

Agilent G1978A
Sorgente multimode per
trappola ionica LC/MS
serie 6300

Guida alla configurazione



Agilent Technologies

Avvisi

© Agilent Technologies, Inc. 2008

Nessuna parte di questo manuale può essere riprodotta in qualsiasi forma o mezzo (compresa la memorizzazione su supporti elettronici e il recupero o la traduzione in lingua straniera) senza la preventiva autorizzazione scritta di Agilent Technologies Inc., conformemente a quanto previsto dalle leggi in vigore negli Stati Uniti e da altre normative internazionali sui diritti d'autore.

Codice del manuale

G1978-94080

Edizione

Prima edizione, dicembre 2008

Stampato negli Stati Uniti d'America

Agilent Technologies
5301 Stevens Creek Blvd.
Santa Clara, CA 95051 USA

Windows® e MS Windows® sono marchi di Microsoft Corporation registrati negli Stati Uniti.

Windows NT® è un marchio di Microsoft Corporation registrato negli Stati Uniti.

Garanzia

Le informazioni contenute in questo documento sono fornite allo stato corrente e sono soggette a modifiche senza preavviso nelle edizioni future. Agilent non rilascia alcuna altra garanzia, esplicita o implicita, comprese le garanzie implicite di commerciabilità e idoneità a un uso specifico, relativamente al presente manuale e alle informazioni in esso contenute. Salvo in caso di dolo o colpa grave, Agilent non sarà responsabile di errori o danni diretti o indiretti relativi alla fornitura o all'uso di questo documento o delle informazioni in esso contenute. In caso di separato accordo scritto tra Agilent e l'utente con diverse condizioni di garanzia relativamente al contenuto di questo documento, in conflitto con le condizioni qui riportate, prevarranno le condizioni dell'accordo separato.

Licenze tecnologia

I componenti hardware e o software descritti in questo documento vengono forniti con licenza e possono essere utilizzati o copiati solo in conformità ai termini di tale licenza.

Limitazione dei diritti sul software

Qualora utilizzato in esecuzione di un contratto o subcontratto con un ente statunitense, il software è consegnato in licenza quale "software per uso commerciale" come definito nel DFAR 252.227-7014 (Giugno 1995) o come "prodotto commerciale" in conformità con quanto specificato nel documento FAR 2.101(a) oppure come "software per uso limitato" in conformità a quanto definito nel documento FAR 52.227-19 (Giugno 1987) o in qualsiasi altra norma o clausola di contratto equivalente. L'uso, la duplicazione o la divulgazione del software è soggetta ai termini della licenza commerciale standard

di Agilent; enti ed agenzie non-DOD del governo degli Stati Uniti avranno solo dei Diritti Ristretti come definiti nel FAR 52.227-19(c)(1-2) (Giugno 1987). Gli utenti degli Stati Uniti avranno solo i Diritti Limitati definiti nel FAR 52.227-14 (Giugno 1987) o DFAR 252.227-7015 (b)(2) (Novembre 1995), come per qualsiasi dato tecnico.

Indicazioni di sicurezza

AVVERTENZA

L'indicazione **AVVERTENZA** segnala un rischio. Richiama l'attenzione su una procedura operativa o analoga operazione che, se non eseguita correttamente o non rispettata, può provocare danni al prodotto o la perdita di dati importanti. Non eseguite mai alcuna operazione ignorando l'**AVVERTENZA**, fatelo solo dopo aver compreso e applicato completamente le indicazioni di Agilent.

ATTENZIONE

L'indicazione **ATTENZIONE** segnala un rischio serio. Richiama l'attenzione su una procedura operativa o analoga operazione che, se non eseguita correttamente o non rispettata, può provocare lesioni personali o morte. Non eseguite mai alcuna operazione ignorando l'indicazione **ATTENZIONE**, fatelo solo dopo aver compreso e applicato completamente le indicazioni di Agilent.

In questa guida

Questa guida spiega come installare, gestire e risolvere i problemi della sorgente ionica multimode.

