 6.3 | Configuration des solvants..... | 86 |
| 6.4 | Installation ou remplacement de la colonne..... | 88 |
| 6.5 | Équilibrage du Système Alliance iS HPLC..... | 88 |
| 6.6 | Préparation et chargement des échantillons..... | 89 |
| 6.7 | Vérification de l'état et de l'intégrité du système..... | 92 |
| 6.7.1 | Vérifications de l'acquisition des données..... | 92 |
| 6.7.2 | Suivi depuis l'écran tactile..... | 93 |
| 6.7.3 | Suivi depuis le panneau de commande d'Empower..... | 93 |
| 6.7.4 | Suivi depuis la console du Système Alliance iS HPLC..... | 94 |
| 6.7.5 | Acquisition des données..... | 94 |
| 6.8 | Examen des résultats..... | 94 |
| 6.9 | Impression du rapport..... | 95 |
| 6.10 | Préparation de l'arrêt du Système Alliance iS HPLC..... | 95 |
| 6.10.1 | Arrêt du système pendant moins de 24 heures..... | 95 |
| 6.10.2 | Arrêt du système pendant plus de 24 heures..... | 96 |

| | |
|--|------------|
| 7 Optimisation des performances..... | 97 |
| 7.1 Recommandations générales..... | 97 |
| 7.1.1 Contamination inter-échantillons..... | 98 |
| 7.2 Prévention des fuites..... | 99 |
| 7.2.1 Recommandations pour l'installation des raccords..... | 100 |
| 7.3 Configuration d'une méthode..... | 108 |
| 7.4 Remarques sur le compartiment des échantillons..... | 108 |
| 7.5 Respect des recommandations concernant les flacons et les plaques..... | 108 |
| 7.6 Temps de cycle entre injections..... | 109 |
| 7.7 Optimisation de la durée de vie des colonnes LC..... | 109 |
| | |
| 8 Maintenance..... | 110 |
| 8.1 Affichage des informations relatives au Système Alliance iS HPLC..... | 110 |
| 8.2 Mesures de sécurité et conseils de manipulation..... | 110 |
| 8.3 Configuration des alertes de maintenance..... | 110 |
| 8.4 Commande de pièces détachées..... | 111 |
| 8.5 Nettoyage de l'extérieur de l'équipement..... | 111 |
| 8.6 Remplacement des filtres des flacons de solvant..... | 112 |
| 8.7 Procédures de maintenance de la pompe..... | 113 |
| 8.7.1 Calendrier de maintenance de la pompe..... | 113 |
| 8.7.2 Entretien du filtre à air du compartiment de la pompe..... | 114 |
| 8.7.3 Remplacement du capteur de fuite de la pompe..... | 115 |
| 8.7.4 Remplacement du mélangeur de la pompe..... | 117 |
| 8.7.5 Remplacement de la cartouche du filtre intégré sur le clapet anti-retour primaire..... | 119 |
| 8.7.6 Remplacement du clapet anti-retour de l'accumulateur..... | 125 |
| 8.8 Procédures de maintenance du module d'injection..... | 129 |
| 8.8.1 Calendrier de maintenance du module d'injection..... | 129 |
| 8.8.2 Remplacement du capteur de fuite du module d'injection..... | 129 |
| 8.8.3 Étalonnage de l'axe z de l'aiguille..... | 132 |
| 8.8.4 Remplacement du joint de l'aiguille et de la tubulure du bloc d'étanchéité..... | 132 |
| 8.8.5 Remplacement de l'aiguille de prélèvement de l'échantillon..... | 145 |

| | |
|---|------------|
| 8.9 Procédures de maintenance du détecteur..... | 159 |
| 8.9.1 Remplacement du capteur de fuite du détecteur..... | 159 |
| 8.9.2 Remplacement de la cellule de détection du détecteur TUV..... | 162 |
| 8.9.3 Remplacement de la cellule de détection du détecteur PDA..... | 165 |
| 8.9.4 Remplacement de la lampe du détecteur TUV..... | 168 |
| 8.9.5 Remplacement de la lampe du détecteur PDA..... | 172 |
| 8.10 Procédures de maintenance du four à colonne..... | 175 |
| 8.10.1 Calendrier de maintenance du four à colonne..... | 175 |
| 8.10.2 Remplacement de la colonne..... | 175 |
| 8.10.3 Remplacement du capteur de fuite du four à colonne..... | 178 |
| 9 Protocoles d'élimination..... | 181 |
| 9.1 Description des matériaux de fabrication..... | 181 |
| 9.2 Élimination des modules..... | 181 |
| 10 Considérations relatives aux solvants..... | 182 |
| 10.1 Prévention de la contamination..... | 182 |
| 10.2 Qualité des solvants..... | 182 |
| 10.2.1 Propreté des solvants..... | 183 |
| 10.2.2 Solvants tamponnés..... | 183 |
| 10.2.3 Eau..... | 183 |
| 10.3 Préparation des solvants..... | 184 |
| 10.4 Recommandations relatives aux solvants..... | 184 |
| 10.4.1 Recommandations générales relatives aux solvants..... | 184 |
| 10.4.2 Consignes relatives au solvant de lavage..... | 191 |
| 10.5 Propriétés des solvants courants..... | 193 |
| 10.6 Miscibilité des solvants..... | 194 |
| 10.6.1 Utilisation des indices de miscibilité..... | 196 |
| 10.7 Stabilisants pour solvant..... | 196 |
| 10.8 Viscosité du solvant..... | 197 |
| 10.9 Sélection de la longueur d'onde..... | 197 |
| 10.9.1 Seuils d'absorbance des solvants courants..... | 197 |
| 10.9.2 Seuils d'absorbance des mélanges de phases mobiles..... | 198 |

11 Caractéristiques techniques.....205

1 Généralités

1.1 Avis de droits d'auteur

© 2024 WATERS CORPORATION. TOUTE REPRODUCTION, INTÉGRALE OU PARTIELLE, SANS AUTORISATION ÉCRITE DE L'ÉDITEUR, EST ILLICITE.

Les informations contenues dans ce document sont susceptibles d'être modifiées sans préavis et ne peuvent en aucun cas être considérées comme un engagement de la part de Waters Corporation. Waters Corporation décline toute responsabilité pour les erreurs, quelles qu'elles soient, susceptibles d'apparaître dans ce manuel. Au jour de sa publication, le contenu de ce manuel est tenu pour complet et exact. Waters Corporation ne pourra en aucun cas être tenu responsable des dommages accessoires ou indirects liés à, ou résultant de son utilisation. Consultez le site Internet de Waters (www.waters.com) pour obtenir la version la plus récente de ce document.

1.2 À propos de la documentation relative aux systèmes Alliance iS

Les Systèmes Alliance iS HPLC disposent d'une documentation en ligne complète. Vous pouvez accéder à la documentation en parcourant le site www.waters.com ou en cliquant sur le bouton Help (Aide) sur l'écran tactile du système.

Dans le centre d'aide de Waters (<https://help.waters.com/help/fr.html>), vous pouvez rechercher des termes ou des expressions dans le contenu, ou cliquer sur **I need help with a product** (J'ai besoin d'aide pour un produit) pour accéder à la page Product Support (Support Produits) (<https://help.waters.com/help/fr/product-support.html>). Sur cette page, vous pouvez rechercher du contenu ou cliquer sur **Système Alliance iS HPLC** pour accéder à la page Alliance iS HPLC System Support (Support du Système Alliance iS HPLC) (<https://help.waters.com/help/fr/product-support/alliance-is-system-support.html>). Cette page vous permet de rechercher du contenu ou d'ouvrir un document spécifique.

Remarque : Le logiciel CDS Empower propose une documentation en ligne incluant notamment des manuels de l'utilisateur et de l'aide, accessibles depuis l'interface utilisateur.

1.2.1 Recherche d'informations

Un champ de recherche s'affiche en haut des pages du centre d'aide de Waters, y compris sur la page du support du système Alliance iS à l'adresse <https://help.waters.com/help/fr/product-support/alliance-is-system-support.html>. Ce champ vous permet d'obtenir les informations spécifiques dont vous avez besoin en effectuant des recherches plus ou moins complexes.

Il existe deux types de termes de recherche en texte brut : les mots simples et les expressions. Vous devez mettre les expressions entre guillemets, par exemple, "acquisition de données". L'opérateur booléen AND (ET) est implicite. La fonction de recherche examine les titres des rubriques et recherche des mots clés spécifiques.

Si votre recherche ne donne aucun résultat ou si elle n'apporte pas les informations que vous recherchez, essayez de rechercher différents termes ou de supprimer les guillemets dans certaines expressions.

S'il y a trop de résultats, essayez d'utiliser les opérateurs booléens d'exclusion OR (OU) ou NOT (PAS).

1.3 Marques

Alliance™ est une marque de Waters Corporation.

eConnect™ est une marque de Waters Corporation.

Empower™ est une marque de Waters Corporation.

MaxPeak™ est une marque de Waters Corporation.

MP35N® est une marque déposée de SPS Technologies, Inc.

TaperSlit™ est une marque de Waters Corporation.

Waters™ est une marque de Waters Corporation.


Waters Quality Parts™ est une marque de Waters Corporation.

Toutes les autres marques sont la propriété de leurs propriétaires respectifs.

1.4 Règles de sécurité

Certains réactifs et échantillons utilisés avec les instruments et les périphériques de Waters peuvent présenter des risques chimiques, biologiques ou radiologiques, ou toute combinaison de ces risques. Vous devez connaître les dangers potentiels de toutes les substances manipulées. Respectez systématiquement les Bonnes Pratiques de Laboratoire, ou BPL, et consultez les modes opératoires normalisés de votre entreprise, ainsi que les consignes locales relatives à la sécurité.

1.4.1 Avertissement sur le symbole de danger

Le symbole  indique un danger potentiel. Consultez la documentation pour prendre connaissance des informations importantes concernant le danger et des mesures adaptées à la prévention et au contrôle du danger.

1.4.2 Avertissement de sécurité électrique

Positionnez l'appareil de façon à pouvoir débrancher facilement le cordon d'alimentation.

1.4.3 Avis relatif à la mauvaise utilisation de l'équipement

Toute utilisation des équipements non conforme aux instructions de son fabricant peut compromettre la sécurité de l'utilisateur.

1.4.4 Conseils de sécurité







Une liste complète d'avertissements et de remarques est disponible dans l'annexe « Conseils de sécurité » de la présente publication.










1.5 Utilisation de l'appareil





Lors de l'utilisation de l'appareil, respectez les procédures standard de contrôle de la qualité et les directives de la présente rubrique.

1.5.1 Symboles rencontrés

Les symboles suivants peuvent être présents sur l'appareil, le système ou l'emballage.

| Symbole | Définition |
|---|---|
|  | Fabricant |
|  | Date de fabrication |
|  | Atteste de la conformité d'un produit à l'ensemble des directives de la Communauté européenne applicables à ce produit |
|  | Le marquage « UK Conformity Assessed » atteste qu'un produit manufacturé est conforme aux exigences applicables aux produits vendus en Grande-Bretagne. |
|  | Conforme à la norme australienne relative à la compatibilité électromagnétique. |
|  | Atteste de la conformité d'un produit à l'ensemble des exigences de sécurité en |

| Symbole | Définition |
|---|---|
| | vigueur aux États-Unis d'Amérique et au Canada. |
|  | Atteste de la conformité d'un produit à l'ensemble des exigences de sécurité en vigueur aux États-Unis d'Amérique et au Canada. |
|  | Période d'utilisation respectueuse de l'environnement (RoHS chinoise) : indique le nombre d'années à partir de la date de fabrication jusqu'à ce que le produit ou ses composants puissent être jetés ou dégradés dans l'environnement. |
|  | Le label ACT, acronyme pour « Accountability, Consistency, and Transparency » (responsabilité, cohérence et transparence), fournit des informations vérifiées par des tiers concernant l'impact environnemental d'un produit de laboratoire de sciences de la vie, de son fonctionnement et de sa fin de vie. |
|  | Consultez les instructions d'utilisation. |
|  | Courant alternatif |
|  | Les équipements électriques et électroniques portant ce symbole peuvent contenir des substances dangereuses et ne doivent pas être éliminés avec les déchets courants. Concernant la conformité avec la législation relative aux déchets d'équipements électriques et électroniques, contactez Waters Corporation qui vous indiquera comment éliminer et recycler correctement votre produit. |
|  | Utilisation en intérieur uniquement |
|  | Ne pas pousser |
|  | Ne pas brancher sur un système LC |

| Symbole | Définition |
|---|--|
|  | Indique la charge maximale pouvant être placée sur cet élément, par exemple 10 kg. |
|  | Indique que la pièce peut être nettoyée dans un bain à ultrasons. |
|  | Numéro de série |
|  | Référence dans le catalogue |

1.5.2 Objectif et public concerné

Ce manuel est exclusivement destiné à des personnels de laboratoire formés et qualifiés chargés de l'utilisation et de la maintenance des produits Waters.

1.5.3 Usage prévu du système

Les Systèmes Alliance iS HPLC tirent parti de la chromatographie liquide pour séparer, identifier et quantifier les composés présents dans un mélange liquide. Il prend en charge les colonnes d'une granulométrie minimale de 2,7 µm et une pression maximale de 12 000 psi pour les analyses de routine en laboratoire. Le Système Alliance iS HPLC est équipé en standard d'un détecteur d'absorbance UV sous la forme d'un détecteur TUV ou d'un détecteur PDA.

Remarque : Le four à colonne avec option refroidissement (CHC) Alliance iS est un appareil alimenté en courant alternatif destiné à abriter la colonne fluidique utilisée pour effectuer des séparations par HPLC (chromatographie en phase liquide à haute pression) pour les Systèmes Alliance iS HPLC. Le bloc CHC peut générer une température de colonne allant de 4 °C à 90 °C. Si la colonne LC est équipée d'une balise NFC passive (13,56 MHz), celle-ci est lue à la fermeture de la porte avant du module CHC. Les circuits de l'antenne ne sont normalement pas actifs jusqu'à la fermeture de la porte. Les données de l'étiquette sont enregistrées dans le système.

1.5.4 Informations sur le Système Alliance iS Bio HPLC

Le Système Alliance iS Bio HPLC est une solution HPLC bio-inerte conçue pour répondre aux besoins spécifiques des laboratoires de contrôle qualité exécutant des applications biopharmaceutiques. Le circuit fluidique du système se compose de matériaux biocompatibles et est doté de la technologie MaxPeak HPS (High Performance Surfaces) de Waters.

1.5.5 Étalonnage

Lors de l'étalonnage des systèmes LC, appliquez des méthodes d'étalonnage valides utilisant au moins cinq étalons pour tracer la courbe d'étalonnage. La plage de concentration des étalons doit couvrir celle des échantillons de référence et des prélèvements typiques ou atypiques.

1.5.6 Contrôle de la qualité

Analysez régulièrement trois échantillons de référence contenant un même composé à concentration faible, normale et forte. Si les plateaux d'échantillons sont identiques ou très semblables, modifiez la répartition des échantillons de référence au sein des plateaux. Vérifiez que les résultats obtenus avec ces échantillons sont compris dans une plage acceptable et évaluez la fidélité quotidiennement et d'un test à l'autre. Lorsque les échantillons de référence sont hors de la plage acceptable, les données collectées risquent de ne pas être valables. Utilisez ces données uniquement après avoir vérifié le bon fonctionnement de l'appareil.

1.6 Considérations relatives à la compatibilité électromagnétique

1.6.1 Avertissement de la FCC relatif aux émissions de radiation

Les changements ou modifications qui ne sont pas explicitement approuvés par le tiers responsable de la conformité risquent d'annuler l'autorisation accordée à l'utilisateur d'employer l'équipement. Ce périphérique est conforme aux spécifications définies dans la section 15 de la réglementation de la FCC. Son fonctionnement est soumis aux deux conditions suivantes : (1) il ne doit pas causer d'interférences dangereuses et (2) il doit accepter toute interférence reçue, y compris celles susceptibles d'occasionner un fonctionnement indésirable de l'appareil.

1.6.2 Aspects de la technologie de communication en champ proche (NFC, Near-Field Communication)/RFID

Le four à colonne avec option refroidissement (CHC) Alliance iS est utilisé avec les Systèmes Alliance iS HPLC. Le module CHC peut être équipé de la technologie NFC/RFID. Les approbations nationales associées à cette fonction RF ne concernent que le module CHC et non d'autres parties du système ou le système dans son intégralité. Le lecteur NFC/RFID 13,56 MHz est situé sur la porte du module CHC. Il effectue, une fois la porte fermée, un cycle de lecture qui dure moins d'une seconde. Il est inactif jusqu'à la prochaine ouverture/fermeture de porte. La puissance est inférieure à 2 W.

1.6.3 Classification ISM : ISM Groupe 1, classe A

Cette classification est en accord avec la norme CISPR11, définissant les caractéristiques des appareils industriels, scientifiques et médicaux, ou ISM.

Les radiofréquences à couplage inductif des appareils de Groupe 1 sont générées et/ou utilisées intentionnellement ; elles sont nécessaires au fonctionnement interne de l'appareil.

Les appareils de Classe A peuvent être utilisés dans des établissements autres que des bâtiments à usage résidentiel ainsi que dans des établissements directement reliés au réseau public d'alimentation électrique basse tension, alimentant des bâtiments à usage domestique.

Il peut s'avérer difficile de garantir la compatibilité électromagnétique dans d'autres environnements du fait des perturbations par conduction et rayonnement.

Cet équipement est conforme aux exigences d'émission et d'immunité détaillées dans les parties correspondantes de la norme CEI/EN 61326 : Matériels électriques de mesure, de commande et de laboratoire – Prescriptions relatives à la CEM.

1.6.4 Canada – Avis sur la gestion des spectres d'émissions

Cet appareil numérique de Classe A est conforme à la norme canadienne ICES-001.

Cet appareil numérique de Classe A est conforme à la norme NMB-001.

1.6.5 Autres considérations de compatibilité électromagnétique spécifiques au pays

L'utilisation du four à colonne avec option refroidissement (CHC) Alliance iS est soumise aux préconisations nationales suivantes.

| | |
|--------|--|
| Brésil | Este equipamento não tem direito à proteção contra interferência prejudicial e não pode causar interferência em sistemas devidamente autorizados. Para maiores informações, consulte o site da ANATEL – www.anatel.gov.br |
| Corée |  |
| Taiwan | 取得審驗證明之低功率射頻器材，非經核准，公司、商號或使用者均不得擅自變更頻率、加大功率或變更原設計之特性及功能。低功率射頻器材之使用不得影響飛航安全 |

及干擾合法通信；經發現有干擾現象時，應立即停用，並改善至無干擾時方得繼續使用。前述合法通信，指依電信管理法規定作業之無線電通信。低功率射頻器材須忍受合法通信或工業、科學及醫療用電波輻射性電機設備之干擾。

Thaïlande



nantb.

เครื่องวิทยุคมนาคมนี้ ได้รับยกเว้น ไม่ต้องได้รับใบอนุญาตให้มี ใช้ซึ่งเครื่องวิทยุคมนาคม หรือตั้งสถานีวิทยุคมนาคมตามประกาศ กสทช. เรื่อง เครื่องวิทยุคมนาคม และสถานีวิทยุคมนาคมที่ได้รับยกเว้นไม่ต้องได้รับใบอนุญาตวิทยุคมนาคมตามพระราชบัญญัติวิทยุคมนาคม พ.ศ. 2498

nantb. | โทรคมนาคม
กำกับดูแลเพื่อประชาชน
Call Center 1200 (InswS)

เครื่องโทรคมนาคมและอุปกรณ์นี้มีความสอดคล้องตามมาตรฐานหรือข้อกำหนดทางเทคนิคของ กสทช.

1.7 Ressources complémentaires

Waters met à votre disposition les ressources complémentaires suivantes pour vous aider à toujours tirer le meilleur parti de vos produits.

Base de données techniques : trouvez rapidement des réponses pour diagnostiquer et résoudre un dysfonctionnement. La base de données techniques vous donne accès à de nombreux articles et informations pour assurer le support de nos instruments et logiciels, mais aussi de nos consommables.

Formations e-learning : grâce aux formations e-learning, acquérez de nouvelles connaissances, n'importe où et à tout moment, à votre propre rythme.

Formation : dispensant un enseignement de pointe, le Service Formations de Waters permet aux scientifiques de maximiser leurs connaissances et leur maîtrise des technologies UPLC, HPLC, LC/MS et pour la gestion des données.

Notes d'application : notre bibliothèque numérique en ligne vous propose de nombreuses notes d'application démontrant les intérêts scientifiques et opérationnels incontestables des technologies analytiques avancées, et abordant des sujets aussi variés que la chromatographie, la spectrométrie de masse, les colonnes ou la préparation d'échantillons, sans oublier les logiciels de gestion des données.

[Bibliothèque de tutoriels vidéo](#) : regardez et téléchargez les tutoriels vidéo les plus récents sur les produits.

[Base de données graphique des pièces](#) : identifiez et commandez les pièces dont vous avez besoin à l'aide d'un navigateur graphique interactif. Consultez les protocoles de maintenance et les documents de référence.

[Outils et ressources pour la sélection des produits](#) : tirez parti d'un ensemble d'assistants qui vous aident à choisir les colonnes et consommables adaptés à vos besoins en chromatographie, notamment les flacons, les plaques, les filtres, les graphiques de sélectivité des colonnes, et bien plus.

1.8 Contacter Waters

Contactez Waters pour toute question technique sur l'utilisation, le transport, le déplacement ou l'élimination d'un produit Waters. Nous sommes joignables par Internet, téléphone, télécopie ou courrier.

| Méthode de contact | Informations |
|--|--|
| www.waters.com | Le site Internet de Waters inclut les coordonnées de toutes nos filiales. |
| iRequest | iRequest est un formulaire de service en ligne sécurisé qui vous permet de demander un support et un service pour les instruments et les logiciels Waters, ou de programmer une prestation de service prévue. Ces types de support et services peuvent être inclus dans votre contrat de maintenance ou de support. Le service demandé peut vous être facturé si vous ne disposez pas d'une couverture adaptée à votre produit. Remarque : iRequest peut ne pas être disponible dans les zones géographiques gérées par des distributeurs agréés. Contactez votre distributeur local pour plus d'informations. |
| Coordonnées du bureau local | Les informations relatives aux numéros de téléphone et de télécopie et aux adresses électroniques de nos différentes filiales au niveau international sont disponibles sur le site Internet de nos Bureaux locaux . |
| Coordonnées de l'entreprise | Waters Corporation 34 Maple Street Milford, MA 01757 |

| Méthode de contact | Informations |
|--------------------|--|
| | USA Numéro de téléphone depuis les États-Unis ou le Canada : 800-252-4752 |

1.9 Remarques et suggestions

Toutes les remarques et suggestions que nous recevons sont étudiées avec soin. Aidez-nous à mieux comprendre vos attentes et à améliorer en permanence l'exactitude et la convivialité de nos manuels. Pour nous signaler des erreurs concernant ce document ou pour nous suggérer des améliorations, contactez-nous à l'adresse tech_comm@waters.com.

2 Conseils de sécurité

Les sections suivantes présentent les conseils de sécurité pour le Système Alliance iS HPLC.

2.1 Symboles d'avertissement

Les symboles d'avertissement vous signalent les risques de décès, de blessures ou de réactions physiologiques graves dus au mauvais usage d'un instrument ou d'un périphérique. Tous les avertissements doivent être pris en compte lors de l'installation, de la réparation ou du fonctionnement des instruments ou dispositifs Waters. Waters ne saurait être tenu pour responsable de toute blessure ou tout dommage matériel dus au non-respect des précautions de sécurité lors de l'installation, de la réparation ou de l'utilisation de ses instruments ou dispositifs.

Les symboles suivants signalent les risques que vous encourez lorsque vous utilisez ou entretenez un instrument ou dispositif Waters, ou une pièce les composant. Lorsque l'un de ces symboles apparaît dans les sections ou procédures descriptives d'un manuel, une phrase connexe identifie le risque applicable et explique comment l'éviter.



Avertissement : Risque général. Avant d'utiliser un instrument sur lequel figure ce symbole, consultez sa documentation qui comporte des informations importantes relatives à la sécurité.



Avertissement : Risque de brûlure au contact de surfaces chaudes.



Avertissement : Risque d'électrocution.



Avertissement : Risque d'incendie.



Avertissement : Risque de piqûre par un objet pointu.



Avertissement : Risque d'écrasement des mains.



Avertissement : Risque de blessure due à des pièces en mouvement.



Avertissement : Risque d'exposition à un rayonnement ultraviolet.



Avertissement : Risque d'exposition à des substances corrosives.



Avertissement : Risque d'exposition à une substance toxique.



Avertissement : Risque d'exposition à un rayonnement laser.



Avertissement : Risque d'exposition à des agents biologiquement actifs pouvant présenter un risque grave pour la santé.



Avertissement : Risque de basculement.



Avertissement : Risque d'explosion.



Avertissement : Risque de dégagement de gaz à haute pression.

2.2 Mises en garde

Les conseils de mise en garde signalent des situations dans lesquelles l'utilisation, correcte ou incorrecte, d'un instrument, d'un appareil ou d'un composant peut entraîner son endommagement ou compromettre l'intégrité de l'échantillon. Le symbole de point d'exclamation et la phrase associée vous alertent de tels risques.



Note : Pour éviter d'endommager le boîtier de l'instrument ou de l'appareil, n'utilisez ni abrasifs ni solvants lors du nettoyage.

2.3 Symbole « flacon interdit »

Le symbole « flacon interdit » signale un risque d'endommagement de l'instrument en cas de déversement accidentel de solvant.



Interdit : Pour éviter l'endommagement de l'instrument en cas de déversement accidentel de solvant, ne placez pas les flacons réservoirs directement sur le dessus de l'instrument ou sur la corniche avant. Placez toujours les flacons dans le bac à solvants, qui assure une fonction de rétention en cas de déversement accidentel.

2.4 Protection requise

Les symboles Porter des lunettes de protection et Porter des gants de protection vous signalent que le port d'un équipement de protection individuelle est requis. Sélectionnez l'équipement de protection approprié en fonction des Modes Opérateurs Normalisés de votre établissement.



Condition requise : Portez des lunettes de protection lorsque vous effectuez la procédure suivante.



Condition requise : Portez des gants propres, non poudrés et résistants aux produits chimiques lorsque vous effectuez la procédure suivante.

2.5 Avertissements applicables à tous les instruments et dispositifs Waters

Lors de l'utilisation de cet appareil, respectez les procédures standard de contrôle de la qualité et les recommandations relatives à l'équipement de cette rubrique.



Warning: Changes or modifications to this unit not expressly approved by the party responsible for compliance could void the user's authority to operate the equipment.



Avertissement : Toute modification sur cette unité n'ayant pas été expressément approuvée par l'autorité responsable de la conformité à la réglementation peut annuler le droit de l'utilisateur à exploiter l'équipement.



Warnung: Jedwede Änderungen oder Modifikationen an dem Gerät ohne die ausdrückliche Genehmigung der für die ordnungsgemäße Funktionstüchtigkeit verantwortlichen Personen kann zum Entzug der Bedienungsbezugnis des Systems führen.



Avvertenza: Qualsiasi modifica o alterazione apportata a questa unità e non espressamente autorizzata dai responsabili per la conformità fa decadere il diritto all'utilizzo dell'apparecchiatura da parte dell'utente.



Advertencia: Cualquier cambio o modificación efectuado en esta unidad que no haya sido expresamente aprobado por la parte responsable del cumplimiento puede anular la autorización del usuario para utilizar el equipo.



警告 : 未经有关法规认证部门明确允许对本设备进行的改变或改装, 可能会使使用者丧失操作该设备的合法性。



警告 : 未經有關法規認證部門允許對本設備進行的改變或修改, 可能會使使用者喪失操作該設備的權利。



경고: 규정 준수를 책임지는 당사자의 명백한 승인 없이 이 장치를 개조 또는 변경할 경우, 이 장치를 운용할 수 있는 사용자 권한의 효력을 상실할 수 있습니다.



警告: 規制機関から明確な承認を受けずに本装置の変更や改造を行うと、本装置のユーザーとしての承認が無効になる可能性があります。



Warning: Use caution when working with any polymer tubing under pressure:

- Always wear eye protection when near pressurized polymer tubing.
- Extinguish all nearby flames.
- Do not use tubing that has been severely stressed or kinked.
- Do not use nonmetallic tubing with tetrahydrofuran (THF) or concentrated nitric or sulfuric acids.
- Be aware that methylene chloride and dimethyl sulfoxide cause nonmetallic tubing to swell, which greatly reduces the rupture pressure of the tubing.



Avertissement : Manipulez les tubes en polymère sous pression avec précaution :

- Portez systématiquement des lunettes de protection à proximité de tubes en polymère sous pression.
- Éteignez toute flamme se trouvant à proximité de l'instrument.
- Évitez d'utiliser des tubes sévèrement déformés ou endommagés.
- N'exposez pas les tuyaux non métalliques au tétrahydrofurane, ou THF, ou à l'acide nitrique ou sulfurique concentré.
- Sachez que le chlorure de méthylène et le diméthylesulfoxyde entraînent le gonflement des tuyaux non métalliques, ce qui réduit considérablement leur pression de rupture.



Warnung: Bei der Arbeit mit Polymerschläuchen unter Druck ist besondere Vorsicht angebracht:

- In der Nähe von unter Druck stehenden Polymerschläuchen stets eine Schutzbrille tragen.
- Alle offenen Flammen in der Nähe löschen.
- Keine Schläuche verwenden, die stark geknickt oder überbeansprucht sind.
- Nichtmetallische Schläuche nicht für Tetrahydrofuran (THF) oder konzentrierte Salpeter- oder Schwefelsäure verwenden.
- Durch Methylenchlorid und Dimethylsulfoxid können nichtmetallische Schläuche quellen; dadurch wird der Berstdruck des Schlauches erheblich reduziert.



Avvertenza: Fare attenzione quando si utilizzano tubi in materiale polimerico sotto pressione:

- Indossare sempre occhiali da lavoro protettivi nei pressi di tubi di polimero pressurizzati.
- Spegnerne tutte le fiamme vive nell'ambiente circostante.
- Non utilizzare tubi eccessivamente logorati o piegati.
- Non utilizzare tubi non metallici con tetraidrofurano (THF) o acido solforico o nitrico concentrati.
- Tenere presente che il cloruro di metilene e il dimetilsolfossido provocano rigonfiamento nei tubi non metallici, riducendo notevolmente la resistenza alla rottura dei tubi stessi.



Advertencia: Se recomienda precaución cuando se trabaje con tubos de polímero sometidos a presión:

- El usuario deberá protegerse siempre los ojos cuando trabaje cerca de tubos de polímero sometidos a presión.
- Apagar cualquier llama que pueda estar encendida en las proximidades.
- No se debe trabajar con tubos que se hayan doblado o sometido a altas presiones.
- Es necesario utilizar tubos de metal cuando se trabaje con tetrahidrofurano (THF) o ácidos nítrico o sulfúrico concentrados.
- Hay que tener en cuenta que el diclorometano y el dimetilsulfóxido dilatan los tubos no metálicos, lo que reduce la presión de ruptura de los tubos.



警告： 当有压力的情况下使用聚合物管线时，小心注意以下几点：

- 当接近有压力的聚合物管线时一定要戴防护眼镜。
- 熄灭附近所有的火焰。
- 不要使用已经被压瘪或严重弯曲的管线。
- 不要在非金属管线中使用四氢呋喃或浓硝酸或浓硫酸。
- 要了解使用二氯甲烷及二甲基亚砷会导致非金属管线膨胀，大大降低管线的耐压能力。



警告： 當在有壓力的情況下使用聚合物管線時，小心注意以下幾點。

- 當接近有壓力的聚合物管線時一定要戴防護眼鏡。
- 熄滅附近所有的火焰。
- 不要使用已經被壓癟或嚴重彎曲管線。
- 不要在非金屬管線中使用四氫呋喃或濃硝酸或濃硫酸。
- 要了解使用二氯甲烷及二甲基亞砷會導致非金屬管線膨脹，大大降低管線的耐壓能力。



경고: 가압 폴리머 튜브로 작업할 경우에는 주의하십시오.

- 가압 폴리머 튜브 근처에서는 항상 보호 안경을 착용하십시오.
- 근처의 화기를 모두 끄십시오.
- 심하게 변형되거나 꼬인 튜브는 사용하지 마십시오.
- 비금속(Nonmetallic) 튜브를 테트라히드로푸란(Tetrahydrofuran: THF) 또는 농축 질산 또는 황산과 함께 사용하지 마십시오.
- 염화 메틸렌(Methylene chloride) 및 디메틸설폭사이드(Dimethyl sulfoxide)는 비금속 튜브를 부풀려 튜브의 파열 압력을 크게 감소시킬 수 있으므로 유의하십시오.



警告: 圧力のかかったポリマーチューブを扱うときは、注意してください。

- 加圧されたポリマーチューブの付近では、必ず保護メガネを着用してください。
- 近くにある火を消してください。
- 著しく変形した、または折れ曲がったチューブは使用しないでください。
- 非金属チューブには、テトラヒドロフラン (THF) や高濃度の硝酸または硫酸などを流さないでください。
- 塩化メチレンやジメチルスルホキシドは、非金属チューブの膨張を引き起こす場合があります、その場合、チューブは極めて低い圧力で破裂します。

Cet avertissement s'applique aux instruments Waters équipés de tuyaux non métalliques ou utilisés avec des solvants inflammables.



Warning: The user shall be aware that if the equipment is used in a manner not specified by the manufacturer, the protection provided by the equipment may be impaired.



Avertissement : L'utilisateur doit être informé que si le matériel est utilisé d'une façon non spécifiée par le fabricant, la protection assurée par le matériel risque d'être défectueuse.



Warnung: Der Benutzer wird darauf aufmerksam gemacht, dass bei unsachgemäßer Verwendung des Gerätes die eingebauten Sicherheitseinrichtungen unter Umständen nicht ordnungsgemäß funktionieren.



Avvertenza: Si rende noto all'utente che l'eventuale utilizzo dell'apparecchiatura secondo modalità non previste dal produttore può compromettere la protezione offerta dall'apparecchiatura.



Advertencia: El usuario debe saber que, si el equipo se utiliza de forma distinta a la especificada por el fabricante, las medidas de protección del equipo podrían ser insuficientes.



警告： 使用者必须非常清楚如果设备不是按照制造厂商指定的方式使用，那么该设备所提供的保护将被削弱。



警告： 使用者必須非常清楚如果設備不是按照製造廠商指定的方式使用，那麼該設備所提供的保護將被消弱。



경고: 제조업체가 명시하지 않은 방식으로 장비를 사용할 경우 장비가 제공하는 보호수단이 제대로 작동하지 않을 수 있다는 점을 사용자에게 반드시 인식시켜야 합니다.



警告: ユーザーは、製造元により指定されていない方法で機器を使用すると、機器が提供している保証が無効になる可能性があることに注意して下さい。

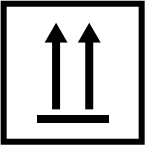



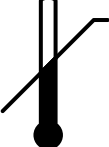

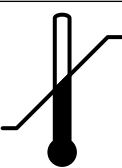
2.6 Symboles électriques

Les symboles électriques suivants et les mentions associées peuvent figurer dans les manuels de l'utilisateur de l'instrument et sur les panneaux avant ou arrière de l'instrument.

| Symbole | Description |
|---------|---|
| | Allumé |
| ○ | Éteint |
| | En veille |
| ≡ | Courant continu |
| ~ | Courant alternatif |
| 3~ | Courant alternatif (triphase) |
| | Terre de protection |
| | Connexion de mise à la masse du cadre ou du châssis |
| | Fusible |
| | Terre fonctionnelle |
| | Entrée |
| | Sortie |
| | Indique que l'appareil ou le bloc peut être endommagé par les décharges électrostatiques. |

2.7 Symboles relatifs à la manipulation

Les symboles de manipulation suivants et leurs mentions associées peuvent figurer sur les étiquettes collées sur les emballages d'expédition des instruments, des dispositifs et de leurs éléments.

| Symbole | Description |
|---|-----------------------------------|
|  | Maintenir en position verticale ! |
|  | Maintenir au sec ! |
|  | Fragile ! |
|  | Ne pas utiliser de crochets ! |
|  | Limite de température supérieure |
|  | Limite de température inférieure |
|  | Limite de température |

3 Présentation générale du système

Le Système Alliance iS HPLC est le tout premier système HPLC spécialement conçu pour Empower, le système de données chromatographiques (ou CDS) de Waters. Il a pour objectif d'améliorer les résultats des laboratoires de contrôle qualité.

À travers des fonctions spécialement développées pour lui, ce système vous aide à réduire les inefficacités et la complexité, à améliorer les taux de réussite en matière de migration et de transfert des méthodes, ainsi qu'à garantir des résultats rapides grâce aux avantages suivants :

- Prévention intuitive de nombreuses erreurs courantes
- Guidage simple et rapide là où vous en avez besoin
- Productivité et capacité accrues par une utilisation efficace des ressources et un fonctionnement fiable
- Amélioration de l'efficacité des protocoles et de la qualité
- Renforcement de l'intégrité des données

Le Système Alliance iS Bio HPLC est spécialement destiné aux laboratoires de contrôle qualité en biopharmacie. Le circuit fluide est conçu dans des matériaux biocompatibles comme le MP35N et le titane (Ti), et est doté de la technologie bioinerte MaxPeak HPS, qui assure résilience et durabilité même pour les applications biopharmaceutiques les plus exigeantes. Associé à la technologie MaxPeak HPS, le Système Alliance iS Bio HPLC offre de nombreux avantages :

- Réduction de l'adsorption non spécifique
- Matériaux résistants à la corrosion
- Fonctionnalité standard de réduction des erreurs
- Guidage simple et intuitif
- Résultats plus rapides et plus reproductibles
- Intégrité des données renforcée

3.1 Caractéristiques du système

Les principales caractéristiques du système incluent un écran tactile intuitif et des fonctionnalités de colonne intelligente.

Le système Alliance iS offre une série de fonctionnalités nouvelles et uniques :

- Système conçu pour la suite logicielle Empower de Waters (Empower). Consultez la rubrique [Fonctionnalités d'Empower \(Page 60\)](#).
- Écran tactile avancé et facile d'utilisation, intégré au logiciel Empower. Consultez la rubrique [Fonctions de l'écran tactile \(Page 55\)](#).
- Voyant d'état du système via l'écran tactile
- Attaches de tubulure de solvant colorées selon un code couleur à des fins d'organisation et de traçabilité
- Application Intelligent Method Translator App (iMTA). Consultez la rubrique [Intelligent Method Translator App \(Page 61\)](#).
- Colonnes HPLC eConnect. Consultez la rubrique [Technologie eConnect \(Page 54\)](#).
- Surveillance du système waters_connect via la plateforme cloud waters_connect
- Technologie embarquée intelligente liée au nouveau centre d'aide de Waters
- Matériaux résistants à la corrosion et bio-inertes (Système Alliance iS Bio HPLC uniquement)

3.1.1 Injecteur automatique de type FTN (Flow Through Needle)

Le mécanisme FTN (Flow Through Needle) facilite le transfert des méthodes LC et améliore l'exactitude des injections.

Le mécanisme FTN du module d'injection aspire un échantillon et le retient dans l'aiguille de prélèvement de l'échantillon, prêt à l'injecter dans la colonne. L'aiguille s'intègre au circuit fluide d'injection lorsque l'échantillon est introduit dans la colonne.

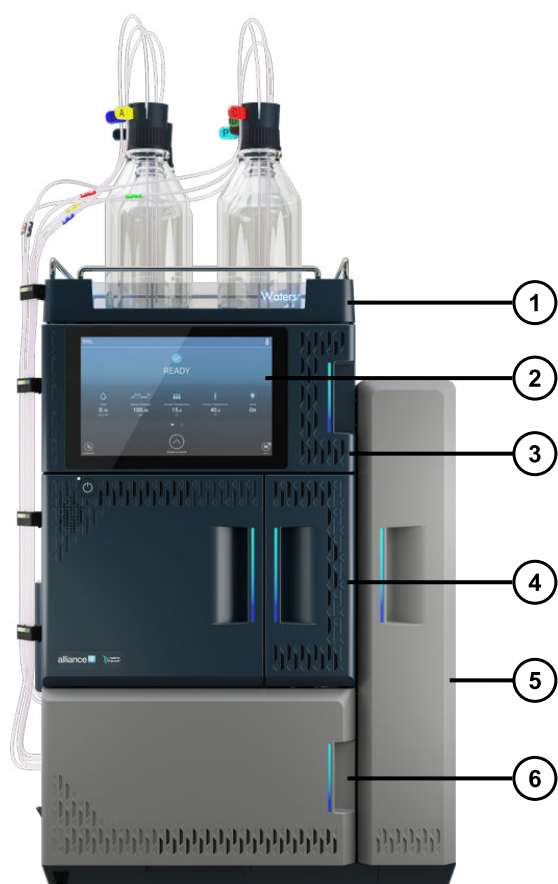
Le mécanisme FTN réduit la durée de cycle pour les injections de faible volume et il ne nécessite pas l'acquisition de nouveaux modes d'injection. Les gradients de phase mobile passent à travers l'aiguille au cours de l'injection, pour garantir la récupération complète de l'échantillon.

3.2 Modules

Les modules principaux du système sont un module d'injection, une pompe et un compartiment des colonnes.

L'image suivante présente le système constitué des modules principaux et d'un détecteur.

Figure 3–1 : Modules du système Alliance iS



- ① Bac à solvants
- ② Écran tactile
- ③ Détecteur
- ④ Module d'injection
- ⑤ Compartiment des colonnes
- ⑥ Pompe

Le système comporte spécifiquement les modules principaux suivants :

Remarque : La partie située à l'intérieur du châssis du système et qui abrite le module d'injection et la pompe est appelée bloc module fluide intégré, ou IFM.

- Module d'injection : Flow Through Needle, ou SM-FTN. Voir la section [Fonctions du module d'injection \(Page 47\)](#).
- Pompe : module de pompe « Quaternary Solvent Manager », ou QSM. Voir la section [Fonctions de la pompe \(Page 53\)](#).
- Compartiment de colonne : four à colonne avec option refroidissement, ou CHC. Voir la section [Caractéristiques du four à colonne avec option refroidissement \(Page 53\)](#).

En plus des modules principaux, le système comprend un détecteur à ultraviolets programmable (TUV) ou un détecteur à barrette de diodes (PDA). Voir la section [Fonctionnalités du détecteur TUV \(Page 29\)](#) ou [Caractéristiques du détecteur PDA \(Page 37\)](#).

3.2.1 Fonctionnalités du détecteur TUV

Le détecteur fait partie intégrante d'un système de chromatographie Waters.

Le détecteur optique à ultraviolets programmable (TUV) Alliance iS est un détecteur d'absorbance ultraviolet/visible (UV/Vis) à deux canaux. Ce détecteur est piloté par Empower et comprend une cellule de détection analytique présentant un volume de 16,3 µL et un trajet optique de 10 mm de longueur.

La conception de la cellule de détection est basée sur la technologie TaperSlit de Waters.

Le détecteur présente les caractéristiques suivantes :

- Temps d'équilibrage et de préchauffage améliorés
- Sensibilité améliorée grâce à la cellule de détection TaperSlit brevetée, qui canalise la lumière à travers la cellule pour un meilleur rendement énergétique
- Optimisation de la lampe pour obtenir les meilleures performances durant toute la durée de vie d'une lampe au deutérium
- Faible bruit de la ligne de base (< 5 µUA)
- Amélioration et ajout de fonctionnalités permettant d'atténuer les effets des variations de la température ambiante (consultez le tableau des fonctionnalités ci-dessous)
- Fréquences d'échantillonnage flexibles, de 1 à 160 Hz, pour des séparations LC rapides et standard
- Optimisation indépendante des fréquences d'échantillonnage et des constantes de temps de filtrage, ce qui vous permet de régler votre détecteur en fonction de vos objectifs de séparation

Tableau 3–1 : Caractéristiques du détecteur TUV

| Caractéristique | Description |
|------------------------------|---|
| Deux modes de fonctionnement | Mode simple ou double longueur d'onde Voir la section Mode Simple longueur d'onde (Page 35) ou Mode Double longueur d'onde (Page 36) . |

Tableau 3-1 : Caractéristiques du détecteur TUV (suite)

| Caractéristique | Description |
|--|--|
| Filtre de second ordre automatique | Prend en charge l'absorbance standard, la fonctionnalité UV/Vis et la fonction de balayage de spectre |
| Fonction diagnostique complète | Outils de diagnostic intégrés chargés d'optimiser les fonctionnalités et les performances de l'instrument |
| Gestion de la dérive thermique (améliorée) et contrôle thermique actif (nouveau) | Réduisent les problèmes de performance dus aux variations de la température ambiante Consultez la section Gestion de la dérive thermique et contrôle thermique actif sur le détecteur TUV (Page 36) . |
| Pour le bloc de cuvette en option : | |
| Restriction : Vous devez retirer la cellule de détection du détecteur avant d'insérer un bloc de cuvette. | |
| Qualification par cuvette | Qualification du détecteur facilitée par l'introduction d'un étalon dans une cuvette. Cette fonctionnalité est prise en charge par les kits de qualification Waters disponibles à l'achat (cuvette en option vendue séparément). |
| Analyse d'échantillon dans la cuvette | Enregistrement du spectre de tout échantillon placé dans la cuvette |

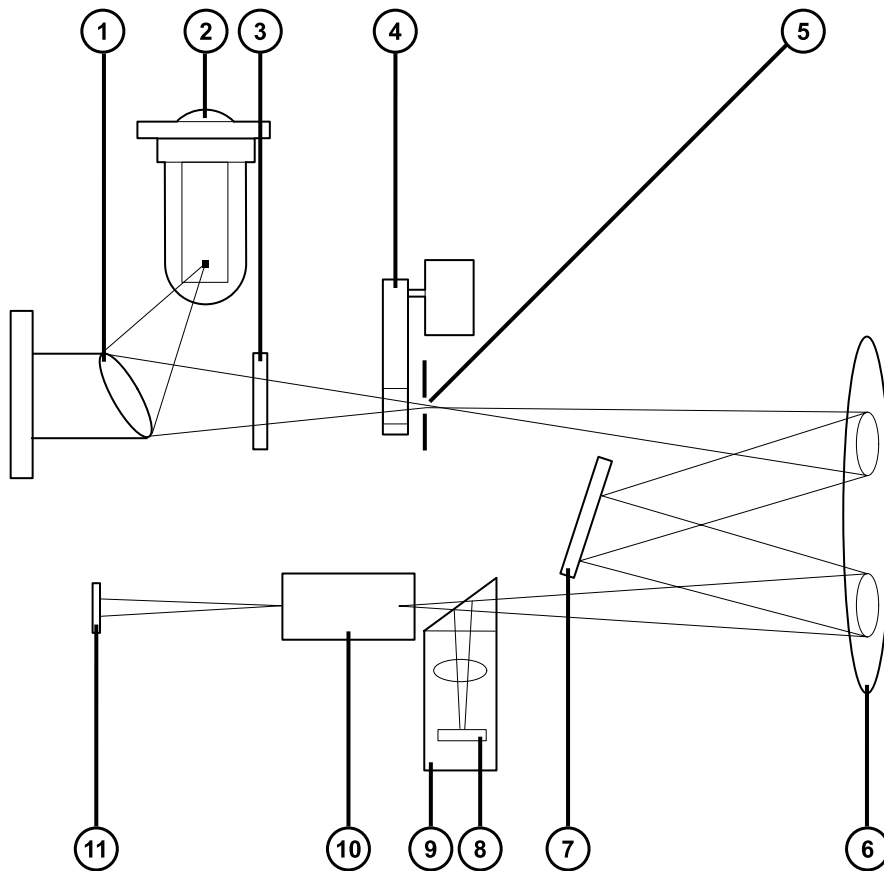
3.2.1.1 Système optique du détecteur TUV

Le système optique du détecteur est conçu autour d'un monochromateur Fastie-Ebert.

La figure suivante illustre les composants qui forment le bloc optique du détecteur.

Remarque : En plus de ce qui est illustré sur la figure, le système optique du détecteur comprend également un obturateur, un filtre d'étalonnage de la longueur d'onde et un filtre de second ordre.

Figure 3-2 : Bloc optique du détecteur



- ① Miroir
- ② Lampe au deutérium (D2) haute luminosité
- ③ Fenêtre
- ④ Molette du filtre
- ⑤ Fente
- ⑥ Miroir
- ⑦ Grille
- ⑧ Photodiode de référence
- ⑨ Séparateur de faisceau
- ⑩ Cellule de détection TaperSlit

11 Photodiode d'échantillon

3.2.1.1.1 Trajet du faisceau lumineux dans le dispositif optique du détecteur TUV

La conception du détecteur TUV est spécialement adaptée aux débits lumineux exceptionnellement élevés.

Le détecteur TUV fonctionne comme suit :

1. Un miroir collecte la lumière de la lampe et la concentre au travers de la molette du filtre et sur la fente d'entrée. Un autre miroir oriente la lumière vers la grille, tandis qu'une autre partie de ce miroir concentre la lumière dispersée sur une bande de longueurs d'onde spécifique, déterminée par l'angle de grille, et la dirige sur l'entrée de la cellule de détection. La lumière sort de la cellule de détection pour frapper la photodiode d'échantillon.
2. Le séparateur de faisceau, situé juste devant la cellule de détection, dévie une partie de la lumière vers une photodiode de référence.
3. Lorsque vous indiquez une nouvelle longueur d'onde sur l'écran tactile du système (ou par le biais du logiciel Empower), le détecteur tourne la grille jusqu'à la position adéquate.
4. Les courants provenant des photodiodes sont intégrés et numérisés pour être traités par le système de traitement électronique du signal et transmis à un ordinateur ou à un intégrateur.

3.2.1.1.2 Filtrage du bruit

Pour réduire le bruit, le détecteur est équipé d'un filtre Hamming.

Le filtre Hamming du détecteur est un filtre à réponse impulsionnelle finie numérique qui diminue la hauteur de pic et améliore le filtrage du bruit haute fréquence.

Le comportement du filtre dépend de la constante de temps de filtrage sélectionnée. Les options de programmation du filtre dans Method Editor (Éditeur de méthode) sont les suivantes : No Filter (Aucun filtre), Slow (Lent), Normal, Fast (Rapide) et Custom (Personnalisé). Lorsque vous sélectionnez l'option Slow (Lent), Normal ou Fast (Rapide), aucune valeur n'est demandée. La constante de filtrage dépend de la fréquence d'échantillonnage. Lorsque vous sélectionnez l'option Other (Autre), une valeur peut être saisie, mais elle sera révisée à la hausse ou à la baisse en fonction de la fréquence d'échantillonnage. Le filtrage est désactivé si vous sélectionnez l'option No Filter (Aucun filtre) ou Custom (Personnalisé) et saisissez la valeur « 0.0 ».

La constante de temps de filtrage ajuste la fenêtre de temps au cours de laquelle les données sont filtrées. Elle contrôle donc le niveau de lissage de la ligne de base et son impact sur la hauteur de pic. L'optimisation de ce paramètre dans la méthode garantit l'obtention des rapports signal/bruit les plus élevés pour l'application considérée.