1 Installazione

Questo capitolo spiega come installare la sorgente ionica multimode. Illustra inoltre come verificare la correttezza dell'installazione.

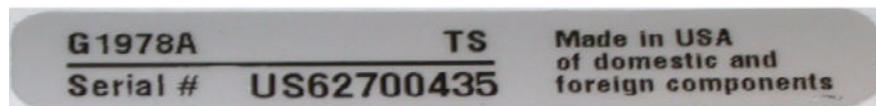
2 Verifica della sensibilità

Questo capitolo contiene le attività che è necessario eseguire per verificare le prestazioni della trappola ionica con la sorgente multimode.

3 Metodi

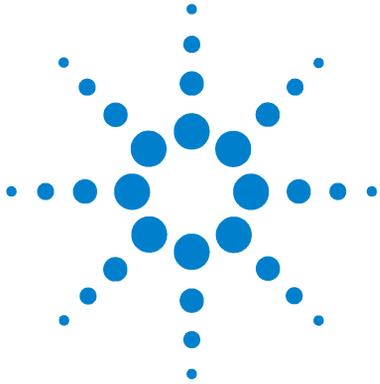
Questo capitolo descrive il funzionamento e la manutenzione base della sorgente ionica multimode.

Notare che sui sistemi Agilent Ion Trap LC/MS serie 6300 sono supportate solo le sorgenti multimode con interruttori termici. Queste sorgenti sono identificate con un'etichetta seriale contenente la sigla "TS", come mostrato di seguito:



Sommaro

1	Installazione	7
	Installazione	8
	Fase 1. Preparazione all'installazione	8
	Fase 2. Disconnessione dell'alimentazione dal vano elettronica	9
	Fase 3. Sostituzione di eventuali moduli GELV obsoleti con GELV-5 e dei moduli GEPS-1 con GEPS-2	9
	Fase 4. Conversione da ESI, APCI o APPI a sorgente multimode	11
	Fase 5. Installazione del software Trap Control 6.1	12
	Fase 6. Verifica della sensibilità della sorgente multimode	12
	Cambio della sorgente	13
	Conversione da ESI, APCI o APPI a sorgente multimode	13
	Installazione del PCA di controllo HV	19
	Connessione dei cavi della sorgente multimode	23
	Rimozione di una sorgente multimode	26
	Conversione da multimode a ESI, APCI o APPI	29
2	Verifica della sensibilità	31
	Fase 1. Preparazione del campione	32
	Fase 2. Acquisizione dei dati campione	36
	Fase 3. Elaborazione dei risultato	37
	Esecuzione del campione demo multimode	38
	Spegnimento e spurgo dello strumento	41
	Verifica della calibratura della trappola ionica	46
3	Metodi	57
	Configurazione di un metodo per l'utilizzo della sorgente multimode	59
	Creazione di un metodo per operazioni in modalità mista positiva/negativa	61
	Creazione di un metodo per l'esecuzione alternata delle operazioni ESI e APCI	62



1 Installazione

Cambio della sorgente 13

Fase 1. Preparazione all'installazione 8

Fase 2. Disconnessione dell'alimentazione dal vano elettronica 9

Fase 3. Sostituzione di eventuali moduli GELV obsoleti con GELV-5 e dei moduli GEPS-1 con GEPS-2 9

Fase 4. Conversione da ESI, APCI o APPI a sorgente multimode 11

Fase 5. Installazione del software Trap Control 6.1 12

Fase 6. Verifica della sensibilità della sorgente multimode 12

Cambio della sorgente 13

Conversione da ESI, APCI o APPI a sorgente multimode 13

Installazione del PCA di controllo HV 19

Connessione dei cavi della sorgente multimode 23

Rimozione di una sorgente multimode 26

Conversione da multimode a ESI, APCI o APPI 29

Questo capitolo contiene istruzioni sull'installazione della sorgente multimode G1978A sullo strumento trappola Agilent serie 6300 e su come modificare la sorgente.



Installazione

Fase 1. Preparazione all'installazione

Prima di installare la sorgente multimode, verificare di disporre delle parti e degli strumenti necessari.

- 1 Controllare di disporre delle seguenti parti:
 - Sorgente multimode ESI/APCI in bundle (codice G1978A)
 - Sorgente multimode ESI/APCI in bundle (codice G1978-65439)
 - Gruppo modulo HV multimode (codice G1978-60050)
 - MM Enablement Kit ESI/APCI trappola (codice G1978-60351)
 - ChemStation versione B.01.03 o successiva
 - Software Trap Control 6.1

NOTA

Gli strumenti trappola serie 6300 dispongono di tutti i componenti hardware necessari già installati. Gli strumenti serie 6300 contengono il sistema processore GEPS-2 e la scheda tensione lente GELV-5 richiesti

- 2 Verificare di disporre dei seguenti strumenti, attrezzi e sostanze chimiche. Gli articoli di questa lista non sono forniti con la sorgente multimode.
 - Panni e guanti puliti e privi di peli
 - Acqua e sostanze organiche di grado HPLC come acetone, metanolo, acetonitrile o alcool isopropilico
 - Chiave esagonale da $\frac{1}{4}$ di pollice
 - Cacciavite Torx T10

Fase 2. Disconnessione dell'alimentazione dal vano elettronica

- Eseguire le operazioni illustrate in “Spegnimento e spurgo dello strumento” a pagina 41.

NOTA

Se l'installazione non riguarda un sistema serie 6300 in bundle, disconnettere completamente l'alimentazione al vano dei componenti elettronici degli strumenti. Questa procedura riguarda anche i sistemi SL, XCT, XCT Plus e XCT Ultra. Questi strumenti possono essere considerati aggiornamenti da utilizzare con la sorgente G1978A. Inoltre, essi necessitano di modifiche al codice di identificazione non disponibili al rilascio del multimode G1978A sugli strumenti trappola.

Fase 3. Sostituzione di eventuali moduli GELV obsoleti con GELV-5 e dei moduli GEPS-1 con GEPS-2

Il gruppo PCA tensione lente GELV-5 e la nuova scheda GEPS-2 sono componenti elettronici necessari per l'uso con la sorgente multimode. Queste schede devono essere aggiornate sugli strumenti trappola di serie precedenti alla serie 6300 e se la trappola non è del modello Ultra.

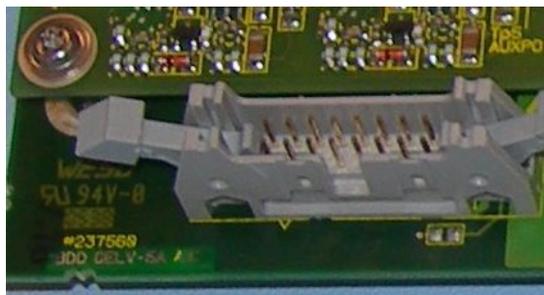


Figura 1 Dotare la scheda GELV-5 del nuovo modulo piggy back installato nell'angolo in alto a sinistra della scheda, e della revisione GELV-5A posta accanto al connettore.

1 Installazione

Fase 3. Sostituzione di eventuali moduli GELV obsoleti con GELV-5 e dei moduli GEPS-1 con GEPS-2