Le réglage d'une constante de temps plus rapide produit les effets suivants :

- Les pics étroits subissent une déformation et un retard minimum.
- Les pics très petits deviennent plus difficiles à distinguer du bruit de la ligne de base.
- Une plus faible quantité de bruit de ligne de base est éliminée.

Le réglage d'une constante de temps plus lente produit les effets suivants :

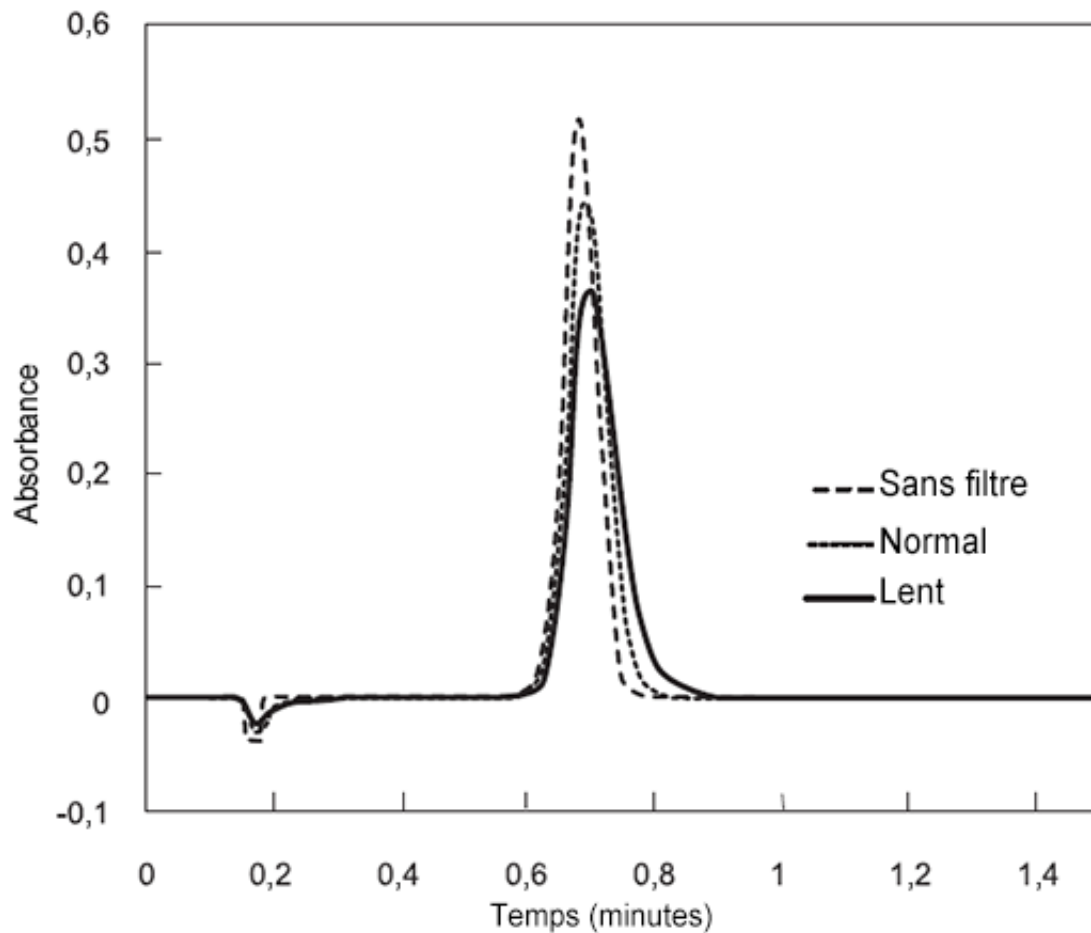
- Le bruit de la ligne de base est fortement réduit.
- Les pics apparaissent plus courts et élargis.

Conseil : Bien que le pic soit déformé et que la sortie du signal soit retardée lorsqu'une constante de temps différente est appliquée, la surface du pic reste constante.

À chaque fréquence d'échantillonnage, le logiciel inclut des constantes de filtrage rapide et normale, qui conviennent respectivement aux applications à vitesse élevée et à sensibilité élevée.

La figure suivante montre la relation entre une augmentation de la constante de temps de filtrage et l'absorbance.

Figure 3–3 : Effet d'une augmentation de la constante de temps de filtrage



3.2.1.2 Vérification et test de la longueur d'onde du détecteur TUV

Si votre détecteur fonctionne en continu, Waters vous recommande de vérifier les longueurs d'onde toutes les semaines.

La lampe à arc au deutérium et le filtre d'erbium intégré du détecteur émettent des pics à des longueurs d'onde connues dans le spectre de transmission. Au démarrage, le détecteur vérifie l'étalonnage en comparant la position de ces pics aux longueurs d'onde attendues grâce aux données d'étalonnage enregistrées dans la mémoire du détecteur. Si les résultats de la vérification diffèrent des données stockées de plus de 1,0 nm, le détecteur affiche un message `Wavelength Verification Failure` (Échec de la vérification des longueurs d'onde). Cette vérification au démarrage est préférée à un nouvel étalonnage du fait des éventuelles erreurs provenant de la présence de résidus dans la cellule de détection.

Vous pouvez effectuer un étalonnage manuel des longueurs d'onde à tout moment. Les données de l'étalonnage manuel viennent remplacer les données d'étalonnage précédentes.

Les algorithmes de vérification et d'étalonnage sont quasiment identiques. La différence provient du fait que l'algorithme de vérification peut afficher un message d'erreur lorsque les données mesurées ne correspondent pas aux données stockées, tandis que l'algorithme d'étalonnage remplace les données stockées par le nouveau jeu de données.

Les procédures de vérification des longueurs d'onde du détecteur permettent d'obtenir une position initiale approximative à l'aide d'un capteur de repos à réseau. Une fois la position de repos trouvée, le détecteur localise et enregistre le pic à 656,1 nm du spectre d'émission de la lampe au deutérium.

Le filtre d'erbium intégré se place sur le chemin optique commun, devant la fente d'entrée de la cellule de détection. Il permet au détecteur de localiser trois caractéristiques spectrales supplémentaires aux longueurs d'onde suivantes :

- 256,7 nm (UV)
- 379,0 nm
- 521,5 nm

Les tests de vérification du détecteur nécessitent cinq minutes de préchauffage de la lampe.

3.2.1.3 Modes de fonctionnement

Les fonctionnalités du détecteur incluent deux modes de fonctionnement.

Le détecteur fonctionne en mode Single-Wavelength (Simple longueur d'onde) ou Dual-Wavelength (Double longueur d'onde). Il permet le balayage du spectre à l'aide d'une cellule de détection ou d'une cuvette en option.

(Consultez l'aide *Empower online Information System* (Système d'informations en ligne d'Empower) pour plus de détails sur le pilotage du détecteur dans cet environnement logiciel.)

3.2.1.3.1 Mode Simple longueur d'onde

Le mode *Single-Wavelength* (*Simple longueur d'onde*) est le mode de fonctionnement par défaut du détecteur.

Le détecteur permet le suivi d'une longueur d'onde simple comprise entre 190 et 700 nm, réglable par incréments de 1 nm sur le canal A.

Dans ce mode, le détecteur active automatiquement le filtre optique de second ordre pour les longueurs d'onde supérieures ou égales à 370 nm. Il le retire pour les longueurs d'onde inférieures à 370 nm. Ce filtre bloque la lumière UV non désirée et l'empêche de venir frapper la grille de diffraction, pour éviter les interférences lors de la détection d'absorbances au-dessus de 370 nm.

Lorsque le détecteur est utilisé dans ce mode, vous pouvez configurer les autres paramètres répertoriés dans le tableau ci-dessous et créer un tableau Events (Événements) pour le détecteur.

Tableau 3–2 : Mode Simple longueur d'onde – Paramètres configurables

| Paramètre | Description |
|--|--|
| Lamp (Lampe) | Allumage ou extinction de la lampe du détecteur |
| Data rate (Fréquence d'échantillonnage des données), en Hz | Réglage de la fréquence d'échantillonnage jusqu'à 160 Hz (en monocanal, 2 Hz en bicanal). |
| Wavelength A (Longueur d'onde A), en nm | Réglage de la longueur d'onde sur le canal A, comprise entre 190 et 700 nm, par incréments de 1 nm Remarque : Si le détecteur est en mode Dual-Wavelength (Double longueur d'onde), la valeur de la longueur d'onde B apparaît aussi. |
| Filter time constant (Constante de temps de filtrage), en s | Programmation d'un temps de filtrage. Options disponibles : No Filter (Aucun filtre), Slow (Lent), Normal, Fast (Rapide) et Custom (Personnalisé). Consultez la rubrique Filtration du bruit (Page 32) pour obtenir des informations détaillées sur ce paramètre, ces options de réglage et leurs différents effets. |
| Autozero (Mise à zéro automatique), deux options : <ul style="list-style-type: none">• Autozero on Inject Start (Mise à zéro automatique au démarrage de l'injection)• Autozero on Wavelength Change (Mise à zéro automatique au changement de longueur d'onde) | Réglage du déclenchement de la mise à zéro automatique (réinitialise les décalages du détecteur) |

3.2.1.3.2 Mode Double longueur d'onde

En mode Double longueur d'onde, le détecteur peut suivre deux longueurs d'onde, une sur le canal A, l'autre sur le canal B.

Comme la fréquence d'échantillonnage est réduite à 1 ou 2 Hz, l'utilisation du mode Dual-Wavelength (Double longueur d'onde) est limitée à une chromatographie plus standard, où les largeurs de pic durent au moins 20 secondes pour permettre la caractérisation complète d'un pic.

Avec ce mode, les conditions suivantes s'appliquent :

- Si les deux longueurs d'onde sélectionnées sont supérieures à 370 nm, le détecteur applique le filtre de second ordre pour bloquer toute lumière UV non désirée.
- Si les deux longueurs d'onde sélectionnées sont inférieures à 370 nm, le détecteur retire le filtre de second ordre.
- Si les longueurs d'onde sélectionnées sont situées de part et d'autre du seuil de 370 nm, le détecteur n'applique pas le filtre de second ordre. Il émet un message d'alerte quant à la possibilité d'inexactitudes dans les données collectées pour la longueur d'onde supérieure à 370 nm, du fait d'éventuelles interférences dues au rayonnement UV.

3.2.1.4 Utilisation de la cuvette

L'option cuvette du détecteur sert à mesurer le spectre d'absorbance d'un échantillon dans une cuvette.

Remarque : Cette section porte uniquement sur l'utilisation du bloc de la cuvette en option.

Pour acquérir et conserver un spectre :

1. Effectuez un balayage du blanc pour mesurer l'absorbance du contenu de la cuvette sur la plage de longueurs d'onde recherchée.
2. Effectuez un balayage de l'échantillon, ou d'absorbance, qui mesure l'absorbance de l'analyte dissous dans la solution.

Résultat : Le détecteur soustrait le balayage du blanc du balayage de l'échantillon pour créer le spectre de l'échantillon.

3.2.1.5 Gestion de la dérive thermique et contrôle thermique actif sur le détecteur TUV

Les fonctionnalités ci-dessous du détecteur intégré réduisent les problèmes de performance dus aux variations de la température ambiante.

Gestion de la dérive thermique (améliorée) : pour dissocier la performance de la ligne de base des variations de température ambiante, le détecteur dispose d'une isolation, de ventilateurs, d'un réchauffeur, d'un déflecteur et d'un contrôle thermique actif.

Contrôle thermique actif (nouveau) : pour assurer la stabilité de la ligne de base en présence de variations de température ambiante, le détecteur contrôle activement la température du banc optique.

3.2.2 Caractéristiques du détecteur PDA

Le détecteur fait partie intégrante d'un système de chromatographie Waters.

Le détecteur à barrette de diodes Alliance iS (PDA) est un détecteur optique qui peut simultanément acquérir des données 2D et 3D. Ce détecteur est piloté par Empower et comprend une cellule de détection analytique présentant un volume de 8,4 µL et un trajet optique de 10 mm de longueur.

La conception de la cellule de détection est basée sur la technologie TaperSlit de Waters.

Le détecteur présente les caractéristiques suivantes :

- Temps d'équilibrage et de préchauffage améliorés
- Sensibilité améliorée grâce à la cellule de détection TaperSlit brevetée, qui canalise la lumière à travers la cellule pour un meilleur rendement énergétique
- Fente variable commandée par actionneur
- ID de la lampe, de la cellule de détection et du filtre optique
- Options de cuvette
- Alignement de précision des grilles
- Isolation thermique et contrôle
- Confirmation de la position initiale
- Optimisation de la lampe pour obtenir les meilleures performances durant toute la durée de vie d'une lampe au deutérium
- Faible bruit de la ligne de base (< 10 µUA)
- Amélioration et ajout de fonctionnalités permettant d'atténuer les effets des variations de la température ambiante (consultez le tableau des caractéristiques ci-dessous)
- Fréquences d'échantillonnage flexibles, de 1 à 160 Hz, pour des séparations LC rapides et standard
- Optimisation indépendante des fréquences d'échantillonnage et des constantes de temps de filtrage, ce qui vous permet de régler votre détecteur en fonction de vos objectifs de séparation

Tableau 3–3 : Caractéristiques du détecteur PDA

| Caractéristique | Description |
|------------------------------------|---|
| Filtre de second ordre automatique | Prend en charge l'absorbance standard, la fonctionnalité UV/Vis et la fonction de balayage de spectre |
| Fonction diagnostique complète | Outils de diagnostic intégrés chargés d'optimiser les fonctionnalités et les performances de l'instrument |

Tableau 3–3 : Caractéristiques du détecteur PDA (suite)

| Caractéristique | Description |
|--|--|
| Gestion de la dérive thermique (améliorée) et contrôle thermique actif (nouveau) | Réduit les problèmes de performance dus aux variations de la température ambiante Consultez la section Gestion de la dérive thermique et contrôle thermique actif sur le détecteur PDA (Page 42) . |
| Qualification par cuvette | Qualification du détecteur facilitée par l'introduction d'un étalon dans une cuvette. Cette fonctionnalité est prise en charge par les kits de qualification Waters disponibles à l'achat (cuvette en option vendue séparément). |
| Analyse d'échantillon dans la cuvette | Enregistrement du spectre de tout échantillon placé dans la cuvette |

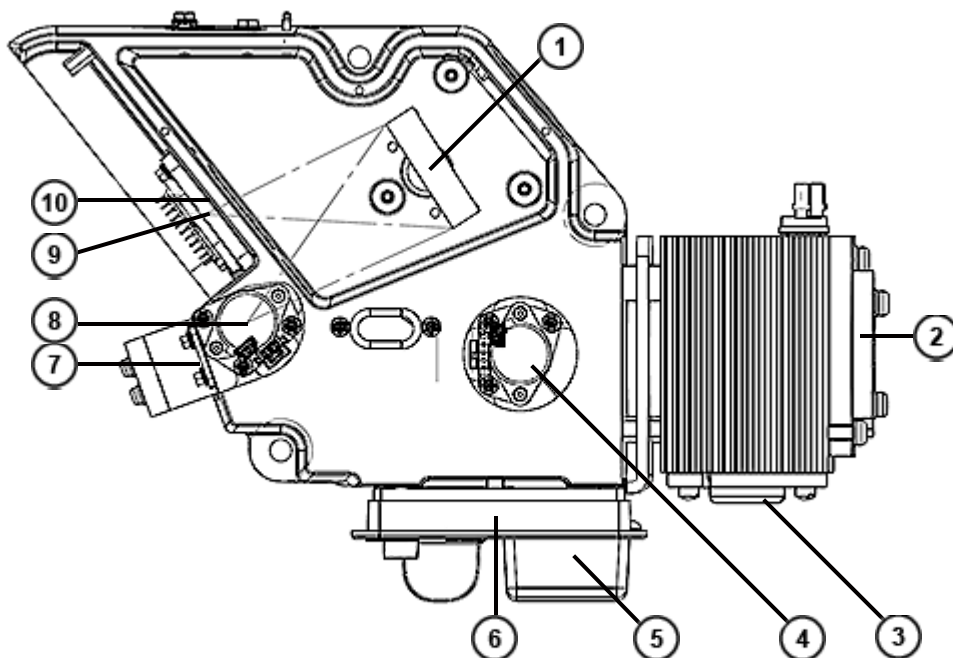
3.2.2.1 Système optique du détecteur PDA

Le banc optique du détecteur PDA fait passer la lumière à travers la solution étudiée, puis la sépare pour analyse.

Le détecteur est un spectrophotomètre ultraviolet/visible, ou UV/Vis. Comportant une barrette de 518 photodiodes, le détecteur fonctionne à une longueur d'onde comprise entre 190 et 800 nm.

Le schéma ci-dessous illustre la trajectoire du faisceau lumineux dans le dispositif optique du détecteur.

Figure 3-4 : Trajet du faisceau lumineux dans le dispositif optique



- ① Grille : elle décompose la lumière en bandes de différentes longueurs d'onde et les concentre sur le plan de la barrette de diodes.
- ② Miroir M1 : il concentre la lumière provenant de la lampe source au deutérium.
- ③ Lampe : il s'agit d'une lampe source au deutérium.
- ④ Obturateur/repère de filtre : il s'agit d'un repère de positionnement pour la mesure des énergies du faisceau en position ouverte, pour l'échantillon, et interrompue, pour le courant d'obscurité. Un troisième repère est utilisé pour la vérification des longueurs d'onde.
- ⑤ Porte-cuvette : il assure la stabilité et l'alignement de la cuvette dans le détecteur et permet à la lumière de traverser l'échantillon pour une analyse précise.
- ⑥ Cellule de détection : elle abrite le segment du circuit fluide, contenant l'éluant et l'échantillon, traversé par le faisceau lumineux polychromatique.
- ⑦ Masque et miroir de spectrographe : la lumière, transmise au travers de la cellule de détection, est concentrée par le miroir sur la fente située à l'entrée de la partie spectrographique du système optique. Le masque du miroir définit la taille du faisceau au niveau du réseau.

- ⑧ Fente variable : elle détermine la résolution et la quantité de lumière qui atteint le capteur du détecteur PDA. Une fente plus petite produit une image plus petite et plus nette offrant une meilleure résolution, mais avec un débit lumineux plus faible. Une fente plus large permet un meilleur passage de la lumière, ce qui peut accroître la sensibilité et le bruit au détriment de la résolution. La largeur de la fente est variable, mais la valeur par défaut est de 50 μm .
- ⑨ Capteur à barrette de photodiodes (PDA) : il s'agit d'une barrette linéaire de 518 photodiodes, d'une largeur de 50 μm , qui mesure l'intensité de la lumière dispersée en fonction de la position sur le capteur. L'étalonnage permet de convertir les données de position en longueur d'onde pour obtenir des données spectrales.
- ⑩ Filtre d'ordre : il réduit la contribution de la diffraction de second ordre de la lumière UV, de longueur d'onde inférieure à 370 nm, à l'intensité lumineuse observée aux longueurs d'onde visibles, c'est-à-dire supérieures à 345 nm.

3.2.2.1.1 Trajet du faisceau lumineux dans le dispositif optique du détecteur PDA

La conception du détecteur est spécialement adaptée aux débits lumineux exceptionnellement élevés.

Le détecteur fonctionne comme suit :

1. La lumière émise par la lampe au deutérium est reconcentrée par un miroir elliptique dans la cellule de détection.
2. Le faisceau lumineux s'étend ensuite pour remplir la grille ; celui-ci est ainsi séparé en longueurs d'onde, qui sont reconcentrées sur le capteur PDA.

3.2.2.1.2 Filtrage du bruit

Pour réduire le bruit, le détecteur est équipé d'un filtre Hamming.

Le filtre Hamming du détecteur est un filtre à réponse impulsionnelle finie numérique qui diminue la hauteur de pic et améliore le filtrage du bruit haute fréquence.

Le comportement du filtre dépend de la constante de temps de filtrage sélectionnée. Les options de programmation du filtre dans Method Editor (Éditeur de méthode) sont les suivantes : No Filter (Aucun filtre), Slow (Lent), Normal, Fast (Rapide) et Custom (Personnalisé). Lorsque vous sélectionnez l'option Slow (Lent), Normal ou Fast (Rapide), aucune valeur n'est demandée.

La constante de filtrage dépend de la fréquence d'échantillonnage. Lorsque vous sélectionnez l'option Other (Autre), une valeur peut être saisie, mais elle sera révisée à la hausse ou à la baisse en fonction de la fréquence d'échantillonnage. Le filtrage est désactivé si vous sélectionnez l'option No Filter (Aucun filtre) ou Custom (Personnalisé) et saisissez la valeur « 0.0 ».

La constante de temps de filtrage ajuste la fenêtre de temps au cours de laquelle les données sont filtrées. Elle contrôle donc le niveau de lissage de la ligne de base et son impact sur la hauteur de pic. L'optimisation de ce paramètre dans la méthode garantit l'obtention des rapports signal/bruit les plus élevés pour l'application considérée.

Le réglage d'une constante de temps plus rapide produit les effets suivants :

- Les pics étroits subissent une déformation et un retard minimum.
- Les pics très petits deviennent plus difficiles à distinguer du bruit de la ligne de base.
- Une plus faible quantité de bruit de ligne de base est éliminée.

Le réglage d'une constante de temps plus lente produit les effets suivants :

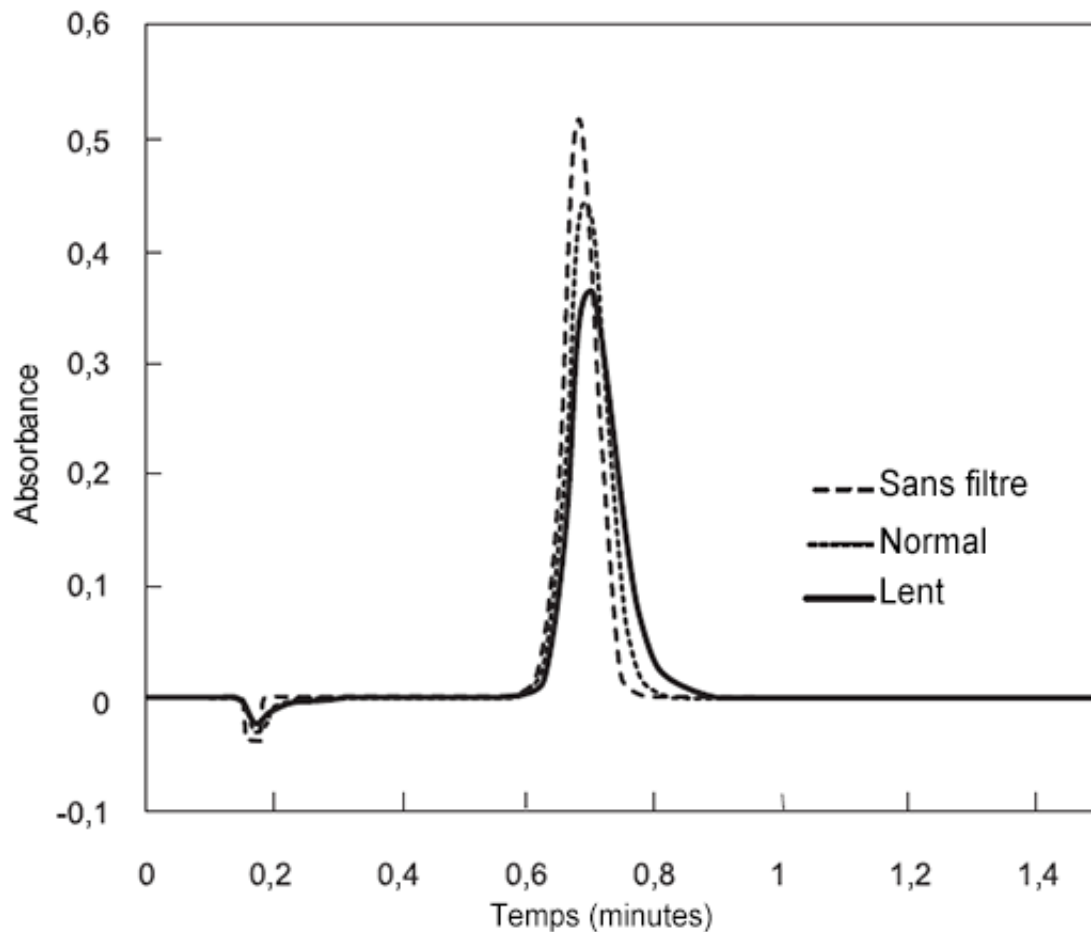
- Le bruit de la ligne de base est fortement réduit.
- Les pics apparaissent plus courts et élargis.

Conseil : Bien que le pic soit déformé et que la sortie du signal soit retardée lorsqu'une constante de temps différente est appliquée, la surface du pic reste constante.

À chaque fréquence d'échantillonnage, le logiciel inclut des constantes de filtrage rapide et normale, qui conviennent respectivement aux applications à vitesse élevée et à sensibilité élevée.

La figure suivante montre la relation entre une augmentation de la constante de temps de filtrage et l'absorbance.

Figure 3-5 : Effet d'une augmentation de la constante de temps de filtrage



3.2.2.2 Vérification et test de la longueur d'onde du détecteur PDA

Si votre détecteur fonctionne en continu, Waters vous recommande de vérifier les longueurs d'onde toutes les semaines.

L'étalonnage du détecteur PDA est vérifié à l'aide de deux pics spectraux provenant de la lampe au deutérium et de trois pics d'absorbance provenant de son filtre d'erbium intégré. Au démarrage, le détecteur vérifie l'étalonnage en comparant la position de ces pics aux longueurs d'onde attendues grâce aux données d'étalonnage enregistrées dans la mémoire du détecteur. Si les résultats de la vérification diffèrent des données stockées de plus de 1,0 nm, le détecteur affiche un message `Wavelength Verification Failure` (Échec de la vérification des longueurs d'onde).

La vérification de la longueur d'onde nécessite généralement un trajet optique propre à travers la cellule de détection pour garantir que le signal est transmis au capteur. Si la cellule de détection n'a pas été utilisée depuis un certain temps, des bulles ou des contaminants peuvent obstruer le trajet optique et interférer avec la vérification de la longueur d'onde. Pour des raisons de sécurité, le débit n'est pas initié au démarrage de l'instrument. Si la vérification de la longueur d'onde échoue au démarrage, il est recommandé de réexécuter le processus de vérification avec la cellule de détection rincée et le débit équilibré.

Si la vérification suivante échoue, vous pouvez réétalonner le détecteur PDA. Notez qu'un réétalonnage peut invalider les comparaisons spectrales en bibliothèque et les analyses de pureté de pic effectuées avec un précédent étalonnage.

3.2.2.3 Utilisation de la cuvette

L'option cuvette du détecteur sert à mesurer le spectre d'absorbance d'un échantillon dans une cuvette.

Remarque : Cette section porte uniquement sur l'utilisation du bloc de la cuvette en option.

Pour acquérir et conserver un spectre :

1. Effectuez un balayage du blanc pour mesurer l'absorbance du contenu de la cuvette sur la plage de longueurs d'onde recherchée.
2. Effectuez un balayage de l'échantillon, ou d'absorbance, qui mesure l'absorbance de l'analyte dissous dans la solution.

Résultat : Le détecteur soustrait le balayage du blanc du balayage de l'échantillon pour créer le spectre de l'échantillon.

3.2.2.4 Gestion de la dérive thermique et contrôle thermique actif sur le détecteur PDA

Les fonctionnalités ci-dessous du détecteur intégré réduisent les problèmes de performance dus aux variations de la température ambiante.

Gestion de la dérive thermique (améliorée) : pour dissocier la performance de la ligne de base des variations de température ambiante, le détecteur dispose d'une isolation, de ventilateurs, d'un réchauffeur, d'un déflecteur, de zones thermiques isolées, et d'un contrôle thermique actif.

Contrôle thermique actif (nouveau) : pour assurer la stabilité de la ligne de base en présence de variations de température ambiante, le détecteur contrôle activement la température du banc optique et de la lampe.

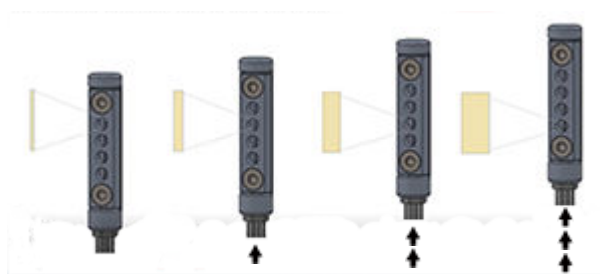
3.2.2.5 Largeur de fente variable

La largeur de la fente variable permet à l'utilisateur d'assurer un équilibre entre résolution et cadence, en fonction de son analyse.

Ce détecteur PDA Alliance iS dispose d'une fente variable commandée par actionneur. Les largeurs de fente disponibles sont les suivantes :

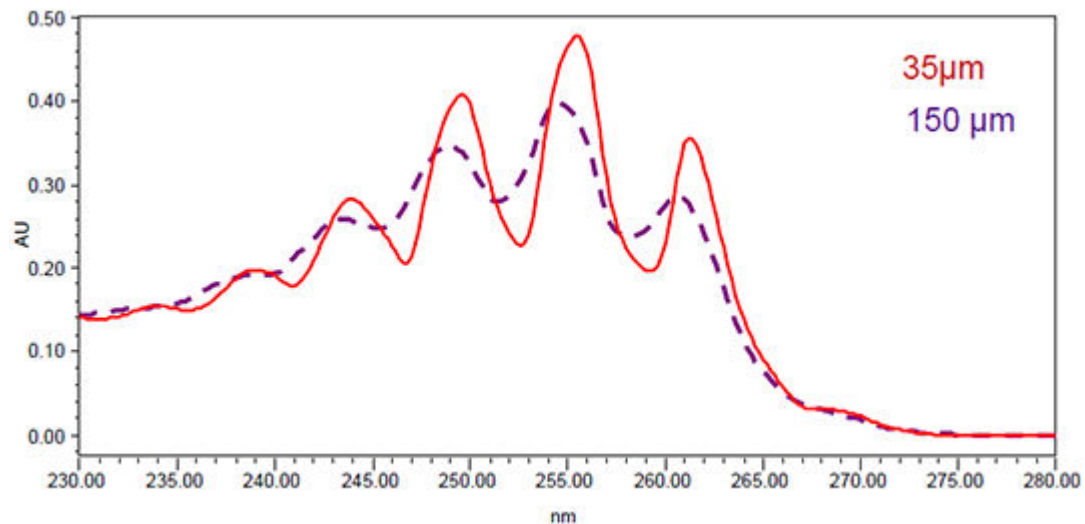
- 35 μm
- 50 μm (par défaut)
- 100 μm
- 150 μm

Figure 3–6 : Fentes variables du détecteur PDA Alliance iS



Une fente de petite taille optimise la résolution spectrale des pics. Une fente de grande taille optimise le rapport signal/bruit et assure une meilleure sensibilité.

Figure 3–7 : Effet de la largeur de la fente sur la résolution du benzène



Les niveaux d'énergie des fentes sont proportionnels à leur surface.

3.2.2.6 Vérification de l'étalonnage du détecteur PDA

Vérifiez l'étalonnage du détecteur après avoir démonté et remplacé une cellule de détection ou en cas d'échec de la vérification au démarrage du système.

Pour vérifier l'étalonnage du détecteur PDA, amorcez le système et activez le débit pendant dix minutes afin de rincer la cellule de détection avec du solvant et de s'assurer qu'elle est bien humide. Nous recommandons d'utiliser un mélange eau/acétonitrile 90:10 à un débit de 0,5 mL/min. Préchauffez la lampe au deutérium pendant au moins cinq minutes et vérifiez qu'elle est à l'état ON (Allumée) avant de lancer la vérification.

Si des tampons ont été utilisés récemment dans la cellule de détection, nous vous recommandons de rincer la cellule de détection avec 10 mL d'eau de qualité HPLC, puis avec 10 mL d'un solvant à faible tension de surface tel que le méthanol (à condition qu'il soit miscible avec la phase mobile précédente).

Pour vérifier l'étalonnage du détecteur :

1. Sur l'écran tactile, appuyez sur **Maintain > Verify Calibration** (Maintenance > Vérifier l'étalonnage). Suivez les instructions à l'écran pour terminer le procédé de vérification. Une fois la vérification terminée, l'écran affiche *Verify Calibration Passed* (Réussite de la vérification de l'étalonnage).
2. Appuyez sur **RE-VERIFY** (REVÉRIFIER) pour relancer le processus de vérification ou cliquez sur **DONE** (TERMINÉ).

3.2.2.7 Étalonage du détecteur PDA

Étalonnez le détecteur en cas d'échec de la vérification de la longueur d'onde échoue avec une cellule de détection correctement rincée.

Pour étalonner le détecteur, amorcez le système et activez le débit pendant 10 minutes afin de rincer la cellule de détection avec du solvant et de s'assurer qu'elle est bien humide. Nous recommandons d'utiliser un mélange eau/acétonitrile 90:10 à un débit de 0,5 mL/min. La lampe doit chauffer pendant au moins 5 minutes et être à l'état ON (Allumée) avant l'étalonnage.

Si des tampons ont été utilisés récemment dans la cellule de détection, il est recommandé de rincer la cellule de détection avec 10 mL d'eau de qualité HPLC, puis avec 10 mL d'un solvant à faible tension de surface tel que le méthanol (à condition qu'il soit miscible avec la phase mobile précédente).

3.2.2.7.1 Étalonage à l'erbium

L'étalonnage à l'erbium utilise le filtre d'erbium intégré pour réétalonner l'instrument. L'étalonnage à l'erbium est plus généralement effectué après le remplacement d'un élément optique.

Vous pouvez effectuer un étalonnage d'erbium du détecteur PDA depuis l'écran tactile du système.

Important :

- Un étalonnage au mercure doit avoir été effectué avant tout étalonnage à l'erbium.
- La présence d'impuretés dans la cellule de détection peut affecter les résultats de l'étalonnage des longueurs d'onde. Vérifiez que la cellule de détection n'est pas encrassée avant de procéder à l'étalonnage.
- Cette procédure peut nuire à la recherche dans la bibliothèque de spectres et aux analyses de pureté des pics.
 1. Sur l'écran tactile, appuyez sur **HEALTH > Troubleshoot** (INTÉGRITÉ > Dépannage).
 2. Appuyez sur l'icône du détecteur.
 3. Appuyez sur **Erbium Calibration** (Étalonnage d'erbium), suivez les instructions à l'écran et appuyez sur **START** (DÉMARRER) pour lancer le procédé d'étalonnage. L'écran affiche les valeurs d'étalonnage.
 4. Appuyez sur **DONE** (TERMINÉ).

3.2.2.7.2 Étalonnage au mercure

L'étalonnage au mercure utilise une lampe d'étalonnage spectrale mercure-argon pour étalonner ou réétalonner l'instrument. En règle générale, il est réalisé en usine, mais il peut être effectué par un ingénieur Service Clients Waters en cas de besoin. Notez que le réétalonnage au mercure ne doit être effectué que si l'étalonnage à l'erbium échoue ou si les paramètres du précédent étalonnage au mercure ont été effacés ou corrompus.

Un ingénieur Service Clients Waters peut effectuer un étalonnage au mercure pour le détecteur PDA depuis l'écran tactile du système.

Important :

- Seul un ingénieur Service Clients Waters peut effectuer un étalonnage au mercure.
- La présence d'impuretés dans la cellule de détection peut affecter les résultats de l'étalonnage des longueurs d'onde. Vérifiez que la cellule de détection n'est pas encrassée avant de procéder à l'étalonnage.
- Cette procédure peut nuire à la recherche dans la bibliothèque de spectres et aux calculs de pureté des pics.

3.2.2.8 Test du bruit et de la dérive du détecteur PDA

Une cellule de détection encrassée ou contenant des bulles peut générer du bruit et une dérive excessifs.

Vous pouvez effectuer un test de bruit et de dérive sur le détecteur PDA depuis l'écran tactile du système.

1. Sur l'écran tactile, appuyez sur **HEALTH > Troubleshoot** (INTÉGRITÉ > Dépannage).
2. Appuyez sur l'icône du détecteur.
3. Appuyez sur **Noise and Drift Test** (Test de bruit et de dérive), suivez les instructions à l'écran et appuyez sur **START** (DÉMARRER) pour lancer le test.

L'écran affiche *Noise and Drift Test Completed* (Test de bruit et de dérive terminé) ainsi que les résultats du test.

4. Appuyez sur **DONE** (TERMINÉ).

3.2.2.9 Acquisition 2D et 3D

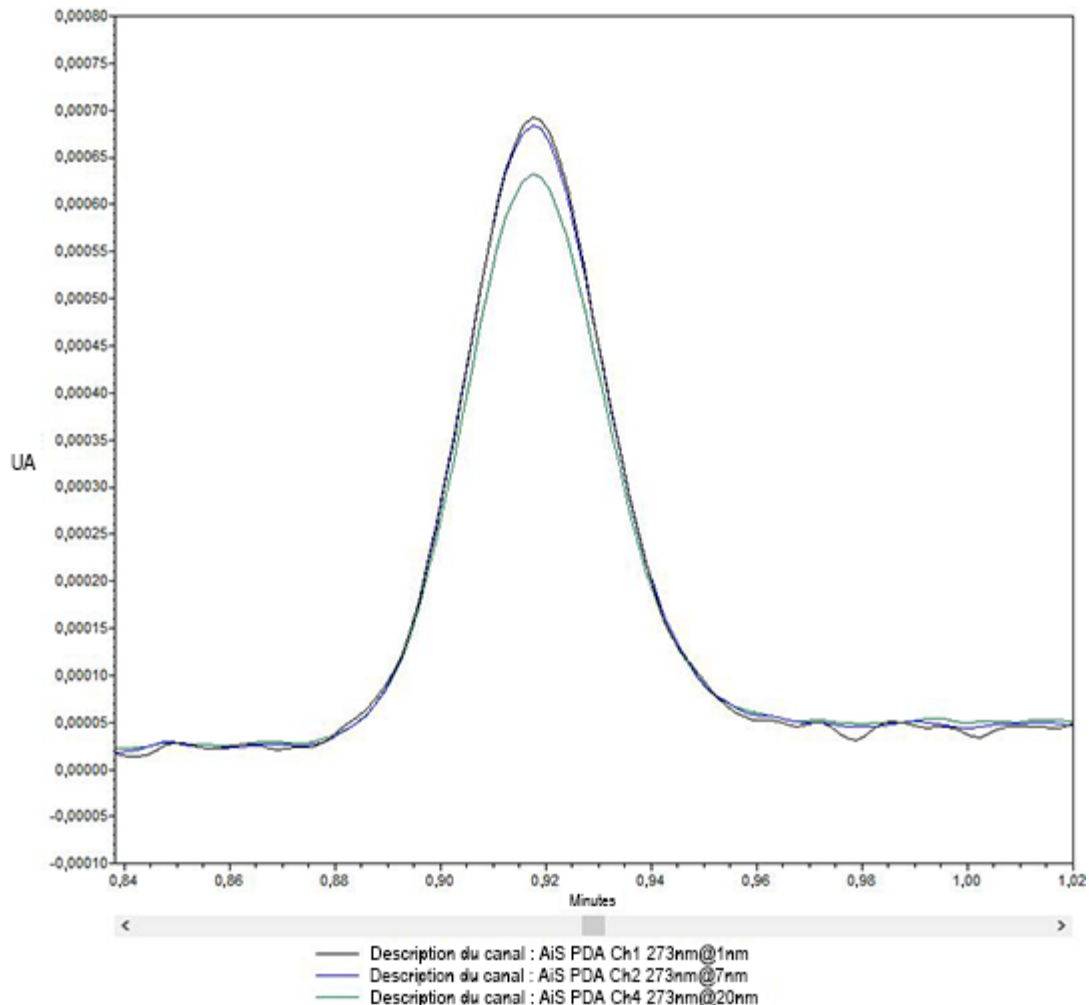
Le détecteur PDA du Système Alliance iS est capable d'effectuer des acquisitions 2D et 3D.

Le détecteur PDA peut recueillir simultanément deux types de données, sur deux canaux de données : des spectres (3D) et des chromatogrammes (2D). Réglez la résolution 3D sur 1 nm pour optimiser les résultats de recherche dans la bibliothèque et d'analyse de pureté des pics.

Dans le cas de chromatogrammes, c'est-à-dire de données 2D, sélectionnez une résolution qui permette d'optimiser l'amplitude du signal, le bruit de la ligne de base et la gamme dynamique linéaire. Quand la longueur d'onde de suivi d'un analyte correspond au lambda max d'un pic, une augmentation de la bande passante a pour effet de diminuer la hauteur de pic tout en réduisant le bruit de la ligne de base et la gamme dynamique linéaire.

Précision : Une résolution de 4 nm convient pour la plupart des analytes.

Figure 3–8 : Effet comparé de la résolution sur la caféine



3.2.3 Fonctions du module d'injection

Le module d'injection comporte un mécanisme d'injection directe qui injecte les échantillons de plaques et de flacons sur une colonne chromatographique.

Le module d'injection du système Alliance iS maintient la température des échantillons, aspire les échantillons avec une grande précision, puis les injecte dans la phase mobile selon la technique FTN (Flow Through Needle). L'aiguille s'intègre au circuit fluide d'injection lorsque l'échantillon est injecté dans la colonne. La phase mobile nettoie l'aiguille pendant l'analyse, ce qui garantit une récupération complète de l'échantillon et réduit la contamination inter-échantillons. Par ailleurs, le mécanisme de positionnement de l'échantillon commande la position des plaques d'échantillons par rapport à l'aiguille de prélèvement de l'échantillon, ce qui réduit le volume extra-système.

La configuration standard accepte des volumes d'injection d'échantillon compris entre 0,1 et 100 µL. Les boucles d'extension en option permettent d'augmenter le volume d'injection jusqu'à 2 000 µL. La température de l'échantillon est réglée sur une plage comprise entre 4 °C (39,2 °F) et 40 °C (104 °F).

Remarque : Une boucle d'extension de 100 µL est incluse dans la configuration standard.

Le module d'injection présente les caractéristiques suivantes :

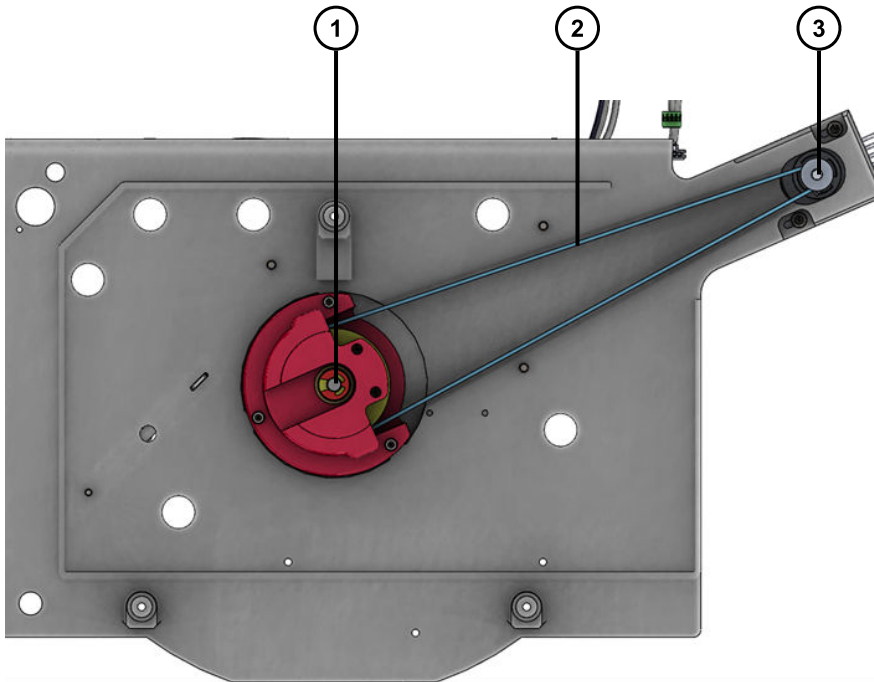
- Contenance d'échantillons de trois plaques
- Dosage d'échantillon précis
- Régulation précise de la température de l'échantillon
- Taux de contamination inter-échantillons exceptionnel (0,002 % maximum)
- Consommation de solvants constante
- Résistance à la perforation

3.2.3.1 Mécanisme de positionnement de l'aiguille

Un mécanisme de positionnement de l'aiguille à deux axes prélève les échantillons depuis les flacons vers les plaques d'échantillons que le module d'injection injectera sur une colonne chromatographique.

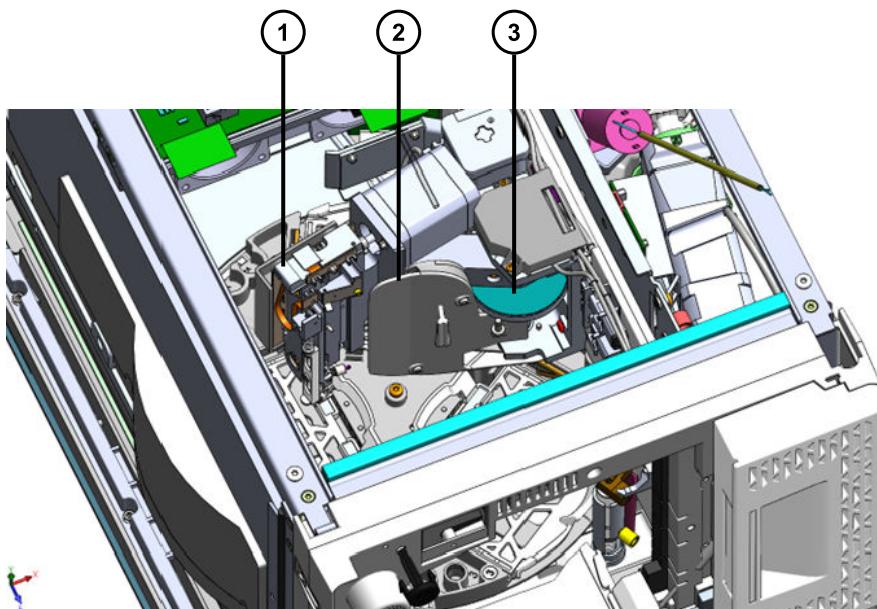
Pour aligner l'aiguille et les flacons dans les puits des plaques d'échantillons à l'intérieur du compartiment des échantillons, les deux axes de rotation du mécanisme de positionnement de l'aiguille commandent l'orientation des plaques d'échantillons et la position relative du chariot de l'aiguille de prélèvement de l'échantillon. Les deux axes de rotation font tourner un arbre à l'aide d'une courroie et d'un moteur. Le chariot de l'aiguille pivote d'environ 90° par rapport à l'orifice d'injection, tandis que les plaques d'échantillons se trouvent sur un axe de rotation continue à 360°.

Figure 3–9 : Deux axes de rotation du mécanisme de positionnement de l'aiguille, situés sous le compartiment des échantillons



- ① Axe de rotation du plateau
- ② Courroie
- ③ Axe du moteur

Figure 3–10 : Axe de rotation du chariot de l'aiguille, situé à l'intérieur du compartiment des échantillons



- ① Chariot de l'aiguille
- ② Cartouche d'aiguille
- ③ Axe de rotation du chariot de l'aiguille

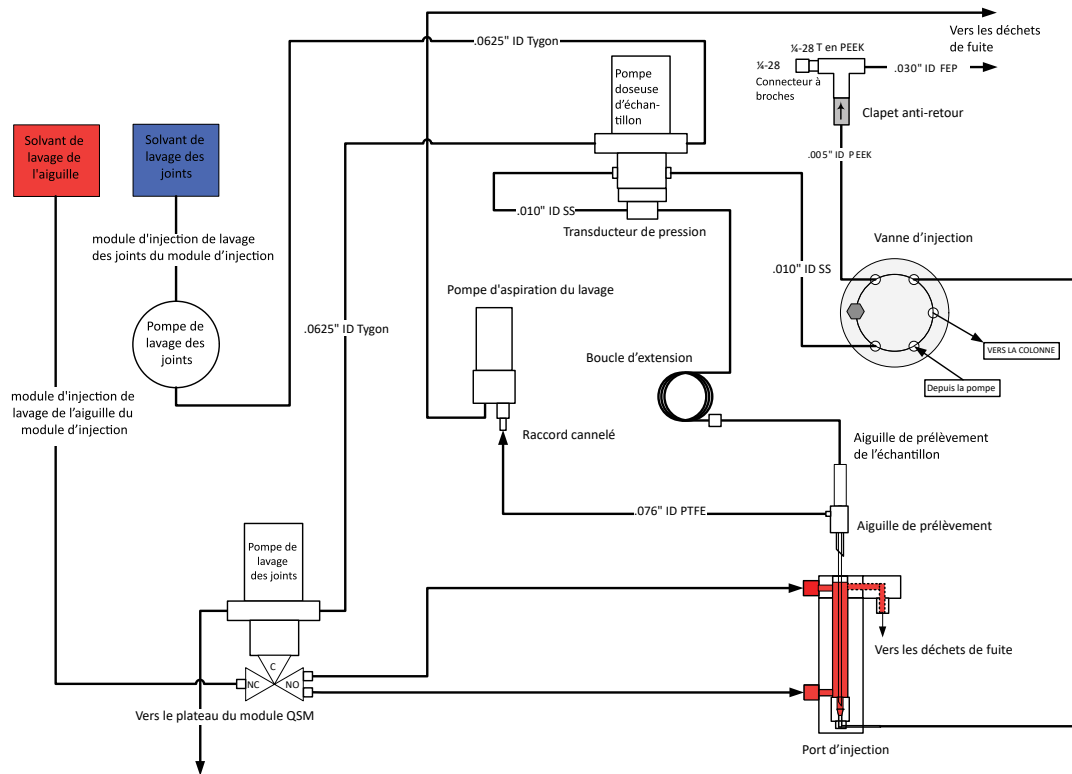
3.2.3.2 Système d'injection

Le circuit fluide d'injection comprend les éléments nécessaires pour aspirer l'échantillon et l'introduire dans la colonne.

Le processus d'injection fait appel aux composants suivants : aiguille, boucle d'extension en option, pompe doseuse d'échantillon, vanne d'injection et orifice d'injection/de lavage.

Remarque : Pour une configuration de système à prélèvement multiple, une vanne à prélèvement multiple est disponible en option.

Figure 3–11 : Circuit fluide du module d'injection pour aspiration et injection à prélèvement unique



3.2.3.3 Mécanisme d'injection

L'aiguille de prélèvement suit une séquence spécifique pour chaque injection.

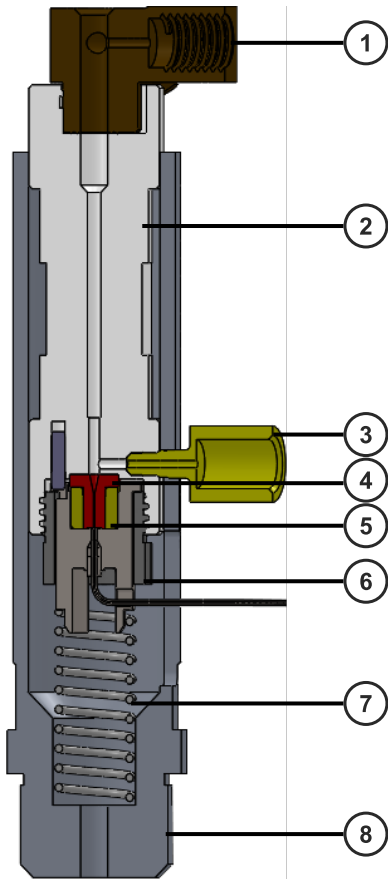
Lors d'une injection, la séquence d'événements suivante se produit :

1. L'aiguille se déplace jusqu'au flacon d'échantillon et en aspire l'échantillon.
2. Le chariot de l'aiguille insère cette dernière dans l'orifice d'injection et de lavage.

Remarque : Le dispositif incluant l'orifice d'injection repose dans sa totalité sur un ressort. Il est guidé dans un logement en métal.

3. Lorsque l'aiguille est introduite dans l'orifice d'injection et de lavage, elle comprime le joint et forme un joint d'étanchéité haute pression.
4. La vanne d'injection tourne pour démarrer l'injection.
5. La pompe de lavage lave l'extérieur de l'aiguille pendant l'injection.

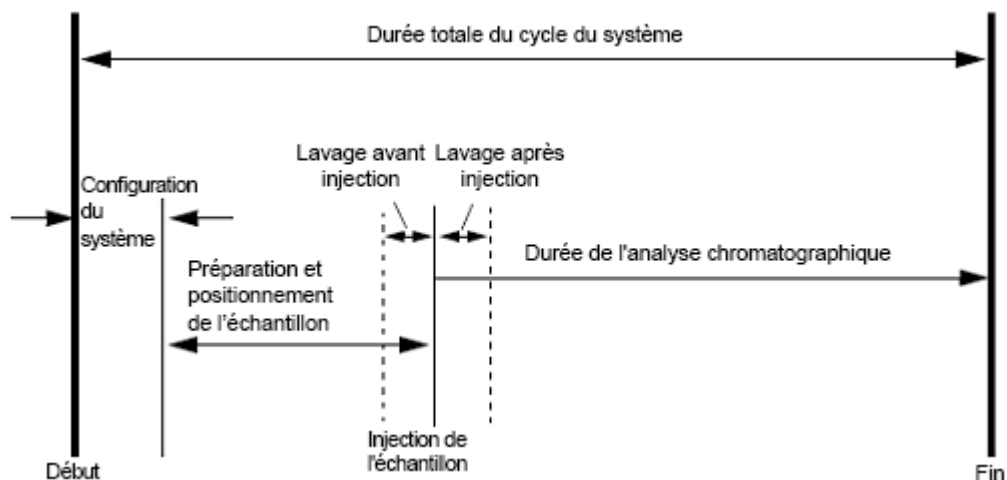
Figure 3-12 : Dispositif porteur de l'aiguille, coupe transversale



- ① Système manifold de lavage coudé
- ② Manchon de soutien de l'aiguille de prélèvement de l'échantillon
- ③ Raccord
- ④ Siège
- ⑤ Bloc siège/port
- ⑥ Écrou de verrouillage de l'emplacement du joint
- ⑦ Ressort de compression
- ⑧ Boîtier de lavage de l'aiguille

Le schéma suivant illustre la durée du cycle en mode d'injection standard.

Figure 3–13 : Définition de la durée du cycle en mode d'injection standard



3.2.3.3.1 Système de lavage

La séquence de lavage ne permet pas l'introduction de solvant dans le flux d'échantillon.

Le système de lavage nettoie l'extérieur de l'aiguille de prélèvement de l'échantillon quand celle-ci est à l'intérieur de l'orifice d'injection et de lavage.

3.2.3.3.2 Modes d'amorçage

Le module d'injection dispose de trois modes d'amorçage.

- Solvant de lavage de l'aiguille : le solvant de lavage est délivré par le biais de la pompe de lavage de l'aiguille.
- Pompe doseuse d'échantillon : utilise le module de pompe pour amorcer la pompe doseuse d'échantillon. Cette pompe est située en aval des pompes du module de pompe.
- Solvant de lavage des joints : l'amorçage a lieu dans la zone du module d'injection du module IFM, et non dans la zone de la pompe.

3.2.3.3.3 Système de chauffage

Le système de chauffage maintient la température spécifiée pour le compartiment des échantillons (plage de températures réglable de 4 à 40 °C par incréments de 0,1 °C).

Précisions :

- Les ventilateurs du module d'injection cessent de faire circuler de l'air lorsque la porte du compartiment des échantillons est ouverte.
- Lorsque l'appareil contrôle la température, le plateau à échantillons tourne à vitesse réduite de manière à assurer une température homogène sur les plaques.

3.2.4 Fonctions de la pompe

Le système utilise une pompe de mélange à basse pression.

Le module de pompe « Quaternary Solvent Manager », ou QSM, du Système Alliance iS peut mélanger jusqu'à quatre solvants dégazés (A, B, C et D). Une vanne proportionnante, ou GPV, est utilisée pour mélanger dynamiquement les solvants selon n'importe quelle combinaison donnée et obtenir ainsi des segments de gradient répétables et reproductibles, quelles que soient la compressibilité du solvant et la contre-pression du système. Les chambres de dégazage intégrées, une par ligne de solvant, éliminent automatiquement les gaz dissous provenant d'un maximum de quatre solvants d'élution.

La pompe présente les caractéristiques suivantes :

- Compensation continue automatique de la compressibilité pour un débit exact et fidèle à des pressions allant jusqu'à 12 000 psi
- Capteurs de fuite permettant de détecter et de gérer les fuites de solvant pendant un fonctionnement sans surveillance
- Débits programmables sur une plage de 0,001 à 10,000 mL/min, par incréments de 0,001 mL/min

3.2.4.1 Capacité pression/débit

Le module de pompe comprend une pompe unique et une vanne proportionnante.

La pompe fournit un débit de solvant à des débits analytiques allant jusqu'à 5 mL/min à 12 000 psi et une variation linéaire jusqu'à 4 000 psi à 10 mL/min.

3.2.5 Caractéristiques du four à colonne avec option refroidissement

Ce module gère et maintient la température des colonnes de votre système.

Le four à colonne avec option refroidissement Alliance iS (module CHC) est un compartiment du système qui contrôle l'environnement thermique de la colonne par le biais d'un réchauffeur conducteur et d'un refroidisseur combinés. Lorsqu'une température est définie pour le compartiment des colonnes, directement depuis la console ou par le biais d'une méthode, une commande est envoyée au module CHC qui active ou désactive le moteur de chauffage/refroidissement du compartiment. Le module CHC continue de chauffer ou de refroidir jusqu'à ce que le compartiment atteigne la température de consigne spécifiée.

Le module CHC présente les caractéristiques suivantes :

- Préchauffage passif intégré
- Plage de réglage de la température allant de 4 °C (39,2 °F) à 90 °C (194 °F)
- Technologie eConnect de colonne
- Attaches de colonne pour un démontage et un remplacement faciles des colonnes
- Raccords sans outil

Caractéristiques de colonne acceptées :

- Longueur : 300 mm (maximum)
- Diamètre intérieur : 8,0 mm (maximum)
- Garde ou filtre intégré : 30 mm (maximum)

3.2.5.1 Fonctionnement du four à colonne avec option refroidissement

Ce module est un système associant une fonction de chauffage conducteur et une fonction de refroidissement.

Lorsqu'une température est définie pour le compartiment des colonnes, directement depuis la console ou par le biais d'une méthode, une commande est envoyée au module CHC qui active ou désactive le moteur de chauffage/refroidissement du compartiment. En fonction des mesures transmises par la thermistance du compartiment, le dispositif thermoélectrique poursuit l'action de chauffage ou de refroidissement jusqu'à ce que le compartiment atteigne la température de consigne spécifiée.

Recommandation : Lorsque les températures de l'échantillon et de la colonne sont importantes pour une application, spécifiez non seulement des températures de consigne explicites dans la méthode, mais aussi des limites de température adéquates. L'ensemble de ces réglages assure que le système fonctionne uniquement à l'intérieur des limites définies, et que tout écart inacceptable par rapport aux températures de consigne est signalé par un message d'erreur indiquant la variation.

3.2.5.2 Configuration de colonnes

Même si elles ne font pas partie de votre système, les colonnes sont disponibles à la vente sur le site Internet de Waters.

Le compartiment des colonnes du module CHC peut accueillir une seule colonne LC, d'un diamètre intérieur maximal de 8,0 mm et d'une longueur maximale de 300 mm, et un seul consommable de pré-colonne, d'un diamètre intérieur maximal de 8,0 mm et d'une longueur maximale de 30 mm.

3.2.5.3 Technologie eConnect

Les fonctions de colonne intelligente eConnect garantissent une totale traçabilité et facilitent le diagnostic post-analyse.

La nouvelle technologie eConnect de Waters est une fonction standard du module CHC qui peut être utilisée en achetant des versions des colonnes chromatographiques de Waters qui prennent eConnect en charge, à savoir des colonnes HPLC eConnect. Les colonnes eConnect prêtes à l'emploi sont munies d'une étiquette eConnect compatible NFC, Near Field Communication. Vous avez ainsi la certitude qu'elles sont toujours automatiquement identifiées, vérifiées et suivies par le système.

Après l'installation d'une colonne munie d'une étiquette eConnect dans le module CHC et la fermeture de la porte du module, l'étiquette est détectée automatiquement. Ensuite, la technologie eConnect de l'étiquette interagit avec une version compatible du logiciel du système

Empower pour lire les identifiants d'appareil uniques de la colonne, afficher ces informations sur l'écran tactile du système et enregistrer ces données pour chaque injection.

3.2.6 Fonctionnalités de l'écran tactile

L'écran tactile du Système Alliance iS HPLC permet d'effectuer de nombreuses opérations et de gagner du temps en réduisant les déplacements entre le système et la station de travail Empower. Le panneau de navigation sur le côté gauche de l'écran tactile propose des boutons d'accès aux vues pour effectuer des tâches spécifiques. Le tableau ci-dessous répertorie les différentes vues.

Tableau 3-4 : Vues/boutons de l'écran tactile

| Photo | Description |
|--|---|
| Home (Accueil) (Page 56) | Affiche des informations d'état en temps réel. |
| Setup (Configuration) (Page 56) | Prépare le démarrage ou l'arrêt du système. Gère les solvants. |
| Plots (Tracés) (Page 57) | Affiche les tracés disponibles. |
| Maintain (Maintenance) (Page 58) | Fournit des procédures d'étalonnage et de remplacement des composants. |
| Health (Intégrité) (Page 58) | Fournit des procédures pour le diagnostic, la résolution et le compte rendu des problèmes. |
| System (Système) (Page 59) | Fournit des actions pour configurer le système, créer ou consulter des journaux, exécuter des tâches d'administrateur, afficher des compteurs de performance, configurer les capteurs de fuite et afficher l'écran About (À propos de). |
| Commands (Commandes) (Page 58) | Fournit des actions aux effets immédiats, comme l'allumage/l'extinction de la lampe et la réinitialisation du système. |

Le tableau suivant décrit les commandes disponibles en haut de l'écran tactile.

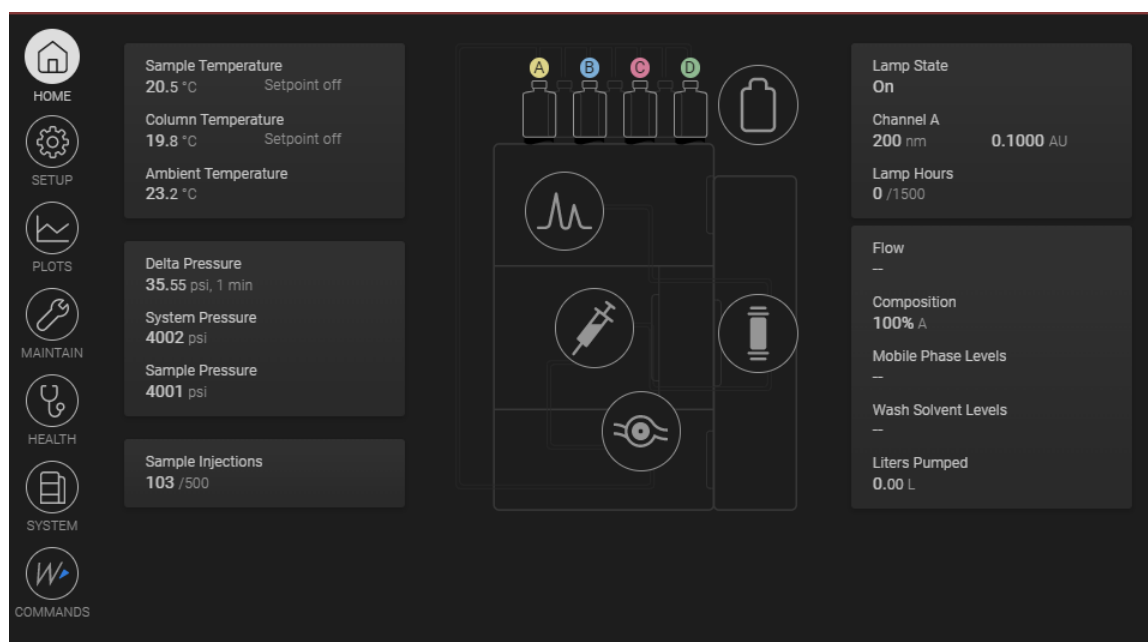
Tableau 3–5 : Commandes supplémentaires de l'écran tactile

| Commande | Description |
|---------------------------------|---|
| System status (État du système) | IDLE (INACTIF), RUNNING (EN COURS D'EXÉCUTION) ou ERROR (ERREUR) |
| Preferences (Préférences) | Permet d'accéder aux paramètres suivants : Display and Themes (Affichage et thèmes), Instrument Name (Nom de l'instrument), Lock Screen (Écran de verrouillage) et User Note (Note de l'utilisateur). |

3.2.6.1 Vue Home (Accueil) de l'écran tactile

La vue Home (Accueil) affiche l'état du système en temps réel. La figure suivante montre la vue Home (Accueil).

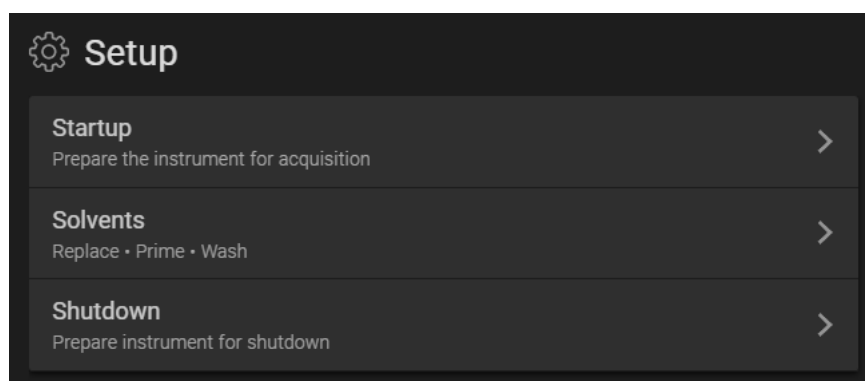
Figure 3–14 : Vue Home (Accueil)



3.2.6.2 Vue Configuration de l'écran tactile

La vue Setup (Configuration) propose des actions permettant de préparer le système en vue de l'acquisition des données. La figure suivante montre la vue Setup (Configuration).

Figure 3–15 : Vue Setup (Configuration), écran principal



Voir :

- [Amorçage d'un module de pompe sec via l'écran tactile \(Page 70\)](#)
- [Équilibrage du Système Alliance iS HPLC \(Page 88\)](#)
- [Préparation de l'arrêt du Système Alliance iS HPLC \(Page 95\)](#)

3.2.6.3 Vue Tracés de l'écran tactile

Le Système Alliance iS HPLC génère en continu des tracés de données qui peuvent être affichés sur l'écran tactile. Vous pouvez configurer jusqu'à quatre tracés de diagnostic pour une période maximale de 96 heures. Le tableau suivant décrit les tracés disponibles.

Tableau 3–6 : Tracés de données générés par le système

| Tracé | Description |
|---|---|
| Sample manager diagnostics (Diagnostic du module d'injection) | Indique la température ambiante et la température de l'échantillon en °C, ainsi que la pression de l'échantillon en psi ou dans une unité sélectionnée par l'utilisateur. |
| Column module diagnostic (Diagnostic du module de colonnes) | Affiche les canaux tels que Column Temperature (Température de la colonne). |
| Detector diagnostics (Diagnostics du détecteur) | Affiche les canaux tels que l'absorbance et la longueur d'onde (TUV uniquement). |
| Pump diagnostics | Affiche les canaux tels que System Pressure (Pression du système) et Flow and Composition (Débit et composition). |

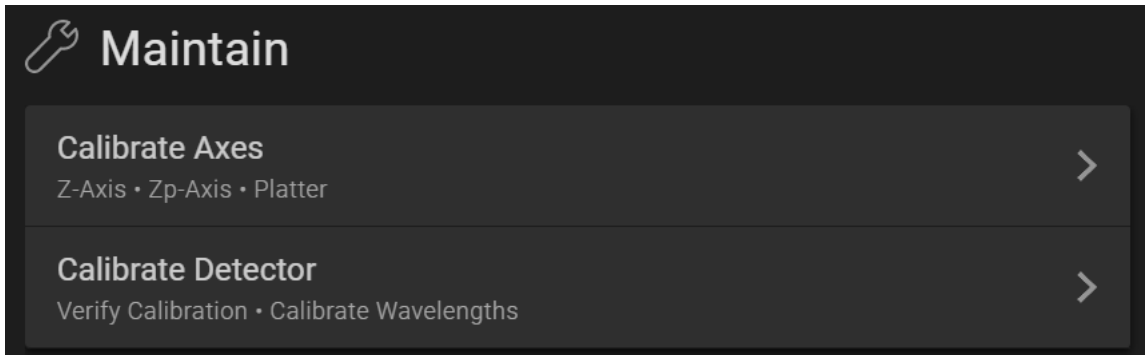
Tableau 3–6 : Tracés de données générés par le système (suite)

| Tracé | Description |
|---------------------------|-------------|
| (Diagnostics de la pompe) | |

3.2.6.4 Vue Maintenance de l'écran tactile

La vue Maintain (Maintenance) propose des procédures permettant de remplacer des composants et d'étalonner le système. La figure suivante montre la vue Maintain (Maintenance).

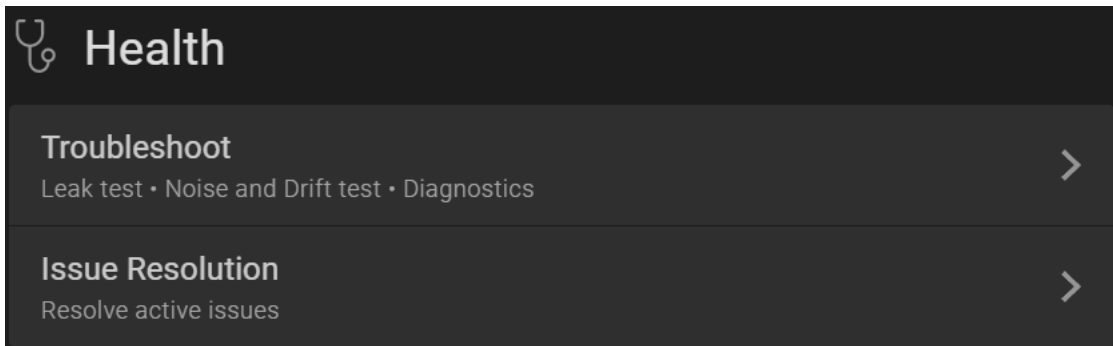
Figure 3–16 : Vue Maintain (Maintenance), écran principal



3.2.6.5 Vue Intégrité de l'écran tactile

La vue Health (Intégrité) propose des procédures permettant de résoudre les problèmes susceptibles de se présenter dans le système. La figure suivante montre la vue Health (Intégrité).

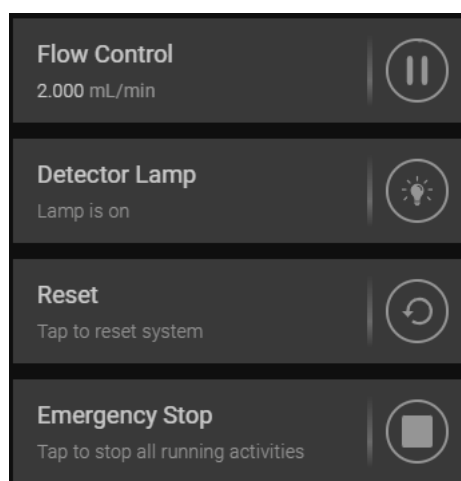
Figure 3–17 : Vue Health (Intégrité), écran principal



3.2.6.6 Vue Commandes de l'écran tactile

La vue Commands (Commandes) propose des actions aux effets immédiats. La figure suivante montre la vue Commands (Commandes).

Figure 3–18 : Vue Commands (Commandes)



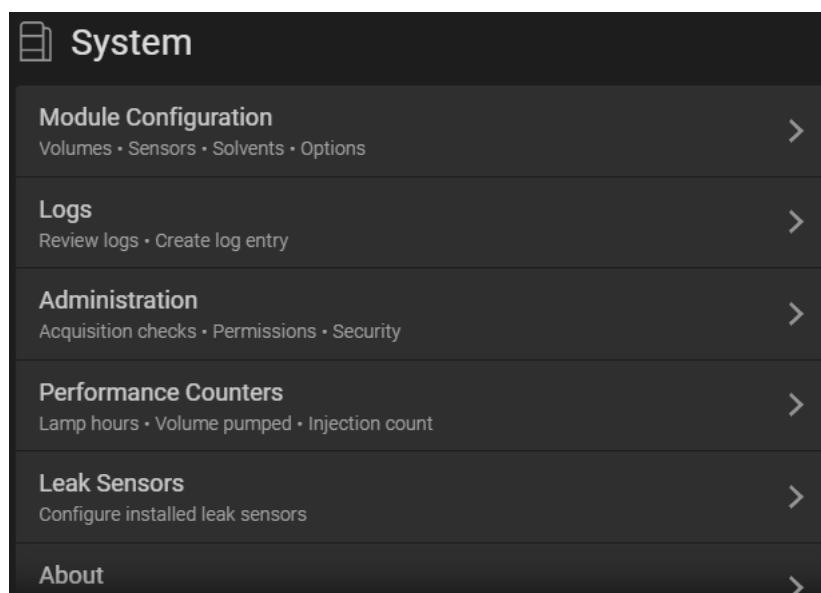
Voir :

- [Équilibrage du Système Alliance iS HPLC \(Page 88\)](#)

3.2.6.7 Vue Système de l'écran tactile

La vue System (Système) propose diverses actions permettant de configurer le système et d'obtenir des informations sur le système. La figure suivante montre la vue System (Système).

Figure 3–19 : Vue System (Système), écran principal

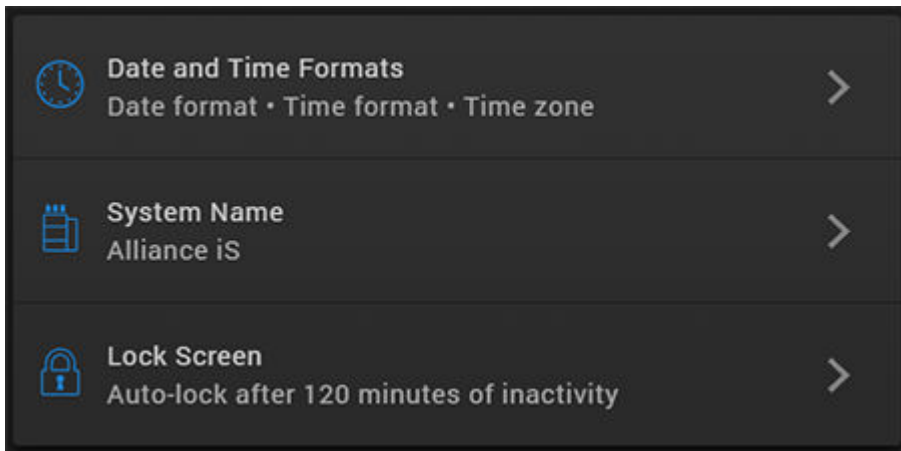


3.2.6.8 Vue Préférences de l'écran tactile



Sur l'écran d'accueil, appuyez sur l'icône des préférences pour accéder à la vue Preferences (Préférences). La vue Preferences (Préférences) propose des paramètres relatifs à l'interface utilisateur à écran tactile, mais pas au fonctionnement du système. La figure suivante montre la vue Preferences (Préférences). Les boutons **LOCK** (VERROUILLER) et **DONE** (TERMINÉ) se trouvent en dessous des préférences.

Figure 3–20 : Vue Preferences (Préférences)



3.2.6.9 Sélection de la langue de l'écran tactile

Vous pouvez sélectionner la langue d'affichage du système sur l'écran tactile.

Remarque : Ce processus affecte uniquement la langue d'affichage de l'écran tactile et est indépendant de la langue sélectionnée dans Empower.

1. Appuyez sur le bouton **LANGUAGE** (LANGUE) dans le coin inférieur gauche de l'écran de verrouillage du système.
2. Appuyez pour sélectionner la langue appropriée. De haut en bas, les options sont English (Anglais), Simplified Chinese (Chinois simplifié), Japanese (Japonais) et Korean (Coréen).

3.2.7 Fonctionnalités d'Empower

Le logiciel CDS Empower dispose de fonctionnalités spécifiques au Système Alliance iS HPLC. Pour plus d'informations, consultez les rubriques suivantes, la rubrique [Usage prévu du système \(Page 12\)](#) et le *Empower online Information System (Système d'informations en ligne d'Empower)*.

3.2.7.1 Fonctionnalités Empower du Système Alliance iS HPLC

Empower propose les fonctionnalités suivantes pour ce système :

- La piste de vérification du système reprend les actions effectuées sur le système.
- Le système envoie les informations sur l'utilisation des colonnes à Empower, qui les enregistre dans les tableaux d'historique des colonnes.
- Empower envoie au système des informations sur l'état d'aptitude actuel des échantillons et du système pour l'affichage sur l'écran tactile.
- Les utilisateurs peuvent demander des contrôles de validation des échantillons au système avant leur envoi et leur exécution. Les problèmes identifiés lors de ces contrôles apparaissent dans Message Center (Centre des messages).

3.2.7.2 Console du Système Alliance iS HPLC

La console du Système Alliance iS HPLC est accessible par le biais du panneau de commande d'Empower. Pour plus de commodité, la console affiche certaines informations qui apparaissent dans la [vue Home \(Page 56\)](#) (Accueil) de l'écran tactile de la station de travail Empower.

3.2.7.3 Intelligent Method Translator App (iMTA)

L'application de transposition de méthode intelligente (iMTA, pour Intelligent Method Translator App) convertit les méthodes non prises en charge par le Système Alliance iS HPLC en méthodes prises en charge par ce dernier Alliance iS. Le procédé de transposition de méthode mappe les paramètres de méthode d'instrument stockés dans les projets Empower aux réglages d'instrument du système. Les méthodes d'instrument transposées sont visibles dans la fenêtre Instrument Method Editor (Éditeur de méthodes d'instrument) d'Empower.

Pour plus d'informations sur l'application Intelligent Method Translator App, consultez la section *Intelligent Method Translator App User's Guide (Manuel d'utilisation de l'application Intelligent Method Translator App)*, référence 7150084502FR.

4 Préparation du système

La présente section explique comment préparer votre système Waters en vue de son utilisation. Une configuration adéquate s'avère essentielle au bon fonctionnement du système.

4.1 Mise en marche du système

Le bouton d'alimentation est situé sur la porte avant du module d'injection.

Une fois le système branché, le voyant du bouton d'alimentation clignote.

Pour mettre en marche le système :

1. Appuyez sur le bouton d'alimentation situé sur la porte avant du module d'injection. Le voyant du bouton d'alimentation reste allumé en continu et le système se met sous tension. Une fois le processus de mise en marche terminé, l'écran s'affiche en mode Idle (Inactif)

Figure 4-1 : Alliance iS Bouton d'alimentation du système Alliance iS



2. Connectez-vous au Système Alliance iS HPLC Consultez la section [Connexion au Système Alliance iS HPLC et déconnexion de ce système \(Page 85\)](#).

4.2 Mise hors tension du système

Le bouton d'alimentation est situé sur la porte avant du module d'injection.

Pour mettre le système hors tension :

Appuyez sur le bouton d'alimentation situé sur la porte avant du module d'injection.
Le système est mis hors tension.

Figure 4–2 : Alliance iSBouton d'alimentation du système Alliance iS



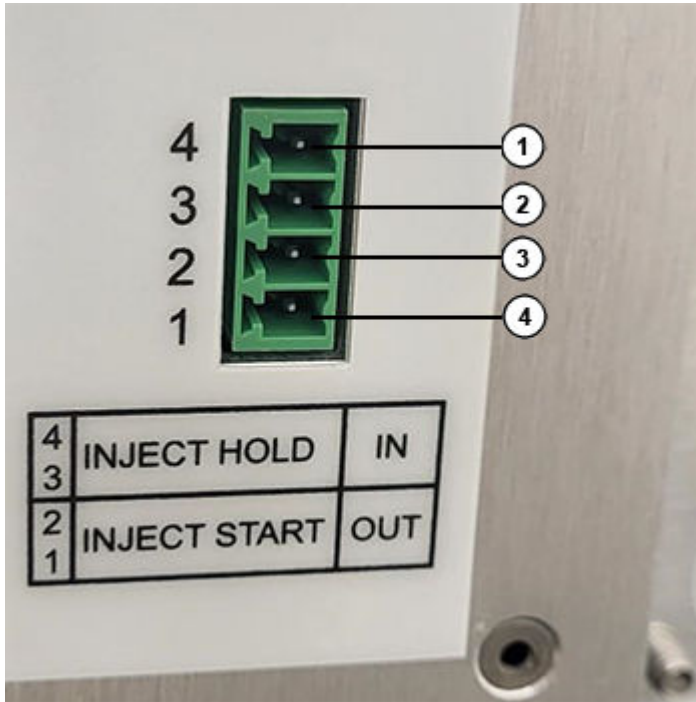
4.3 Connecteur de signaux d'entrées/sorties

Le connecteur de signaux d'entrées/sorties permet au système de communiquer avec des modules LC externes.

Remarque : Le connecteur de signaux d'entrées/sorties a été implémenté avec la version 1.1 du Système Alliance iS HPLC. Ces informations s'appliquent aux systèmes à partir de la version 1.1.

Le panneau arrière du module fluide intégré (IFM) comporte un connecteur détachable sur lequel sont fixées les bornes à vis pour les signaux d'entrées/sorties. Ce connecteur est claveté pour que le câble de signal soit inséré dans un seul sens.

Figure 4–3 : Connecteur de signaux d'entrées/sorties du système Alliance iS



- ① Inject Hold (Rétention de l'injection)
- ② Inject Hold (Rétention de l'injection)
- ③ Inject start (Démarrage de l'injection)
- ④ Inject start (Démarrage de l'injection)

Tableau 4–1 : Connexions analogiques/d'événement du système Alliance iS

| Connexions des signaux | Description |
|---|---|
| Inject Hold (Rétention de l'injection) | Réservé pour une utilisation future. |
| Inject start (Démarrage de l'injection) | Sortie qui déclenche le démarrage d'autres modules LC au moment de l'injection du Système Alliance iS HPLC. |

4.4 Installation de la colonne

Installez la colonne dans le module CHC avant d'analyser les échantillons.

Les raccords et les attaches de colonne sont conçus pour faciliter l'installation d'une colonne dans le four à colonne avec option refroidissement (CHC) Alliance iS.

Remarque : Allumez le système avant d'installer la colonne afin de garantir une bonne identification RF de la colonne à la fermeture de la porte du module CHC. Consultez la section [Mise en marche du système \(Page 62\)](#).

1. Ouvrez la porte du compartiment des colonnes.
2. Déplacez au besoin l'attache de colonne du bas pour s'adapter à la taille de la colonne.
3. Retirez les bouchons des extrémités d'entrée et de sortie de la colonne.
4. Orientez la colonne avec la sortie vers le haut (voir la flèche sur la colonne) et l'entrée vers le bas.
5. Vissez manuellement les raccords de la tubulure du compartiment des colonnes à l'entrée et à la sortie de la colonne.
6. Insérez la colonne dans les attaches supérieure et inférieure de manière à ce que l'attache saisisse les filetages exposés sur le raccord.

Figure 4-4 : Colonne installée dans l'attache de la colonne



7. Refermez la porte du compartiment des colonnes.

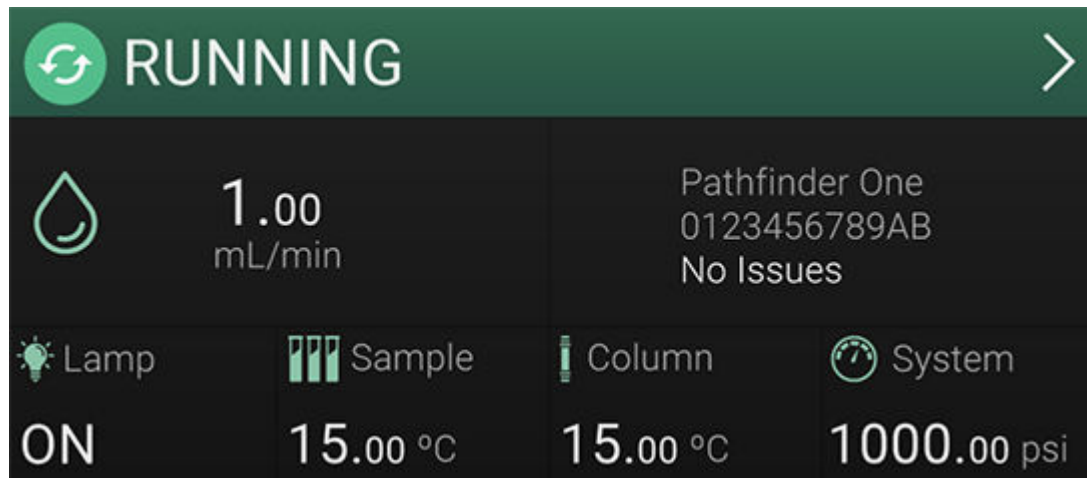
4.5 Ouverture de la console depuis le logiciel Empower

Après avoir mis le système sous tension, ouvrez la console à partir d'Empower.

Vous pouvez accéder à la console à partir du volet System Status (État du système) d'Empower.

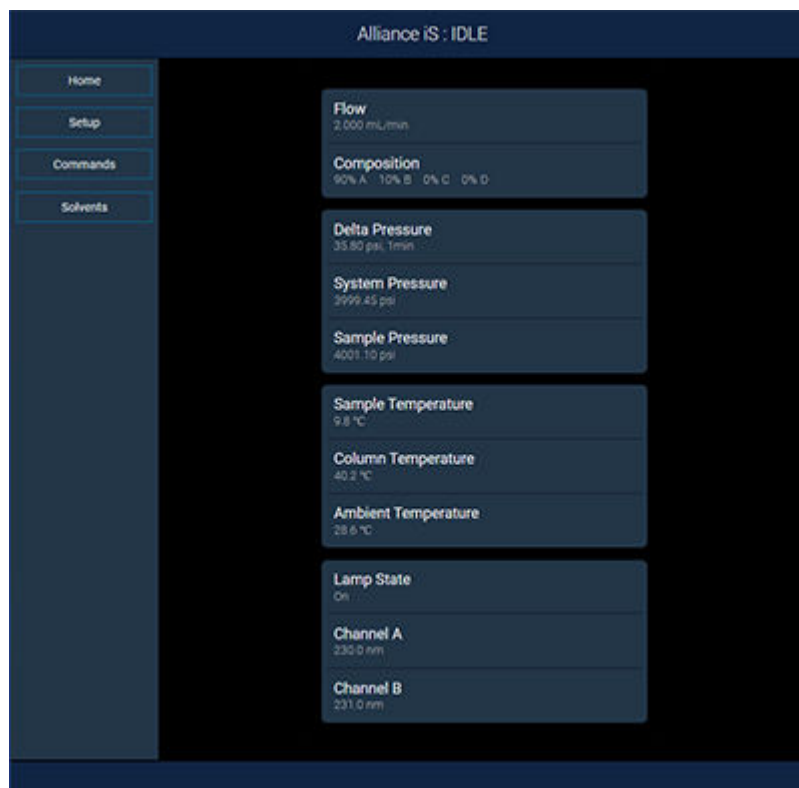
1. Dans le menu Run Samples (Analyser les échantillons) d'Empower, cliquez sur la flèche en haut à droite du panneau de commande du système.

Figure 4–5 : Lancement de la console système



2. Depuis la console, vous pouvez accéder à la configuration et aux états détaillés de tous les modules du système.

Figure 4–6 : Console système



4.6 Amorçage du système

Après avoir mis le système sous tension, vous devez l'amorcer avant qu'il ne soit prêt à être utilisé.

Condition requise : Vous devez amorcer le système après son démarrage, mais également après avoir changé la phase mobile et l'aiguille de prélèvement de l'échantillon, ou lorsque le système est resté inactif pendant quatre heures ou plus.

Condition requise : Vous devez installer une colonne avant d'amorcer le système. Consultez la rubrique [Installation de la colonne \(Page 65\)](#).

Recommandation : Si vous introduisez de nouveaux solvants, amorcez-les à 4 mL/min pendant sept minutes. Vous pouvez également amorcer les solvants à 4 mL/min pendant trois minutes. Veillez à ce que les quantités de solvant soient suffisantes pour l'amorçage.

Il existe plusieurs façons d'amorcer le système à partir de l'écran tactile :

- Appuyez sur **SETUP** > **Startup** (CONFIGURATION > Démarrage) pour amorcer tous les solvants, amorcer le lavage de l'aiguille et le lavage des joints, définir la composition des

solvants, ainsi que le débit, la température de la colonne et de l'échantillon, mais aussi pour caractériser l'aiguille en prévision du démarrage suivant du système.

- Appuyez sur **SETUP** > **Solvants** > **Prime Mobile Phase Solvents** (CONFIGURATION > Solvants > Amorcer les solvants de la phase mobile) pour amorcer la pompe.
- Appuyez sur **HOME** (ACCUEIL), sur l'icône de flacon de solvant, sur une carte de condition de phase mobile, puis sur **Prime Solvent** (Amorcer le solvant) pour amorcer une phase mobile individuelle.
- Appuyez sur **SETUP** > **Solvants** > **Prime Sample Metering Pump** (CONFIGURATION > Solvants > Amorcer la pompe doseuse d'échantillon) pour amorcer la pompe doseuse d'échantillon.

Précision : Sur l'écran tactile, vous pouvez sélectionner la fonction **Setup** > **Startup** (Configuration > Démarrage) pour amorcer tous les solvants, amorcer le lavage de l'aiguille et le lavage des joints, définir la composition des solvants, ainsi que le débit, la température de la colonne et de l'échantillon, mais aussi pour caractériser l'aiguille en prévision du démarrage suivant du système. Pour plus de détails, consultez l'écran tactile.

4.6.1 Amorçage du système de lavage des joints

L'amorçage du système de lavage des joints fait partie de la procédure de démarrage du système par le biais de l'écran tactile.

Amorcez le lavage des joints dans le module QSM Alliance iS pour remplir les tubulures de solvant.

Précision : Une fois amorcé, le dispositif de lavage des joints est utilisé pour lubrifier les pistons et évacuer le solvant et les sels précipités qui ont été entraînés au-delà des joints de pistons à partir du côté haute pression des chambres de pistons.

Amorcez le système de lavage des joints dans les cas suivants :

- Après utilisation d'une phase mobile tamponnée
- Lorsque la pompe est restée inactive pendant quelques heures ou une durée plus longue
- Lorsque la pompe est sèche



Avertissement : Respectez systématiquement les Bonnes Pratiques de Laboratoire, ou BPL, en particulier lors de la manipulation de substances dangereuses. Consultez les Fiches de Données de Sécurité des solvants utilisés. Obtenez en outre du responsable sécurité de votre entreprise les consignes relatives à l'utilisation et à la manipulation de telles substances.



Avertissement : Pour éviter toute contamination personnelle avec des composés toxiques ou présentant un risque biologique, portez des gants propres non poudrés résistants aux produits chimiques pendant l'exécution de cette procédure.



Avertissement : Pour éviter les blessures aux yeux, portez des lunettes de protection lorsque vous effectuez la procédure suivante.



Note : Pour ne pas endommager les embases et les joints des vannes électromagnétiques dans le circuit de solvant, n'utilisez pas de tampon non volatil comme solvant de lavage des joints.



Note : Pour éviter de boucher les tubulures du système, employez un solvant de lavage des joints compatible avec la phase mobile.



Note : Pour éviter de contaminer les composants du système, ne recyclez jamais le dispositif de lavage des joints.

Précision : Le dispositif de lavage des joints est à amorce automatique. Vous ne pouvez pas l'amorcer avec une seringue dans des conditions de raccordement normales.

Recommandations :

- Utilisez un solvant de lavage des joints totalement miscible à tous les solvants chromatographiques, et qui contient au moins 10 % de solvant organique. Cette concentration évite la prolifération des micro-organismes et permet de garantir la dissolution de la phase mobile dans la solution de lavage des joints.
- Avant d'amorcer le système de lavage des joints, assurez-vous que le volume de la solution de lavage des joints est suffisant pour l'amorçage.
- Le titane se corrode dans le méthanol anhydre. Vous pouvez éviter ce problème en ajoutant une petite quantité d'eau (~3 %). Une légère corrosion est possible avec de l'ammoniaque > 10 %. Si vous utilisez un Système Alliance iS Bio HPLC, vous pouvez retirer les plongeurs de filtre en titane (le système perd sa protection de première ligne contre les particules) ou les remplacer par des plongeurs en acier inoxydable si les facteurs de biocompatibilité n'affectent pas votre analyse.

Outils et matériel nécessaires

- Gants non poudrés résistants aux produits chimiques
- Lunettes de sécurité
- Solution de lavage des joints
- Adaptateur pour tubulure (kit de démarrage)

Pour amorcer le système de lavage des joints :

1. Vérifiez que la tubulure d'entrée de la solution de lavage est immergée dans le solvant.
2. Sur l'écran tactile, appuyez sur **HOME** (ACCUEIL), sur l'icône de flacon de solvant, sur la carte de condition de lavage des joints, puis sur **Prime Solvent** (Amorcer le solvant) pour amorcer le lavage des joints.

Remarque : Le lavage des joints peut également être amorcé pendant le processus de démarrage du système.

3. Sur l'écran tactile, appuyez sur **Setup > Startup** (Configuration > Démarrage).
4. Suivez les autres instructions à l'écran pour terminer le processus de démarrage du système.

4.6.2 Amorçage de la pompe

L'amorçage de la pompe fait partie de la procédure de démarrage du système par le biais de l'écran tactile.

L'amorçage a pour but de préparer un nouveau système en vue de son utilisation ou d'un changement de flacons réservoirs ou de solvants. Cette opération permet également de préparer un système au redémarrage après une période d'inactivité de plus de quatre heures. Pendant l'amorçage, la vanne de purge passe en position de purge pour pouvoir diriger le débit vers le récipient à déchets. Le débit est de 10 mL/min pendant l'amorçage.

Recommandation : Vérifiez que les réservoirs de solvant A, B, C et D sont entièrement remplis et que tous les solvants qu'ils contiennent sont miscibles.

! **Note :** Pour éviter la précipitation des sels dans le système, utilisez un solvant intermédiaire tel que l'eau lors du passage de solutions tamponnées à des solvants à forte teneur en éléments organiques. Consultez les tableaux de miscibilité des solvants dans la rubrique « Choix des solvants » du manuel du système.

Vérifiez que les flacons réservoirs de solvant sont suffisamment remplis pour effectuer l'amorçage et utiliser le système, et que le récipient à déchets peut contenir le volume de solvant rejeté. À titre d'exemple, l'amorçage des solvants pendant deux minutes au débit de 10 mL/min consomme environ 20 mL de chaque solvant.



Avertissement : Videz régulièrement le récipient à déchets Pour éviter tout débordement accidentel.

Condition requise : Amorcez chaque ligne de solvant avec le solvant adéquat afin de garantir le bon fonctionnement du dégazeur et de la vanne proportionnante.

4.6.2.1 Amorçage d'une pompe sèche au moyen de l'écran tactile

L'amorçage de la pompe fait partie de la procédure de démarrage du système par le biais de l'écran tactile.

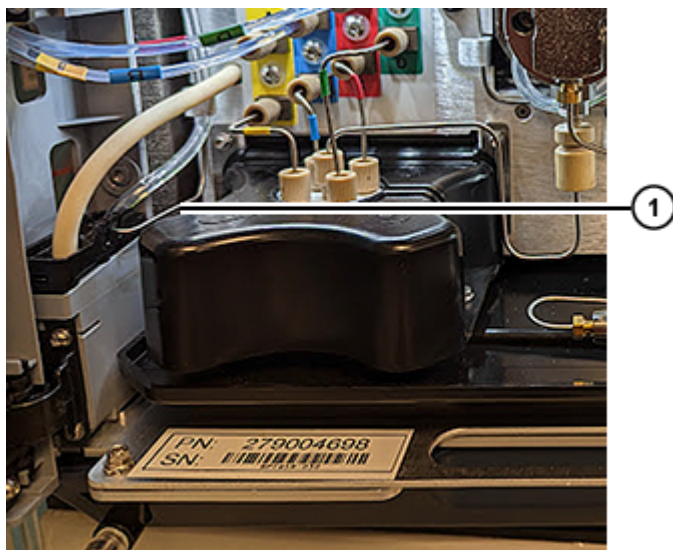
Pour amorcer une pompe sèche au moyen de l'écran tactile :

1. Ouvrez la porte avant de la pompe.

Remarque : La porte de la pompe est la porte inférieure du système.

2. Repérez la ligne d'évacuation des déchets de solvant de la vanne de purge de 0,062 pouce, située sur le côté gauche de la baie de la pompe et emboîtée dans le cadre de gauche. Laissez pour le moment la ligne d'évacuation des déchets de solvant de la vanne de purge de 0,062 pouce immergée dans les déchets.

Figure 4–7 : Emplacement de la tubulure d'évacuation des solvants



① Tubulure d'évacuation des solvants

3. Sur l'écran tactile, appuyez sur **Setup > Solvants > Prime Mobile Phase Solvents** (Configuration > Solvants > Amorcer les solvants de la phase mobile) et suivez les instructions à l'écran.
4. Sur l'écran Prime Solvent by Solvent Line (Amorcer le solvant par ligne de solvant), appuyez sur **Prime Solvent A** (Amorcer le solvant A), **Prime Solvent B** (Amorcer le solvant B), **Prime Solvent C** (Amorcer le solvant C) et/ou **Prime Solvent D** (Amorcer le solvant D).
5. Suivez les autres instructions à l'écran pour terminer le processus d'amorçage du système.
6. Pendant l'amorçage, soulevez le tuyau d'évacuation de déchets de la vanne de purge de 0,062 pouce pour l'extraire du système manifold d'évacuation des déchets, ce qui expose son extrémité. Au bout de cinq minutes, vous devriez observer un flux constant de solvants. Pour éviter tout déversement de solvant, dirigez le flux vers la partie supérieure du couvercle d'évacuation des déchets (système manifold). En cas d'absence de débit, vérifiez que les lignes d'entrée de solvant A, B, C et D sont remplies de solvant.

Précision : Le circuit est amorcé lorsque le solvant s'écoule du tuyau de purge de manière continue.

Condition requise : Assurez-vous que les flacons réservoirs de solvant sont suffisamment pleins pour permettre l'exécution des méthodes envisagées.

4.6.3 Amorçage du module d'injection

L'amorçage du module d'injection fait partie de la procédure de démarrage du système par le biais de l'écran tactile.

L'amorçage remplit le système de lavage avec du solvant de lavage, ou le circuit d'injection avec de la phase mobile. L'amorçage du système est nécessaire dans les cas suivants :

- Préparation d'un module d'injection neuf avant de le faire fonctionner
- Préparation d'un module d'injection pour le faire fonctionner après plus de 24 heures d'inactivité
- Changement du solvant de lavage
- Élimination des bulles d'air présentes dans les tuyaux

Vérifiez que la composition du solvant de lavage est correcte. Ce solvant doit être de qualité LC/MS et miscible à tous les autres solvants utilisés dans le système. Placez des filtres dans tous les flacons réservoirs de solvant et veillez à ce qu'il y ait suffisamment de solvant pour les amorçages.

Remarque : Vous pouvez amorcer le lavage des joints ou de l'aiguille en appuyant sur la carte de condition correspondante dans le tableau de bord System Status (État du système). Vous pouvez également amorcer le lavage des joints, le lavage de l'aiguille et la pompe doseuse d'échantillon pendant la procédure de démarrage du système. Appuyez sur **Setup > Startup** (Configuration > Démarrage) et suivez les autres instructions à l'écran pour terminer le processus de démarrage du système.

Pour amorcer la pompe doseuse d'échantillon et le solvant de lavage :

1. Sur l'écran tactile, appuyez sur **Setup > Solvants > Prime Sample Metering Pump** (Configuration > Solvants > Amorcer la pompe doseuse d'échantillon) et suivez les instructions à l'écran.
2. Suivez les autres instructions à l'écran pour terminer le processus de démarrage du système.

4.7 Sélection des boucles d'extension

Les caractéristiques de la boucle d'extension ont un impact sur le volume d'injection et la pression du système. Veillez à sélectionner la boucle adaptée à votre application.

Les boucles d'extension augmentent le volume d'échantillon pouvant être aspiré et retenu avant l'injection. Elles constituent un élément optionnel du système d'injection. Elles peuvent être montées entre l'aiguille et le transducteur de pression.

Tableau 4-2 : Les boucles d'extension suivantes peuvent être utilisées dans le module d'injection

| Taille de boucle ^a |
|-------------------------------|
| 50 µL |
| 100 µL - Standard |

- a. Les tailles de boucle indiquées correspondent au volume d'injection maximal que permet la boucle. Par exemple, la boucle de 100 µL permet des injections allant jusqu'à 100 µL.

4.8 Installation et remplacement des boucles d'extension

Ajoutez une boucle d'extension au module d'injection afin d'augmenter le volume d'injection pour les échantillons plus volumineux. Remplacez une boucle d'extension si nécessaire pour compenser une différence dans le volume d'injection total.



Avertissement : Pour éviter toute contamination personnelle avec des composés toxiques ou présentant un risque biologique, portez des gants propres non poudrés résistants aux produits chimiques pendant l'exécution de cette procédure.



Avertissement : Pour éviter les blessures aux yeux, portez des lunettes de protection lorsque vous effectuez la procédure suivante.

Outils et matériel nécessaires

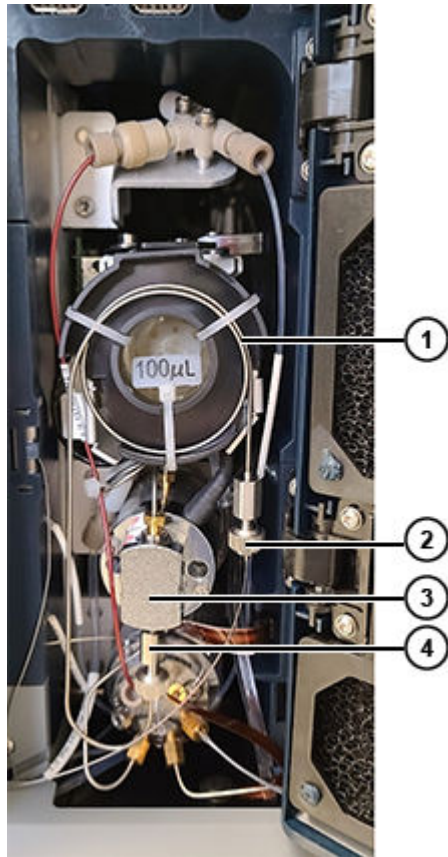
- Kit de boucle d'extension
- Gants non poudrés résistants aux produits chimiques
- Lunettes de sécurité

4.8.1 Installation d'une boucle d'extension dans un système à une vanne

Dans un système à une vanne, la boucle d'extension est installée entre le transducteur de pression et l'aiguille de prélèvement de l'échantillon.

1. Si le débit du système est actif, arrêtez-le. Sur l'écran tactile, appuyez sur **COMMANDS** (COMMANDES), puis appuyez sur le bouton Pause (Mettre en pause) en regard de **Flow is On** (Débit activé).
2. Ouvrez la porte du système fluidique du module d'injection.

Figure 4–8 : Système à une vanne



① Boucle d'extension avec support

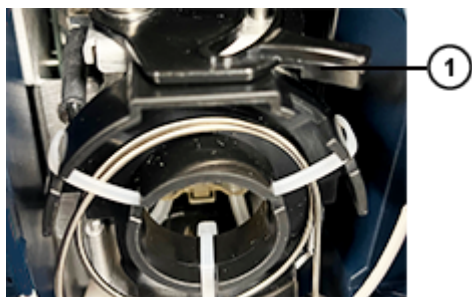
② Raccord sans outil de l'aiguille de prélèvement de l'échantillon

③ Transducteur de pression

④ Raccord d'adaptateur sans outil

3. Débranchez le raccord sans outil ② qui est fixé à la boucle d'extension et à l'aiguille de prélèvement de l'échantillon. Il n'est pas nécessaire de retirer le raccord d'adaptateur sans outil ④ du transducteur de pression.

Figure 4–9 : Loquet de boucle d'extension



① Loquet de boucle d'extension

4. Poussez le loquet de la boucle d'extension ① vers l'arrière pour libérer le support de la boucle d'extension. Retirez-le du module d'injection.
5. Installez une boucle d'extension de taille différente entre le raccord d'adaptateur sans outil ④ et l'aiguille de prélèvement de l'échantillon. Il n'est pas nécessaire de retirer le raccord d'adaptateur sans outil ④ du transducteur de pression.
6. Poussez le loquet de la boucle d'extension vers l'avant pour fixer le support de la boucle d'extension dans le module d'injection.
7. Sur l'écran tactile, appuyez sur **System** > **Module configuration** (Système > Configuration des modules), puis suivez les instructions à l'écran pour configurer le volume de la boucle d'extension.
8. Sur l'écran tactile, appuyez sur **Setup** > **Startup** (Configuration > Démarrage) et suivez les autres instructions à l'écran pour amorcer et préparer le système en vue de son utilisation.

4.9 Modification des paramètres de configuration de l'aiguille et de la boucle d'extension

L'aiguille et la boucle d'extension doivent être correctement configurées sur l'écran tactile afin d'éviter les erreurs ou les problèmes de performances du système.

Pour modifier le volume de l'aiguille ou de la boucle d'extension :

1. Sur l'écran tactile, appuyez sur **System** > **Module configuration** (Système >

Configuration du module), puis appuyez sur le bouton du module d'injection



2. Suivez les autres instructions à l'écran pour sélectionner la bonne configuration en ce qui concerne la taille de la boucle d'extension.

4.10 Sélection du positionnement de l'aiguille

Si l'aiguille est placée trop haut, le volume aspiré peut s'avérer insuffisant. Si l'aiguille est placée trop bas, le risque d'introduire des débris ou des précipités dans le système fluide est plus important.

Le positionnement de l'aiguille correspond à la distance verticale entre l'extrémité de l'aiguille de prélèvement de l'échantillon et le fond du flacon d'échantillon. La valeur par défaut de positionnement de l'aiguille empêche d'atteindre le fond du flacon.

! **Note :** Pour éviter d'endommager l'aiguille, suivez les recommandations de la présente rubrique, vérifiez que l'aiguille est étalonnée et utilisez le réglage de positionnement d'aiguille correspondant à vos plaques ou flacons d'échantillon.

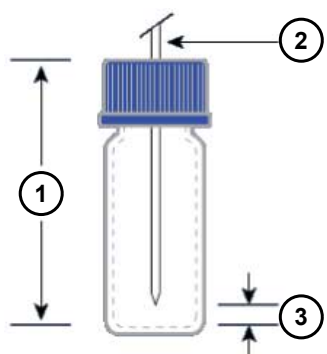
Vous pouvez modifier le paramètre de positionnement par défaut de l'aiguille dans le logiciel à deux endroits : dans l'onglet **Dilution** de l'éditeur de méthodes d'instrument du module d'injection et dans la boîte de dialogue Advanced Settings (Paramètres avancés).

Tableau 4-3 : Valeurs par défaut de positionnement de l'aiguille

| Type de plaque | Valeur par défaut |
|---------------------------|----------------------|
| 48 flacons | 4.0 mm (automatique) |
| Toutes les autres plaques | 2,0 mm |

Remarque : Les valeurs par défaut de positionnement de l'aiguille répertoriées dans le tableau ci-dessus représentent la dimension spécifiée par ③ dans la figure ci-dessous.

Figure 4-10 : Aiguille de prélèvement de l'échantillon dans le flacon



- ① Profondeur du flacon
- ② Aiguille de prélèvement de l'échantillon
- ③ Distance entre l'extrémité de l'aiguille de prélèvement de l'échantillon et le fond du flacon d'échantillon

4.11 Création d'un nouveau type de plaque

Créez des plaques d'échantillons standard ou personnalisées pour les utiliser dans les méthodes d'acquisitions. Configurez correctement les types de plaque dans Empower pour éviter de déformer les aiguilles.

Consultez l'aide *Empower online Information System* (Système d'informations en ligne d'Empower) pour obtenir des instructions sur la création d'un nouveau type de plaque.

4.11.1 Création d'un nouveau type de plaque en utilisant un type de plaque existant comme modèle

Vous pouvez gagner du temps en utilisant un type de plaque existant comme modèle plutôt qu'en créant un tout nouveau type de plaque.

Consultez le *Empower online Information System* (Système d'informations en ligne d'Empower) pour obtenir des instructions sur la création d'un nouveau type de plaque en utilisant un type de plaque existant comme modèle.

4.12 Paramètres avancés

Le système dispose d'un certain nombre de paramètres configurables destinés à l'utilisateur avancé.

La présente section décrit un certain nombre de paramètres avancés disponibles avec le Système Alliance iS HPLC.

4.12.1 Sélection d'une vitesse de prélèvement adaptée à la seringue de prélèvement de l'échantillon

Une vitesse de prélèvement trop élevée peut entraîner l'affichage du message « *Drawing sample rate excessive* » (Vitesse d'aspiration de l'échantillon excessive).

Vous pouvez modifier les paramètres de vitesse de prélèvement dans Instrument Method Editor (Éditeur de méthodes d'instrument).

4.12.2 Récupération d'une quantité maximale d'échantillon depuis les flacons

Un réglage incorrect du système peut avoir un impact négatif sur la quantité d'échantillon aspirée dans le flacon.

Le système dispose d'une fonctionnalité de détection du fond du flacon en option. Lorsque cette fonctionnalité est activée, le système sonde le fond du flacon, puis recule légèrement afin que l'aiguille soit très proche du fond.

Du fait de la définition par défaut des plaques ANSI à 48 flacons pour les flacons Maximum Recovery, à rendement maximal, de 2 mL, des résidus d'échantillon peuvent rester dans le flacon. Si vous devez récupérer le plus d'échantillon possible, activez la fonctionnalité de détection du fond du flacon.

Voir également : Pour plus d'informations sur l'activation de la détection du fond du flacon, consultez la section [Configuration d'une méthode \(Page 108\)](#).

Voir également : la brochure Waters Sample Vials and Accessories (Flacons d'échantillons et accessoires de Waters) sur www.waters.com.

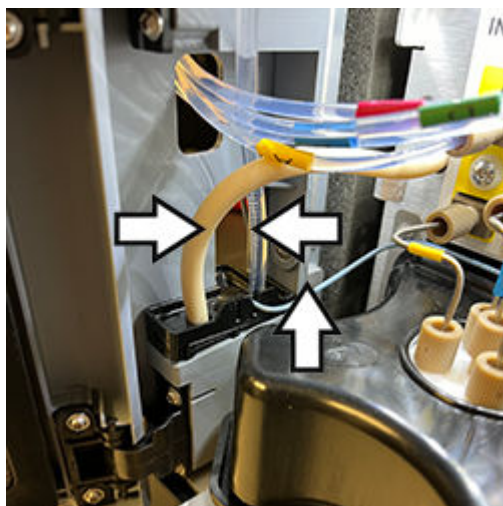
4.13 Séparation des déchets de condensation et des déchets LC

Le fait de séparer les déchets de condensation des déchets LC permet à l'utilisateur d'éliminer les déchets chimiques séparément.

Sur la configuration standard des Systèmes Alliance iS, les déchets de condensation et les déchets LC sont acheminés vers un seul port d'évacuation situé à l'avant du système.

1. Ouvrez la porte du compartiment de la pompe.
2. Retirez la tubulure de la ligne d'évacuation (voir flèches) de la poche de vidange.

Figure 4–11 : Tubulure dans la poche de vidange du compartiment de la pompe



3. Soulevez la poche de vidange.

Figure 4–12 : Soulèvement de la poche de vidange



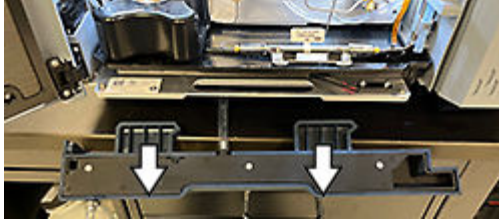
4. Sur la gauche, retirez la vis (voir flèche) qui maintient le bac d'évacuation

Figure 4–13 : Vis du bac d'évacuation



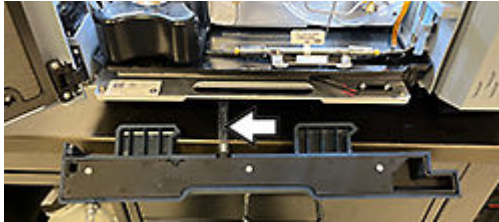
5. Tirez le bac d'évacuation vers l'avant.

Figure 4–14 : Dégagement du bac d'évacuation



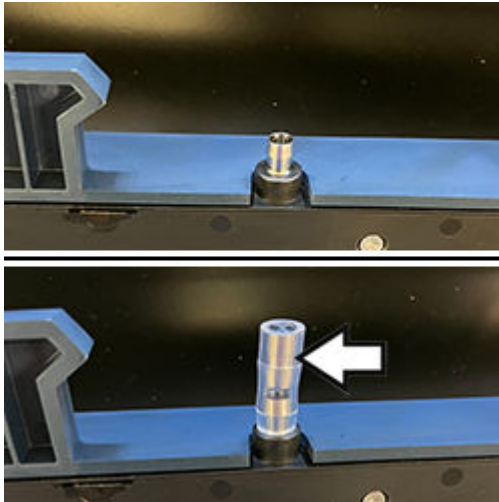
6. Retirez la tubulure du bac d'évacuation.

Figure 4–15 : Retrait de la tubulure du bac d'évacuation



7. Installez le bouchon (voir flèche) sur le raccord cannelé du bac d'évacuation.

Figure 4–16 : Installation du bouchon sur le bac d'évacuation



8. Retirez la tubulure du bac d'évacuation de l'arrière du système et faites-la passer par l'extérieur du système jusqu'à l'avant.

9. Remplacez le bac d'évacuation.

Figure 4–17 : Installation du bac d'évacuation



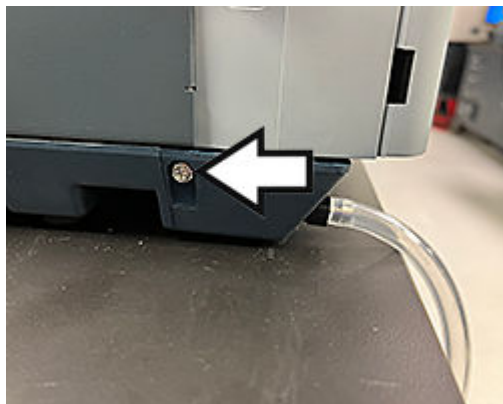
10. Réinstallez la poche de vidange

Figure 4–18 : Installation de la poche de vidange



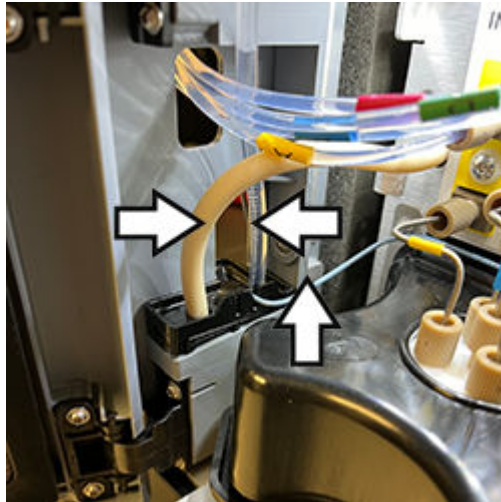
11. Sur la gauche, replacez la vis (voir flèche) qui maintient le bac d'évacuation.

Figure 4–19 : Vis du bac d'évacuation



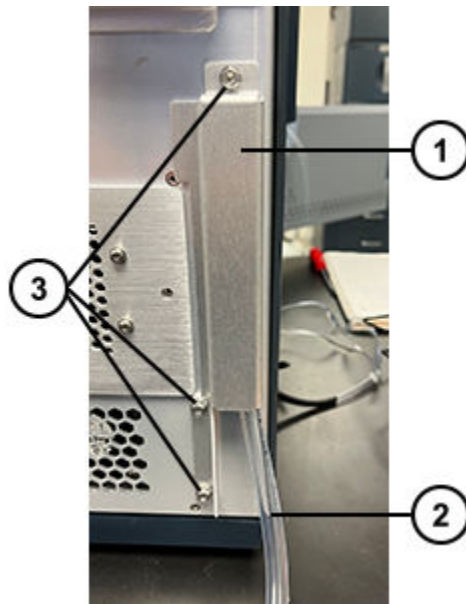
12. Placez la tubulure de la ligne d'évacuation (voir flèches) dans la poche de vidange.

Figure 4–20 : Tubulure dans la poche de vidange du compartiment de la pompe



13. Si la ligne d'évacuation des déchets de condensation n'est pas suffisamment longue pour atteindre le récipient à déchets :
 - a. Retirez les trois vis et le capot situé à l'arrière du système qui recouvre la ligne d'évacuation des déchets de condensation.

Figure 4–21 :



- ① Capot de la ligne d'évacuation des déchets de condensation
- ② Ligne d'évacuation des déchets de condensation

③ Vis

- b. Retirez la ligne d'évacuation des déchets de condensation (voir flèche) de la poche de vidange du four pour échantillon avec option refroidissement (SHC).

Figure 4–22 : Débranchement de la ligne d'évacuation des déchets de condensation



- c. Préparez et installez une nouvelle ligne suffisamment longue pour être raccordée au récipient à déchets et raccordez-la à l'arrière du système.
- d. Réinstallez les trois vis et le capot qui recouvre la ligne d'évacuation des déchets de condensation à l'arrière du système.
- e. Raccordez la nouvelle ligne d'évacuation vers un récipient dédié aux déchets de condensation. Pour éviter la formation de bulle d'air dans la ligne, vérifiez que la tubulure est droite.

5 Gestion des méthodes

Le Système Alliance iS HPLC peut exécuter des méthodes d'instrument dans des projets Empower après les avoir transposées via l'application iMTA, ou Intelligent Method Translator. Consultez la rubrique [Intelligent Method Translator App \(iMTA\) \(Page 61\)](#), qui indique les systèmes dont les méthodes d'instrument sont transposables.

5.1 Transfert de méthodes

Le Système Alliance iS HPLC permet d'obtenir des résultats comparables à ceux de nombreux autres systèmes HPLC. Cependant, lorsqu'une méthode éprouvée est transférée d'un système à un autre, il n'est généralement pas possible d'apporter des modifications à la méthode d'instrument. Par exemple, le type de colonne (diamètre) spécifié pour une méthode transférée ne peut pas être modifié. Les résultats ne sont pas toujours identiques même avec le même type de colonne. En cas de différence significative dans les temps de rétention, le volume de retard peut être compensé en ajustant le démarrage du gradient par rapport à l'injection. Il est aussi possible de modifier les effets du volume hors colonne.

Voir le livre blanc *Dwell Volume and Extra-Column Volume: What Are They and How Do They Impact Method Transfer* (Volume de retard et volume extra-colonne : définition et impact sur le transfert de méthode), référence 720005723EN, sur www.waters.com.

5.2 Mesure du volume de retard

Lors du transfert d'une méthode LC en gradient, vous pouvez obtenir des temps de rétention comparables en mesurant le volume de retard sur les deux systèmes. Le volume de retard correspond au volume dans le système entre l'endroit où le gradient se forme et l'entrée de la colonne.

Vous pouvez mesurer le volume de retard à l'aide du point médian d'un gradient de 0 à 100 %. Pour ce faire, analysez un gradient entre deux solvants identiques, A et B, en ajoutant un marqueur au solvant B. Prenez la mesure après avoir configuré le système, sans la colonne, en fonction de la méthode d'instrument en cours de transfert. Remplacez la colonne par un restricteur de faible volume pour garantir le bon fonctionnement de la pompe. Consultez la rubrique [Remplacement de la colonne \(Page 175\)](#).

Voir également : « Measuring system volume for methods transfer » (Mesure du volume du système pour le transfert de méthodes) dans l'aide *Empower online Information System* (Système d'informations en ligne d'Empower).

6 Analyse de routine quotidienne

Le Système Alliance iS HPLC vous permet d'effectuer efficacement des analyses de routine quotidiennes en fournissant des fonctionnalités matérielles avancées, un écran tactile intuitif et une connectivité avec le logiciel CDS Empower. Cette section fournit les instructions nécessaires.

6.1 Connexion au Système Alliance iS HPLC et déconnexion de ce système

Vous pouvez déverrouiller le système au niveau de la borne ou le verrouiller sans le mettre hors tension, en ouvrant ou en fermant votre session.

Pour ouvrir une session, verrouiller le système puis fermer votre session :

1. Examinez l'écran Idle (Inactif), qui indique que le système est verrouillé.
2. Balayez l'écran tactile vers le haut. La vue [Home \(Page 56\)](#) (Accueil) s'affiche.
3. Effectuez les opérations requises, jusqu'à ce que vous soyez prêt à vous déconnecter.
4. Appuyez sur le bouton **Preferences** (Préférences) dans le coin supérieur droit de l'écran tactile.
5. Appuyez sur le bouton **Lock** (Verrouiller) en bas de l'écran Preferences (Préférences).
6. Appuyez sur le bouton **SIGN OUT** (DÉCONNEXION).
La notification « SIGN OUT » (DÉCONNEXION) fait apparaître la page de verrouillage. Le message « You will be signed out in *n* seconds » (Vous allez être déconnecté dans *n* secondes) s'affiche. Une fois l'opération terminée, le système est verrouillé et passe à l'état IDLE (INACTIF).

6.2 Démarrage du matériel et du logiciel

Une fois le Système Alliance iS HPLC en cours d'exécution, démarrez le logiciel Empower.

Pour démarrer le matériel et le logiciel :

1. Déverrouillez ou allumez le Système Alliance iS HPLC. (Si le système est hors tension, consultez la section [Mise sous tension du système \(Page 62\)](#).)
2. Sur l'écran tactile, appuyez sur le bouton **Commands** (Commandes) dans le volet de gauche.
La vue [Commands \(Page 58\)](#) (Commandes) s'affiche.

3. Vérifiez que l'état de l'option **Detector Lamp** (Lampe du détecteur) est `Lamp is on` (Lampe allumée) ou `Lamp is warming` (Préchauffage de la lampe).
Si l'état est `Lamp is off` (Lampe éteinte), appuyez sur le bouton en forme d'ampoule et maintenez-le enfoncé pendant le décompte du minuteur. Attendez ensuite que l'état passe de `Lamp is warming` (Préchauffage de la lampe) à `Lamp is on` (Lampe allumée).

Remarque : Laissez la lampe du détecteur préchauffer entre 30 et 60 minutes. C'est pour cette raison qu'il est préférable d'allumer la lampe avec la commande **Detector Lamp** (Lampe du détecteur) au lieu de l'allumer pendant le processus de configuration.

4. Démarrez Empower sur la station de travail.
5. Ouvrez la fenêtre Run Samples (Analyser les échantillons).
Le panneau de commande d'Empower s'ouvre automatiquement dans le volet d'état.
6. Depuis le panneau de commande, démarrez la console du Système Alliance iS HPLC en cliquant sur la flèche droite, dans le coin supérieur droit.
La console vous permet d'accéder à la configuration, aux diagnostics et aux états détaillés de tous les modules du système.
7. Si nécessaire, ouvrez le projet Empower requis pour l'analyse.

6.3 Configuration des solvants

Les solvants de la phase mobile et les solvants de lavage des joints, de lavage de l'aiguille et de purge sont préparés avant d'exécuter l'équilibrage.



Avertissement : Pour éviter toute contamination personnelle avec des composés toxiques ou présentant un risque biologique, portez des gants propres non poudrés résistants aux produits chimiques pendant l'exécution de cette procédure.



Avertissement : Pour éviter les blessures aux yeux, portez des lunettes de protection lorsque vous effectuez la procédure suivante.

Outils et matériel nécessaires

- Gants non poudrés résistants aux produits chimiques
- Lunettes de sécurité
- Flacons de solvant propres

Pour configurer les solvants :

1. Préparez les solvants dans des flacons propres, comme indiqué pour la méthode.

Remarque : Il peut y avoir jusqu'à quatre lignes de solvant de la phase mobile, identifiées par le système avec les lettres A, B, C et D. Prêtez une attention particulière à

la manière dont les solvants sont indiqués dans le projet, car leurs identifiants déterminent la ligne de solvant à relier à chaque flacon. Les solvants de lavage des joints, de lavage de l'aiguille et de purge possèdent des lignes dédiées, mais il est possible qu'une méthode spécifie le remplissage d'un flacon avec la même préparation que celle d'un flacon de la phase mobile.

Si nécessaire, obtenez les spécifications des solvants de la méthode dans la procédure opératoire normalisée ou dans le cadre du projet Empower.

2. Retournez chaque flacon de solvant :
 - a. Retirez le bouchon et la tubulure de la ligne de solvant du flacon que vous remplacez.
 - b. Retirez le flacon du plateau.
 - c. Passez la tubulure dont l'étiquette d'identification correspond au solvant dans l'orifice du bouchon de rechange et placez le bouchon sur le flacon.
 - d. Positionnez le flacon sur le plateau, comme illustré ci-dessous.

Figure 6-1 : Flacons de solvant raccordés



3. Sur l'écran tactile, configurez l'amorçage initial des lignes de solvant conformément à la description de la section [Équilibrage du Système Alliance iS HPLC \(Page 88\)](#).

Remarque : S'il est nécessaire d'amorcer des lignes de solvant en dehors du workflow d'équilibrage, revenez à l'écran Home (Accueil) et sélectionnez la procédure appropriée dans l'écran Setup > Solvants (Configuration > Solvants).

Voir :

- [Amorçage du système de lavage des joints \(Page 68\)](#)
- [Amorçage de la pompe \(Page 70\)](#)
- [Amorçage du module d'injection \(Page 71\)](#)

- [Considérations relatives aux solvants \(Page 182\)](#)
- [Remplacement des filtres des flacons de solvant \(Page 112\)](#)

6.4 Installation ou remplacement de la colonne

Installez ou remplacez la colonne requise par la méthode après avoir mis en place les flacons de solvant remplis sur le plateau, de façon à ce que l'ancienne phase mobile ne puisse pas traverser la nouvelle colonne.

Pour installer la colonne, suivez les instructions fournies à la section [Installation de la colonne \(Page 65\)](#).

Pour remplacer la colonne, suivez les instructions fournies à la section [Remplacement de la colonne \(Page 175\)](#).

6.5 Équilibrage du Système Alliance iS HPLC

L'équilibrage prépare le système pour l'acquisition exacte des données. Effectuez la procédure d'équilibrage lorsque le système est inactif depuis au moins quatre heures, ou après avoir remplacé la phase mobile ou l'aiguille de prélèvement de l'échantillon.

Pour équilibrer le système :

1. Sur l'écran tactile, cliquez sur **Commands** (Commandes) pour afficher la [vue Commands \(Page 58\)](#) (Commandes).
2. Assurez-vous que l'état de l'option **Detector Lamp** (Lampe du détecteur) est bien `Lamp is on` (Lampe allumée). Attendez aussi longtemps que nécessaire.

Remarque : Laissez la lampe du détecteur préchauffer entre 30 et 60 minutes. C'est pour cette raison qu'il est préférable d'allumer la lampe avec la commande **Detector Lamp** (Lampe du détecteur) au lieu de l'allumer pendant le processus de configuration suivant.

3. Lorsque l'état de la lampe passe à `Lamp is on` (Lampe allumée), revenez à l'écran [Home \(Page 56\)](#) (Accueil) et appuyez sur **Setup** (Configurer) pour afficher l'écran [Setup \(Page 56\)](#) (Configuration).
4. Appuyez sur **Startup** (Démarrage) et suivez les instructions à l'écran. Les actions sont les suivantes :
 - a. Amorçage de la phase mobile
 - b. Amorçage des solvants de lavage
 - c. Réglage de la température des échantillons et des points de contrôle
 - d. Allumage de la lampe du détecteur
 - e. Réglage du débit, de la composition et de la durée

5. Vérifiez les réglages sur l'écran Summary (Récapitulatif) et appuyez sur **Start** (Démarrer) pour procéder à l'équilibrage.

Le message `System Startup In progress` (Démarrage du système en cours) s'affiche sur l'écran Status (État) pendant que l'équilibrage est en cours d'exécution. Une fois l'équilibrage terminé, le système est prêt pour les tâches de routine.

6.6 Préparation et chargement des échantillons

Le module d'injection comporte trois plaques ou plateaux conformes aux normes ANSI/SBS, introduits par la porte du compartiment des échantillons. Les plaques à puits, les plateaux à flacons, les flacons et les tapis de bouchons ou bouchons répondant à la norme ANSI sont approuvés et requis pour une utilisation avec le système. Le chargement incorrect des plaques ou plateaux peut entraîner une erreur.



Avertissement : Pour éviter toute contamination personnelle avec des composés toxiques ou présentant un risque biologique, portez des gants propres non poudrés résistants aux produits chimiques pendant l'exécution de cette procédure.



Avertissement : Pour éviter les blessures aux yeux, portez des lunettes de protection lorsque vous effectuez la procédure suivante.

Outils et matériel nécessaires

- Gants non poudrés résistants aux produits chimiques
- Lunettes de sécurité

Pour préparer et charger des échantillons :

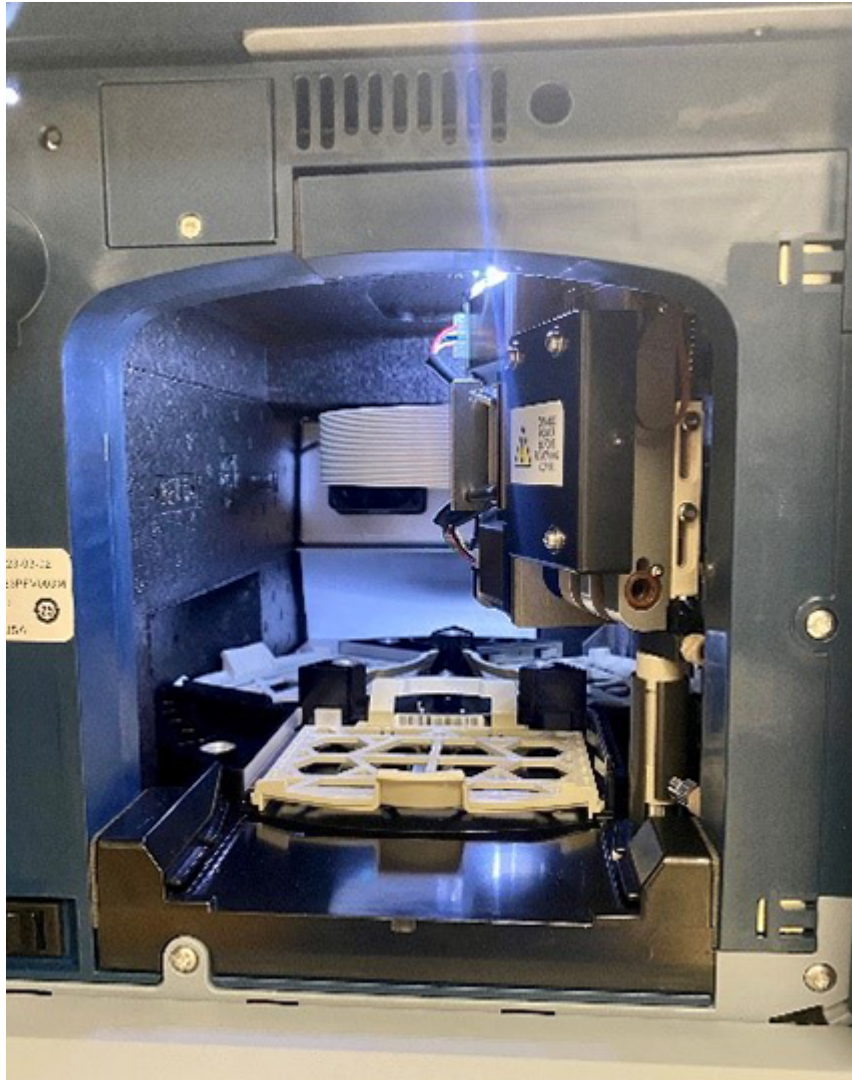
1. Préparez les échantillons comme indiqué pour la méthode.
2. Remplissez les plaques d'échantillons ou plateaux à échantillons comme indiqué pour la méthode. Il est recommandé d'utiliser des flacons Waters.

Consultez la section [Respect des recommandations concernant les flacons et les plaques](#) (Page 108).

Précision : Les positions de flacon V1 à V12, situées de part et d'autre du plateau à échantillons, peuvent accueillir des flacons de 4 mL. Contactez Waters pour des informations concernant l'utilisation de flacons de 2 mL sur ces positions de flacon.

3. Ouvrez la porte du compartiment du module d'injection pour accéder au plateau, comme illustré sur la figure.

Figure 6–2 : Plateau du module d'injection



4. Appuyez sur le sélecteur de plaque/plateau situé dans le coin inférieur gauche du module d'injection selon les besoins pour sélectionner la position 1, 2 ou 3.

Exception : Si vous actionnez le sélecteur alors qu'une fonction de diagnostic est en cours d'exécution, que le module d'injection est en cours d'amorçage ou que l'aiguille de prélèvement de l'échantillon est en train d'accéder au plateau à échantillons, de réaliser une injection ou est en cours de nettoyage, le voyant du compartiment du module d'injection clignote en continu et la position de la plaque ne change pas. Le sélecteur redevient actif une fois que le module d'injection a terminé la tâche en cours.

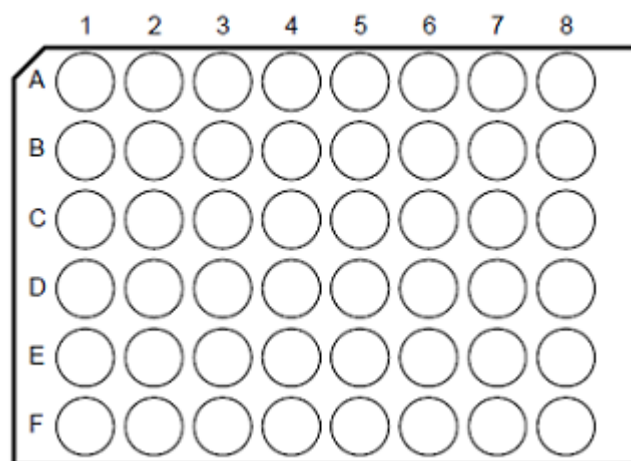
5. Ôtez le cadre de la position sélectionnée en le saisissant par sa poignée.
6. Chargez la plaque ou le plateau sur le cadre étendu. Le plateau doit reposer à plat.

Précision : Pour les plateaux, « A » représente la rangée et « 1 » représente la position du flacon.

Figure 6–3 : Plateaux chargés sur le plateau du module d'injection



Figure 6–4 : Positions de flacons sur les plaques d'échantillons



7. Faites glisser la plaque ou le plateau vers l'arrière jusqu'à son enclenchement.



Note : Pour éviter d'endommager l'aiguille de prélèvement de l'échantillon, positionnez correctement les plaques d'échantillons et engagez à fond le plateau à échantillons.

8. Répétez les étapes précédentes pour chaque plaque ou plateau.

9. Refermez la porte du compartiment des échantillons.

6.7 Vérification de l'état et de l'intégrité du système

Vérifiez l'état et l'intégrité du système avant de démarrer l'acquisition des données, régulièrement dans la journée et en cas de problème.

6.7.1 Vérifications de l'acquisition des données

Les responsables de laboratoire peuvent paramétrer des vérifications de l'acquisition des données préalables à l'analyse et pendant le temps d'analyse afin de réduire les erreurs courantes. L'écran tactile sert d'interface pour paramétrer ces vérifications. Dans la page Home (Accueil), le chemin d'accès aux workflows est le suivant : **System > Administration > Acquisition Checks** (Système > Administration > Vérifications d'acquisition). L'écran Acquisition Checks (Vérifications d'acquisition) propose les options **Pre-Run Checks** (Vérifications préalables à l'analyse) et **Run-Time Checks** (Vérifications en cours d'analyse).

Remarque : Cette fonctionnalité est opérationnelle avec Empower 3.8.0 et versions ultérieures.

L'acquisition des données peut se poursuivre lorsque toutes les vérifications préalables à l'analyse actives sont réussies. Les vérifications peuvent inclure les aspects suivants :

- **Column must be installed** (La colonne doit être installée) : vérifie si une colonne est installée dans le four à colonne, mais uniquement si vous utilisez une colonne de Waters dotée d'une étiquette lisible.
- **Column must match method** (La colonne doit correspondre à la méthode) : vérifie si la colonne installée est adaptée à la méthode sélectionnée, mais uniquement si vous utilisez une colonne de Waters dotée d'une étiquette lisible.
- **No pending preventative maintenance** (Aucune maintenance préventive en attente) : vérifie la date définie dans **Preventative Maintenance > Set Preventative Maintenance** (Maintenance préventive > Définir la maintenance préventive).
- **System is qualified** (Système qualifié) : vérifie la date définie dans **Administration > System Qualification > Set the System Qualification** (Administration > Qualification du système > Définir la qualification du système). Cette date doit être étayée par une documentation et des résultats de tests valides. Elle est généralement mise à jour lorsqu'un ingénieur Waters requalifie le système. L'acquisition des données ne peut pas se poursuivre si la qualification a expiré.

- **Mobile phase is not expired** (La phase mobile n'a pas expiré) : vérifie la date pour chacun des solvants de la phase mobile (A, B, C, D) utilisés par la méthode.
- **Sample plates must be installed (Les plaques d'échantillons doivent être installées)**
- **Sample plates must match method (Les plaques d'échantillons doivent correspondre à la méthode)**
- **All vials present (Tous les flacons sont présents)**

L'acquisition des données s'interrompt lorsque des vérifications d'échantillons pendant le temps d'analyse détectent des problèmes sélectionnés tandis que l'analyse des listes d'échantillons est en cours d'exécution. Les vérifications peuvent inclure les aspects suivants :

- **Mobile phase is low** (Phase mobile basse) : lorsqu'un flacon de solvant de la phase mobile est rempli à moins de 10 %.
- **Wash solvent is low** (Solvant de lavage bas) : lorsqu'un flacon de solvant de lavage est rempli à moins de 10 %.
- **Leak is detected** (Fuite détectée) : option toujours activée. La vérification des capteurs de fuite de la pompe, de la colonne, du détecteur ou du module d'injection est pilotée via **System > Leak Sensors** (Système > Capteurs de fuite).
- **Vial is missing** (Flacon manquant) : option toujours activée. La vérification de la présence de flacons aux emplacements spécifiés pour la liste d'échantillons est automatique.

6.7.2 Suivi depuis l'écran tactile

L'écran tactile fournit des informations sur l'état et les conditions du système. Par exemple, la barre d'état en haut de la fenêtre indique si le Système Alliance iS HPLC est en train d'analyser des échantillons. Lorsque le système est allumé mais n'est pas en cours d'exécution, le tableau de bord indique l'état Idle (Inactif) et l'écran est bleu. Lorsque le système est en cours d'exécution, le tableau de bord indique l'état Running (En cours d'exécution) et l'écran est vert. La couleur rouge indique un état d'erreur.

La vue [Home \(Page 56\)](#) (Accueil) de l'écran tactile affiche les conditions actuelles du système, telles que les températures, les pressions et les nombres d'injections.

La vue [Health \(Page 58\)](#) (Intégrité) de l'écran tactile propose des outils de dépannage.

6.7.3 Suivi depuis le panneau de commande d'Empower

Vous pouvez surveiller le Système Alliance iS HPLC à partir du panneau de commande du logiciel CDS Empower, qui s'affiche au bas de la fenêtre Run Samples (Analyser les échantillons), mais qui peut également être lancé depuis le menu QuickStart. Le panneau de commande affiche les principales conditions du système, telles que l'état, la température et la pression.

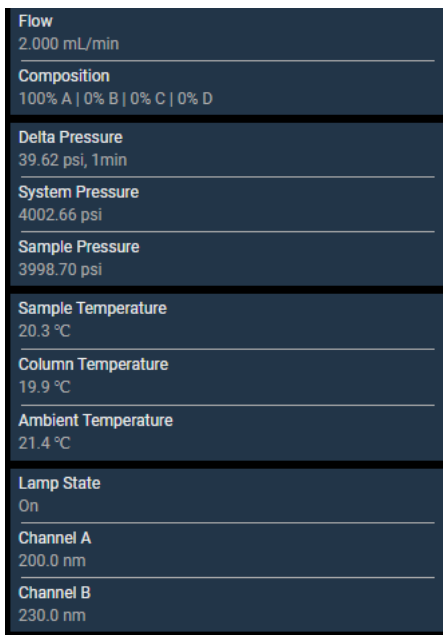
Remarque : Les valeurs du panneau de commande d'Empower sont en lecture seule.

6.7.4 Suivi depuis la console du Système Alliance iS HPLC

La console du Système Alliance iS HPLC est accessible à partir du panneau de commande d'Empower. La console affiche de la manière suivante les valeurs actuelles (ou les plus récentes) de paramètres, comme les températures et les pressions :

Remarque : Vous ne pouvez pas modifier les paramètres via la console. Ils sont modifiés depuis l'écran tactile ou par le chargement d'une méthode.

Figure 6–5 : Console système



| | |
|----------------------------|-----------------------------|
| Flow | 2.000 mL/min |
| Composition | 100% A 0% B 0% C 0% D |
| Delta Pressure | 39.62 psi, 1min |
| System Pressure | 4002.66 psi |
| Sample Pressure | 3998.70 psi |
| Sample Temperature | 20.3 °C |
| Column Temperature | 19.9 °C |
| Ambient Temperature | 21.4 °C |
| Lamp State | On |
| Channel A | 200.0 nm |
| Channel B | 230.0 nm |

6.7.5 Acquisition des données

Pour acquérir les données chromatographiques du système Alliance iS, préparez et analysez la liste d'échantillons dans Empower. Consultez la section Data Acquisition, Acquiring Data (Acquisition de données, Acquisition des données) dans le *Empower online Information System* (Système d'informations en ligne d'Empower).

6.8 Examen des résultats

Examinez les résultats de la liste d'échantillons dans Empower. Consultez la section Data Analysis (Analyse des données) dans le *Empower online Information System* (Système d'informations en ligne d'Empower).

6.9 Impression du rapport

Générez et imprimez le rapport des données d'une liste d'échantillons dans Empower. Consultez la section Report Generation (Génération de rapports) dans le *Empower online Information System* (Système d'informations en ligne d'Empower).

6.10 Préparation de l'arrêt du Système Alliance iS HPLC

Remarque : Consultez la section [Mise hors tension du système \(Page 63\)](#) pour plus d'informations relatives à l'arrêt.

1. Sur l'écran tactile, appuyez sur **SETUP** (CONFIGURATION) pour afficher la [vue Setup \(Page 56\)](#) (Configuration).
2. Appuyez sur **Shutdown** (Arrêt) et suivez les instructions à l'écran pour passer aux étapes suivantes. Les actions sont les suivantes :
 - a. Réglage de la température de l'échantillon et du point de consigne
 - b. Réglage de la température de la colonne et du point de consigne
 - c. Réglage du débit et de la composition
 - d. Réglage de l'état de la lampe
3. Révisez les paramètres sur l'écran Summary (Récapitulatif) et appuyez sur **Start** (Démarrer) pour poursuivre.
4. Appuyez sur **Done** (Terminé).

L'arrêt continue de s'exécuter en arrière-plan, sauf si une erreur se produit.

6.10.1 Arrêt du système pendant moins de 24 heures

En cas de période d'inactivité de courte durée (moins de 24 heures), maintenez le débit de solvant afin de préserver la propreté de la cellule de détection.

Si quelques heures s'écoulent jusqu'à la prochaine injection, réduisez le débit à quelques dixièmes de mL/min pour conserver du solvant. Pendant cette période, le détecteur doit continuer de fonctionner et le four à colonne être à température de fonctionnement.

Pour arrêter le système pendant une période inférieure à 24 heures :

1. Continuez à pomper le mélange initial de la phase mobile dans la colonne. Cela empêche l'accumulation de contaminants dans la cellule de détection et maintient l'équilibre de la colonne nécessaire à une bonne reproductibilité du temps de rétention.
2. Pour prolonger la durée de vie de la lampe du détecteur, éteignez-la en appuyant sur **COMMANDS > UV Detector Lamp** (COMMANDES > Lampe du détecteur UV).

Le message `Power off Lamp` (Arrêt de la lampe) apparaît à l'écran.

6.10.2 Arrêt du système pendant plus de 24 heures

Si vous ne rincez pas le système/détecteur avant l'arrêt, la cellule de détection risque de se boucher.

Pour arrêter le détecteur pendant une période supérieure à 24 heures :

1. Éteignez la lampe du détecteur en appuyant sur **COMMANDS > UV Detector Lamp** (COMMANDES > Lampe du détecteur UV).

Le message `Power off Lamp` (Arrêt de la lampe) apparaît à l'écran.

2. Éliminez les sels et additifs des tampons en rinçant à l'eau.
3. Rincez la colonne et la cellule de détection avec 100 % de solvant organique pur.

7 Optimisation des performances

Consultez les sections ci-dessous en rapport avec l'optimisation des performances du Système Alliance iS HPLC :

- [Recommandations générales \(Page 97\)](#)
- [Prévention des fuites \(Page 99\)](#)
- [Configuration d'une méthode \(Page 108\)](#)
- [Remarques sur le compartiment des échantillons \(Page 108\)](#)
- [Respect des recommandations concernant les flacons et les plaques \(Page 108\)](#)
- [Temps de cycle entre injections \(Page 109\)](#)
- [Optimisation de la durée de vie des colonnes \(Page 109\)](#)

7.1 Recommandations générales

Lors de l'exécution d'une analyse HPLC, suivez les recommandations générales ci-dessous.

- Utilisez des solvants, tampons et additifs de haute qualité, HPLC ou MS.
- Utilisez de l'eau de haute qualité, HPLC ou MS.
- Utilisez toujours des filtres à solvant sur les tubulures plongeant dans les flacons de solvant.
- Filtrez les tampons à l'aide d'une membrane de 0,45 µm.
- N'utilisez les solutions mères concentrées que pour préparer des solutions de travail, et réfrigérez-les lorsque vous ne les utilisez pas pour allonger leur durée de conservation.
- N'ajoutez pas de tampon frais à l'ancien pour « compléter », pour éviter toute prolifération microbienne.
- Amorcez toutes les lignes de solvant et gardez-les amorcées.
- Chassez les tampons du système lorsqu'ils ne sont pas utilisés, en veillant à ne pas utiliser de solvants susceptibles de précipiter ou de réagir d'une quelconque manière.
- Ajoutez 10 à 20 % de solvant organique dans l'eau en guise de solvant de stockage si le système doit rester au repos pendant plus de 24 heures.
- Amorcez la ligne de lavage des joints et gardez-la amorcée.
- Surveillez le niveau du récipient à déchets pour vous assurer qu'il peut recueillir l'ensemble des déchets prévus.

Pour plus d'informations concernant la prévention et l'élimination de la contamination, consultez le document *Controlling Contamination in LC/MS Systems (Contrôle de la contamination des systèmes LC/MS)*, référence 715001307FR sur le site Internet de Waters (www.waters.com).

7.1.1 Contamination inter-échantillons

Une contamination inter-échantillons se produit dans un système chromatographique lorsque le pic d'un analyte précédemment injecté apparaît sur le chromatogramme des échantillons suivants.

La contamination inter-échantillons se produit généralement lorsqu'une faible quantité d'analyte reste dans le système après injection. Elle se mesure en observant les pics d'analyte qui apparaissent lorsque vous lancez une analyse de blanc immédiatement après un échantillon analytique.

Waters estime que, sur le système Alliance iS, la contamination inter-échantillons est inférieure à 0,002 % au maximum.

L'une des causes fréquentes de contamination inter-échantillons est un lavage incomplet du système, et plus précisément de l'aiguille de prélèvement de l'échantillon. Le choix du solvant de lavage approprié peut réduire la contamination inter-échantillons pour une analyse donnée. Consultez la rubrique [Consignes relatives aux solvants de purge et de lavage \(Page 191\)](#). Le solvant de lavage doit être suffisamment fort pour dissoudre les éventuelles traces d'échantillon restantes sur l'aiguille. La durée de lavage doit être suffisante pour éliminer le résidu du système.

Les conditions des méthodes affectent également la contamination inter-échantillons. Tous les analytes ne seront pas éliminés du système ou de la colonne si la durée de maintien des conditions finales du gradient est trop courte, en particulier si la pente du gradient est forte. Purgez entièrement le système et rééquilibrez la colonne avant de passer à l'analyse suivante.

L'hydrophobicité et la solubilité de vos échantillons, ainsi que le soin apporté à la préparation des échantillons, sont autant de facteurs supplémentaires de réduction de la contamination inter-échantillons, tout comme la contamination issue des outils de préparation des échantillons.

Conseil :

- Testez votre échantillon dans le solvant de lavage pour vérifier que celui-ci ne provoque pas la précipitation de l'analyte ou de la matrice.

7.1.1.1 Réduction de la contamination inter-échantillons

Le non-respect des recommandations spécifiées peut entraîner une contamination inter-injections.

Dans un système chromatographique, la contamination est définie comme toute substance générant des pics non désirés ou un bruit de fond excessif. La contamination inter-échantillons est un type spécifique de contamination qui se produit lorsque des résidus d'échantillons présents dans le système après une injection apparaissent sous forme de pics dans les injections ultérieures, compromettant ainsi l'analyse quantitative. L'optimisation des performances du système nécessite de minimiser la contamination inter-échantillons et de la

contenir à un niveau admissible, c'est-à-dire un niveau généralement inférieur aux limites de détection.

Remarque : Une contamination inter-échantillons peut se produire à l'occasion d'interactions au niveau de la colonne ou dans le système. Vous pouvez identifier la contamination inter-échantillons en effectuant un double gradient sur la colonne. Si une contamination inter-échantillons est observée dans le second gradient, Waters vous recommande de laver la colonne dans un solvant fort.

La contamination inter-échantillons peut être la conséquence d'une mauvaise installation des tubulures, des raccords ou de tout autre matériel, ou de solvants de lavage inefficaces. Effectuez les opérations suivantes pour diminuer la contamination inter-échantillons :

- Utilisez chaque boucle d'extension sur un système seulement.
- Vérifiez le bon raccordement de toutes les tubulures. Avant de serrer les vis de compression des raccords, la tubulure doit être insérée correctement, sans intervalle, dans tous les ports de raccordement. Les tubulures mal insérées créent des espaces inutiles qui retiennent les échantillons et augmentent la contamination inter-échantillons. Consultez la rubrique [Prévention des fuites \(Page 99\)](#).
- Vérifiez que le guide d'aiguille ne contient aucun résidu ni débris, sources de contamination inter-échantillons. Nettoyez ou changez le guide si nécessaire.
- Évitez les systèmes de fermeture de plaques ou de flacons utilisant des substances collantes, qui peuvent être responsables d'une contamination inter-échantillons.
- Si vous suspectez une interaction entre l'échantillon et le matériau de l'aiguille, augmentez la force du solvant de lavage ou la durée de lavage.
- Lors de la sélection des solvants de lavage, suivez les [Consignes relatives aux solvants de purge et de lavage \(Page 191\)](#).

Voir également : Pour plus d'informations sur le contrôle de la contamination dans les systèmes chromatographiques, consultez le document *Controlling Contamination in LC/MS Systems (Contrôle de la contamination des systèmes LC/MS)*, référence 715001307FR sur le site Internet de Waters (www.waters.com).

7.2 Prévention des fuites

La prévention des fuites en cours d'analyse permet de garantir une pression adéquate du flux dans le système et l'intégrité de l'échantillon.

Tout raccord de tubulure, ou joint dans une moindre mesure, peut être source de fuite. Les fuites côté basse pression, au niveau de l'admission de la pompe du module de pompe, entraînent des pertes de solvant et des entrées d'air lors du cycle d'admission. Les fuites des raccords haute pression, en aval des clapets antiretour, entraînent essentiellement des libérations de solvants et non des entrées d'air.

Pour prévenir les fuites, respectez nos recommandations de serrage des raccords du système. Ces recommandations ne sont pas les mêmes dans le cas du serrage d'un raccord neuf et d'un raccord déjà utilisé.

7.2.1 Recommandations pour l'installation des raccords

Limitez le risque de fuites au niveau des raccords de tubulure en suivant les recommandations de Waters. Veillez également à utiliser des raccords adaptés et correctement serrés, conformément à la description.

Le système emploie trois types de raccords :

- Polyétheréthercétone (PEEK), à base de polymère
- Acier inoxydable, plaqué or
- Raccords sans outil



Avertissement : Respectez systématiquement les Bonnes Pratiques de Laboratoire, ou BPL, en particulier lors de la manipulation de substances dangereuses. Consultez les Fiches de Données de Sécurité des solvants utilisés. Obtenez en outre du responsable sécurité de votre entreprise les consignes relatives à l'utilisation et à la manipulation de telles substances.



Avertissement : Pour éviter toute contamination personnelle avec des substances présentant un risque biologique, portez des gants propres non poudrés résistants aux produits chimiques pendant l'exécution de cette procédure.

Outils et matériel nécessaires

- Gants non poudrés résistants aux produits chimiques
- Lunettes de sécurité
- Clé plate de 1/4 pouce, pour le serrage ou le desserrage des raccords en acier inoxydable plaqué or avec viroles en deux parties
- Marqueur indélébile

Lorsque vous raccordez des tubulures, tenez compte des recommandations suivantes pour installer et serrer les raccords :

- Vérifiez que la tubulure est enfoncée jusqu'au fond de l'orifice du raccord avant de serrer les vis de compression.
- Pour une meilleure accessibilité, utilisez de longues vis de compression pour fixer les tubes sur l'injecteur et la vanne de purge.
- Lorsque vous desserrez des raccords pendant la maintenance, recherchez les éventuels filetages arrachés, fissurés et/ou déformés.

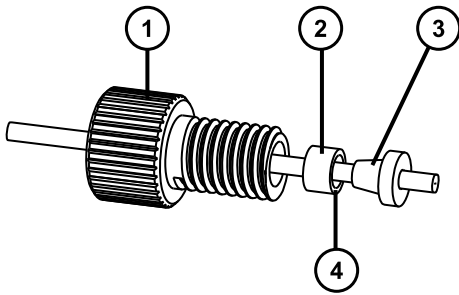
- Lorsque vous desserrez ou remplacez des raccords pendant la maintenance, réalisez le test d'étanchéité du module de pompe. Pour ce faire, consultez l'aide en ligne de votre système.
- À l'exception de ceux qui ne nécessitent pas d'outil, ne réutilisez pas les raccords en acier inoxydable plus de six fois.

7.2.1.1 Raccord court ou long 1/4-28 avec virole sans bride et bague de verrouillage en acier inoxydable

Serrez le raccord manuellement.

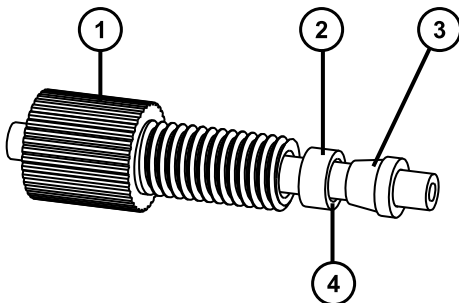
Important : Les raccords courts sont destinés à être utilisés avec des tubulures d'un diamètre externe de 1/16 de pouce. Les raccords longs sont destinés à être utilisés avec des tubulures d'un diamètre externe de 1/8 de pouce.

Figure 7-1 : Raccord court 1/4-28 avec virole sans bride et bague de verrouillage en acier inoxydable, première utilisation ou réinstallation



- ① Vis de compression
- ② Bague de verrouillage
- ③ Virole
- ④ Extrémité de la bague de verrouillage avec diamètre intérieur plus grand

Figure 7-2 : Raccord long 1/4-28 avec virole sans bride et bague de verrouillage en acier inoxydable, première utilisation ou réinstallation



- ① Vis de compression

- ② Bague de verrouillage
- ③ Virole
- ④ Extrémité de la bague de verrouillage avec diamètre intérieur plus grand

7.2.1.2 Bouchon à fiche haute pression

Ce type de raccord est utilisé pour boucher un orifice inutilisé ou, dans certains cas, pour vérifier la pression du système.

Serrez le raccord manuellement, plus environ 1/6 de tour à la clé plate.

Figure 7-3 : Bouchon à fiche haute pression, première utilisation ou réinstallation

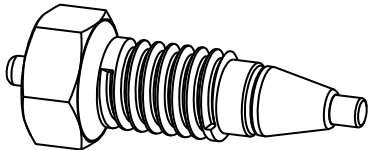
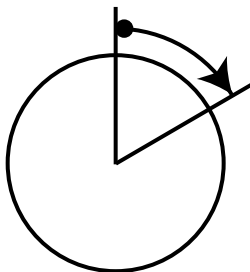


Figure 7-4 : Serrage du bouchon à fiche haute pression, première utilisation ou réutilisation



7.2.1.3 Raccord métallique à méplats courts ou longs et virole métallique en deux parties (V-detail)

La procédure de serrage des raccords métalliques est différente selon que le raccord est neuf ou non.

Afin d'éviter les fuites, consultez les recommandations suivantes dans le présent manuel :

- Consultez les sections [Prévention des fuites \(Page 99\)](#) et [Recommandations pour l'installation des raccords \(Page 100\)](#).
- Pour des instructions détaillées sur le montage de raccords neufs, consultez la section [Installation de raccords métalliques neufs \(Page 105\)](#).

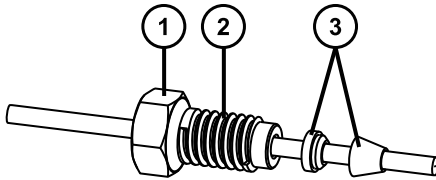
! **Note :** Vérifiez que la tubulure est enfoncée jusqu'au fond de l'orifice du raccord avant de serrer les vis de compression.

! **Note :** L'installation de nouveaux raccords et le resserrage de raccords usagés nécessitent des techniques distinctes.

Première utilisation

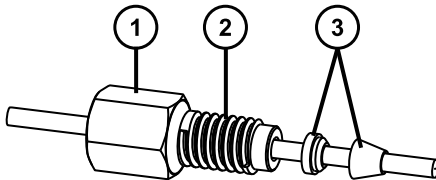
! **Note :** Serrez manuellement le raccord et ajoutez 3/4 de tour avec une clé plate de 1/4 de pouce.

Figure 7–5 : Raccord métallique à courts méplats et virole métallique en deux parties, première utilisation



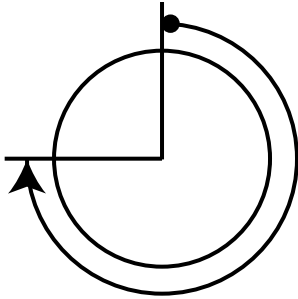
- ① Écrou court
- ② Vis de compression
- ③ Virole métallique en deux parties

Figure 7–6 : Raccord métallique à longs méplats et virole métallique en deux parties, première utilisation



- ① Écrou long
- ② Vis de compression
- ③ Virole en deux parties

Figure 7-7 : Raccord métallique à méplats courts ou longs et virole métallique en deux parties, serrage à la première utilisation

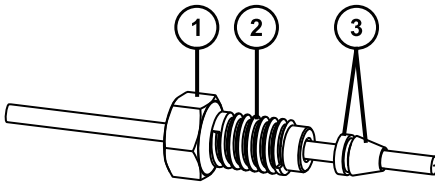


Réinstallation

! **Note :** Pour des performances optimales, réinstallez ce raccord uniquement sur l'orifice d'où il a été retiré.

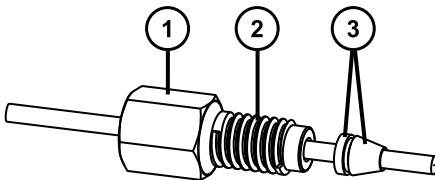
Serrez manuellement le raccord et ajoutez jusqu'à 1/6 de tour avec une clé plate de 1/4 de pouce.

Figure 7-8 : Raccord métallique à courts méplats et virole métallique en deux parties, réinstallation



- ① Écrou court
- ② Vis de compression
- ③ Virole métallique en deux parties

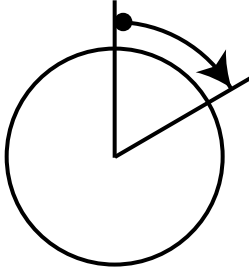
Figure 7-9 : Raccord métallique à longs méplats et virole métallique en deux parties, réinstallation



- ① Écrou long
- ② Vis de compression

③ Virole en deux parties

Figure 7-10 : Raccord métallique à méplats courts ou longs et virole métallique en deux parties, serrage lors de la réinstallation



7.2.1.3.1 Installation de raccords métalliques neufs

Pour garantir une installation correcte, vous devez marquer les raccords métalliques neufs avant de les serrer.



Avertissement : Pour éviter les blessures aux yeux, portez des lunettes de protection lorsque vous effectuez la procédure suivante.



Note : Pour éviter toute contamination des éléments du système, portez des gants propres, non poudrés et résistants aux produits chimiques lors de l'exécution de cette procédure.

Outils et matériel nécessaires

- Gants non poudrés résistants aux produits chimiques
- Lunettes de sécurité
- Clé plate de 1/4 pouce, pour les raccords métalliques avec viroles en deux parties
- Marqueur indélébile

Pour installer un raccord métallique neuf :

1. Insérez l'extrémité d'un tuyau dans l'extrémité hexagonale de la vis de compression.
2. Insérez le tuyau dans la grande extrémité de la virole.
3. Insérez le tuyau dans l'orifice du raccord.
4. Vissez manuellement la vis de compression dans le sens des aiguilles d'une montre dans l'orifice du raccord, jusqu'à ce qu'elle soit bien serrée.



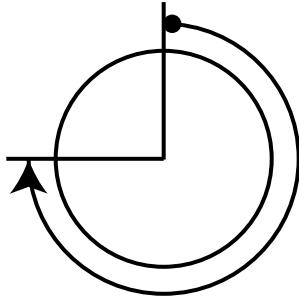
Note : Vérifiez que la tubulure est enfoncée jusqu'au fond de l'orifice du raccord avant de serrer les vis de compression.

5. Avec un marqueur permanent, tracez un repère sur la vis de compression à 12 heures.
6. Avec un marqueur permanent, tracez un repère sur l'orifice de raccord à 9 heures.

7. Vérifiez que la tubulure touche le fond de l'orifice du raccord. Puis, avec la clé plate de 1/4 de pouce, tournez la vis de compression de 3/4 de tour dans le sens des aiguilles d'une montre jusqu'à l'alignement des deux repères.

! **Note :** Vérifiez que la tubulure est enfoncée jusqu'au fond de l'orifice du raccord avant de serrer les vis de compression.

Figure 7–11 : Raccord neuf, serrage à la première utilisation



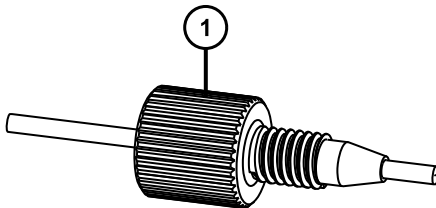
7.2.1.4 Raccord en PEEK monobloc

Serrez le raccord manuellement.

Précision : La rallonge pour écrou sans bride en aluminium (incluse dans le kit de démarrage du système) permet d'obtenir le serrage adéquat de ce raccord.

! **Note :** Vérifiez que la tubulure est enfoncée jusqu'au fond de l'orifice du raccord avant de serrer les vis de compression.

Figure 7–12 : Raccord en PEEK monobloc, première utilisation ou réinstallation



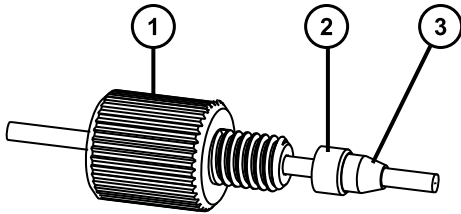
① Vis de compression

7.2.1.5 Raccord en PEEK avec virole en PEEK et bague de verrouillage en acier inoxydable

Serrez le raccord manuellement.

! **Note :** Vérifiez que la tubulure est enfoncée jusqu'au fond de l'orifice du raccord avant de serrer les vis de compression.

Figure 7-13 : Raccord en PEEK avec virole en PEEK et bague de verrouillage en acier inoxydable, première utilisation ou réinstallation

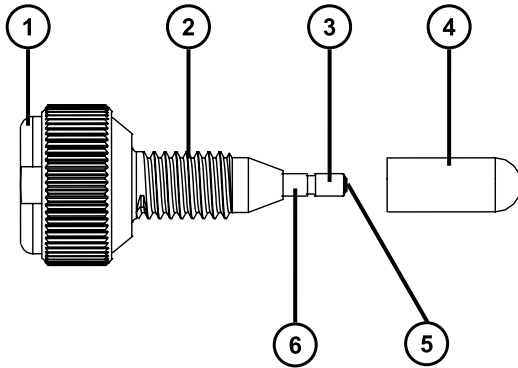


- ① Vis de compression
- ② Bague de verrouillage
- ③ Virole

7.2.1.6 Raccord sans outil

Serrez le raccord manuellement.

Figure 7-14 : Raccord sans outil, première utilisation ou réinstallation



- ① Bouchon de retenue
- ② Vis de compression
- ③ Bague du raccord
- ④ Capuchon de protection
- ⑤ Joint de face
- ⑥ Bloc de tubulure soudé

7.3 Configuration d'une méthode

Vous créez une nouvelle méthode en utilisant le logiciel Empower du système.

Consultez la section [Gestion des méthodes \(Page 84\)](#) pour plus d'informations sur la mesure du volume de retard et le transfert de méthodes.

Dans la fenêtre de démarrage d'Empower :

1. Cliquez sur **Browse Projects** (Parcourir les projets).
2. Dans le menu principal, cliquez sur **File > New Method** (Fichier > Nouvelle méthode), puis cliquez sur **Instrument Method**, **Processing Method** ou **Method Set** (Méthode d'instrument > Méthode de traitement ou Jeu de méthodes).
3. Spécifiez les paramètres de la méthode.

7.4 Remarques sur le compartiment des échantillons

Il existe un risque de blessure lorsque la porte du module d'injection est ouverte. Soyez prudent.



Avertissement : Pour éviter les blessures par piqûre, tenez les mains et les vêtements amples à l'écart du mécanisme en fonctionnement du dispositif porteur de l'aiguille. Notez qu'une lumière clignote à l'intérieur du module d'injection à chaque fois que la porte du compartiment des échantillons est ouverte et que le dispositif porteur de l'aiguille est sur le point de bouger.

7.5 Respect des recommandations concernant les flacons et les plaques

L'utilisation de flacons et de plaques d'échantillon inadaptés peut entraîner des problèmes de fonctionnement et de performance du système.

Les consignes d'utilisation suivantes doivent être respectées pour les flacons et les plaques d'échantillons du module d'injection :

- Flacons
 - Utilisez uniquement des flacons homologués par Waters.
 - Vérifiez que les porte-flacons sont conformes aux normes ANSI/SBS.
- Plaques
 - Utilisez uniquement des plaques et des tapis de bouchons homologués par Waters.
 - Lors du choix d'un nouveau fournisseur de plaques, en particulier pour les plaques 384 puits, vérifiez toujours la compatibilité des plaques avec les spécifications de Waters pour le module d'injection.

- Pour éviter de déformer les plaques, ne les centrifugez pas.
- Les plaques contenant des échantillons à concentration élevée en solvant organique peuvent fournir des résultats incohérents à température ambiante, ou à une température supérieure, en raison de l'évaporation du solvant.
- Bouchons et films
 - Dans la mesure du possible, placez des tapis de bouchons sur les plaques d'échantillons.
 - Utilisez des tapis de bouchons, scellements et bouchons de flacon pré-fendus. L'utilisation de tapis de bouchons et de bouchons de flacon non pré-fendus peut entraîner l'obstruction des lignes d'évacuation du circuit de lavage.
 - Pour éviter tout déversement des échantillons et dégât à l'aiguille, bouchez uniquement les flacons d'échantillon avec des couvercles homologués par Waters.

Voir également : *Brochure Waters Sample Vials and Accessories (Flacons pour échantillons et accessoires Waters)*, référence 720001818FR ou rendez-vous sur la page https://www.waters.com/nextgen/fr/fr/products/vials--plates--and-certified-containers.html?icid=hm-fea_00512, pour obtenir des informations sur les plaques et flacons.

7.6 Temps de cycle entre injections

La vitesse de prélèvement de l'échantillon affecte la durée du cycle.

Vous pouvez réduire la durée du cycle en configurant une vitesse de prélèvement d'échantillon permettant une vitesse d'analyse et des performances optimales.

7.7 Optimisation de la durée de vie des colonnes LC

Pour une durée de vie maximale de la colonne, suivez systématiquement les recommandations du fabricant.

Important : Pour améliorer considérablement la durée de vie et les performances des colonnes, Waters recommande de se procurer et de suivre les recommandations et plages préconisées par le fabricant pour la température de la colonne, le pH de la phase mobile et les additifs tampons.

! **Attention :** Lorsque vous utilisez le Système Alliance iS Bio HPLC à un pH supérieur à 10, veillez à utiliser le kit pour pH basique en option. Pour obtenir de l'aide, contactez Waters.

8 Maintenance

Le présent chapitre décrit les procédures de maintenance du Système Alliance iS HPLC pouvant être effectuées par les utilisateurs ou les ingénieurs Service Client de Waters.

8.1 Affichage des informations relatives au Système Alliance iS HPLC

Sur l'écran tactile, appuyez sur **System** > **About** (Système > À propos de). Sur l'écran About (À propos), vous pouvez sélectionner les informations **HARDWARE** (MATÉRIEL) ou **SOFTWARE** (LOGICIEL).

8.2 Mesures de sécurité et conseils de manipulation



Avertissement : Respectez systématiquement les Bonnes Pratiques de Laboratoire, ou BPL, en particulier lors de la manipulation de substances dangereuses. Consultez les Fiches de Données de Sécurité des solvants utilisés. Obtenez en outre du responsable sécurité de votre entreprise les consignes relatives à l'utilisation et à la manipulation de telles substances.



Avertissement : Pour éviter les électrocutions, ne retirez pas les panneaux de protection de l'appareil. Les composants protégés par ces panneaux ne sont pas réparables par l'utilisateur ;



Note : Pour éviter d'endommager les composants et les circuits électriques, veillez à ne pas débrancher un dispositif électrique lorsqu'un module est sous tension. Pour couper complètement le courant, placez l'interrupteur Marche/Arrêt sur Arrêt, puis débranchez le cordon d'alimentation de la prise de courant alternatif. Attendez ensuite 10 secondes avant de déconnecter un élément.

8.3 Configuration des alertes de maintenance

Les messages d'avertissement relatifs aux dates de maintenance préventive et de qualification du système sont configurables.

Le Système Alliance iS HPLC peut être configuré pour avertir les utilisateurs qu'une date d'échéance de maintenance préventive ou de qualification du système approche.

Le responsable de laboratoire peut configurer l'échéance et un rappel pour la maintenance préventive via l'interface utilisateur de l'écran tactile. Appuyez sur **System > Administration > Preventive Maintenance > Set Preventive Maintenance** (Système > Administration > Maintenance préventive > Configurer la maintenance préventive).

De même, le responsable de laboratoire peut définir une échéance annuelle et un rappel pour la qualification du système. Appuyez sur **System > Administration > System Qualifications > Set the System Qualification** (Système > Administration > Qualifications du système > Définir la qualification du système).

8.4 Commande de pièces détachées

Pour garantir le bon fonctionnement de votre système, utilisez uniquement des pièces détachées certifiées Waters (Waters Quality Parts). Rendez-vous sur <https://www.waters.com/nextgen/nl/en/c/promo/spare-parts.html> pour plus d'informations sur les pièces détachées certifiées Waters (Waters Quality Parts), ou pour les commander.

8.5 Nettoyage de l'extérieur de l'équipement



Avertissement : Pour éviter les électrisations,

- Vérifiez que l'alimentation électrique de l'équipement est coupée.
- Pour nettoyer la surface d'un dispositif ou d'un instrument, appliquez de l'eau sur un chiffon, puis essuyez la surface. Ne vaporisez pas d'eau et n'en appliquez pas directement sur la surface des équipements.



Avertissement : Pour éviter toute blessure physique, portez des lunettes de protection et des gants pendant les opérations de nettoyage.

Outils et matériel nécessaires

- Gants non poudrés résistants aux produits chimiques
- Lunettes de sécurité

Pour nettoyer l'extérieur de l'équipement :

- Nettoyez les surfaces de l'équipement uniquement avec une serviette propre en papier doux et non pelucheux ou un chiffon propre imbibé d'eau.

8.6 Remplacement des filtres des flacons de solvant

Remplacez les filtres des flacons de solvant en cas de résultats inattendus dus à une contamination.

Les filtres à solvant sont des pièces de propreté maximale qui protègent votre système contre la contamination. Un filtre de flacon de solvant obstrué risque d'entraîner une perte d'amorçage faible ou intermittente, un mauvais profil de gradient, des décalages des temps de rétention et des pics larges. Un filtre de flacon de solvant contaminé risque d'entraîner un pic de contamination.

Outils et matériel nécessaires

- Gants non poudrés résistants aux produits chimiques
- Lunettes de sécurité
- Filtres pour flacons de solvant, lot de 6, référence 700013884

Pour remplacer les filtres des flacons de solvant :

1. Retirez l'extrémité munie du filtre de la tubulure de solvant du flacon réservoir de solvant.
2. Retirez le filtre usagé de la courte portion de tubulure en fluoropolymère.

Remarque : Ne retirez pas la tubulure de solvant du bouchon du flacon réservoir de solvant.

3. Insérez le nouveau filtre dans la tubulure en fluoropolymère, en le poussant jusqu'à ce qu'il touche la tubulure de solvant.

Remarques :

- Les filtres à solvant en titane sont marqués « Ti » sur la surface supérieure du filtre.
 - Le titane se corrode dans le méthanol anhydre. Vous pouvez éviter ce problème en ajoutant une petite quantité d'eau (environ 3 %). Une légère corrosion est possible avec de l'ammoniaque > 10 %. Si vous utilisez un Système Alliance iS Bio HPLC, vous pouvez retirer les plongeurs de filtre en titane (le système perd sa protection de première ligne contre les particules) ou les remplacer par des plongeurs en acier inoxydable si les facteurs de biocompatibilité n'affectent pas votre analyse.
4. Glissez l'extrémité munie du filtre de la tubulure de solvant dans le flacon réservoir de solvant.
 5. Secouez la tubulure de solvant pour retirer l'air éventuellement présent dans le filtre.
 6. Plongez la totalité du filtre dans le solvant.

7. Amorcez la pompe. Consultez la section [Amorçage de la pompe \(Page 70\)](#).

8.7 Procédures de maintenance de la pompe

La présente section décrit les procédures de maintenance de la pompe du Système Alliance iS HPLC pouvant être effectuées par les utilisateurs ou les ingénieurs Service Client de Waters. Ces procédures incluent :

- Entretien du filtre à air du compartiment de la pompe
- Remplacement du capteur de fuite de la pompe
- Remplacement du mélangeur de la pompe
- Remplacement de la cartouche du filtre intégré sur le clapet antiretour primaire
- Remplacement du clapet antiretour de l'accumulateur

8.7.1 Calendrier de maintenance de la pompe

La pompe fait l'objet d'un calendrier de maintenance recommandé.

Les utilisateurs peuvent exécuter les procédures de maintenance de routine suivantes pour la pompe.

| Procédure de maintenance | Fréquence |
|--|---|
| Remplacement des filtres des flacons de solvant (Page 112) | Selon les besoins ; pendant les opérations de maintenance de routine planifiées |
| Entretien du filtre à air du compartiment de la pompe (Page 114) | Selon les besoins ; pendant les opérations de maintenance de routine planifiées |
| Remplacement du capteur de fuite de la pompe (Page 115) | Selon les besoins |
| Remplacement du mélangeur de la pompe (Page 117) | Selon les besoins ; pendant les opérations de maintenance de routine planifiées |
| Remplacement de la cartouche du filtre intégré sur le clapet anti-retour primaire (Page 119) | Selon les besoins ; pendant les opérations de maintenance de routine planifiées |
| Remplacement du clapet anti-retour de l'accumulateur (Page 125) | Selon les besoins ; pendant les opérations de maintenance de routine planifiées |

8.7.2 Entretien du filtre à air du compartiment de la pompe

Vous pouvez nettoyer ou remplacer le filtre à air du compartiment de la pompe.

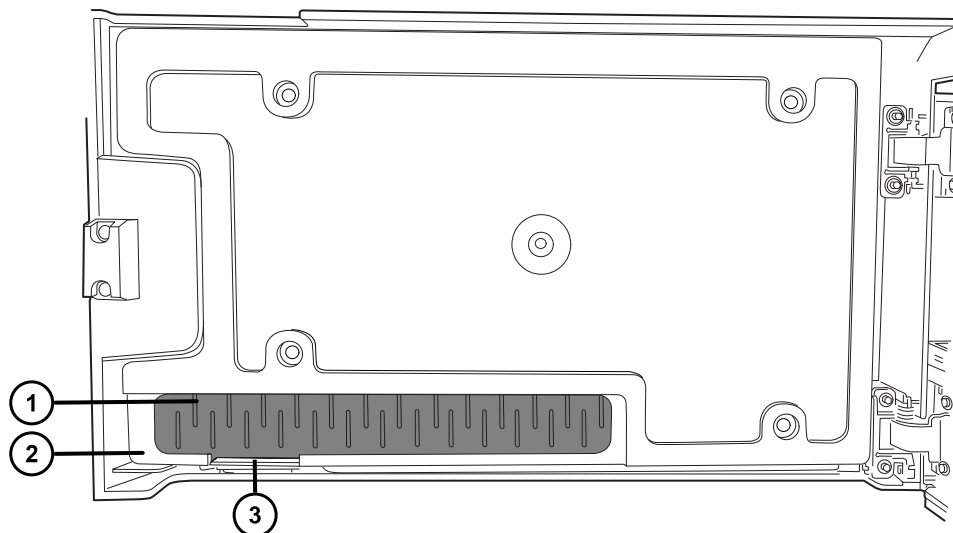
Outils et matériel nécessaires

- Eau et détergent doux
- Filtre à air (en cas de remplacement)

Pour effectuer l'entretien du filtre à air :

1. Ouvrez la porte du compartiment de la pompe.
2. Comprimez le filtre à air vers le haut, au-dessus de la zone de dégagement du cadre. Pincez ensuite le filtre et faites levier pour le sortir du cadre.

Figure 8-1 : Filtre à air du compartiment de la pompe



- ① Filtre à air
- ② Cadre du filtre à air
- ③ Zone de dégagement du cadre

3. Effectuez l'une des actions suivantes :
 - Nettoyez le filtre à air avec un détergent doux et de l'eau, puis séchez-le.
 - Jetez le filtre à air usagé.
4. Comprimez légèrement le filtre à air et fixez-le à nouveau à l'intérieur du cadre.
5. Fermez la porte du compartiment de la pompe.

8.7.3 Remplacement du capteur de fuite de la pompe

Les utilisateurs ou le personnel du Service Clients de Waters peuvent remplacer le capteur de fuite de la pompe.



Avertissement : Respectez systématiquement les Bonnes Pratiques de Laboratoire, ou BPL, en particulier lors de la manipulation de substances dangereuses. Consultez les Fiches de Données de Sécurité des solvants utilisés. Obtenez en outre du responsable sécurité de votre entreprise les consignes relatives à l'utilisation et à la manipulation de telles substances.



Avertissement : Pour éviter toute contamination personnelle avec des composés toxiques ou présentant un risque biologique, portez des gants propres non poudrés résistants aux produits chimiques pendant l'exécution de cette procédure.



Avertissement : Pour éviter les blessures aux yeux, portez des lunettes de protection lorsque vous effectuez la procédure suivante.



Condition requise : Portez des gants propres, non poudrés et résistants aux produits chimiques lorsque vous effectuez la procédure suivante.

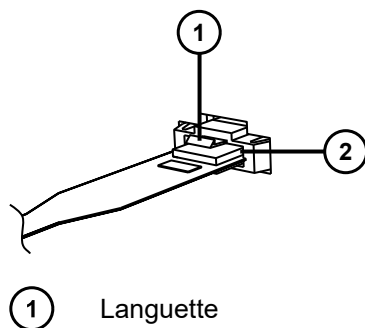
Outils et matériel nécessaires

- Gants non poudrés résistants aux produits chimiques
- Lunettes de sécurité
- Capteur de fuite de rechange

Pour remplacer le capteur de fuite :

1. Ouvrez la porte du compartiment de la pompe.
2. Appuyez sur la languette du connecteur du capteur de fuite et sortez le connecteur de son réceptacle.

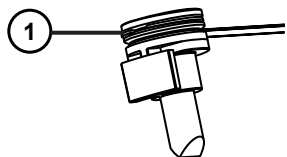
Figure 8–2 : Connecteur du capteur de fuites



② Connecteur du capteur de fuites

3. Retirez le capteur de fuite de son réservoir en le saisissant au niveau des dentelures et en le tirant vers le haut.

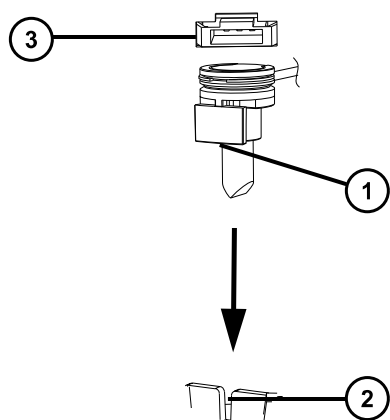
Figure 8-3 : Dentelures du capteur de fuites



① Dentelures

4. Déballez le nouveau capteur de fuites.
5. Faites coïncider la barre en T du capteur de fuite avec l'encoche située sur l'avant du plateau de la pompe. Insérez ensuite le capteur dans son logement.

Figure 8-4 : Alignement de la barre en T avec l'encoche



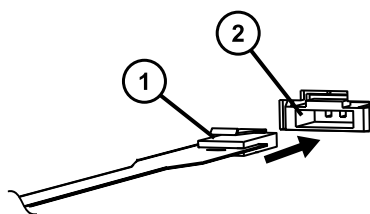
① Barre en T

② Encoche dans le réservoir du capteur de fuite

③ Port du capteur de fuite sur son réceptacle

6. Rebranchez le connecteur du capteur de fuite sur l'avant du dispositif.

Figure 8–5 : Fixation du connecteur du capteur de fuites



- ① Connecteur du capteur de fuites
- ② Port du capteur de fuite à l'avant du plateau de la pompe

7. Fermez la porte du compartiment de la pompe.
8. Sur l'écran tactile, dans la vue [Commands \(Page 58\)](#) (Commandes), appuyez sur **Reset** (Réinitialiser).
9. Sur l'écran tactile, dans la vue [System \(Page 59\)](#) (Système), appuyez sur **Leak Sensors** (Capteurs de fuite), puis activez l'option **QSM Leak Sensor** (Capteur de fuite du module QSM).

8.7.4 Remplacement du mélangeur de la pompe

Les utilisateurs ou le personnel du Service Clients de Waters peuvent remplacer le mélangeur de la pompe.



Avertissement : Respectez systématiquement les Bonnes Pratiques de Laboratoire, ou BPL, en particulier lors de la manipulation de substances dangereuses. Consultez les Fiches de Données de Sécurité des solvants utilisés. Obtenez en outre du responsable sécurité de votre entreprise les consignes relatives à l'utilisation et à la manipulation de telles substances.



Note : Pour éviter toute contamination des éléments du système, portez des gants propres, non poudrés et résistants aux produits chimiques lors de l'exécution de cette procédure.

Outils et matériel nécessaires

- Gants non poudrés résistants aux produits chimiques
- Clé plate de 1/4 pouce
- Clé plate de 3/8 de pouce
- Mélangeur de remplacement

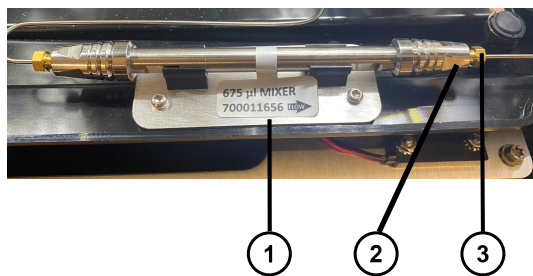
Remarque : Nous proposons en option un kit de mélangeur à liaison par diffusion de 690 μL qui offre de bien meilleures performances que les mélangeurs classiques de 675 ou 680 μL , ce qui réduit les effets de la variation de composition et le bruit de la ligne de base dans certaines applications. Pour plus d'informations sur l'installation du mélangeur à liaison par diffusion de

690 μ L, consultez le document *Ti Diffusion Bonded Mixer - 690 μ L Kit Installation Guide* (Manuel d'installation du mélangeur à liaison par diffusion de titane - Kit 690 μ L), référence 715009251FR.

Pour remplacer le mélangeur :

1. Rincez la pompe à l'aide d'un solvant non dangereux.
2. Arrêtez le débit de solvant.
3. Ouvrez la porte du compartiment de la pompe.
4. Retirez le mélangeur de l'attache du mélangeur.
5. Avec la clé plate de 3/8 de pouce, maintenez le mélangeur. Déconnectez le raccord de compression de sortie avec la clé plate de 1/4 de pouce.

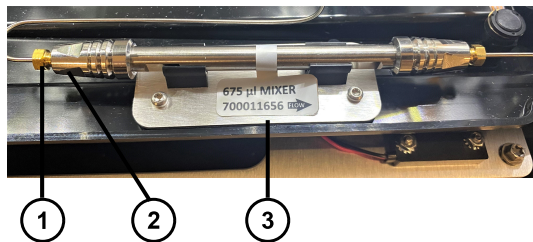
Figure 8-6 : Emplacement du raccord de compression de sortie du mélangeur



- ① Mélangeur
- ② Partie saisie par la clé
- ③ Raccord de compression de sortie

6. Maintenez le mélangeur avec la clé plate de 3/8 de pouce. Déconnectez le raccord de compression d'entrée avec la clé plate de 1/4 de pouce.

Figure 8-7 : Emplacement du raccord de compression d'entrée du mélangeur



- ① Raccord de compression d'entrée
- ② Partie saisie par la clé
- ③ Mélangeur

7. Déballez la cartouche de recharge.

Remarque : Vérifiez que la flèche du mélangeur pointe de gauche à droite.

8. Remontez les raccords de compression sur le mélangeur. Serrez-les manuellement et ajoutez au maximum 1/6 de tour pour les anciens raccords ou 1/2 de tour pour les raccords neufs.
9. Insérez le corps du mélangeur dans les attaches.
10. Fermez la porte du compartiment de la pompe.
11. Sur l'écran tactile, dans la vue [Commands \(Page 58\)](#) (Commandes), appuyez sur **Reset** (Réinitialiser).

8.7.5 Remplacement de la cartouche du filtre intégré sur le clapet anti-retour primaire

Les utilisateurs ou le personnel du Service Clients de Waters peuvent remplacer la cartouche du filtre intégré sur le clapet anti-retour primaire de la pompe.



Avertissement : Respectez systématiquement les Bonnes Pratiques de Laboratoire, ou BPL, en particulier lors de la manipulation de substances dangereuses. Consultez les Fiches de Données de Sécurité des solvants utilisés. Obtenez en outre du responsable sécurité de votre entreprise les consignes relatives à l'utilisation et à la manipulation de telles substances.



Note : Pour éviter toute contamination des éléments du système, portez des gants propres, non poudrés et résistants aux produits chimiques lors de l'exécution de cette procédure.

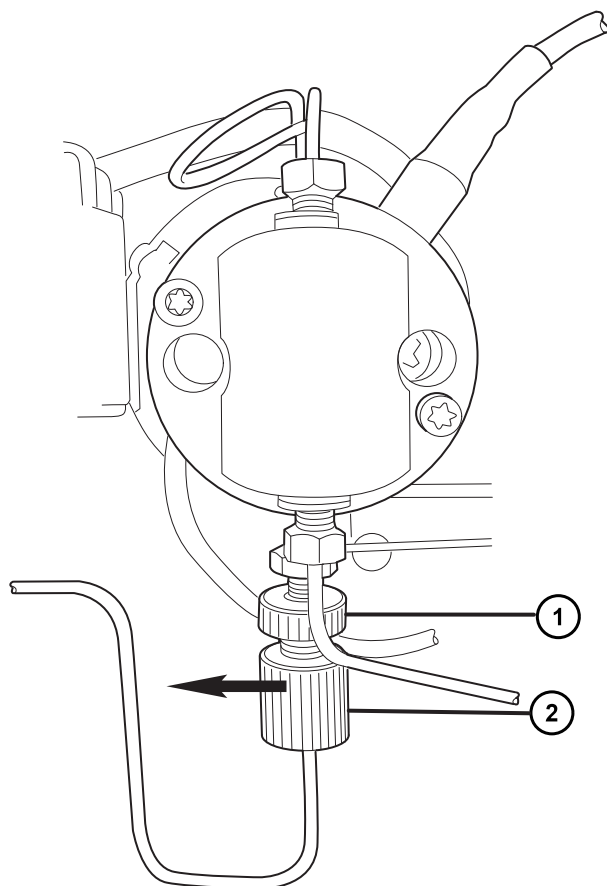
Outils et matériel nécessaires

- Gants non poudrés résistants aux produits chimiques
- Remplacement de la cartouche du filtre intégré

Pour remplacer la cartouche du filtre intégré sur le clapet anti-retour primaire :

1. Rincez la pompe à l'aide d'un solvant non dangereux.
2. [Mettez le système hors tension \(Page 63\)](#).
3. Ouvrez la porte du compartiment de la pompe.
4. Maintenez le raccord de support de virole pendant le dévissage et retirez l'écrou d'obturation du raccord.

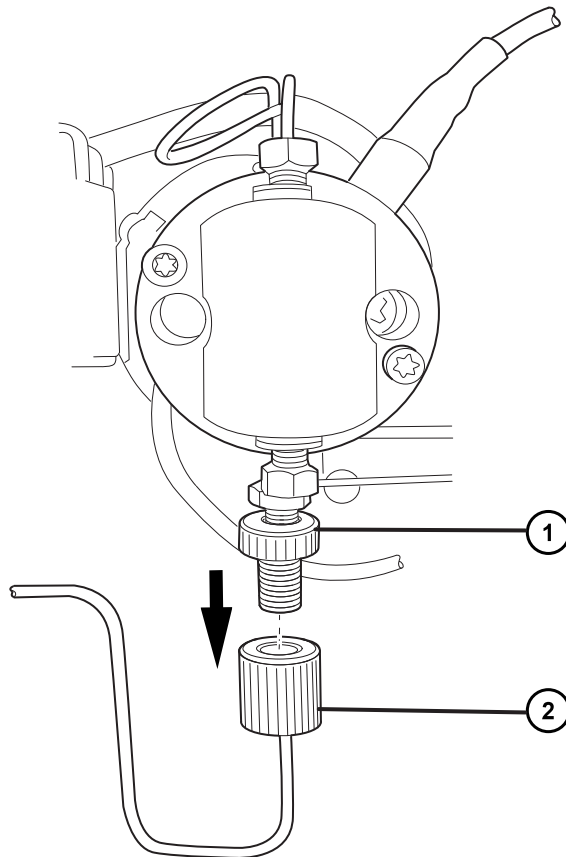
Figure 8-8 : Dévissage de l'écrou d'obturation et du support de virole



① Raccord de support de virole

② Écrou d'obturation

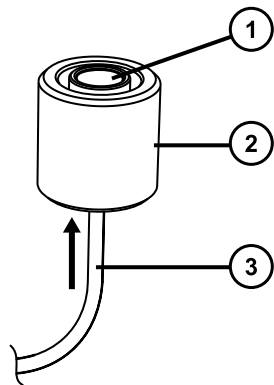
Figure 8–9 : Démontage de l'écrou d'obturation du raccord du support de virole



- ① Raccord de support de virole
- ② Écrou d'obturation

5. Glissez l'écrou d'obturation le long du tuyau et dégagez le filtre du raccord de support de virole.

Figure 8–10 : Séparation de l'écrou d'obturation du tuyau

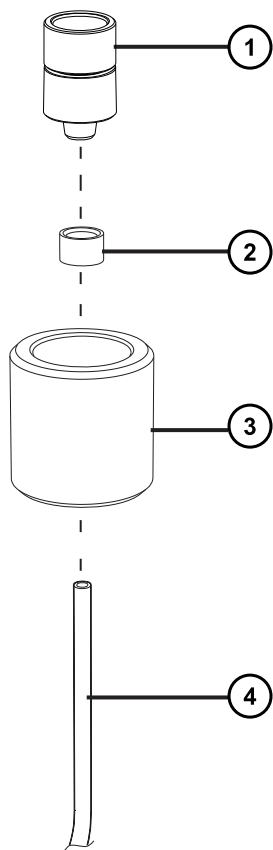


- ① Cartouche du filtre intégré

② Écrou d'obturation

③ Tuyau

Figure 8–11 : Cartouche du filtre intégré, bague de verrouillage et écrou d'obturation



① Cartouche du filtre intégré

② Bague de verrouillage en métal

③ Écrou d'obturation

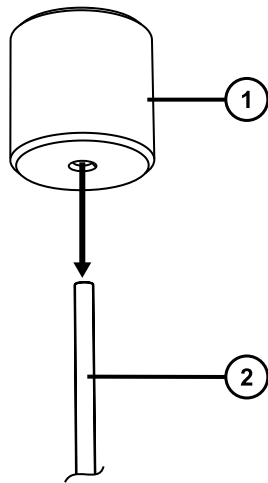
④ Tuyau

6. Glissez la bague de verrouillage en métal vers le bas, hors de la cartouche du filtre intégré. Faites glisser la cartouche hors du tuyau.

7. Vérifiez la cartouche du filtre pour déterminer si elle est fabriquée en acier inoxydable ou en titane et vous assurer (Ti) d'avoir la bonne cartouche de remplacement. L'absence de marquage indique que la cartouche du filtre est fabriquée en acier inoxydable, et la marque « Ti » indique qu'elle est fabriquée en titane.

8. Enfoncez l'écrou d'obturation sur l'extrémité du tuyau.

Figure 8–12 : Installation de l'écrou d'obturation sur le tuyau

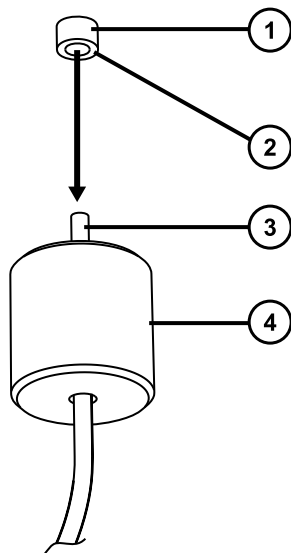


① Écrou d'obturation

② Tuyau

9. Glissez la bague de verrouillage en métal sur le tuyau. L'extrémité la plus épaisse de la bague doit être placée du côté de l'écrou d'obturation.

Figure 8–13 : Coulissement de la bague de verrouillage en métal sur le tuyau



① Bague de verrouillage en métal

② Extrémité épaisse de la bague de verrouillage en métal orientée face à l'écrou d'obturation

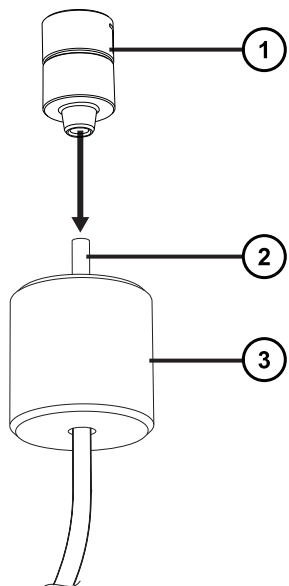
③ Tuyau

④ Écrou d'obturation

10. Déballez la nouvelle cartouche du filtre intégré.

11. Glissez la nouvelle cartouche du filtre intégré sur l'extrémité du tuyau.

Figure 8–14 : Positionnement de la cartouche du filtre intégré sur l'extrémité du tuyau



① Cartouche du filtre intégré

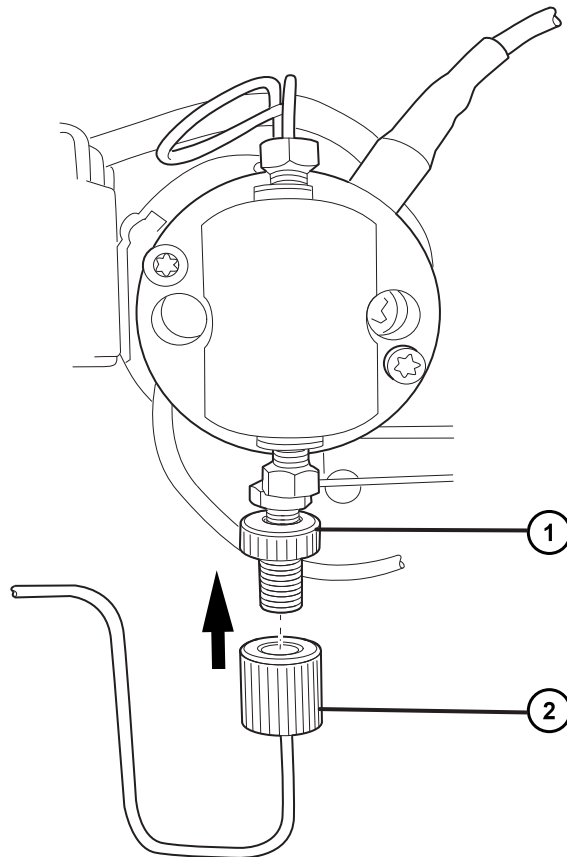
② Tuyau

③ Écrou d'obturation

12. Vérifiez que la cartouche est bien enfoncée dans le tuyau, puis glissez la bague de verrouillage en métal sur le bossage situé au fond de la cartouche du filtre intégré. Vérifiez que le tuyau reste bien enfoncé.

13. Insérez la cartouche du filtre intégré en plaçant la tubulure dans le raccord du support de virole. Vissez manuellement l'écrou d'obturation jusqu'à la butée, puis serrez d'un quart de tour.

Figure 8–15 : Installation de l'écrou d'obturation sur le raccord de support de virole



- ① Raccord de support de virole
- ② Écrou d'obturation

14. Fermez la porte du compartiment de la pompe.
15. [Mettez le système sous tension \(Page 62\)](#).
16. [Amorcez la pompe \(Page 70\)](#).

8.7.6 Remplacement du clapet anti-retour de l'accumulateur

Les utilisateurs ou le personnel du Service Clients de Waters peuvent remplacer le clapet anti-retour de l'accumulateur de la pompe.



Avertissement : Respectez systématiquement les Bonnes Pratiques de Laboratoire, ou BPL, en particulier lors de la manipulation de substances dangereuses. Consultez les Fiches de Données de Sécurité des solvants utilisés. Obtenez en outre du responsable sécurité de votre entreprise les consignes relatives à l'utilisation et à la manipulation de telles substances.



Avertissement : Pour éviter les blessures aux yeux, portez des lunettes de protection lorsque vous effectuez la procédure suivante.



Note : Pour éviter toute contamination des éléments du système, portez des gants propres, non poudrés et résistants aux produits chimiques lors de l'exécution de cette procédure.

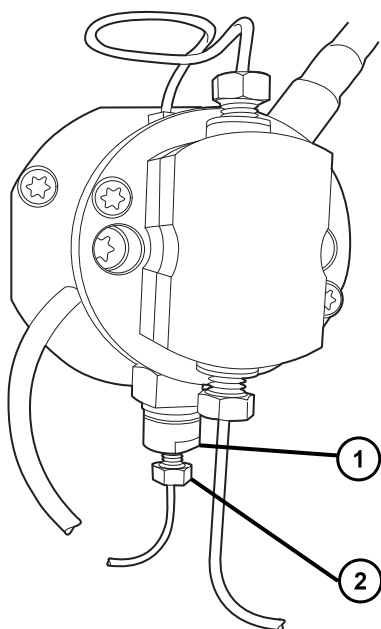
Outils et matériel nécessaires

- Gants non poudrés résistants aux produits chimiques
- Lunettes de sécurité
- Clé plate de 1/4 pouce
- Clé plate de 5/16 de pouce
- Clé plate de 1/2 pouce
- Remplacement du bloc du clapet anti-retour de l'accumulateur

Pour remplacer le clapet anti-retour de l'accumulateur :

1. Rincez la pompe à l'aide d'un solvant non dangereux.
2. Éteignez le module de pompe.
3. Ouvrez la porte du compartiment de la pompe.
4. Avec la clé plate de 5/16 de pouce, maintenez le clapet anti-retour. Déconnectez le raccord de compression avec la clé plate de ¼ de pouce.

Figure 8-16 : Raccord de compression sur le clapet anti-retour



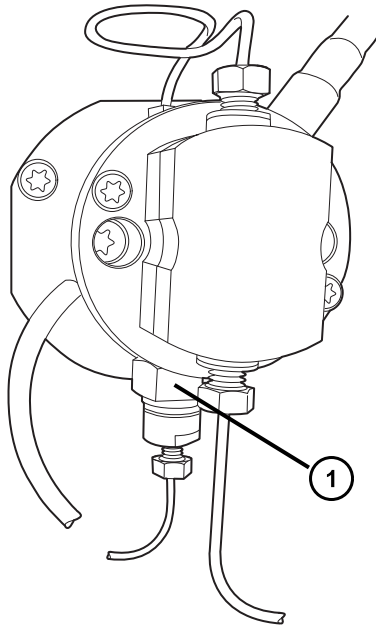
- ① Placez ici la clé plate de 5/16 de pouce

② Raccord de compression

5. Avec la clé plate de 1/2 pouce, desserrez le clapet anti-retour et retirez le bloc du clapet anti-retour de la tête de pompe.

! **Note** : Lorsque vous démontez le bloc de la vanne, vérifiez que la rondelle en PEEK, qui se trouve normalement sur la face supérieure du clapet anti-retour, ne demeure pas dans la tête de pompe.

Figure 8–17 : Bloc du clapet anti-retour sur la tête de pompe de l'accumulateur

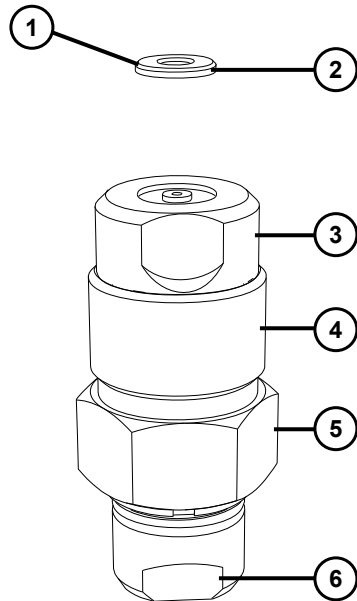


① Placez ici la clé plate de 1/2 pouce

6. Déballez le nouveau clapet anti-retour.

7. Vérifiez que la nouvelle rondelle en PEEK est insérée dans le nouveau clapet anti-retour avec le bord biseauté côté externe par rapport au clapet.

Figure 8–18 : Clapet anti-retour de l'accumulateur



- ① Bord biseauté
- ② Rondelle en PEEK
- ③ Clapet anti-retour
- ④ Boîtier du clapet anti-retour
- ⑤ Écrou hexagonal de 1/2 pouce
- ⑥ Clé plate de 5/16 de pouce

8. Insérez le bloc du clapet anti-retour dans la tête. Serrez manuellement l'écrou du clapet anti-retour jusqu'au niveau de serrage maximal, puis serrez l'écrou de 1/8 de tour supplémentaire avec la clé de 1/2 pouce.
9. Fixez le raccord de compression sur le clapet anti-retour, en maintenant ce dernier avec la clé de 5/16 de pouce.
10. Serrez manuellement le raccord de compression jusqu'au niveau de serrage maximal puis, avec la clé de 1/4 de pouce, serrez de 1/6 tour supplémentaire dans le cas d'un raccord existant, ou 1/2 tour pour un raccord neuf.
11. Fermez la porte du compartiment de la pompe.
12. Allumez le module de pompe.
13. Amorçez le module de pompe. Voir la section [Amorçage de la pompe \(Page 70\)](#).

8.8 Procédures de maintenance du module d'injection

La présente section décrit les procédures de maintenance du module d'injection du Système Alliance iS HPLC pouvant être effectuées par les utilisateurs ou les ingénieurs Service Clients de Waters.

Les procédures sont les suivantes :

- Remplacement du capteur de fuite
- Étalonnage de l'axe z de l'aiguille
- Remplacement du joint de l'aiguille et de la tubulure du bloc d'étanchéité
- Remplacement de l'aiguille

8.8.1 Calendrier de maintenance du module d'injection

Le module d'injection fait l'objet d'un calendrier de maintenance recommandé.

Les utilisateurs peuvent exécuter les procédures de maintenance de routine suivantes pour le module d'injection.

| Procédure de maintenance | Fréquence |
|---|--|
| Remplacement du capteur de fuite du module d'injection (Page 129) | Selon les besoins |
| Étalonnage de l'axe z de l'aiguille (Page 132) | Après un changement d'aiguille ou selon les besoins |
| Remplacement du joint de l'aiguille et de la tubulure du bloc d'étanchéité (Page 132) | Pendant la maintenance de routine planifiée ou selon les besoins |
| Remplacement de l'aiguille (Page 145) | Pendant la maintenance de routine planifiée ou selon les besoins |

8.8.2 Remplacement du capteur de fuite du module d'injection

Les utilisateurs ou le personnel du Service Clients de Waters peuvent remplacer le capteur de fuite du module d'injection.

Le module d'injection est équipé de capteurs de fuite inférieur et supérieur. Ces capteurs servent à détecter toute fuite au niveau du four à colonne et du module d'injection, et coupent le débit du système lorsqu'ils décèlent environ 1,5 ml de fluide accumulé. En cas de capteurs de fuite défectueux, des déversements de liquide peuvent ne pas être détectés.

La procédure de remplacement est identique pour les deux capteurs de fuite.



Avertissement : Respectez systématiquement les Bonnes Pratiques de Laboratoire, ou BPL, en particulier lors de la manipulation de substances dangereuses. Consultez les Fiches de Données de Sécurité des solvants utilisés. Obtenez en outre du responsable sécurité de votre entreprise les consignes relatives à l'utilisation et à la manipulation de telles substances.



Avertissement : Pour éviter toute contamination personnelle avec des substances présentant un risque biologique, portez des gants propres non poudrés résistants aux produits chimiques pendant l'exécution de cette procédure.



Avertissement : Pour éviter les blessures aux yeux, portez des lunettes de protection lorsque vous effectuez la procédure suivante.



Note : Pour éviter d'endommager les composants et les circuits électriques, veillez à ne pas débrancher un dispositif électrique lorsqu'un module est sous tension. Pour couper complètement le courant, placez l'interrupteur Marche/Arrêt sur Arrêt, puis débranchez le cordon d'alimentation de la prise de courant alternatif. Attendez ensuite 10 secondes avant de déconnecter un élément.

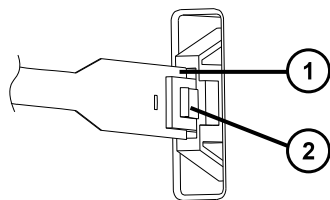
Outils et matériel nécessaires

- Gants non poudrés résistants aux produits chimiques
- Lunettes de sécurité
- Capteur de fuite de rechange

Pour remplacer le capteur de fuite :

1. Mettez le système hors tension (Page 63).
2. Ouvrez la porte du compartiment du module d'injection.
3. Appuyez sur la languette afin de détacher le connecteur du capteur de fuites de l'avant de l'appareil.

Figure 8–19 : Connecteur du capteur de fuites

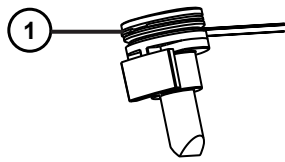


① Connecteur

② Languette

4. Retirez le capteur de fuites de son réservoir en le saisissant au niveau des dentelures et en le tirant vers le haut.

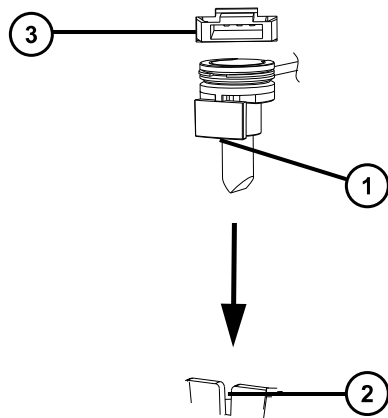
Figure 8–20 : Dentelures du capteur de fuites



① Dentelures

5. Déballez le nouveau capteur de fuites.
6. Faites coïncider la barre en T du capteur de fuites avec l'encoche située sur le côté du réservoir du capteur. Insérez le capteur dans son logement.

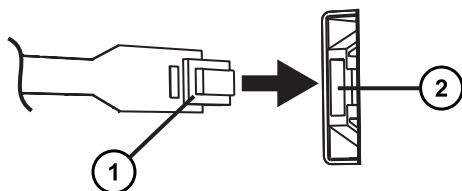
Figure 8–21 : Alignement de la barre en T du capteur de fuite avec l'encoche



- ① Barre en T du capteur de fuites
- ② Encoche dans le réservoir du capteur de fuites
- ③ Port du capteur de fuites à l'avant de l'appareil

7. Rebranchez le connecteur du capteur de fuites sur l'avant du module d'injection.

Figure 8–22 : Fixation du connecteur du capteur de fuites



- ① Connecteur du capteur de fuites
- ② Port du capteur de fuites à l'avant de l'appareil

8. Refermez la porte du compartiment du module d'injection.
9. [Mettez le système sous tension \(Page 62\)](#).
10. Sur l'écran tactile, dans la vue [Commands \(Page 58\)](#) (Commandes), appuyez sur **Reset** (Réinitialiser).
11. Sur l'écran tactile, dans la vue [System \(Page 59\)](#) (Système), appuyez sur **Leak Sensors** (Capteurs de fuite), puis activez l'option **SM Leak Sensor** (Capteur de fuite du module QSM).

8.8.3 Étalonnage de l'axe z de l'aiguille

Les utilisateurs ou le personnel du service Clients Waters peuvent étalonner l'axe z de l'aiguille du module d'injection.

Étalonnez l'aiguille avant d'utiliser le module d'injection pour la première fois, et à chaque fois que vous remplacez l'aiguille de prélèvement de l'échantillon. Si l'aiguille n'est pas étalonnée, vous risquez de l'endommager. La procédure d'étalonnage est identique pour toutes les aiguilles.

Pour étalonner l'axe z de l'aiguille, procédez comme suit :

1. Sur l'écran tactile, appuyez sur **Maintain > Calibrate needle Z axis** (Maintenance > Étalonner l'axe Z de l'aiguille).
2. Suivez les instructions affichées à l'écran.

8.8.4 Remplacement du joint de l'aiguille et de la tubulure du bloc d'étanchéité

Afin d'éviter toute interruption de votre procédure, remplacez le joint de l'aiguille et la tubulure du bloc d'étanchéité une fois par an, conformément au programme de maintenance préventive (PM) prescrit, ou chaque fois que le joint semble encrassé, contaminé ou obstrué. Remplacez également le joint en cas de changement d'aiguille.

Pour remplacer le joint de l'aiguille et la tubulure du bloc d'étanchéité, vous devez démonter les éléments suivants :

- Bloc de la station de lavage
- Écrou de verrouillage contenant joint de l'aiguille
- Joint de l'aiguille existant
- Tubulure du bloc d'étanchéité existante (retient l'écrou de verrouillage) et fixée au bloc de la station de lavage



Avvertissement : Pour éviter toute contamination personnelle avec des composés toxiques ou présentant un risque biologique, portez des gants propres non poudrés résistants aux produits chimiques pendant l'exécution de cette procédure.



Avertissement : Pour éviter les blessures aux yeux, portez des lunettes de protection lorsque vous effectuez la procédure suivante.

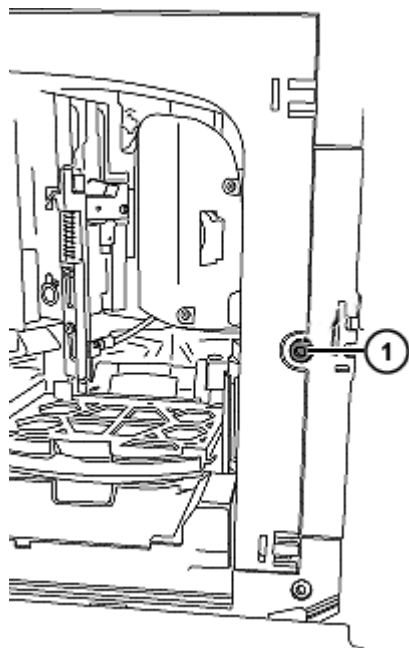
Outils et matériel nécessaires

- Kit du joint d'étanchéité
- Tubulure du bloc d'étanchéité (Nom de la pièce Waters : Assembly, Seat Port, SST, 0.007 ID)
- Gants non poudrés résistants aux produits chimiques
- Lunettes de sécurité
- Clé plate de 7/16 de pouce (la procédure nécessite deux clés)
- Tournevis TORX T10
- Tournevis TORX T20

Pour remplacer le joint de l'aiguille :

1. Vérifiez que le système est allumé.
2. Ouvrez la porte du compartiment des échantillons et la porte du compartiment du système fluïdique.
3. Retirez les plaques d'échantillons du compartiment des échantillons.
4. Placez l'aiguille de prélèvement de l'échantillon en position de maintenance :
 - a. Appuyez sur **MAINTAIN** > **Service** > **Prepare to Replace the Needle**
(MAINTENANCE > Service > Préparation au remplacement de l'aiguille).
5. Avec le tournevis TORX T20, retirez la vis captive de fixation du panneau d'accès, puis enlevez le panneau.

Figure 8–23 : Vis captive sur le panneau d'accès



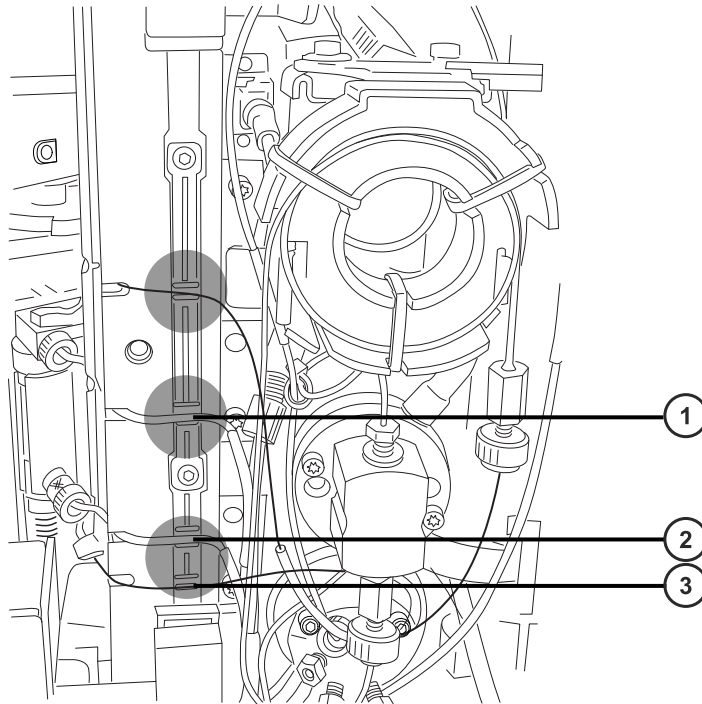
① Vis captive

6. Pour sortir le bloc de la station de lavage hors de son support :

Remarque : Vous ne retirez pas le bloc de la station de lavage, mais vous le détachez temporairement de son support.

- a. Repérez le tuyau de lavage et la tubulure du bloc d'étanchéité maintenus dans les trois attaches inférieures. Dégagez les tuyaux de ces trois attaches.

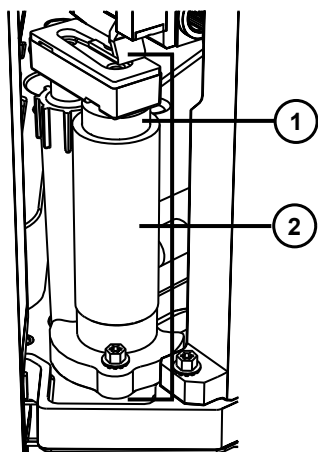
Figure 8–24 : Emplacement du tuyau de lavage et de la tubulure du bloc d'étanchéité dans les attaches



- ① Premier tuyau de lavage dans l'attache
- ② Deuxième tuyau de lavage dans l'attache
- ③ Tubulure du bloc d'étanchéité dans l'attache

b. Poussez vers le bas le bloc de la station de lavage et tournez-le dans le sens des aiguilles d'une montre pour le retirer temporairement de son support.

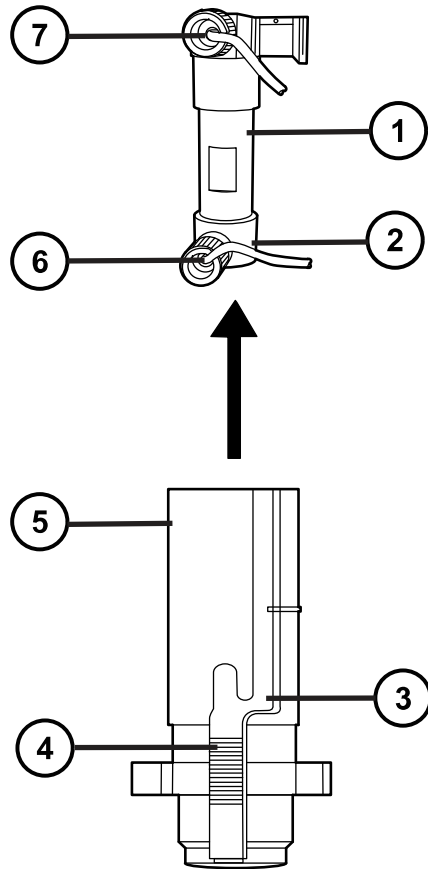
Figure 8–25 : Extraction du bloc de la station de lavage hors de son support



- ① Bloc de station de lavage (dans le support de la station de lavage)
- ② Support de la station de lavage

7. Soulevez le bloc de la station de lavage pour l'extraire de son support.

Figure 8–26 : Extraction du bloc de la station de lavage hors de son support

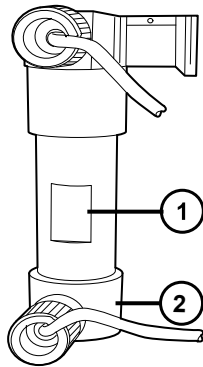


- ① Manchon de soutien
- ② Emplacement de l'écrou de verrouillage (écrou non visible)
- ③ Encoche
- ④ Ressort
- ⑤ Support de la station de lavage
- ⑥ Raccord en PEEK de la tubulure du bloc d'étanchéité (tubulure en réalité plus longue que sur l'image)
- ⑦ Raccord en PEEK de la tubulure du bloc d'étanchéité (tubulure en réalité plus longue que sur l'image)

Condition requise : Vérifiez que l'écrou de verrouillage reste inséré dans le ressort.

8. Repérez l'écrou de verrouillage situé au bas du bloc de la station de lavage et qui abrite le joint de l'aiguille. Pour accéder au joint de l'aiguille, retirez l'écrou de verrouillage à l'aide de deux clés plates de 7/16 de pouce pour vous assurer une bonne prise.

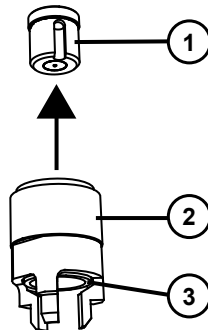
Figure 8–27 : Emplacement de la clé pour retirer l'écrou de verrouillage



- ① Placez une clé plate de 7/16 de pouce ici, sur le manchon de soutien.
- ② Placez l'autre clé plate de 7/16 de pouce à proximité de l'écrou de verrouillage (non visible).

9. Soulevez le bord extérieur de l'écrou de verrouillage. Inclinez l'écrou de verrouillage pour retirer le joint de l'aiguille, puis jetez ce dernier.

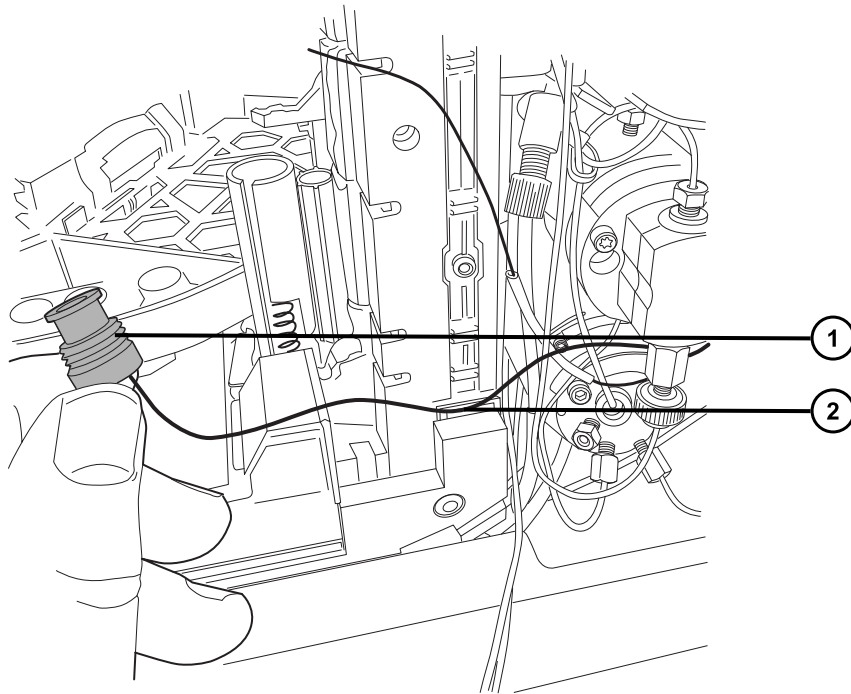
Figure 8–28 : Retrait du joint de l'aiguille de l'écrou de verrouillage



- ① Joint d'étanchéité
- ② Écrou de verrouillage (écrou réel mis à jour, ne montrant aucune broche)
- ③ Bloc d'étanchéité

10. Waters recommande de remplacer la tubulure du bloc d'étanchéité en même temps que le joint de l'aiguille. Pour déposer la tubulure du bloc d'étanchéité :
- a. Dévissez le raccord sans outil fixé à la tubulure du bloc d'étanchéité, puis retirez une extrémité de cette tubulure de l'orifice 1 de la vanne d'injection.
 - b. Faites passer la tubulure du bloc d'étanchéité à travers l'écrou de verrouillage, puis retirez-le.

Figure 8–29 : Retrait de la tubulure du bloc d'étanchéité



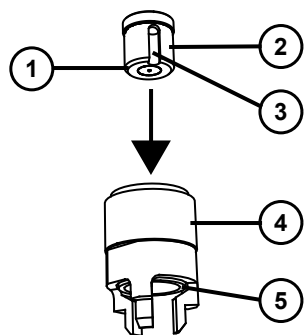
- ① Écrou de verrouillage
- ② Tubulure du bloc d'étanchéité

11. Insérez le joint d'étanchéité de rechange dans l'écrou de verrouillage. Le joint d'étanchéité est claveté de manière à garantir une installation correcte, comme illustré sur les deux figures suivantes.

! **Note :** Pour éviter toute contamination des éléments du système, portez toujours des gants propres, non poudrés et résistants aux produits chimiques et travaillez sur une surface propre lors du remplacement du joint d'étanchéité.

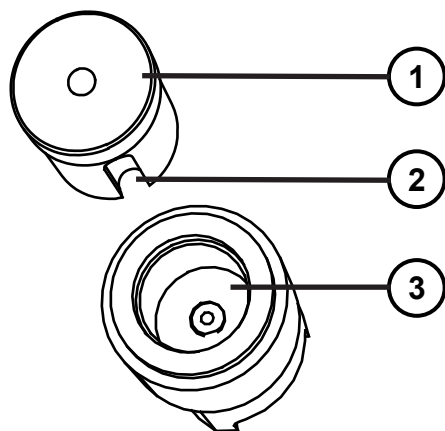
Remarque : L'image suivante montre des broches, mais l'écrou de verrouillage lui-même n'en présente aucune.

Figure 8–30 : Insertion du joint d'étanchéité de rechange dans l'écrou de verrouillage



- ① Extrémité de plus faible diamètre
- ② Joint d'étanchéité
- ③ Encoche
- ④ Écrou de verrouillage
- ⑤ Bloc d'étanchéité

Figure 8–31 : Emplacement de l'encoche du joint



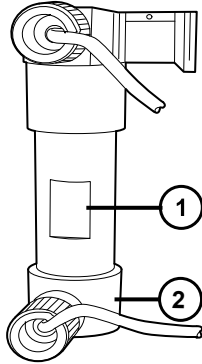
- ① Joint d'étanchéité
- ② Encoche
- ③ Emplacement du joint

12. Serrez manuellement l'écrou de verrouillage sur la partie inférieure du bloc de la station de lavage.

13. Placez les deux clés plates de 7/16 de pouce sur le manchon de soutien de la station de lavage, puis serrez.

! **Note :** Ne tordez pas excessivement le tuyau du bloc d'étanchéité, cela pourrait l'endommager.

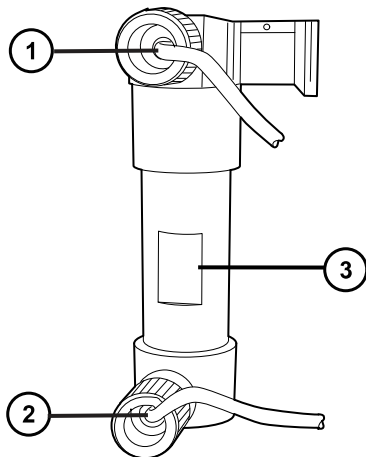
Figure 8–32 : Emplacements des clés



- ① Placez une clé plate de 7/16 de pouce ici, sur le manchon de soutien.
- ② Placez ici l'autre clé plate de 7/16 de pouce.

14. Veillez à ce que la tubulure du bloc d'étanchéité reste alignée avec le raccord en PEEK du manchon de soutien.

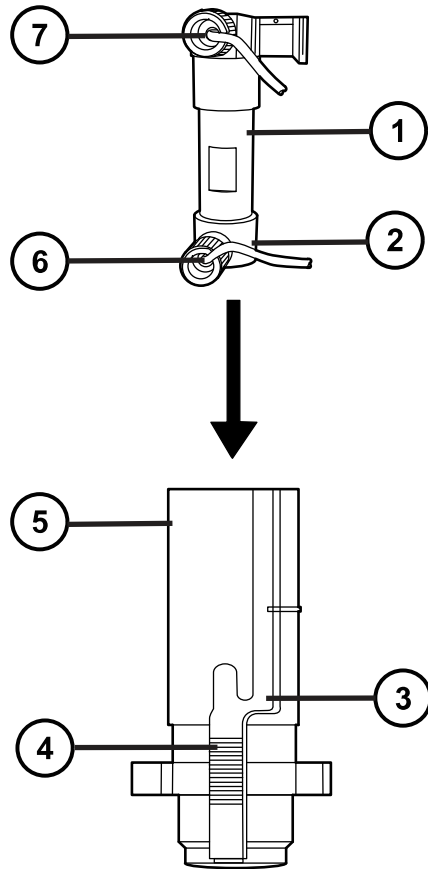
Figure 8–33 : Tubulure du bloc d'étanchéité dans le raccord en PEEK



- ① Tubulure du bloc d'étanchéité dans le raccord en PEEK supérieur
- ② Tubulure du bloc d'étanchéité dans le raccord en PEEK inférieur
- ③ Manchon de soutien

15. Glissez la tubulure du bloc d'étanchéité dans l'encoche sur le côté du boîtier.

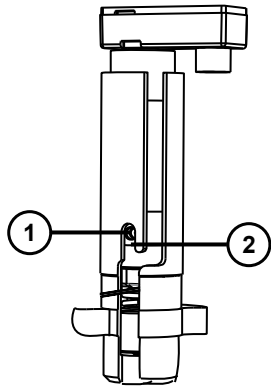
Figure 8–34 : Insertion de la tubulure du bloc d'étanchéité dans l'encoche



- ① Manchon de soutien
- ② Emplacement de l'écrou de verrouillage (écrou non visible)
- ③ Encoche
- ④ Ressort
- ⑤ Support de la station de lavage
- ⑥ Raccord en PEEK de la tubulure du bloc d'étanchéité (tubulure en réalité plus longue que sur l'image)
- ⑦ Raccord en PEEK de la tubulure du bloc d'étanchéité (tubulure en réalité plus longue que sur l'image)

16. Glissez le manchon de soutien dans son boîtier. L'orifice du raccord doit coïncider avec l'encoche sur le boîtier.

Figure 8–35 : Insertion du manchon de soutien dans le boîtier



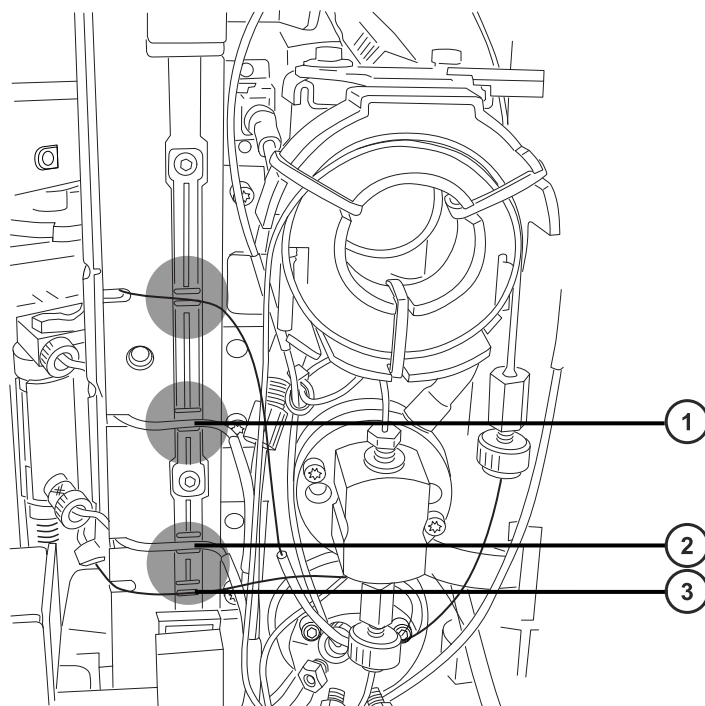
① Orifice destiné au raccord

② Encoche

17. Réinsérez les tuyaux dans les attaches situées sur le côté du compartiment des échantillons. Par exemple, faites passer le tuyau de lavage et la tubulure du bloc d'étanchéité à travers les attaches.

Condition requise : Le tuyau est fixé sur la paroi. Il ne doit pas gêner le fonctionnement du plateau à échantillons ni le mouvement vertical de l'orifice de lavage.

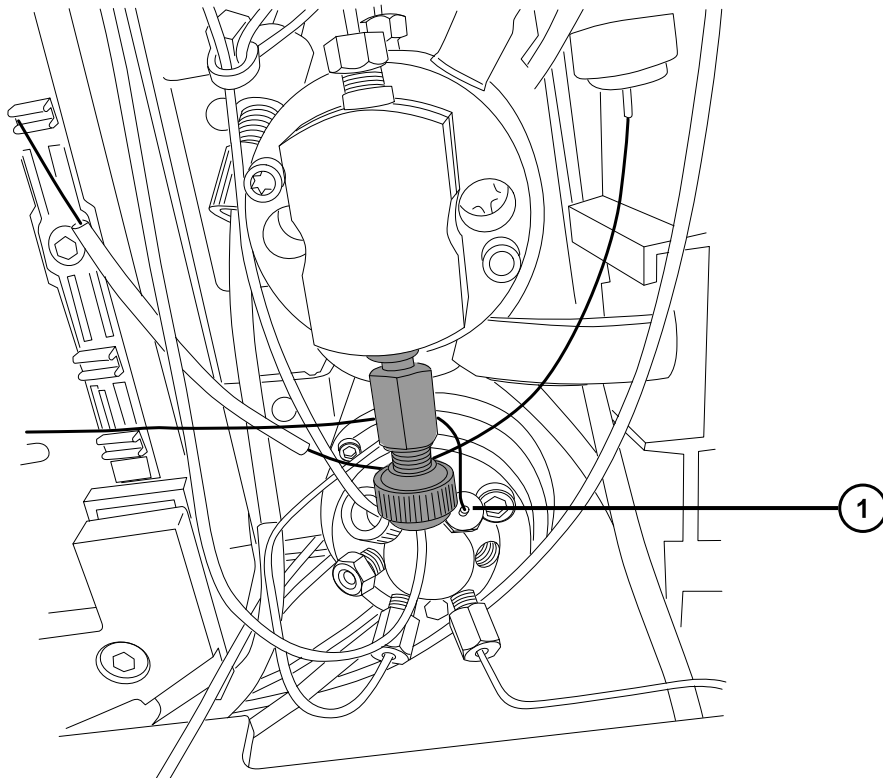
Figure 8–36 : Réinsertion du tuyau de lavage et de la tubulure du bloc d'étanchéité dans les attaches situées sur la paroi du compartiment des échantillons



- ① Premier tuyau de lavage dans l'attache
- ② Deuxième tuyau de lavage dans l'attache
- ③ Tubulure du bloc d'étanchéité dans l'attache

18. Vissez la tubulure du bloc d'étanchéité dans l'orifice 1 de la vanne d'injection. Ajoutez un quart de tour au-delà du serrage manuel avec la clé plate de 1/4 de pouce.

Figure 8–37 : Fixation de la tubulure du bloc d'étanchéité à la vanne d'injection



① Orifice 1 de la vanne d'injection

19. Remontez le panneau d'accès. Avec le tournevis TORX T20, serrez la vis fixant le panneau d'accès sur l'avant du module.

Condition requise : Vérifiez que la tubulure du bloc d'étanchéité et la tubulure de l'aiguille de prélèvement de l'échantillon sont acheminées à travers l'évidement situé dans le panneau d'accès et qu'elles ne se croisent pas.

20. Fermez la porte du compartiment des échantillons et la porte du compartiment du système fluide.
21. Appuyez sur **COMMANDS > Reset** (COMMANDES > Réinitialiser) pour rallumer les moteurs et remettre le chariot de l'aiguille en position d'origine.
22. Exécutez le test de préparation du joint de l'aiguille pour vérifier son bon fonctionnement.

8.8.5 Remplacement de l'aiguille de prélèvement de l'échantillon

Remplacez l'aiguille une fois par an selon le programme de maintenance préventive (PM) prescrit ou chaque fois que l'aiguille semble endommagée ou tordue.

Recommandation : Le service d'assistance technique de Waters vous recommande de remplacer le joint de l'aiguille à chaque changement d'aiguille. Consultez la section [Remplacement du joint de l'aiguille et de la tubulure du bloc d'étanchéité \(Page 132\)](#) une fois cette procédure terminée.



Avertissement : Pour éviter toute contamination personnelle avec des composés toxiques ou présentant un risque biologique, portez des gants propres non poudrés résistants aux produits chimiques pendant l'exécution de cette procédure.



Avertissement : Pour éviter les blessures aux yeux, portez des lunettes de protection lorsque vous effectuez la procédure suivante.

Outils et matériel nécessaires

- Dispositif porteur de l'aiguille, également appelée cartouche d'aiguille de prélèvement de l'échantillon (700013880)
- Gants non poudrés résistants aux produits chimiques
- Lunettes de sécurité
- Tournevis TORX T20

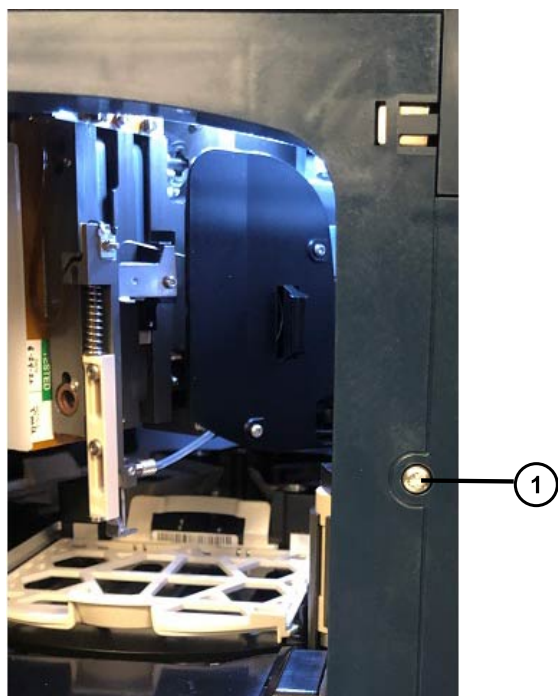
Pour remplacer l'aiguille de prélèvement de l'échantillon :



Attention : Veillez à installer la cartouche d'aiguille comme indiqué dans la procédure suivante. L'aiguille est livrée montée dans la cartouche d'aiguille et peut facilement se briser en cas de mauvaise manipulation.

1. Vérifiez que le système est allumé.
2. Retirez les plaques d'échantillons du compartiment des échantillons.
3. Placez l'aiguille de prélèvement de l'échantillon en position de maintenance :
 - a. Appuyez sur **MAINTAIN > Service > Prepare to Replace the Needle** (MAINTENANCE > Service > Préparation au remplacement de l'aiguille).
4. Ouvrez la porte du compartiment des échantillons et la porte du compartiment du système fluidique.
5. Avec le tournevis TORX T20, desserrez la vis captive de fixation du panneau d'accès. Retirez le panneau.

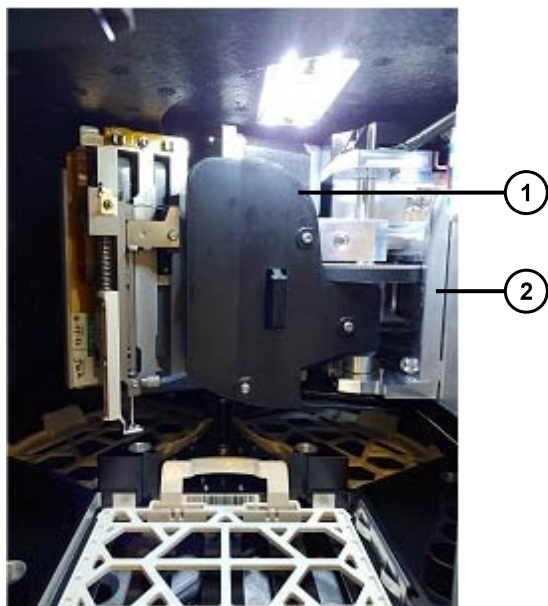
Figure 8–38 : Vis captive sur le panneau d'accès



① Vis captive

6. Repérez la cartouche d'aiguille dans le compartiment des échantillons. La cartouche abrite l'aiguille et contribue à la maintenir en place.

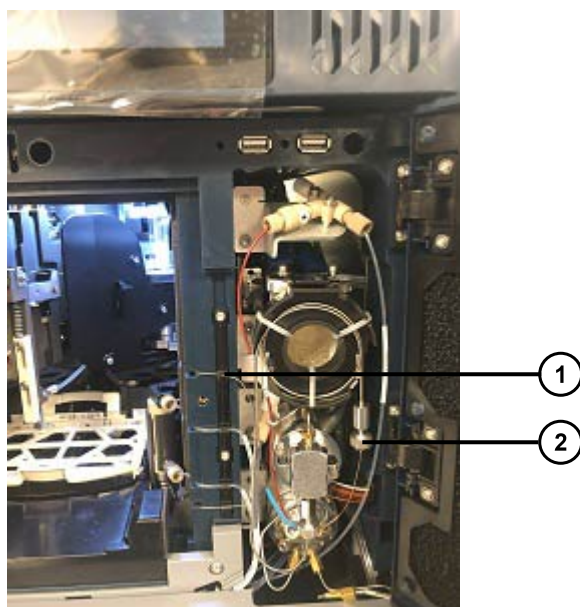
Figure 8–39 : Emplacement de la cartouche d'aiguille dans le compartiment des échantillons



- ① Cartouche d'aiguille
- ② Zone du compartiment des échantillons

7. Dans le compartiment du système fluide, dévissez le raccord sans outil qui relie la boucle d'injection à l'extrémité de l'aiguille. Une fois le raccord dévissé, retirez la tubulure de l'aiguille de l'attache supérieure où l'aiguille traverse le compartiment du système fluide pour rejoindre le compartiment des échantillons.

Figure 8–40 : Raccord sans outil et attache

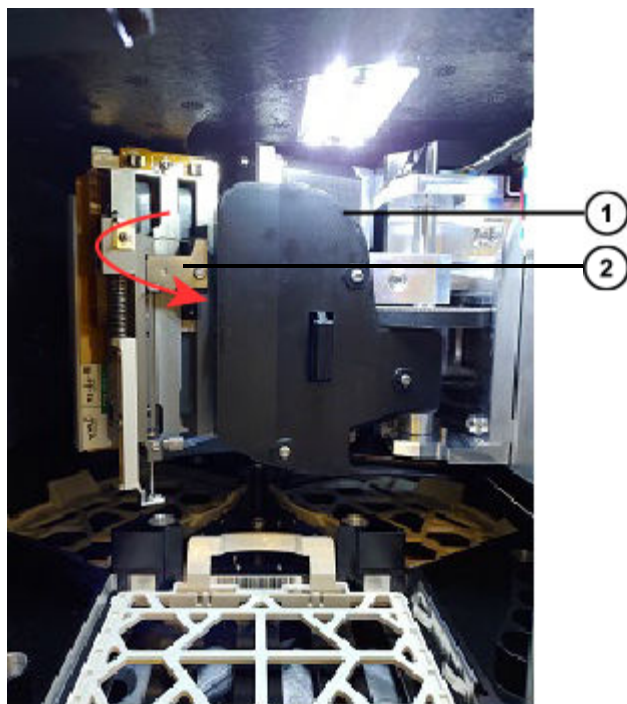


① Attache supérieure

② Raccord sans outil

8. Tournez le loquet rotatif du chariot de l'aiguille dans le sens inverse des aiguilles d'une montre pour dégager la cartouche d'aiguille.

Figure 8–41 : Loquet rotatif sur le chariot de l'aiguille (la flèche rouge indique la direction inverse des aiguilles d'une montre)

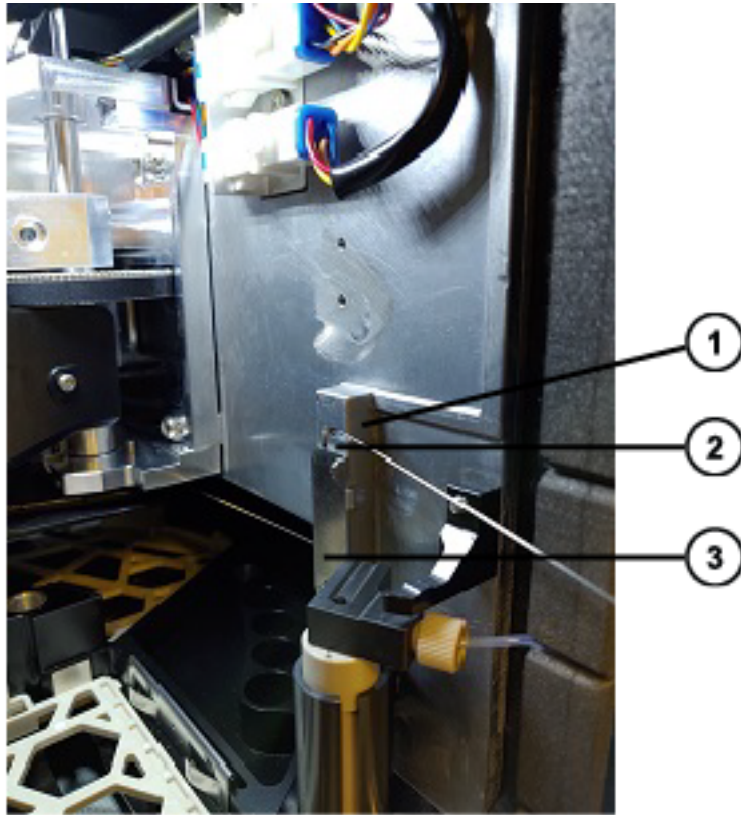


① Cartouche d'aiguille

② Loquet rotatif

9. Repérez la partie qui présente une petite encoche qui maintient l'aiguille de prélèvement de l'échantillon au côté droit de la paroi du compartiment des échantillons. Tournez le loquet rotatif dans le sens inverse des aiguilles d'une montre, puis retirez de l'encoche la section en forme d'escalier de l'aiguille de prélèvement de l'échantillon.

Figure 8–42 : Second loquet rotatif et encoche sur la paroi du compartiment des échantillons



- ① Bloc sur la paroi du compartiment des échantillons
- ② Section en forme d'escalier de l'aiguille de prélèvement de l'échantillon dans la petite encoche
- ③ Deuxième loquet rotatif sur la paroi du compartiment

10. Poussez l'aiguille de prélèvement de l'échantillon vers l'avant, puis extrayez-la du dispositif porteur de l'aiguille de perforation, en bas de la zone du chariot de l'aiguille. Ensuite, retirez la cartouche d'aiguille du compartiment des échantillons.



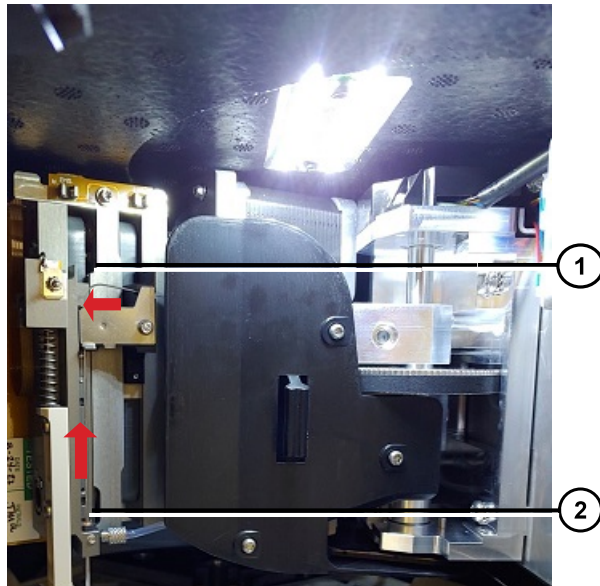
Avertissement : Pour éviter les blessures par piqûre, manipulez très précautionneusement les aiguilles de prélèvement de l'échantillon, les seringues, les tubes en silice fondue et les embouts en borosilicate.



Note : Pour ne pas abîmer la pointe de l'aiguille de prélèvement de l'échantillon, évitez de la toucher ou d'appuyer dessus.

Remarque : Le dispositif porteur de l'aiguille de perforation comprend l'aiguille de perforation elle-même, le guide Vespel et un boîtier en PEEK.

Figure 8–43 : Démontage de l'aiguille de prélèvement de l'échantillon du dispositif porteur de l'aiguille de perforation



- ① Aiguille de prélèvement de l'échantillon
- ② Dispositif porteur de l'aiguille de perforation

11. Procurez-vous une aiguille de prélèvement de l'échantillon de rechange. Retirez le manchon de protection de la pointe de l'aiguille.
12. Localisez l'aimant dans la partie renforcée du bras du chariot de l'aiguille. Installez la cartouche d'aiguille sur l'aimant.



Avertissement : Pour éviter les blessures par piqûre, manipulez très précautionneusement les aiguilles de prélèvement de l'échantillon, les seringues, les tubes en silice fondue et les embouts en borosilicate.



Note : Pour ne pas abîmer la pointe de l'aiguille de prélèvement de l'échantillon, évitez de la toucher ou d'appuyer dessus.

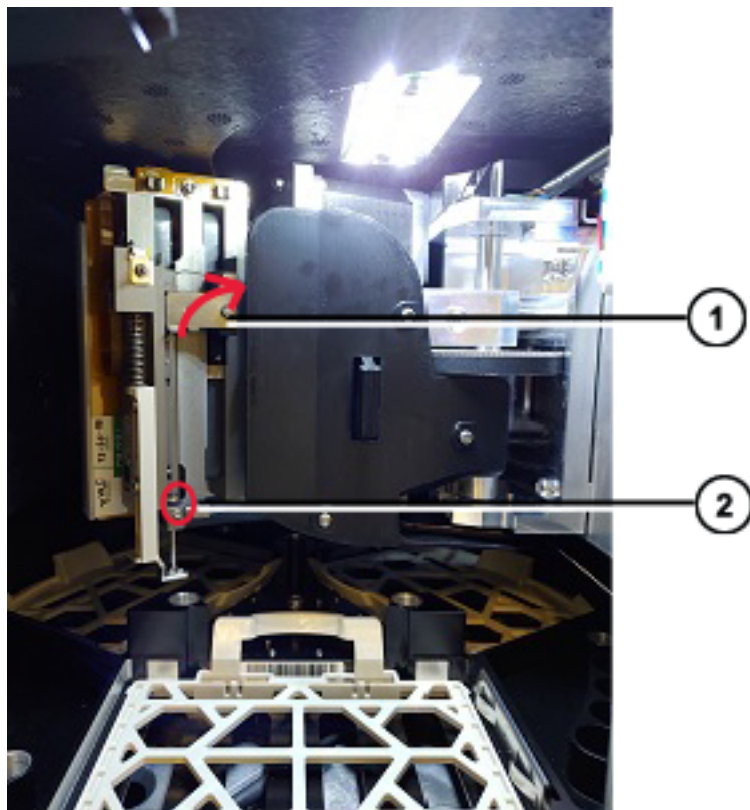
Figure 8–44 : Emplacement de l'aimant dans le bras du chariot de l'aiguille



- ① Bras du chariot de l'aiguille
- ② Aimant dans la section renforcée

13. Pour installer l'aiguille de prélèvement de l'échantillon dans le bloc chariot de l'aiguille :
 - a. Glissez l'aiguille de prélèvement de l'échantillon dans le guide Vespel en bas du dispositif porteur de l'aiguille de perforation, comme illustré dans la figure suivante.
 - b. Insérez la virole au sommet de l'aiguille dans le dispositif de retenue de l'aiguille situé sur la partie supérieure.
 - c. Après avoir placé la virole dans le dispositif de retenue de l'aiguille, placez la tubulure dans l'encoche située au-dessus du loquet.
 - d. Fermez le loquet rotatif en le tournant dans le sens des aiguilles d'une montre.

Figure 8–45 : Installation de l'aiguille de prélèvement de l'échantillon dans le bloc chariot de l'aiguille

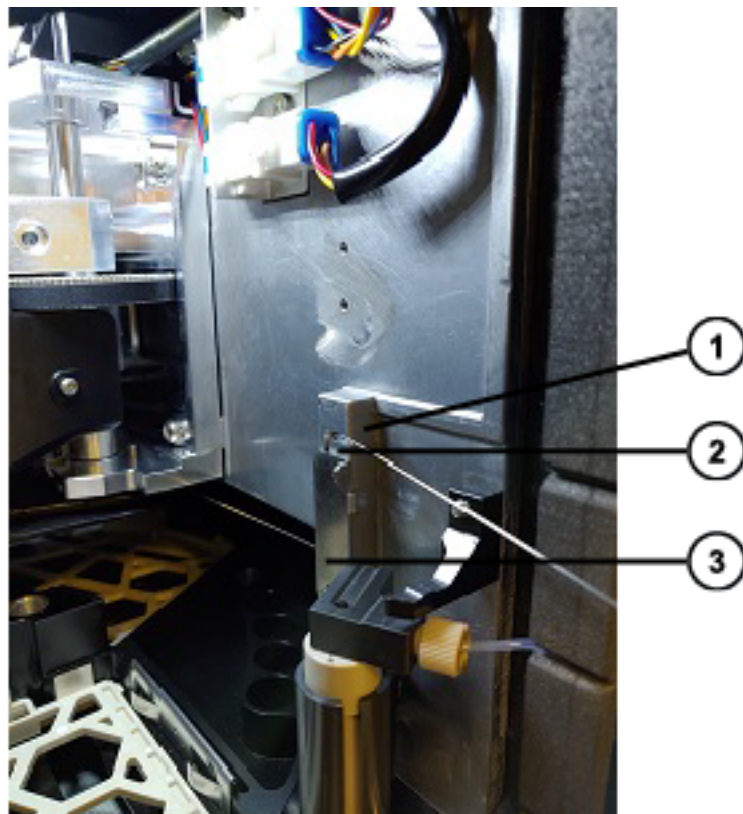


① Loquet rotatif (virole située derrière le loquet rotatif)

② Guide Vespel

14. Faites passer la tubulure de l'aiguille à travers l'encoche dans le petit bloc sur la paroi du compartiment des échantillons. Tournez ensuite le loquet rotatif dans le sens inverse des aiguilles d'une montre pour fixer la tubulure de l'aiguille dans l'encoche.

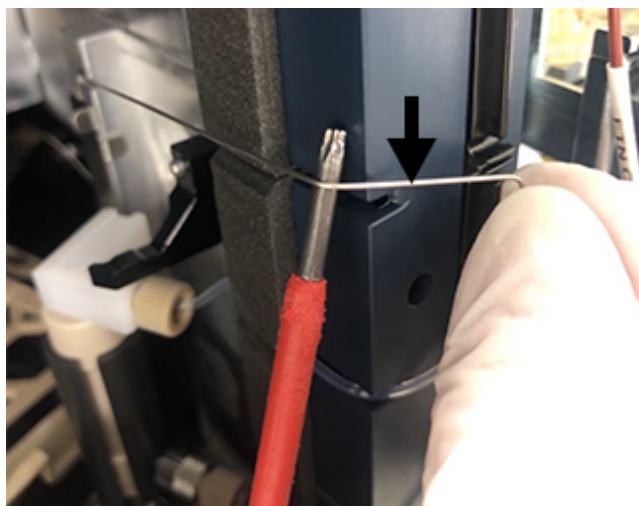
Figure 8–46 : Fixation de la tubulure de l'aiguille dans l'encoche (second loquet rotatif sur la paroi du compartiment)



- ① Petit bloc sur la paroi du compartiment des échantillons
- ② Tubulure de l'aiguille dans l'encoche
- ③ Loquet rotatif sur la paroi du compartiment des échantillons

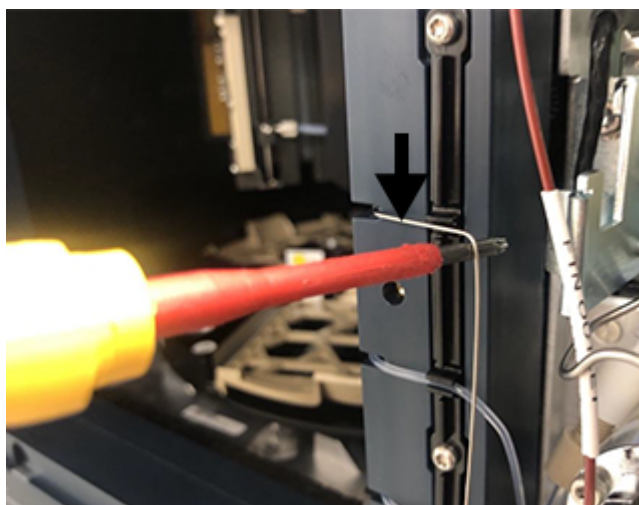
15. Pliez la tubulure de l'aiguille (flèche) vers la droite autour du cadre à l'aide d'un tournevis TORX T20.

Figure 8–47 : Pliage de la tubulure de l'aiguille autour du cadre du compartiment



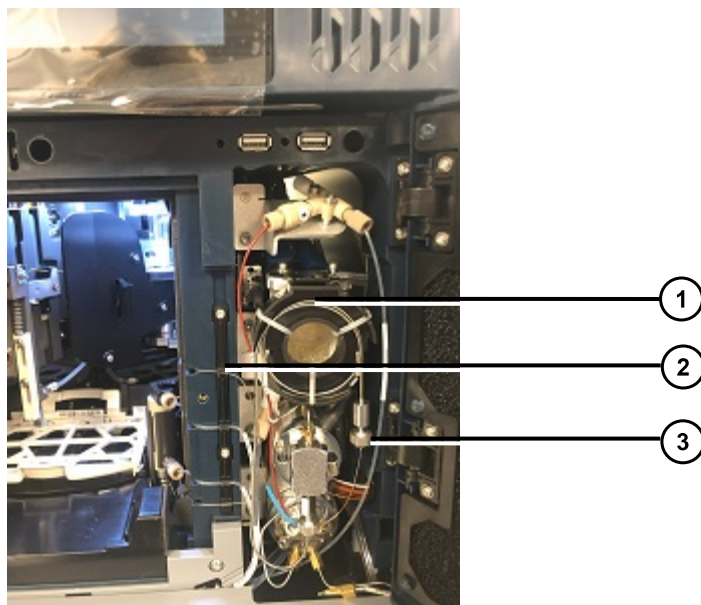
16. Pliez la tubulure de l'aiguille (flèche) vers le bas, comme illustré à l'aide du tournevis TORX T20.

Figure 8–48 : Pliage de la tubulure de l'aiguille vers le bas



17. Raccordez l'aiguille de prélèvement de l'échantillon à la boucle d'extension à l'aide du raccord sans outil. Fixez ensuite la tubulure de l'aiguille dans l'attache supérieure.

Figure 8–49 : Reconnexion de l'aiguille de prélèvement de l'échantillon à la boucle d'extension

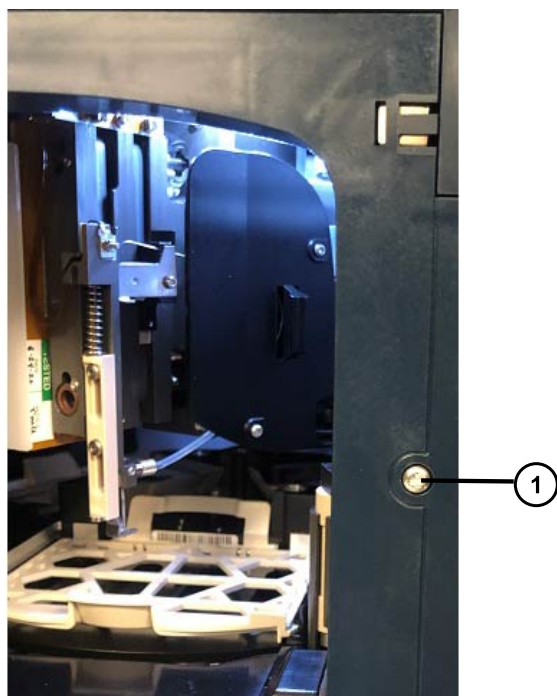


- ① Boucle d'extension
- ② Tubulure de l'aiguille dans l'attache supérieure
- ③ Raccord sans outil

18. Réinstallez le panneau d'accès et alignez les languettes situées sur le haut du panneau d'accès avec les fentes du cadre. Installez ensuite le panneau d'accès et utilisez le tournevis TORX T20 pour serrer la vis captive fixant le panneau sur l'avant du module.

Condition requise : Assurez-vous que la tubulure de l'aiguille est acheminée dans l'attache supérieure, comme indiqué à l'étape précédente.

Figure 8–50 : Vis captive sur le panneau d'accès



① Vis captive

19. Fermez la porte du compartiment des échantillons et la porte du compartiment du système fluide.

Recommandation : Waters recommande de remplacer le joint de l'aiguille à chaque changement d'aiguille.

20. Étalonnez l'aiguille :
- Appuyez sur **MAINTAIN > Calibrate Axes > Calibrate Z-Axis** (MAINTENANCE > Étalonner les axes > Étalonner l'axe Z), puis suivez les instructions à l'écran jusqu'à ce que l'option **Z-Axis Calibration Passed** (Étalonnage de l'axe Z réussi) apparaisse à l'écran. Appuyez sur **DONE** (TERMINÉ).
 - Appuyez sur **MAINTAIN > Calibrate Axes > Calibrate Zp-Axis** (MAINTENANCE > Étalonner les axes > Étalonner l'axe Zp), puis suivez les instructions à l'écran jusqu'à ce que l'option **Zp-Axis Calibration Passed** (Étalonnage de l'axe Zp réussi) apparaisse à l'écran. Appuyez sur **DONE** (TERMINÉ).
 - Appuyez sur **MAINTAIN > Calibrate Axes > Calibrate BΘ-Axis** (MAINTENANCE > Étalonner les axes > Étalonner l'axe BΘ), puis suivez les instructions à l'écran jusqu'à ce que l'option **BΘ-Axis Calibration Passed** (Étalonnage de l'axe BΘ réussi) apparaisse à l'écran. Appuyez sur **NEXT > HOME > DONE** (SUIVANT > ACCUEIL > TERMINÉ).

8.9 Procédures de maintenance du détecteur

La présente section décrit les procédures de maintenance des détecteurs TUV et PDA du Système Alliance iS HPLC pouvant être effectuées par les utilisateurs ou les ingénieurs Service Clients de Waters.

Les procédures sont les suivantes :

- Remplacement du capteur de fuite
- Remplacement du capteur de la cellule de détection
- Remplacement de la lampe

8.9.1 Remplacement du capteur de fuite du détecteur

Un capteur de fuite situé dans le bac récupérateur contrôle en permanence la présence d'éventuelles fuites dans le détecteur.



Avertissement : Pour éviter toute contamination personnelle avec des composés toxiques ou présentant un risque biologique, portez des gants propres non poudrés résistants aux produits chimiques pendant l'exécution de cette procédure.

Le capteur de fuite du détecteur coupe le débit du système s'il détecte une accumulation de liquide dans son réservoir. Lorsque le capteur détecte une fuite, l'écran tactile du système affiche un message d'alarme.

Outils et matériel nécessaires

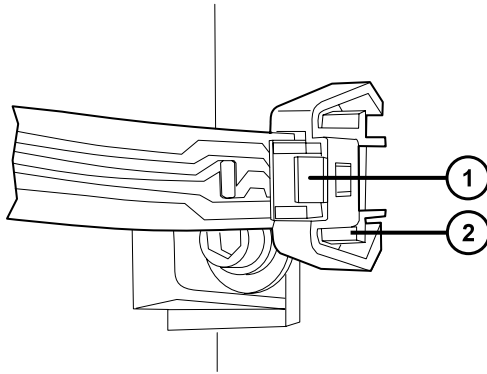
- Gants non poudrés résistants aux produits chimiques
- Capteur de fuite de rechange

Pour remplacer le capteur de fuite du détecteur :

1. Ouvrez la porte du détecteur en tirant légèrement son extrémité droite vers vous.
2. Démontez l'ancien capteur de fuite :
 - a. Pour détacher le connecteur du capteur de fuite de l'avant de l'instrument, appuyez sur la languette de déverrouillage.

Remarque : La figure suivante est fournie à titre d'illustration uniquement. Votre équipement peut être légèrement différent de celui illustré ici.

Figure 8–51 : Débranchement du capteur de fuites



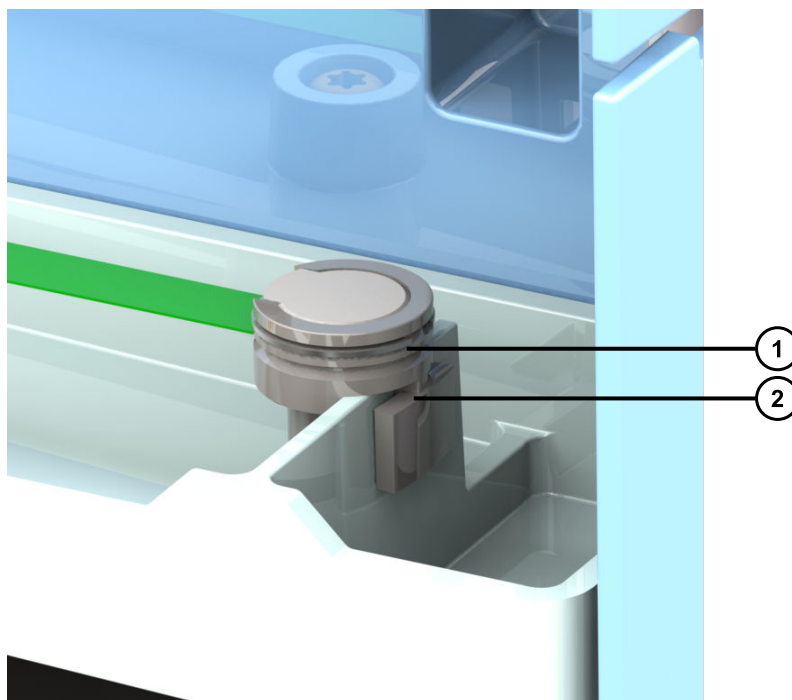
- ① Languette de déverrouillage
- ② Connecteur du capteur de fuites

b. Pour démonter le capteur de fuite du réservoir, saisissez-le par les dentelures à son sommet et tirez vers le haut (voir figure « Capteur de fuite installé, vue arrière »).

3. Déballez le capteur de fuite neuf.

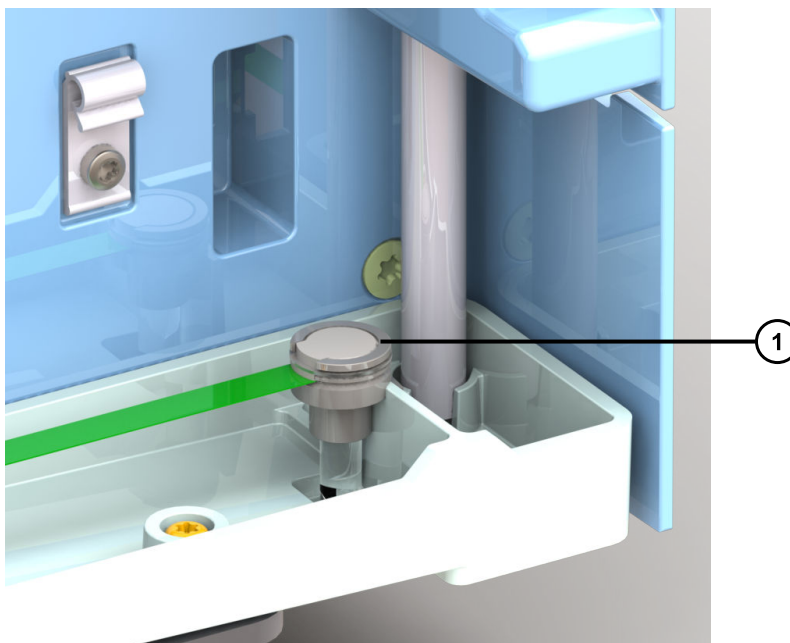
a. En maintenant le capteur de fuite par ses dentelures, faites coïncider sa barre en T avec l'encoche située sur le côté du réservoir, puis glissez le capteur dans son logement (voir figure « Capteur de fuite installé, vue arrière »).

Figure 8–52 : Capteur de fuite installé, vue arrière



- ① Dentelures
- ② Barre en T dans l'encoche du réservoir

Figure 8–53 : Capteur de fuite installé, vue de face



① Capteur de fuite

- b. Rebranchez le connecteur du capteur de fuite sur l'avant de l'instrument.
4. Refermez la porte du détecteur.
5. Sur l'écran tactile du système, dans la vue [Commands \(Page 58\)](#) (Commandes), appuyez sur **Reset** (Réinitialiser).

8.9.2 Remplacement de la cellule de détection du détecteur TUV

Pour éviter les erreurs du système, remplacez la cellule de détection du détecteur TUV à chaque fois qu'elle semble encrassée, contaminée ou obstruée.

Voir également : *Controlling Contamination in LC/MS Systems (Contrôle de la contamination des systèmes LC/MS)*, référence 715001307FR.

Outils et matériel nécessaires

- Gants non poudrés résistants aux produits chimiques
- Tournevis plat de 1/4 de pouce
- Méthanol de qualité HPLC
- Eau de qualité HPLC
- Cellule de détection de rechange

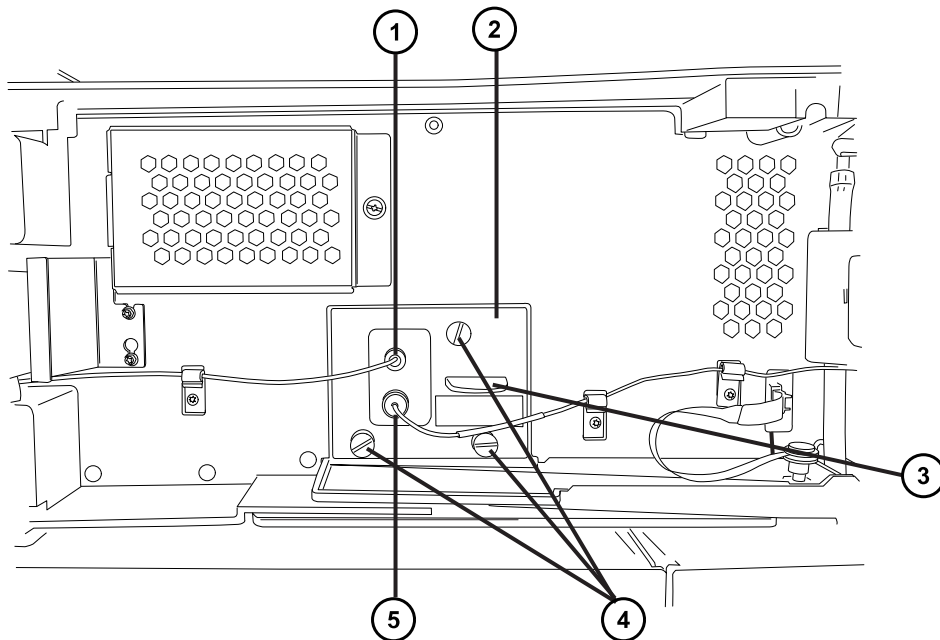
Pour remplacer la cellule de détection du détecteur TUV :

! Note :

- Pour éviter de contaminer la cellule de détection, portez des gants propres, non poudrés et résistants aux produits chimiques lors de sa manipulation, de son démontage ou de son installation.
- Manipulez la cellule de détection avec précaution pour ne pas l'abîmer. Ne démontez pas la cellule de détection.

1. Ouvrez la porte du détecteur TUV en tirant légèrement son extrémité droite vers vous.
2. Débranchez la tubulure d'entrée et de sortie du détecteur TUV.

Figure 8–54 : Localisation de la cellule de détection (vue du détecteur TUV porte ouverte)



- ① Tubulure de sortie
- ② Bloc cellule de détection
- ③ Poignée de la cellule de détection
- ④ Vis à molette (3)
- ⑤ Tubulure d'entrée

3. Retirez la cellule de détection, puis rincez-la avant de la ranger :

- a. À l'aide d'un tournevis, desserrez les trois vis à molette de la plaque avant du bloc de cellule de détection.
- b. Retirez la cellule de détection en la saisissant par sa poignée et en la tirant délicatement vers vous.
- c. Nous vous recommandons de rincer l'ancienne cellule de détection avant de la ranger. Choisissez un solvant compatible avec les échantillons et les phases mobiles utilisés. Si vous avez utilisé des tampons, rincez la cellule à l'aide de 10 mL d'eau de qualité HPLC, puis 10 mL d'un solvant à faible tension superficielle tel que le méthanol.

Condition requise : Vérifiez que le solvant est miscible avec la phase mobile précédente.

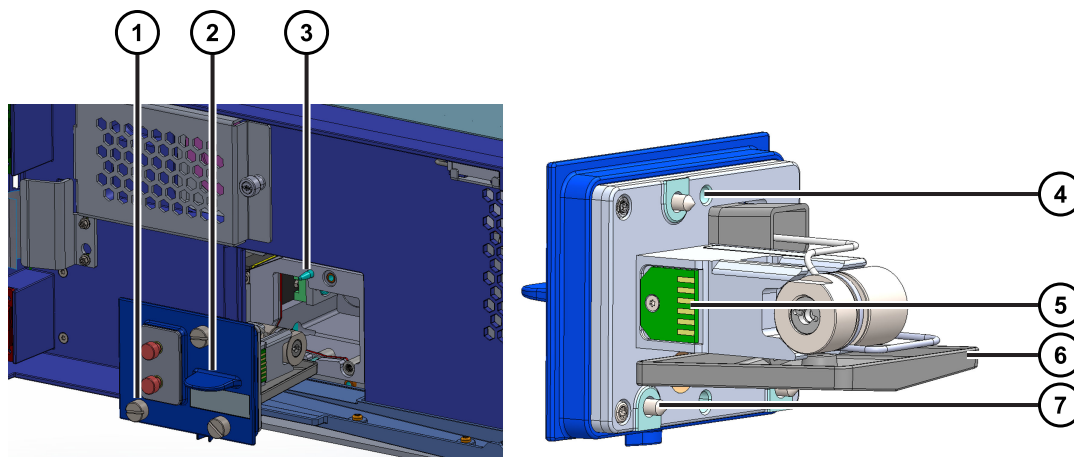
4. Déballez et examinez la nouvelle cellule de détection et assurez-vous que le type de cellule de détection est adapté à votre application.

Remarque : Lors du remplacement de la cellule de détection, remplacez la tubulure d'entrée par celle fournie avec la nouvelle cellule.

5. Installez la nouvelle cellule de détection :
 - a. Alignez le bloc de la cellule de détection avec l'avant de l'ouverture, puis insérez-le délicatement de sorte que les deux réceptacles d'alignement (situés à l'arrière de la partie avant de la bride de la cellule) s'insèrent dans les ergots du compartiment de la cellule.

Précision : Lorsque vous insérez la cellule, le bac récupérateur permet d'aligner correctement les ergots du compartiment et les logements de la bride de la cellule.

Figure 8–55 : Installation de la cellule de détection du détecteur TUV



- ① Vis à molette (3)
- ② Poignée de la cellule de détection (l'étiquette inférieure diffère selon le type de cellule)
- ③ Ergot d'alignement du compartiment (2)

- ④ Logement d'alignement de la bride de la cellule (2)
- ⑤ Puce d'identification de la cellule de détection
- ⑥ Bac récupérateur
- ⑦ Vis à molette (3, vue arrière)

b. Poursuivez l'insertion de la cellule de détection jusqu'à ce que les trois vis à molette soient alignées avec les orifices correspondants sur la cloison intérieure.

c. Serrez les vis à molette à la main et vérifiez qu'elles sont bien fixées, à l'aide d'un tournevis.

6. Connectez la tubulure d'entrée au raccord principal de la colonne et à l'entrée de la cellule de détection. Connectez la tubulure de sortie à la sortie de la cellule de détection.
7. Assurez-vous que la cellule de détection contient du solvant (acétonitrile ou eau) dégazé, transparent et exempt de bulles d'air.
8. Éteignez, puis rallumez le système.
9. Après avoir allumé le système, sur l'écran tactile, appuyez sur **Maintain > Calibrate Detector > Verify Calibration** (Maintenance > Étalonnage du détecteur > Vérifier l'étalonnage).

Remarque : En cas d'échec de la vérification, résolvez le problème et relancez la vérification. Si la vérification échoue encore, appuyez sur **Maintain > Calibrate Detector > Calibrate Wavelengths** (Maintenance > Étalonnage du détecteur > Étalonner les longueurs d'onde).

8.9.3 Remplacement de la cellule de détection du détecteur PDA

Pour éviter les erreurs du système, remplacez la cellule de détection du détecteur PDA à chaque fois qu'elle semble encrassée, contaminée ou obstruée.

Voir également : *Controlling Contamination in LC/MS Systems (Contrôle de la contamination des systèmes LC/MS)*, référence 715001307FR.

Outils et matériel nécessaires

- Gants non poudrés résistants aux produits chimiques
- Tournevis plat de 1/4 de pouce
- Méthanol de qualité HPLC
- Eau de qualité HPLC
- Cellule de détection de rechange

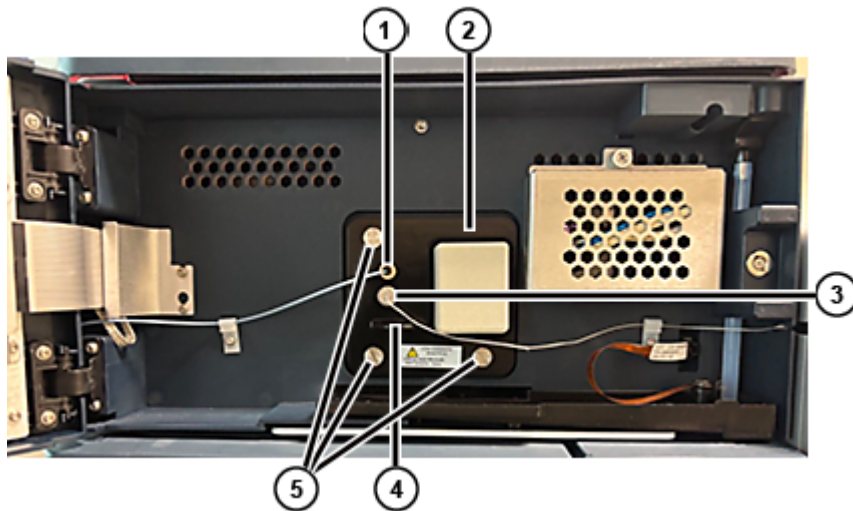
Pour remplacer la cellule de détection du détecteur PDA :

! Note :

- Pour éviter de contaminer la cellule de détection, portez des gants propres, non poudrés et résistants aux produits chimiques lors de sa manipulation, de son démontage ou de son installation.
- Manipulez la cellule de détection avec précaution pour ne pas l'abîmer. Ne démontez pas la cellule de détection.

1. Ouvrez la porte du détecteur PDA en tirant légèrement son extrémité droite vers vous.
2. Débranchez la tubulure d'entrée et de sortie du détecteur PDA.

Figure 8–56 : Localisation de la cellule de détection (vue du détecteur PDA porte ouverte)



- ① Tubulure de sortie
- ② Bloc cellule de détection
- ③ Tubulure d'entrée
- ④ Poignée de la cellule de détection
- ⑤ Vis à molette (3)

3. Retirez la cellule de détection, puis rincez-la avant de la ranger :

- a. À l'aide d'un tournevis, desserrez les trois vis à molette de la plaque avant du bloc de cellule de détection.
- b. Retirez la cellule de détection en la saisissant par sa poignée et en la tirant délicatement vers vous.
- c. Nous vous recommandons de rincer l'ancienne cellule de détection avant de la ranger. Choisissez un solvant compatible avec les échantillons et les phases mobiles utilisés. Si vous avez utilisé des tampons, rincez la cellule à l'aide de 10 mL d'eau de qualité HPLC, puis 10 mL d'un solvant à faible tension superficielle tel que le méthanol.

Condition requise : Vérifiez que le solvant est miscible avec la phase mobile précédente.

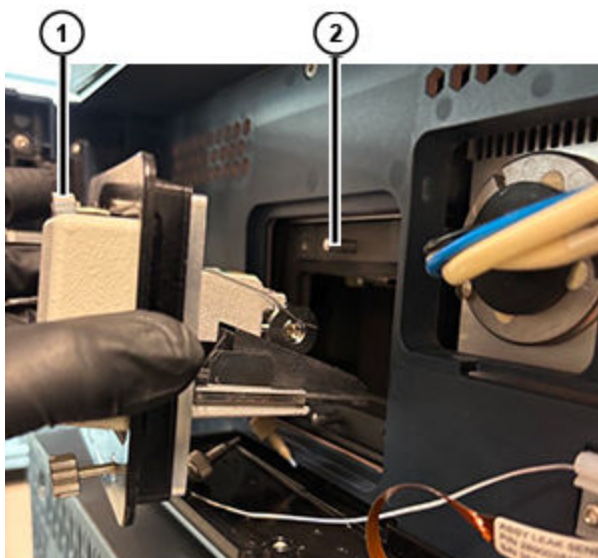
4. Déballez et examinez la nouvelle cellule de détection et assurez-vous que le type de cellule de détection est adapté à votre application.

Remarque : Lors du remplacement de la cellule de détection, remplacez la tubulure d'entrée par celle fournie avec la nouvelle cellule.

5. Installez la nouvelle cellule de détection :
 - a. Alignez le bloc de la cellule de détection avec l'avant de l'ouverture, puis insérez-le délicatement de sorte que les deux réceptacles d'alignement (situés à l'arrière de la partie avant de la bride de la cellule) s'insèrent dans les ergots du compartiment de la cellule.

Précision : Lorsque vous insérez la cellule, le bac récupérateur permet d'aligner correctement les ergots du compartiment et les logements de la bride de la cellule.

Figure 8–57 : Installation de la cellule de détection du détecteur PDA

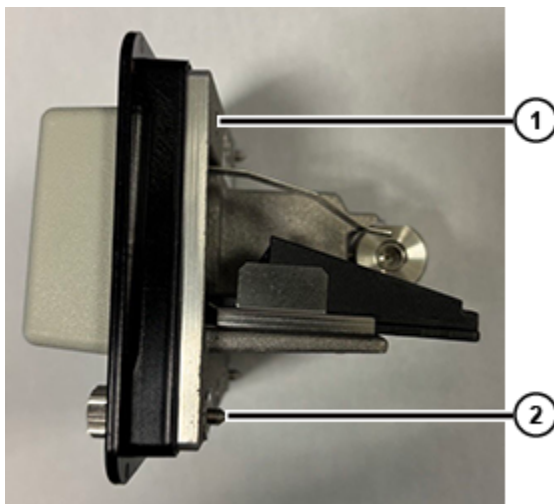


- 1 Vis à molette (3)

② Ergot d'alignement du compartiment (2)

- b. Poursuivez l'insertion de la cellule de détection jusqu'à ce que les trois vis à molette soient alignées avec les orifices correspondants sur la cloison intérieure.

Figure 8–58 : Alignement du bloc de cellule de détection du détecteur



① Logement d'alignement de la bride de la cellule (2)

② Vis à molette (3)

- c. Serrez les vis à molette à la main et vérifiez qu'elles sont bien fixées, à l'aide d'un tournevis.
6. Connectez la tubulure d'entrée au raccord principal de la colonne et à l'entrée de la cellule de détection. Connectez la tubulure de sortie à la sortie de la cellule de détection.
 7. Assurez-vous que la cellule de détection contient du solvant (acétonitrile ou eau) dégazé, transparent et exempt de bulles d'air.
 8. Éteignez, puis rallumez le système.
 9. Après avoir allumé le système, sur l'écran tactile, appuyez sur **Maintenir > Vérifier Calibration** (Maintenance > Vérifier l'étalonnage).

Remarque : En cas d'échec de la vérification, résolvez le problème et relancez la vérification. Si la vérification échoue toujours, réalisez un étalonnage à l'erbium. Voir la section [Étalonnage à l'erbium \(Page 44\)](#).

8.9.4 Remplacement de la lampe du détecteur TUV

Remplacez la lampe du détecteur TUV une fois par an conformément au programme de maintenance préventive (PM) prescrit, ou chaque fois qu'elle ne s'allume pas à plusieurs reprises ou que l'étalonnage du détecteur échoue. Le système détecte automatiquement la lampe lors de

son installation. Son numéro de série et sa date d'installation sont automatiquement enregistrés dans le tableau *Lamp Change Record* (Enregistrement des changements de lampe).

Remarque : La durée de vie garantie de la lampe est de 2 000 heures ou d'un an après sa date d'achat, selon la première échéance.



Avertissement : Pour éviter les blessures par brûlure, laissez la lampe refroidir pendant 30 minutes avant de la retirer. Le logement de la lampe chauffe considérablement lorsqu'elle est allumée.



Avertissement : Pour protéger les yeux contre les rayonnements ultraviolets :

- Éteignez le détecteur avant de changer la lampe.
- Portez des lunettes de protection filtrant la lumière ultraviolette.
- Laissez la lampe dans son logement pendant l'opération.

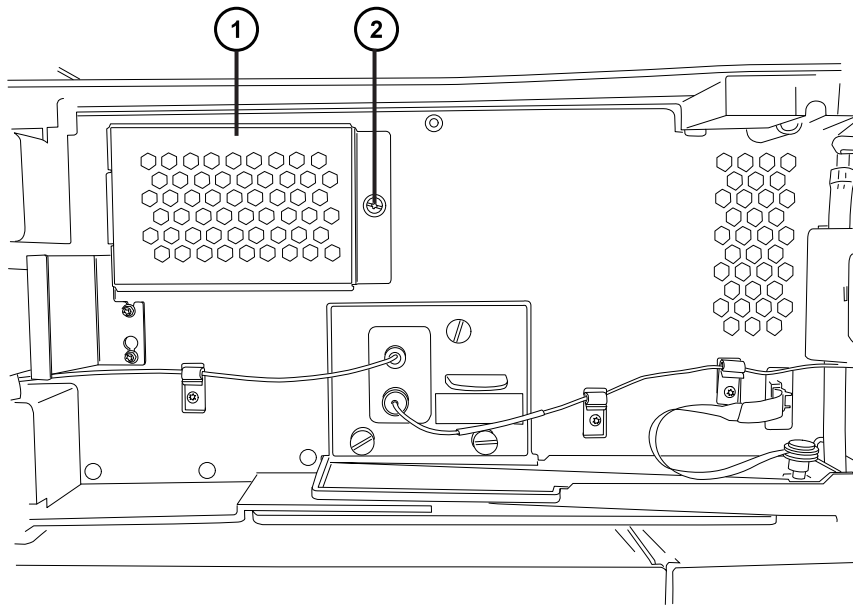
Pour remplacer la lampe :



Attention : Veillez à attendre au moins 30 minutes que la lampe refroidisse avant de commencer cette procédure.

1. Mettez le système hors tension, puis débranchez le cordon d'alimentation.
2. Ouvrez la porte du détecteur TUV.
3. Repérez le couvercle du bloc lampe (voir la figure suivante).
4. Pour démonter le couvercle du bloc lampe, retirez une vis à tête Phillips à l'aide d'un tournevis Phillips (voir figure suivante).
5. Soulevez le couvercle du bloc lampe.

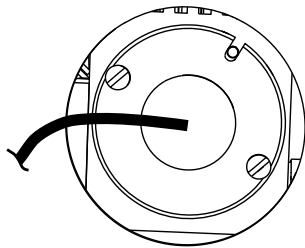
Figure 8–59 : Couvercle du bloc lampe



- ① Couvercle du bloc lampe
- ② Vis à tête Phillips

6. Débranchez le cordon d'alimentation de la lampe.
7. Desserrez les deux vis captives placées sur le socle de la lampe.

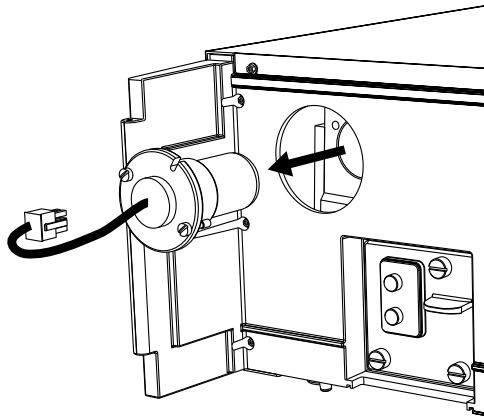
Figure 8–60 : Vis captives de la base du bloc lampe



8. Sortez le bloc lampe de son logement en le soulevant.

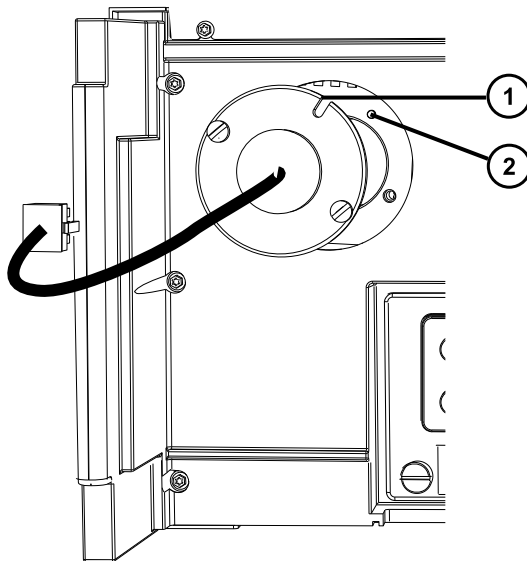
! **Note :** Pour éviter de briser le verre, mettez la lampe au rebut avec précaution, car son gaz est sous pression légèrement négative.

Figure 8–61 : Extraction du bloc lampe



9. Placez la nouvelle lampe de sorte que l'encoche située sur le socle de la lampe soit située à 1 heure et alignée avec la broche d'alignement du boîtier de la lampe.

Figure 8–62 : Alignement de la lampe



- ① Encoche sur le socle de la lampe située à 1 heure
- ② Broche d'alignement sur le boîtier de la lampe

10. Poussez doucement la lampe, jusqu'à l'insérer complètement.
11. Resserrez les deux vis captives.
12. Rebranchez le connecteur électrique de la lampe.
13. Réinstallez le couvercle du bloc lampe à l'aide de la vis à tête Phillips.
14. Lorsque vous êtes prêt à utiliser le détecteur TUV, rebranchez le cordon d'alimentation, puis mettez le système sous tension.

8.9.5 Remplacement de la lampe du détecteur PDA

Remplacez la lampe du détecteur PDA une fois par an conformément au programme de maintenance préventive (PM) prescrit, ou chaque fois qu'elle ne s'allume pas à plusieurs reprises ou que l'étalonnage du détecteur échoue. Le système détecte automatiquement la lampe lors de son installation. Son numéro de série et sa date d'installation sont automatiquement enregistrés dans le tableau *Lamp Change Record* (Enregistrement des changements de lampe).

Remarque : La durée de vie garantie de la lampe est de 2 000 heures ou d'un an après sa date d'achat, selon la première échéance.



Avertissement : Pour éviter les blessures par brûlure, laissez la lampe refroidir pendant 30 minutes avant de la retirer. Le logement de la lampe chauffe considérablement lorsqu'elle est allumée.



Avertissement : Pour protéger les yeux contre les rayonnements ultraviolets :

- Éteignez le détecteur avant de changer la lampe.
- Portez des lunettes de protection filtrant la lumière ultraviolette.
- Laissez la lampe dans son logement pendant l'opération.

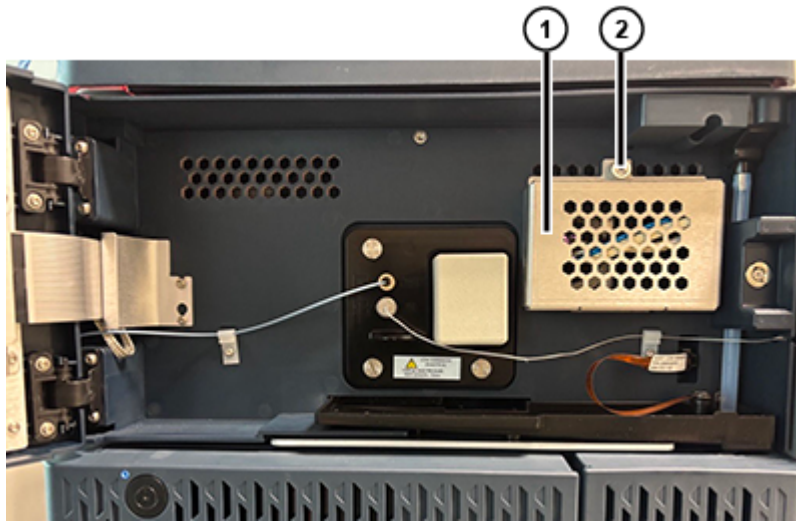
Pour remplacer la lampe :



Attention : Veillez à attendre au moins 30 minutes que la lampe refroidisse avant de commencer cette procédure.

1. Mettez le système hors tension, puis débranchez le cordon d'alimentation.
2. Ouvrez la porte du détecteur PDA.
3. Repérez le couvercle du bloc lampe (voir la figure suivante).
4. Pour démonter le couvercle du bloc lampe, retirez une vis à tête Phillips à l'aide d'un tournevis Phillips (voir figure suivante).
5. Soulevez le couvercle du bloc lampe.

Figure 8–63 : Couvercle du bloc lampe



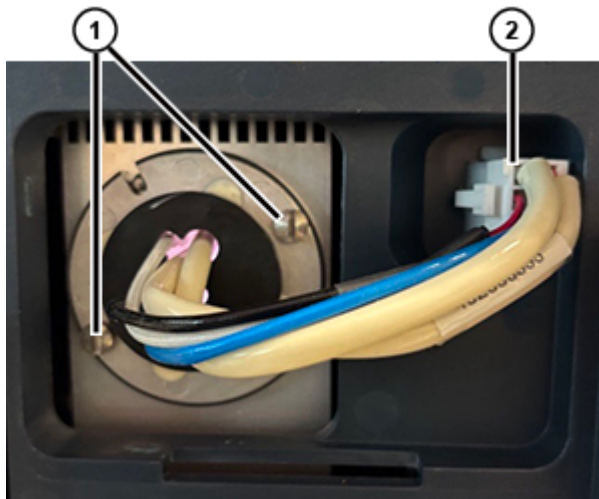
① Couvercle du bloc lampe

② Vis à tête Phillips

6. Débranchez le câble d'alimentation de la lampe.

7. Desserrez les deux vis captives placées sur le socle de la lampe.

Figure 8–64 : Vis captives de la base du bloc lampe



① Vis captives

② Câble de la lampe

8. Sortez le bloc lampe de son logement en le soulevant.



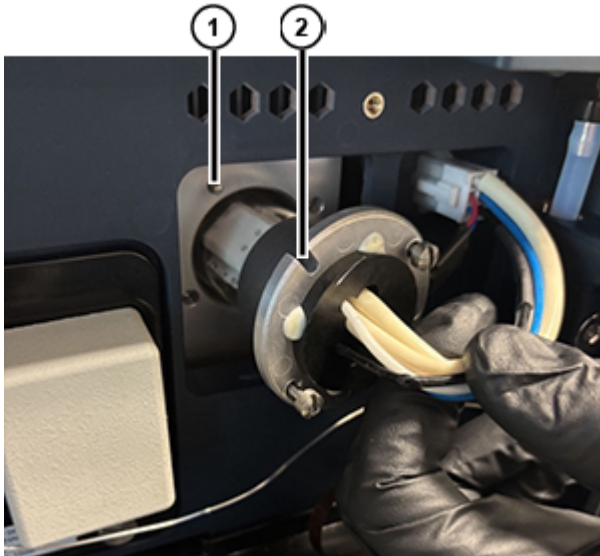
Note : Pour éviter de briser le verre, mettez la lampe au rebut avec précaution, car son gaz est sous pression légèrement négative.

Figure 8–65 : Extraction du bloc lampe



9. Placez la nouvelle lampe de sorte que l'encoche située sur le socle de la lampe soit située à 11 heures et alignée avec la broche d'alignement du boîtier de la lampe.

Figure 8–66 : Alignement de la lampe



- ① Encoche sur le socle de la lampe située à 11 heures
- ② Broche d'alignement sur le boîtier de la lampe

10. Poussez doucement la lampe, jusqu'à l'insérer complètement.
11. Resserrez les deux vis captives.
12. Rebranchez le connecteur électrique de la lampe.
13. Réinstallez le couvercle du bloc lampe à l'aide de la vis à tête Phillips.
14. Lorsque vous êtes prêt à utiliser le détecteur PDA, rebranchez le cordon d'alimentation, puis mettez le système sous tension.

8.10 Procédures de maintenance du four à colonne

La présente section décrit les procédures de maintenance du four à colonne du Système Alliance iS HPLC pouvant être effectuées par les utilisateurs ou les ingénieurs Service Clients de Waters.

Les procédures sont les suivantes :

- Remplacement de la colonne
- Remplacement du capteur de fuite de la colonne

8.10.1 Calendrier de maintenance du four à colonne

Le four à colonne fait l'objet d'un calendrier de maintenance recommandé.

Les utilisateurs peuvent exécuter les procédures de maintenance de routine suivantes pour le four à colonne.

| Procédure de maintenance | Fréquence |
|---|--|
| Remplacement des filtres de solvant (Page 112) | Pendant la maintenance de routine planifiée ou selon les besoins |
| Remplacement de la colonne (Page 175) | Pendant la maintenance de routine planifiée ou selon nécessité |
| Remplacement du capteur de fuite de la colonne (Page 178) | Pendant la maintenance de routine planifiée ou selon les besoins |

8.10.2 Remplacement de la colonne

Les colonnes de Waters dotées d'une étiquette eConnect utilisent la technologie de communication en champ proche, ou NFC (pour Near-Field Communication), qui constitue une solution automatique d'identification et de suivi des colonnes HPLC et de leur historique d'utilisation. Pour garantir des données chromatographiques de haute qualité, remplacez la colonne une fois par an ou à chaque fois que vous constatez des problèmes de finesse de pic ou une perte de résolution.



Avertissement : Pour éviter toute contamination personnelle avec des composés toxiques ou présentant un risque biologique, portez des gants propres non poudrés résistants aux produits chimiques pendant l'exécution de cette procédure.



Avertissement : Pour éviter les blessures par brûlure, laissez la colonne refroidir pendant un laps de temps suffisant avant d'ouvrir la porte du compartiment. La colonne, le compartiment, la tubulure, les raccords et la garniture intérieure de la porte peuvent être chauds.

Pour démonter la colonne existante :

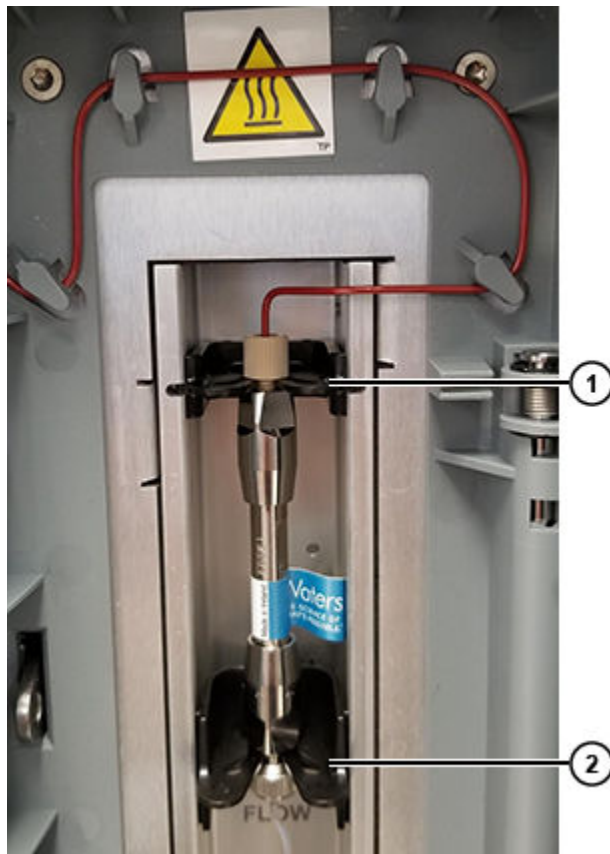
Si vous installez une colonne de marque Waters, cette procédure ne nécessite aucun outil. Vous pouvez facilement la remplacer grâce aux raccords et aux attaches de colonne.

1. Ouvrez la porte du compartiment des colonnes.

Remarque : Avant de déposer la colonne, vérifiez que la température du compartiment est suffisamment basse.

2. Retirez la colonne des deux attaches noires qui la maintiennent :
 - a. Repérez le raccord inférieur de la colonne, puis tirez la partie basse de la colonne pour la dégager de l'attache noire.
 - b. Retirez ensuite la partie haute de la colonne. En tenant la partie basse de la colonne d'une main, repérez le raccord supérieur. De l'autre main, tirez la partie haute de la colonne pour la dégager de l'attache noire.

Figure 8-67 : Retrait de la colonne hors des attaches noires



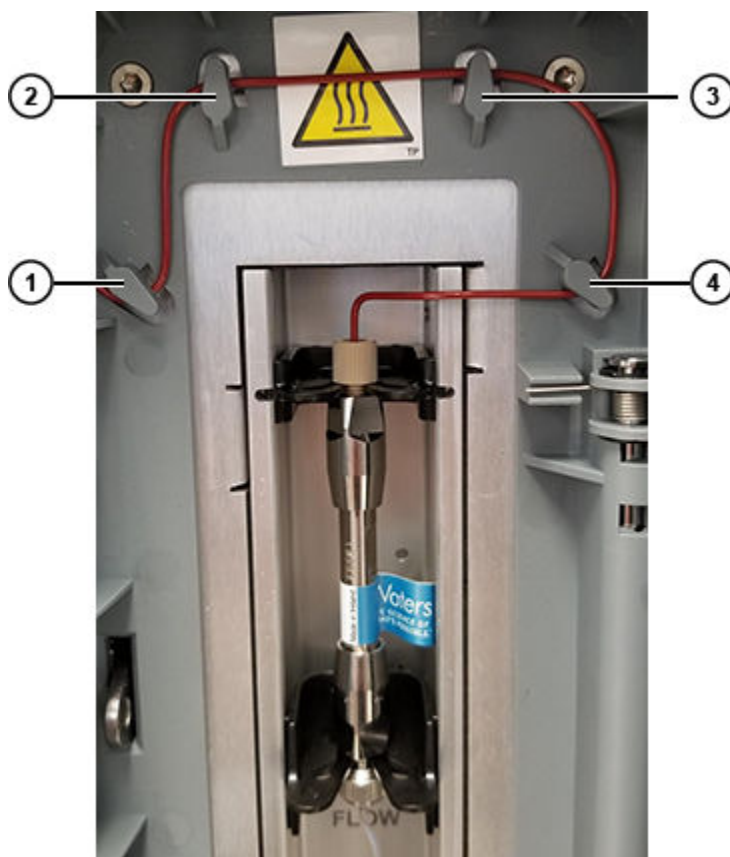
① Attache noire supérieure

② Attache noire inférieure

- c. Repérez les fixations qui maintiennent la tubulure en haut du compartiment des colonnes. Séparez ensuite la tubulure des fixations 2 à 4 uniquement.

Précision : La tubulure ne doit pas être séparée de la fixation 1, car cette dernière fixe la tubulure à un autre module qui doit rester relié.

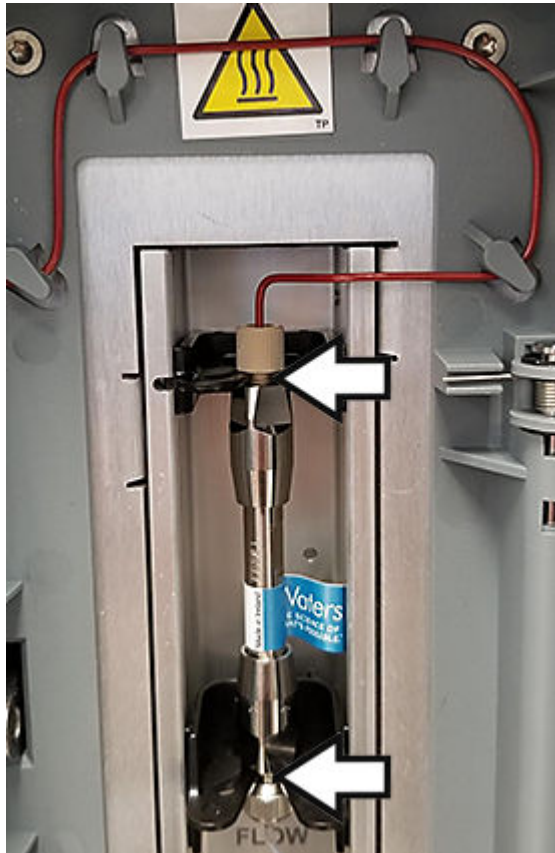
Figure 8–68 : Quatre attaches fixant la tubulure



- d. Dévissez le raccord situé sur la partie basse de la colonne et mettez-le de côté pour installer la nouvelle colonne.
- e. Dévissez le raccord situé sur la partie haute de la colonne et mettez-le de côté pour installer la nouvelle colonne. Suivez les étapes restantes pour installer la nouvelle colonne.
3. Retirez les bouchons de protection de la partie haute et de la partie basse de la nouvelle colonne, puis placez-les dans l’emballage d’expédition de la colonne en vue d’une utilisation ultérieure.
4. Orientez la colonne avec la sortie vers le haut (voir la flèche sur la colonne) et l’entrée vers le bas.
5. Vissez manuellement sur la colonne les raccords de l’entrée et de la sortie de la colonne que vous aviez mis de côté.
6. Si nécessaire, réglez l’attache de colonne inférieure par rapport à la taille de la nouvelle colonne.
7. Installez la tubulure en la faisant passer dans les fixations 2 à 4 situées en haut du compartiment des colonnes.

8. Insérez la colonne dans les attaches noires supérieure et inférieure de manière que ces dernières saisissent les filetages exposés du raccord.

Figure 8–69 : Installation de la colonne de rechange



9. Refermez la porte du compartiment des colonnes.

Remarque : Vérifiez que la tubulure se trouve à l'intérieur du compartiment avant de fermer la porte du compartiment des colonnes.

8.10.3 Remplacement du capteur de fuite du four à colonne

Les utilisateurs ou le personnel du Service Clients de Waters peuvent remplacer le capteur du four à colonne.



Avertissement : Respectez systématiquement les Bonnes Pratiques de Laboratoire, ou BPL, en particulier lors de la manipulation de substances dangereuses. Consultez les Fiches de Données de Sécurité des solvants utilisés. Obtenez en outre du responsable sécurité de votre entreprise les consignes relatives à l'utilisation et à la manipulation de telles substances.



Avertissement : Pour éviter toute contamination personnelle avec des composés toxiques ou présentant un risque biologique, portez des gants propres non poudrés résistants aux produits chimiques pendant l'exécution de cette procédure.



Avertissement : Pour éviter les blessures aux yeux, portez des lunettes de protection lorsque vous effectuez la procédure suivante.



Condition requise : Portez des gants propres, non poudrés et résistants aux produits chimiques lorsque vous effectuez la procédure suivante.

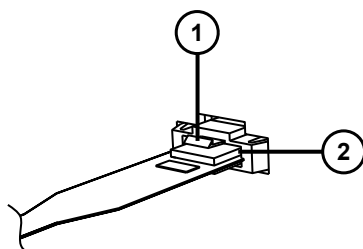
Outils et matériel nécessaires

- Gants non poudrés résistants aux produits chimiques
- Lunettes de sécurité
- Capteur de fuite de rechange

Pour remplacer le capteur de fuite :

1. Ouvrez la porte du compartiment des colonnes.
2. Appuyez sur la languette afin de détacher le connecteur du capteur de fuites de l'avant de l'appareil.

Figure 8-70 : Connecteur du capteur de fuites

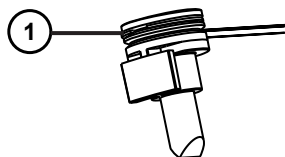


① Languette

② Connecteur du capteur de fuites

3. Retirez le capteur de fuites de son réservoir en le saisissant au niveau des dentelures et en le tirant vers le haut.

Figure 8-71 : Dentelures du capteur de fuites

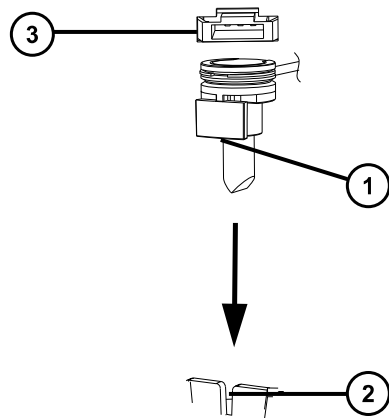


① Dentelures

4. Déballez le nouveau capteur de fuites.

5. Faites coïncider la barre en T du capteur de fuite avec l'encoche située sur le côté du réservoir du capteur. Insérez ensuite le capteur dans son logement.

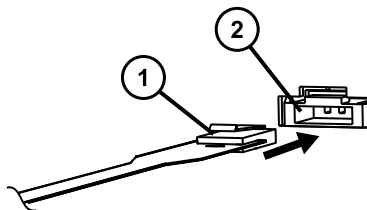
Figure 8–72 : Alignement de la barre en T avec l'encoche



- ① Barre en T
- ② Encoche dans le réservoir du capteur de fuite
- ③ Port du capteur de fuites à l'avant de l'appareil

6. Rebranchez le connecteur du capteur de fuite sur l'avant du dispositif.

Figure 8–73 : Fixation du connecteur du capteur de fuites



- ① Connecteur du capteur de fuites
- ② Port du capteur de fuites à l'avant de l'appareil

7. Refermez la porte du compartiment des colonnes.
8. Sur l'écran tactile, dans la vue [Commands \(Page 58\)](#) (Commandes), appuyez sur **Reset** (Réinitialiser).
9. Sur l'écran tactile, dans la vue [System \(Page 59\)](#) (Système), appuyez sur **Leak Sensors** (Capteurs de fuite), puis activez l'option **QSM Leak Sensor** (Capteur de fuite du module QSM).

9 Protocoles d'élimination

Les modules doivent être éliminés par le personnel de Waters ou par le client selon la juridiction locale.

9.1 Description des matériaux de fabrication

Pour obtenir une description détaillée des matériaux utilisés par Waters, consultez la page [Fiches de données de sécurité \(www.waters.com/SDS\)](#) sur waters.com.

9.2 Élimination des modules

Les modules doivent être éliminés par le personnel de Waters ou par le client selon la juridiction locale.

10 Considérations relatives aux solvants



Avertissement : Respectez systématiquement les Bonnes Pratiques de Laboratoire, ou BPL, en particulier lors de la manipulation de substances dangereuses. Consultez les Fiches de Données de Sécurité des solvants utilisés. Obtenez en outre du responsable sécurité de votre entreprise les consignes relatives à l'utilisation et à la manipulation de telles substances.

Consultez les rubriques ci-dessous en rapport avec les considérations nécessaires relatives aux solvants lorsque vous utilisez le Système Alliance iS HPLC :

- [Prévention de la contamination \(Page 182\)](#)
- [Qualité des solvants \(Page 182\)](#)
- [Préparation des solvants \(Page 184\)](#)
- [Recommandations relatives aux solvants \(Page 184\)](#)
- [Propriétés des solvants courants \(Page 193\)](#)
- [Miscibilité des solvants \(Page 194\)](#)
- [Stabilisants pour solvant \(Page 196\)](#)
- [Viscosité du solvant \(Page 197\)](#)
- [Sélection de la longueur d'onde \(Page 197\)](#)

10.1 Prévention de la contamination

Consultez le site Internet de Waters pour obtenir des ressources sur le contrôle de la contamination.

Pour plus d'informations concernant la prévention et l'élimination de la contamination, consultez le document *Controlling Contamination in LC/MS Systems (Contrôle de la contamination des systèmes LC/MS)*, référence 715001307FR sur le site Internet de Waters (www.waters.com).

10.2 Qualité des solvants

Pour des résultats optimaux, utilisez des solvants de qualité MS.

La condition minimale pour les solvants est une qualité HPLC. Filtrez les solvants sur une membrane appropriée.

Recommandation : Afin de vous assurer que le filtre est adapté aux solvants utilisés, suivez les recommandations du fabricant ou du vendeur du filtre.

10.2.1 Propreté des solvants

Waters souligne l'importance de toujours utiliser des solvants propres dans votre système.

Les solvants propres assurent des résultats reproductibles et permettent de réduire au minimum l'entretien du système.

Les solvants pollués peuvent causer une dérive et du bruit au niveau de la ligne de base du détecteur ; ils peuvent également boucher les filtres des réservoirs de solvant, les filtres d'entrée et les lignes capillaires.

10.2.2 Solvants tamponnés

Lorsque vous utilisez un tampon, choisissez des réactifs de bonne qualité et filtrez-les sur un filtre à membrane de 0,2 µm.

Recommandation : Pour empêcher la prolifération des micro-organismes, changez quotidiennement les phases mobiles aqueuses à 100 %.

Ajustez le pH des tampons aqueux. Filtrez ces derniers pour éliminer les matières insolubles puis mélangez-les avec des modificateurs organiques appropriés. Après avoir utilisé un tampon, éliminez-le de la pompe en effectuant un amorçage humide avec une quantité d'eau distillée ou déionisée de qualité HPLC équivalente à au moins 5 fois le volume du système.

! **Attention :** Lorsque vous utilisez le Système Alliance iS Bio HPLC à un pH supérieur à 10, veillez à utiliser le kit pour pH basique en option. Pour obtenir de l'aide, contactez Waters.

En cas d'arrêt de plus d'une journée, rincez la pompe avec un mélange méthanol (MeOH)/eau à 20 % afin d'éviter la prolifération de micro-organismes.

Voir également : Pour plus d'informations concernant la prévention de la contamination, consultez le document *Controlling Contamination in LC/MS Systems (Contrôle de la contamination des systèmes LC/MS)*, référence 715001307FR sur le site Internet de Waters (www.waters.com).

10.2.3 Eau

Utilisez uniquement de l'eau provenant d'un système de purification de haute qualité.

! **Note :** L'utilisation d'eau à 100 % peut provoquer une prolifération des micro-organismes. Waters recommande de changer les solutions aqueuses à 100 % tous les jours. L'ajout d'une petite quantité de solvant organique (~10 %) empêche la prolifération des micro-organismes.

Si l'eau fournie par le système n'est pas filtrée, filtrez-la sur une membrane de 0,2 µm.

10.3 Préparation des solvants

Une bonne préparation des solvants, et principalement leur filtration, permet de prévenir de nombreux problèmes de pompage.

Recommandation : Conservez les phases mobiles dans des réservoirs en verre borosilicaté de type 1, classe A², ou de type 3.3³. Utilisez de la verrerie teintée de couleur marron de qualité supérieure pour empêcher la prolifération de micro-organismes. Fermez vos flacons réservoirs avec du film aluminium ou des bouchons Waters.

10.4 Recommandations relatives aux solvants

Réviser les informations importantes concernant les solvants recommandés et non recommandés pour votre système.

Pour déterminer si vous pouvez utiliser des solvants non couverts par les rubriques ci-après sans altérer les performances des modules ou du système, contactez Waters ([Contacter Waters \(Page 16\)](#)).

- [Recommandations générales relatives aux solvants \(Page 184\)](#)
- [Consignes relatives au solvant de lavage \(Page 191\)](#)

10.4.1 Recommandations générales relatives aux solvants

Respectez toujours les recommandations générales de Waters relatives aux solvants.

- Pour empêcher la prolifération de micro-organismes, utilisez de la verrerie teintée de couleur marron de haute qualité.
- Filtrez les solvants à travers un filtre de 0,2 µm, ou utilisez des solvants préfiltrés. Les petites particules peuvent boucher de manière irréversible les lignes capillaires. La filtration des solvants améliore également le fonctionnement des clapets anti-retour.

10.4.1.1 Solvants recommandés

Consultez ci-dessous la liste des solvants recommandés par Waters pour votre système.

Nous vous recommandons d'utiliser les solvants suivants dans votre système :

- Acétonitrile, ou ACN
- Isopropanol, ou IPA
- Méthanol (MeOH)


Remarque : Le titane se corrode dans le méthanol anhydre. Vous pouvez éviter ce problème en ajoutant une petite quantité d'eau (environ 3 %). Une légère corrosion est possible avec de l'ammoniaque > 10 %.

- Eau


10.4.1.2 Solvants déconseillés

Consultez ci-dessous la liste des solvants déconseillés pour votre système.

Évitez les substances suivantes :

- Solvants halogénés :
 - Brome
 - Chlore
 - Fluor
 - Iode
-  **Avertissement** : Les peroxydes contaminant le THF peuvent spontanément causer des explosions destructrices si vous évaporez le THF partiellement ou à siccité.

Composés formant des peroxydes, tels que les éthers de qualité UV, le THF non stabilisé, le dioxane et l'éther diisopropylique. Si vous êtes obligé d'utiliser des composés formant des peroxydes, veillez à les filtrer sur de l'oxyde d'aluminium sec afin d'adsorber les peroxydes formés. Ne les laissez pas dans le système pendant plus de 24 heures.

- Solutions contenant de fortes concentrations, plus de 0,1 % en masse, d'agents complexants comme l'EDTA.
-  **Note** : La plage de fonctionnement standard de votre système en termes de pH est comprise entre 1,0 et 13,0. L'utilisation du système à un pH inférieur à 1,0 ou supérieur à 13,0 pendant des intervalles de temps significatifs peut entraîner une augmentation de l'usure des éléments du système non inclus dans les kits de maintenance préventive, et nécessiter une augmentation de la fréquence des mesures de maintenance préventive.

Acides forts et bases fortes

- Pour les acides forts, ne les utilisez qu'en faible concentration, sauf s'ils servent d'agents de nettoyage. Évitez d'utiliser les acides en tant que phases mobiles lorsque leur pH est inférieur à 1,0.
- Pour les bases fortes, utilisez-les uniquement en faible concentration. Évitez d'utiliser des bases fortes dans les phases mobiles dont le pH est supérieur à 10,0 ou, avec le kit de tubulures pour pH basique, supérieur à 12,0.
- Lorsque vous utilisez le Système Alliance iS Bio HPLC à un pH supérieur à 10, veillez à utiliser le kit pour pH basique en option. Pour obtenir de l'aide, contactez Waters.

10.4.1.2.1 Limitations des matériaux vis-à-vis des acides forts et des bases fortes

Les acides forts et bases fortes peuvent avoir des effets négatifs sur certains matériaux des tubulures, raccords et composants.

- Le polyétheréthercétone, ou PEEK, peut se dégrader dans les acides minéraux forts tels que les acides nitrique et sulfurique, en particulier en présence d'halogènes et de substances chimiques contenant des halogènes.
- Les capillaires de silice et leurs revêtements polyimide commencent à se dégrader à pH 8 ou plus.
- L'acier inoxydable peut être attaqué par certains acides en dessous de pH 2,3, en particulier en présence d'halogènes et de substances chimiques contenant des halogènes, ainsi que d'acides minéraux forts comme les acides nitrique et sulfurique. L'acier inoxydable peut également se dégrader sous l'effet des acides organiques dans les solvants organiques.
- Les cellules de détection en quartz peuvent voir leur durée de vie raccourcie en présence d'un pH supérieur à 12.
- Le polyimide utilisé dans le siège de l'aiguille est stable dans une plage de pH comprise entre 1 et 10 et dans la plupart des solvants organiques. Il se dégrade en présence d'acides minéraux concentrés, comme l'acide sulfurique, et en présence d'acide acétique glacial. Il se dégrade également en cas de conditions basiques supérieures à la normale, en particulier en présence d'ammoniac ou de sels d'ammonium ou d'acétates.
- Pour maintenir des performances optimales, il est recommandé d'inspecter périodiquement et, si nécessaire, de remplacer tous les composants concernés. En outre, lorsque vous utilisez le Système Alliance iS Bio HPLC à un pH supérieur à 10, veillez à utiliser le kit pour pH basique en option. Pour obtenir de l'aide, contactez Waters.

10.4.1.3 Recommandations relatives aux solvants pour le système

Suivez ces recommandations applicables au niveau du système de Waters pour le choix des solvants.



Avertissement : Pour éviter toute contamination individuelle par des substances toxiques, corrosives ou présentant un risque biologique, prenez connaissance des dangers associés à leur manipulation.


Des recommandations relatives à l'utilisation et la manipulation appropriées de ces substances sont fournies dans la dernière édition du document *Prudent Practices in the Laboratory: Handling and Management of Chemical Hazards (Pratiques de prudence en laboratoire : manutention et gestion des risques chimiques)* du National Research Council.

Pour éviter les blessures lors de la manipulation de matières dangereuses, consultez les Fiches de Données de Sécurité des solvants utilisés. Obtenez en outre du responsable sécurité de votre entreprise les consignes relatives à l'utilisation et à la manipulation de telles substances et appliquez les bonnes pratiques de laboratoire.

Pour obtenir les procédures de nettoyage et de rinçage recommandées pour votre système, contactez Waters.

Voir également : les procédures de nettoyage figurant dans le document *Controlling Contamination in LC/MS Systems (Contrôle de la contamination des systèmes LC/MS)*, référence 715001307FR sur le site Internet de Waters (www.waters.com).

Waters émet les recommandations générales suivantes pour votre système :

-  **Avertissement :** Les peroxydes contaminant le THF peuvent spontanément causer des explosions destructrices si vous évaporez le THF partiellement ou à siccité.

Important : Si vous utilisez l'un des solvants suivants, vous devez installer un kit de compatibilité hexane/THF. Consultez la rubrique [Kits de compatibilité hexane/THF de Waters \(Page 189\)](#). Lors de l'utilisation d'hexane ou de THF, réduisez l'utilisation d'éléments en PEEK en remplaçant les tubulures en PEEK par des tubulures en acier inoxydable ou en MP35N.

Vous pouvez utiliser les solvants suivants comme phase mobile dans votre système :

- Acétone
- Acétate d'éthyle
- Hexane
- THF

Remarque : Toutefois, comme de nombreux solvants non aqueux, les solvants de la liste qui précède peuvent raccourcir la durée de vie du système et des modules par rapport aux solvants typiquement utilisés pour la chromatographie en phase inverse.

- Lors de l'utilisation de THF non stabilisé, assurez-vous que le solvant est fraîchement préparé. Si le flacon a été ouvert auparavant, il contient des impuretés (peroxydes) qui causent une dérive de la ligne de base du détecteur.

Important : L'utilisation de l'acide méthylsulfonique est déconseillée dans ce système.

- Vous pouvez utiliser les solvants ci-après en dilutions faibles (inférieures à 10 % en volume) comme diluants d'échantillons :
 - Chloroforme
 - Solvants halogénés
 - Dichlorométhane
 - Toluène
- Étant donné qu'ils servent de supports pour la prolifération des micro-organismes, les solvants aqueux ne doivent pas demeurer dans le système lorsque celui-ci est éteint. Les micro-organismes peuvent boucher les filtres et les lignes capillaires du système. Pour éviter leur prolifération, ajoutez au minimum 10 % de solvant organique, ACN ou MeOH par exemple.

Remarque : Le titane se corrode dans le méthanol anhydre. Vous pouvez éviter ce problème en ajoutant une petite quantité d'eau (environ 3 %). Une légère corrosion est possible avec de l'ammoniaque > 10 %. Si vous utilisez un Système Alliance iS Bio HPLC, vous pouvez retirer les plongeurs de filtre en titane (le système perd sa protection de première ligne contre les particules) ou les remplacer par des plongeurs en acier inoxydable si les facteurs de biocompatibilité n'affectent pas votre analyse.

- Pour déterminer si une méthode spécifique peut être utilisée avec les modules de vos systèmes, contactez votre interlocuteur technique Waters ou le service local de support technique.

10.4.1.3.1 Recommandations relatives aux solvants pour le module fluide intégré (IFM)

Pour optimiser les performances globales sans influencer négativement sur le matériel du module d'injection et de la pompe, respectez certaines recommandations relatives aux solvants.

Le bloc Module fluide intégré (IFM) fait référence à la zone du châssis du système Alliance iS qui abrite le module d'injection et la pompe.

Pour obtenir des recommandations détaillées relatives aux composants du module IFM, consultez les sections suivantes :

- [Recommandations relatives aux solvants pour le module d'injection \(Page 188\)](#)
- [Recommandations relatives aux solvants pour la pompe \(Page 188\)](#)

10.4.1.3.2 Recommandations relatives aux solvants pour le module d'injection

Respectez ces recommandations relatives aux solvants spécifiques pour le module d'injection.

- N'utilisez pas de solutions tampons pour rincer les aiguilles. Vous pouvez utiliser des acides et des bases.
- Le système accepte les diluants organiques courants tels que le DMF et le DMSO.

10.4.1.3.3 Recommandations relatives aux solvants pour la pompe

Respectez ces recommandations relatives aux solvants spécifiques pour la pompe.

- **!** **Note :** Pour éviter d'endommager et d'obstruer des éléments du circuit fluide de lavage et de purge, Waters recommande de ne pas utiliser des tampons non volatils ou des additifs comme solvants de lavage.

L'IPA et les solvants organiques constituent des solvants efficaces de lavage des joints pour les séparations en phase normale employant une phase mobile de polarité intermédiaire, comme l'hexane ou le THF. Lorsque vous utilisez des tampons et sels non volatils, réduisez l'intervalle relatif aux solvants de lavage des joints. Consultez la section [Recommandation relative aux solvants de lavage \(Page 192\)](#) pour plus d'informations sur l'utilisation des solutions tampons non volatils.

- Le système de lavage des joints des pistons ne doit jamais se trouver à sec, en particulier lors de séparations utilisant une phase mobile polaire.

- Vérifiez que la phase mobile est entièrement soluble et compatible avec tous les solvants utilisés dans le système. Consultez la section [Consignes relatives au solvant de lavage \(Page 191\)](#).
- Pour les applications en phase inverse, utilisez des solutions aqueuses contenant un composé organique faible, par exemple un mélange MeOH/eau 1:9, en tant que solutions de lavage des joints des pistons.

10.4.1.3.4 Recommandation relative aux solvants pour le détecteur

Respectez cette recommandation relative aux solvants spécifique pour le détecteur.

Pour transporter une cellule de détection à une température inférieure à 5 °C, remplissez-la d'alcool.

10.4.1.4 Autres solvants

Cette liste comprend les solvants qui peuvent être utilisés dans votre système après l'installation d'un kit de compatibilité de Waters.

Remarque : Sans le kit de compatibilité approprié, ces solvants risquent de réduire la durée de vie de l'équipement. Si vous prévoyez d'utiliser en routine des solvants de cette liste, nous vous recommandons d'installer le kit de compatibilité hexane/tétrahydrofurane (THF) de Waters correspondant à votre système.

Voir : [Kits de compatibilité hexane/THF de Waters \(Page 189\)](#)

- Acétone
- Acétate d'éthyle
- Hexane
- THF

Voir également : [Recommandations relatives aux solvants pour le système \(Page 186\)](#)

Lorsque vous changez de solvants, tenez compte de leur polarité. Si vous passez de solvants polaires à des solvants non polaires, ou inversement, rincez le système avec un solvant miscible et compatible, tels que de l'IPA.

10.4.1.4.1 Kits de compatibilité hexane/THF de Waters

Un kit de compatibilité hexane/THF de Waters peut être installé sur les systèmes adéquats.

Les kits de compatibilité hexane/THF de Waters sont destinés aux utilisateurs qui doivent utiliser leur système avec certains solvants (voir la rubrique [Autres solvants \(Page 189\)](#)) ou une combinaison de ces solvants, à des concentrations et pressions élevées.

Remarque : Pour connaître le numéro de référence du kit de compatibilité hexane/THF correspondant à votre système, contactez Waters. Consultez la rubrique [.Contacter Waters \(Page 16\)](#).

10.4.1.5 Additifs/modificateurs

Consultez la liste ci-dessous pour connaître les additifs et modificateurs, ainsi que leurs quantités spécifiques, pouvant être utilisés dans votre système.

- Acide acétique, jusqu'à 0,3 % en volume
- Acétate d'ammonium, jusqu'à 50 mM
- Bicarbonate d'ammonium, jusqu'à 10 mM
- Hydroxyde d'ammonium, jusqu'à 50 mM
- Acide éthylènediaminetétraacétique, ou EDTA, jusqu'à 0,1 % en masse
- Acide formique, jusqu'à 0,2 % en volume



Avertissement : Pour éviter d'endommager les modules et empêcher tout contact avec des substances corrosives présentes sur les modules sensibles à l'hexafluoroisopropanol, ou HFIP, ne mélangez pas de HFIP aux solvants de lavage.

HFIP pour les analyses d'oligonucléotides, solutions aqueuses à 1-4 %

- Acide heptafluorobutyrique, jusqu'à 0,1 % en volume
- Tampon phosphate, jusqu'à 10 mM
- Triéthylamine, ou TEA, jusqu'à 0,1 % en volume
- Acide trifluoroacétique, ou TFA, jusqu'à 0,1 % en volume

10.4.1.6 Diluants de l'échantillon

Consultez la liste ci-dessous pour connaître les diluants d'échantillon pouvant être utilisés dans votre système.

- ACN
- Mélanges ACN/eau
- Chloroforme
- Diméthylsulfoxyde, ou DMSO
- Diméthylformamide, ou DMF
- IPA
- Isooctane
- MeOH
- Mélanges MeOH/eau
- Dichlorométhane
- Eau

10.4.1.7 Agents de nettoyage

Vous pouvez utiliser les agents de nettoyage suivants dans le système.

Remarque : Les agents de nettoyage nécessitent un temps de contact court (moins de 30 minutes) lors du rinçage des instruments.

- Acide formique, de concentration inférieure ou égale à 30 %
- Acide phosphorique, de concentration inférieure ou égale à 30 %
- Hydroxyde de sodium, de concentration inférieure ou égale à 1 M

Voir également : les procédures de nettoyage figurant dans le document *Controlling Contamination in LC/MS Systems (Contrôle de la contamination des systèmes LC/MS)*, référence 715001307FR sur le site Internet de Waters (www.waters.com).

10.4.2 Consignes relatives au solvant de lavage

Pour réduire le risque de contamination inter-échantillons, respectez les recommandations relatives aux solvants de lavage.

Les solvants de lavage nettoient l'aiguille de prélèvement de l'échantillon entre les injections et éliminent les traces de l'échantillon précédent. Ils sont généralement plus forts que la phase mobile isocratique d'une application et souvent aussi forts, voire plus, que la phase mobile finale en cas de séparation par gradient. Comme ils ne doivent pas être injectés dans une colonne, toute considération chromatographique est donc inutile pour déterminer le solvant de lavage approprié, quelle que soit l'application pratique.

Pour des performances optimales, suivez les consignes ci-après lorsque vous sélectionnez les solvants de lavage. Le non-respect de ces recommandations peut augmenter le risque de contamination inter-échantillons. Toutefois, les directives n'interdisent pas toutes les autres combinaisons de solvants, mais celles-ci vous exposent à une perte de performances et à une modification des paramètres d'injection.

- **Note :** Pour éviter d'endommager et d'obstruer des éléments du circuit fluide de lavage et de purge, Waters recommande de ne pas utiliser des tampons non volatils ou des additifs comme solvants de lavage.

Voir également : la section [Recommandations relatives aux solvants de lavage \(Page 192\)](#) pour obtenir des détails sur la recommandation de Waters concernant les solutions tampons non volatiles.

- **Important :** Les solvants de lavage doivent être compatibles et miscibles avec la phase mobile de l'application et les composés de l'échantillon. Ils doivent également être totalement solubles dans la phase mobile et l'échantillon, et ils ne doivent pas provoquer de précipitation.

Sélectionnez les solvants de lavage en fonction des chimies de l'échantillon et de la phase mobile de votre application.

- Les solvants de lavage doivent être suffisamment forts pour dissoudre facilement l'échantillon et maintenir la solubilité par la suite.
- Pour les applications de chromatographie en phase inverse aqueuse tamponnée, un solvant de lavage à forte concentration en solvant organique est généralement utilisé, comme une solution à 80-100 % d'ACN ou de MeOH avec le reste constitué d'eau.

Remarque : Le titane se corrode dans le méthanol anhydre. Vous pouvez éviter ce problème en ajoutant une petite quantité d'eau (environ 3 %). Une légère corrosion est possible avec de l'ammoniaque > 10 %. Si vous utilisez un Système Alliance iS Bio HPLC, vous pouvez retirer les plongeurs de filtre en titane (le système perd sa protection de première ligne contre les particules) ou les remplacer par des plongeurs en acier inoxydable si les facteurs de biocompatibilité n'affectent pas votre analyse.

10.4.2.1 Recommandations relatives aux solvants de lavage

Pour que le système reste en bon état et conserve ses performances globales, suivez ces recommandations relatives aux solvants de lavage.

L'utilisation de solutions tampons non volatiles à base de sels solides dans les solvants de lavage est autorisée à une concentration limitée. En général, cela n'est toutefois pas recommandé.

Les solutions tampon à base de sels solides peuvent sécher et laisser un résidu de sel susceptible de rayer les surfaces d'étanchéité, de boucher les tuyaux et d'endommager la pompe de lavage. Certaines applications contrôlent le pH pour améliorer la solubilité de l'échantillon, ce qui se traduit par une meilleure finesse de pics et des pics plus étroits lors de l'élution. Plus l'échantillon est soluble dans la phase mobile, moins ses composés risquent d'adhérer aux surfaces, telles que la phase stationnaire ou l'aiguille. Si le contrôle du pH est important pour les performances de séparation, tenez-en compte lors de la détermination de la composition du solvant de lavage. Par exemple, si un acide (pH faible) est nécessaire pour maintenir l'échantillon en solution pendant la séparation, il s'agit sûrement d'un composant requis dans le solvant de lavage, nécessaire pour dissoudre l'échantillon adhérent à la surface de l'aiguille et pour rincer la station de lavage.

! **Attention :** Lorsque vous utilisez le Système Alliance iS Bio HPLC à un pH supérieur à 10, veillez à utiliser le kit pour pH basique en option. Pour obtenir de l'aide, contactez Waters.

10.4.2.2 Utilisations facultatives des solvants de lavage

Vous avez la possibilité d'utiliser les solvants de lavage à ces fins supplémentaires.

- Par défaut, le système lave l'extérieur de l'aiguille de prélèvement de l'échantillon après une injection, mais vous pouvez également utiliser les solvants de lavage dans une procédure facultative qui nettoie l'extérieur de l'aiguille avant ou après une injection.

Voir également : la section [Système de lavage \(Page 52\)](#) pour obtenir une description plus détaillée du procédé de nettoyage de l'aiguille par défaut.

- Vous pouvez choisir d'amorcer le système de lavage avec des solvants de lavage pour vérifier que le débit dans la tubulure d'évacuation est correct et pour confirmer que le système de lavage fonctionne correctement.

10.5 Propriétés des solvants courants

Consultez le tableau ci-dessous pour voir les propriétés des solvants couramment utilisés en chromatographie.

Tableau 10–1 : Propriétés des solvants courants

| Solvant | Pression de vapeur en mm Hg (Torr) | Température d'ébullition (°C) | Point d'éclair (°C) |
|------------------------------|------------------------------------|-------------------------------|---------------------|
| ACN | 88,8 à 25 °C | 81,6 | 6 |
| Acétone | 184,5 à 20 °C | 56,29 | -20 |
| Acétate de <i>n</i> -butyle | 7,8 à 20 °C | 126,11 | 22 |
| <i>n</i> -butanol | 4,4 à 20 °C | 117,5 | 37 |
| Chlorure de <i>n</i> -butyle | 80,1 à 20 °C | 78,44 | -9 |
| Chlorobenzène | 8,8 à 20 °C | 131,69 | 28 |
| Chloroforme | 158,4 à 20 °C | 61,15 | Sans objet |
| Cyclohexane | 77,5 à 20 °C | 80,72 | -20 |
| Cyclopentane | 400 à 20 °C | 49,26 | -7 |
| Diméthylacétamide, ou DMAC | 1,3 à 25 °C | 166,1 | 70 |
| DMF | 2,7 à 20 °C | 153,0 | 58 |
| DMSO | 0,6 à 25 °C | 189,0 | 88 |
| <i>o</i> -dichlorobenzène | 1,2 à 20 °C | 180,48 | 66 |
| Dichlorométhane | 350 à 20 °C | 39,75 | Sans objet |
| 1, 4-dioxane | 29 à 20 °C | 101,32 | 12 |
| Acétate d'éthyle | 73 à 20 °C | 77,11 | -4 |
| Éthanol | 43,9 à 20 °C | 78,32 | 15 |
| Éther éthylique | 442 à 20 °C | 34,55 | -45 |
| Dichlorure d'éthylène | 83,35 à 20 °C | 83,48 | 13 |
| Heptane | 35,5 à 20 °C | 98,43 | -4 |
| Hexane | 124 à 20 °C | 68,7 | -22 |

Tableau 10–1 : Propriétés des solvants courants (suite)

| Solvant | Pression de vapeur en mm Hg (Torr) | Température d'ébullition (°C) | Point d'éclair (°C) |
|-----------------------------------|------------------------------------|-------------------------------|---------------------|
| IPA | 32,4 à 20 °C | 82,26 | 12 |
| Isooctane | 41 à 20 °C | 99,24 | -12 |
| Isobutanol | 8,8 à 20 °C | 107,7 | 28 |
| Myristate d'isopropyle | < 1 à 20 °C | 182,6 | 164 |
| MeOH | 97 à 20 °C | 64,7 | 11 |
| <i>t</i> -butylméthyléther (tBME) | 240 à 20 °C | 55,2 | -28 |
| Méthyléthylcétone | 74 à 20 °C | 79,64 | -9 |
| Méthylisobutylcétone | 16 à 20 °C | 117,4 | 18 |
| <i>N</i> -méthylpyrrolidone | 0.33 à 25 °C | 202,0 | 86 |
| Pentane | 420 à 20 °C | 36,07 | -49 |
| <i>n</i> -propanol | 15 à 20 °C | 97,2 | 23 |
| Carbonate de propylène | Sans objet | 241,7 | 135 |
| Pyridine | 18 à 25 °C | 115,25 | 20 |
| TEA | 57 à 25 °C | 89,5 | -9 |
| TFA | 97,5 à 20 °C | 71,8 | -3 |
| THF | 142 à 20 °C | 66,0 | -14 |
| Toluène | 28,5 à 20 °C | 110,62 | 4 |
| 1,2,4-trichlorobenzène | 1 à 20 °C | 213,5 | 106 |
| Eau | 17,54 à 20 °C | 100,0 | Sans objet |
| <i>o</i> -xylène | 6 à 20 °C | 144,41 | 17 |

10.6 Miscibilité des solvants

Avant de remplacer les solvants, consultez le tableau ci-dessous pour connaître leur miscibilité.

Prenez connaissance des effets et recommandations qui suivent :

- La température influence la miscibilité des solvants. Si vous exécutez une application à température élevée, prenez en compte l'effet de cette température sur la solubilité des solvants.
- Les tampons dissous dans l'eau peuvent précipiter lorsqu'ils sont mélangés avec des solvants organiques.

- Le passage d'un solvant miscible à un autre peut être effectué directement. Les changements impliquant deux solvants partiellement miscibles (par exemple, chloroforme et eau) nécessitent un solvant intermédiaire tel que le *n*-propanol.
- Lors du remplacement d'une solution tampon forte par un solvant organique, rincez abondamment le système avec de l'eau distillée avant d'y injecter le solvant organique.

Remarque : Le seuil λ correspond à la longueur d'onde à laquelle l'absorbance du solvant est égale à 1 AU.

Tableau 10–2 : Miscibilité des solvants

| Solvant | Indice de polarité | Viscosité cP, à 20 °C et 1 atm | Température d'ébullition en °C, à 1 atm | Indice de miscibilité (M) | λ minimale, en nm |
|-------------------|--------------------|--------------------------------|---|---------------------------|---------------------------|
| ACN | 6,2 | 0,37 | 81,6 | 11, 17 | 190 |
| Acide acétique | 6,2 | 1,26 | 117,9 | 14 | Sans objet |
| Acétone | 5,4 | 0,32 | 56,3 | 15, 17 | 330 |
| Alcool benzylique | 5,5 | 5,80 | 205,5 | 13 | Sans objet |
| DMF | 6,4 | 0,90 | 153,0 | 12 | Sans objet |
| DMSO | 6,5 | 2,24 | 189,0 | 9 | Sans objet |
| Éthanol | 5,2 | 1,20 | 78,3 | 14 | 210 |
| <i>n</i> -hexane | 0,0 | 0,313 | 68,7 | 29 | Sans objet |
| MeOH | 6,6 | 0,60 | 64,7 | 12 | 210 |
| Méthoxyéthanol | 5,7 | 1,72 | 124,6 | 13 | Sans objet |
| Propan-1-ol | 4,3 | 2,30 | 97,2 | 15 | 210 |
| Propan-2-ol | 4,3 | 2,35 | 117,7 | 15 | Sans objet |
| THF | 4,2 | 0,55 | 66,0 | 17 | 220 |
| Triéthylamine | 1,8 | 0,38 | 89,5 | 26 | Sans objet |
| Eau | 9,0 | 1,00 | 100,0 | Sans objet | Sans objet |

10.6.1 Utilisation des indices de miscibilité

Les indices de miscibilité permettent de prévoir la miscibilité d'un liquide avec un solvant standard.

Pour prévoir la miscibilité de deux liquides, soustrayez le plus petit indice de miscibilité, ou indice M, au plus grand.

- Si la différence entre les deux paramètres est inférieure ou égale à 15, les deux liquides sont miscibles en toutes proportions à 15 °C.
- Une différence de 16 indique une température critique de la solution située entre 25 °C et 75 °C, 50 °C étant la température optimale.
- Lorsque la différence est supérieure ou égale à 17, les liquides ne sont pas miscibles ou leur température critique de solution est supérieure à 75 °C.

Quelques solvants sont notoirement non miscibles avec les solvants situés aux extrémités de l'échelle de lipophilie. Un double indice M a été attribué à ces solvants.

- Le premier indice, toujours inférieur à 16, indique le degré de miscibilité avec les solvants hautement lipophiles.
- Le second s'applique à l'autre extrémité de l'échelle. Une forte différence entre les deux indices indique un domaine de miscibilité restreint.

Par exemple, certains fluorocarbones ne sont miscibles avec aucun des solvants standard et possèdent des indices M de 0 et 32. Deux liquides ayant chacun deux indices de miscibilité sont habituellement miscibles l'un à l'autre.

L'indice M d'un liquide est déterminé en le soumettant à des tests de miscibilité avec une gamme de solvants standard. Un terme de correction de 15 unités est soit ajouté, soit retranché, de la valeur pour laquelle la miscibilité n'est plus atteinte.

10.7 Stabilisants pour solvant

Des stabilisants pour solvant sont ajoutés pour ralentir, voire stopper, la dégradation du solvant.



Avertissement : Certains solvants se dégradent ou perdent de leur stabilité au fil du temps. Les solvants très instables présentent un risque d'explosion potentiel.



Note : Ne laissez pas les solvants contenant des stabilisants comme, par exemple, le THF contenant de l'hydroxytoluène butylé, ou BHT, sécher dans le circuit fluide du système. Le stabilisant résiduel est susceptible de contaminer les circuits fluidiques asséchés, tels que la cellule de détection du détecteur. Il faut par conséquent procéder à un nettoyage beaucoup plus poussé pour retrouver les conditions de propreté initiales.

10.8 Viscosité du solvant

En chromatographie avec gradient, les changements de viscosité survenant lorsque les solvants sont mélangés dans des proportions variables peuvent entraîner des changements de pression au cours de l'analyse.

Bien que la viscosité n'entre généralement pas en ligne de compte lorsque vous n'utilisez qu'un seul solvant ou que ce dernier est à basse pression, observez la pression tout au long de l'analyse si vous ne savez pas dans quelle mesure les variations de pression influencent l'analyse.

10.9 Sélection de la longueur d'onde

Consultez les tableaux ci-dessous pour connaître les seuils d'absorbance des solvants courants et des mélanges de phases mobiles.

- [Seuils d'absorbance des solvants courants \(Page 197\)](#)
- [Seuils d'absorbance des mélanges de phases mobiles \(Page 198\)](#)

10.9.1 Seuils d'absorbance des solvants courants

Consultez le tableau ci-dessous pour connaître les seuils d'absorbance des solvants les plus courants.

Remarques :

- Le seuil λ , ou seuil UV, correspond à la longueur d'onde à laquelle l'absorbance du solvant est égale à 1 UA.
- Procéder à la détection à une longueur d'onde proche ou inférieure à cette limite augmente le bruit de la ligne de base en raison de l'absorbance du solvant.

Tableau 10–3 : Seuils d'absorbance des solvants courants

| Solvant | λ minimale, en nm |
|---------------------|---------------------------|
| ACN | 190 |
| Acétone | 330 |
| Diéthylamine | 275 |
| Éthanol | 210 |
| IPA | 205 |
| Éther isopropylique | 220 |
| MeOH | 205 |
| <i>n</i> -Propanol | 210 |

Tableau 10–3 : Seuils d'absorbance des solvants courants (suite)

| Solvant | λ minimale, en nm |
|---------|---------------------------|
| THF | 230 |

10.9.2 Seuils d'absorbance des mélanges de phases mobiles

Consultez le tableau ci-dessous pour connaître les seuils d'absorbance approximatifs des solvants, tampons, détergents et phases mobiles.

Les concentrations de solvant représentées sont celles les plus fréquemment utilisées. Pour travailler avec des concentrations différentes, il est possible, avec la loi de Beer, de déterminer une absorbance approximative ; elle est proportionnelle à la concentration.

Remarques :

- Le seuil λ , ou seuil UV, correspond à la longueur d'onde à laquelle l'absorbance du solvant est égale à 1 UA.
- Procéder à la détection à une longueur d'onde proche ou inférieure à cette limite augmente le bruit de la ligne de base en raison de l'absorbance du solvant.

Tableau 10–4 : Limites de longueur d'onde pour diverses phases mobiles

| Phase mobile | λ minimale, en nm |
|---|---------------------------|
| Acide acétique, 1 % | 230 |
| Acétate d'ammonium, 10 mM | 205 |
| Bicarbonate d'ammonium, 10 mM | 190 |
| 3-[(3-cholamidopropyl)-diméthylammonio]-1-propanesulfonate (CHAPS), 0,1 % | 215 |
| Phosphate de diammonium, 50 mM | 205 |
| EDTA disodique, 1 mM | 190 |
| Acide 4-(2-hydroxyéthyl)-1-pipérazine-éthanesulfonique (HEPES), 10 mM, pH 7,6 | 225 |
| Acide chlorhydrique, 0,1 % | 190 |
| Acide 2-(N-morpholino)éthanesulfonique (MES), 10 mM, pH 6,0 | 215 |
| 4-octylphénol polyéthoxylate (Triton X-100), 0,1 % | 240 |
| Éther laurique de polyoxyéthylène 35 (Brij 35), 0,1 % | 190 |
| Phosphate de potassium, dibasique, 10 mM | 190 |

Tableau 10–4 : Limites de longueur d’onde pour diverses phases mobiles (suite)

| Phase mobile | λ minimale, en nm |
|--|---|
| Phosphate de potassium, monobasique, 10 mM | 190 |
| Acétate de sodium, 10 mM | 205 |
| Chlorure de sodium, 1 M | 207 |
| Citrate de sodium, 10 mM | 225 |
| Dodécyle sulfate de sodium, 0,1 % | 190 |
| Formiate de sodium, 10 mM | 200 |
| Triéthylamine, 1 % | 235 |
| Acide trifluoroacétique, 0,1 % | 190 |
| Chlorhydrate de tris(hydroxyméthyl)aminométhane (Tris HCl), 20 mM, pH 7,0 | 202 |
| Tris HCl, 20 mM, pH 8,0 | 212 |
| Réactif A PIC (chromatographie d'appariement d'ions) de Waters, 1 flacon/litre | 200 |
| Réactif B-6 PIC de Waters, 1 flacon/L | 225 |
| Réactif B-6 PIC de Waters, faible UV, 1 flacon/L | 190 |
| Réactif D-4 PIC de Waters, 1 flacon/L | 190 |

10.9.2.1 Absorbance de la phase mobile

Consultez le tableau ci-dessous pour connaître les absorbances, à différentes longueurs d'onde, des phases mobiles les plus utilisées.

Pour réduire le bruit de la ligne de base, choisissez soigneusement la phase mobile.

La phase mobile idéale est celle qui est transparente aux longueurs d'onde de détection sélectionnées. Avec une telle phase mobile, assurez-vous que toute absorbance est due uniquement à l'échantillon. L'absorbance par la phase mobile réduit également la plage dynamique linéaire du détecteur d'une valeur équivalente à la quantité d'absorbance annulée par la fonction de mise à zéro. La longueur d'onde, le pH ainsi que la concentration de la phase mobile affectent également son absorbance. Des exemples de phases mobiles sont proposés dans le tableau suivant, où les absorbances sont calculées d'après une longueur de tubulure de 10 mm.

Remarque : Lors de l'utilisation de solvants en phase normale, installez le kit de conversion hexane/THF de Waters correspondant à votre système. Consultez la rubrique [Kits de compatibilité hexane/THF de Waters \(Page 189\)](#).

! **Attention :** Lorsque vous utilisez le Système Alliance iS Bio HPLC à un pH supérieur à 10, veillez à utiliser le kit pour pH basique en option. Pour obtenir de l'aide, contactez Waters.

Tableau 10–5 : Mesure de l'absorbance d'une phase mobile par rapport à l'air ou à l'eau

| Phase mobile | Absorbance, en AU, à une longueur d'onde donnée, en nm | | | | | | | | | |
|----------------------------|--|------|------|------|------|--------|------------|------------|------------|------------|
| | 200 | 205 | 210 | 215 | 220 | 230 | 240 | 250 | 260 | 280 |
| Solvants | | | | | | | | | | |
| ACN | 0,05 | 0,03 | 0,02 | 0,01 | 0,01 | < 0,01 | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet |
| IPA | 1,80 | 0,68 | 0,34 | 0,24 | 0,19 | 0,08 | 0,04 | 0,03 | 0,02 | 0,02 |
| MeOH (dégazé) | 1,91 | 0,76 | 0,35 | 0,21 | 0,15 | 0,06 | 0,02 | < 0,01 | Sans objet | Sans objet |
| MeOH (non dégazé) | 2,06 | 1,00 | 0,53 | 0,37 | 0,24 | 0,11 | 0,05 | 0,02 | < 0,01 | Sans objet |
| THF non stabilisé (frais) | 2,44 | 2,57 | 2,31 | 1,80 | 1,54 | 0,94 | 0,42 | 0,21 | 0,09 | 0,05 |
| THF non stabilisé (ancien) | >2,5 | >2,5 | >2,5 | >2,5 | >2,5 | >2,5 | >2,5 | >2,5 | 2,5 | 1,45 |

Tableau 10–5 : Mesure de l'absorbance d'une phase mobile par rapport à l'air ou à l'eau (suite)

| Phase mobile | Absorbance, en AU, à une longueur d'onde donnée, en nm | | | | | | | | | |
|--------------------------------|--|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|
| | 200 | 205 | 210 | 215 | 220 | 230 | 240 | 250 | 260 | 280 |
| Acides et bases | | | | | | | | | | |
| Acide acétique, 1 % | 2,61 | 2,63 | 2,61 | 2,43 | 2,17 | 0,87 | 0,14 | 0,01 | < 0,01 | Sans objet |
| Phosphate de diammonium, 50 mM | 1,85 | 0,67 | 0,15 | 0,02 | < 0,01 | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet |
| EDTA disodique, 1 mM | 0,11 | 0,07 | 0,06 | 0,04 | 0,03 | 0,03 | 0,02 | 0,02 | 0,02 | 0,02 |
| Acide chlorhydrique, 0,1 % | 0,11 | 0,02 | < 0,01 | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet |
| Acide phosphorique, 0,1 % | < 0,01 | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet |
| Triéthylamine, 1 % | 2,33 | 2,42 | 2,50 | 2,45 | 2,37 | 1,96 | 0,50 | 0,12 | 0,04 | < 0,01 |
| Acide trifluoroacétique, 0,1 % | 1,20 | 0,78 | 0,54 | 0,34 | 0,22 | 0,06 | < 0,02 | < 0,01 | Sans objet | Sans objet |
| Tampons et sels | | | | | | | | | | |
| Acétate d'ammonium, 10 mM | 1,88 | 0,94 | 0,53 | 0,29 | 0,15 | 0,02 | < 0,01 | Sans objet | Sans objet | Sans objet |
| Bicarbonate d'ammonium, 10 mM | 0,41 | 0,10 | 0,01 | < 0,01 | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet |
| HEPES, 10 mM, pH 7,6 | 2,45 | 2,50 | 2,37 | 2,08 | 1,50 | 0,29 | 0,03 | < 0,01 | Sans objet | Sans objet |
| MES, 10 mM, pH 6,0 | 2,42 | 2,38 | 1,89 | 0,90 | 0,45 | 0,06 | < 0,01 | Sans objet | Sans objet | Sans objet |

Tableau 10–5 : Mesure de l'absorbance d'une phase mobile par rapport à l'air ou à l'eau (suite)

| Phase mobile | Absorbance, en AU, à une longueur d'onde donnée, en nm | | | | | | | | | |
|---|--|--------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|
| | 200 | 205 | 210 | 215 | 220 | 230 | 240 | 250 | 260 | 280 |
| Phosphate de potassium, dibasique (K ₂ HPO ₄), 10 mM | 0,53 | 0,16 | 0,05 | 0,01 | < 0,01 | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet |
| Phosphate de potassium, monobasique (KH ₂ PO ₄), 10 mM | 0,03 | < 0,01 | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet |
| Acétate de sodium, 10 mM | 1,85 | 0,96 | 0,52 | 0,30 | 0,15 | 0,03 | < 0,01 | Sans objet | Sans objet | Sans objet |
| Chlorure de sodium, 1 M | 2,00 | 1,67 | 0,40 | 0,10 | < 0,01 | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet |
| Citrate de sodium, 10 mM | 2,48 | 2,84 | 2,31 | 2,02 | 1,49 | 0,54 | 0,12 | 0,03 | 0,02 | 0,01 |
| Formiate de sodium, 10 mM | 1,00 | 0,73 | 0,53 | 0,33 | 0,20 | 0,03 | < 0,01 | Sans objet | Sans objet | Sans objet |
| Phosphate de sodium, 100 mM, pH 6,8 | 1,99 | 0,75 | 0,19 | 0,06 | 0,02 | 0,01 | 0,01 | 0,01 | 0,01 | < 0,01 |
| Tris HCl, 20 mM, pH 7,0 | 1,40 | 0,77 | 0,28 | 0,10 | 0,04 | < 0,01 | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet |
| Tris HCl, 20 mM, pH 8,0 | 1,80 | 1,90 | 1,11 | 0,43 | 0,13 | < 0,01 | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet |
| Tensioactifs | | | | | | | | | | |
| Brij 35, 1 % | 0,06 | 0,03 | 0,02 | 0,02 | 0,02 | 0,01 | < 0,01 | Sans objet | Sans objet | Sans objet |
| CHAPS, 0,1 % | 2,40 | 2,32 | 1,48 | 0,80 | 0,40 | 0,08 | 0,04 | 0,02 | 0,02 | 0,01 |
| Monolaurate de polyoxyéthylène sorbitane (Tween 20), 0,1 % | 0,21 | 0,14 | 0,11 | 0,10 | 0,09 | 0,06 | 0,05 | 0,04 | 0,04 | 0,03 |

Tableau 10–5 : Mesure de l'absorbance d'une phase mobile par rapport à l'air ou à l'eau (suite)

| Phase mobile | Absorbance, en AU, à une longueur d'onde donnée, en nm | | | | | | | | | |
|---------------------------------------|--|--------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|------------|
| | 200 | 205 | 210 | 215 | 220 | 230 | 240 | 250 | 260 | 280 |
| Dodécylsulfate de sodium (SDS), 0,1 % | 0,02 | 0,01 | < 0,01 | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet |
| Triton X-100, 0,1 % | 2,48 | 2,50 | 2,43 | 2,42 | 2,37 | 2,37 | 0,50 | 0,25 | 0,67 | 1,42 |
| Réactifs PIC de Waters | | | | | | | | | | |
| PIC A, 1 flacon/L | 0,67 | 0,29 | 0,13 | 0,05 | 0,03 | 0,02 | 0,02 | 0,02 | 0,02 | < 0,01 |
| PIC B6, 1 flacon/L | 2,46 | 2,50 | 2,42 | 2,25 | 1,83 | 0,63 | 0,07 | < 0,01 | Sans objet | Sans objet |
| PIC B6, UV faible, 1 flacon/L | 0,01 | < 0,01 | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet | Sans objet |
| PIC D4, 1 flacon/L | 0,03 | 0,03 | 0,03 | 0,03 | 0,02 | 0,02 | 0,02 | 0,02 | 0,02 | 0,01 |

11 Caractéristiques techniques

Pour connaître l'ensemble des caractéristiques relatives à votre système (caractéristiques de fonctionnement) et à ses modules (caractéristiques de performance), consultez le document *Alliance iS HPLC System Specification Sheet* (Fiche des caractéristiques du système Alliance iS HPLC), référence 720007867EN ou *Alliance iS Bio HPLC System Specification Sheet* (Fiche des caractéristiques du Système Alliance iS Bio HPLC), référence 720008262EN sur le site Internet de Waters (www.waters.com). La reproductibilité des caractéristiques dépend des conditions de chaque laboratoire.

Pour plus d'informations sur les caractéristiques de votre système, reportez-vous au document *Alliance iS HPLC Systems Site Preparation Guide* (Manuel de préparation du site des Systèmes Alliance iS HPLC), référence 715008415FR, également disponible sur le site Internet de Waters, ou contactez Waters (consultez la rubrique [Contacter Waters \(Page 16\)](#)).