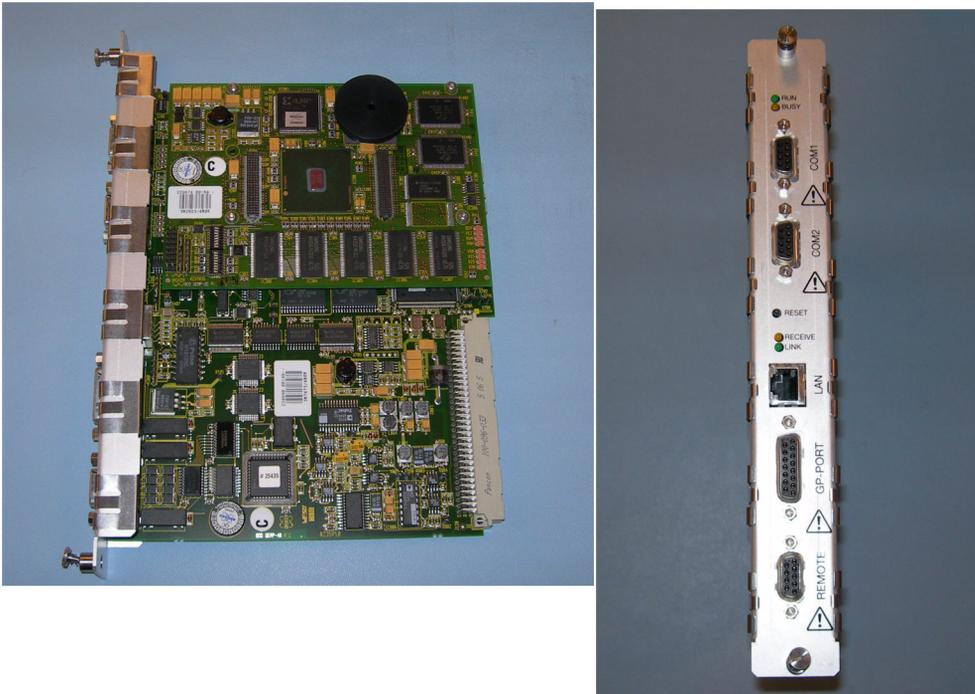


Figura 2 Nuova scheda GEPS-2 con la nuova piastra frontale

AVVERTENZA

Le operazioni che seguono dovrebbero essere eseguite solo da personale FCE addestrato da Agilent. L'errata esecuzione di questa procedura può causare il danneggiamento del chip al momento dell'accensione dello strumento.

- 1 Verificare che il vano elettronica dello strumento sia spento. Rimuovere il magnete del coperchio superiore per interrompere l'alimentazione al vano elettronica.
- 2 Rimuovere la vecchia scheda PCA GELV dal vano elettronica.
- 3 Con la scheda PCA GELV-5 smontata, installare il cavo di tensione APCI 10 M in serie con il cavo ad alta tensione APCI esistente.
- 4 Installazione della scheda GELV-5 ed esecuzione delle connessioni dei cavi

Fase 4. Conversione da ESI, APCI o APPI a sorgente multimode

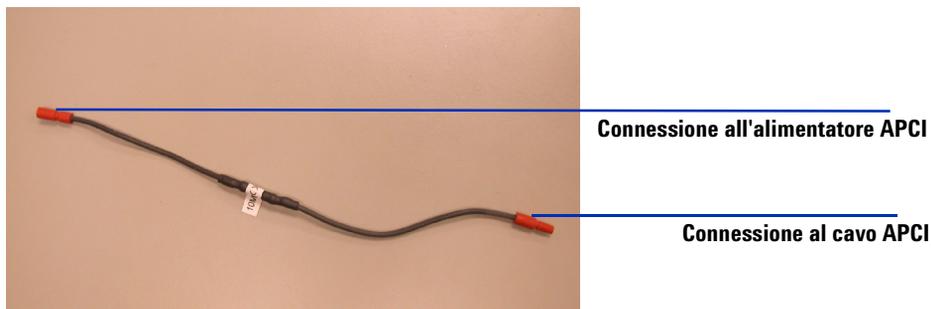


Figura 3 Cavo ad alta tensione ACPI 10 MΩ (codice G1978-60806). Nelle fasi che seguono, assicurarsi di collegare le estremità corrette all'alimentatore APCI e al cavo APCI.

- 5 Rimuovere la scheda processore GEPS-1 dallo strumento.

AVVERTENZA

Prestare attenzione durante l'installazione della nuova scheda GEPS-2, facendo in modo che il raccordo posto sul bordo sia allineato correttamente con il connettore dell'interfaccia dello spettrometro GESI.

- 6 Installare la nuova scheda processore GEPS-2 nello strumento.
- 7 Rimontare tutti i rivestimenti e i coperchi precedentemente rimossi.

Fase 4. Conversione da ESI, APCI o APPI a sorgente multimode

- Eseguire le operazioni illustrate in [“Conversione da ESI, APCI o APPI a sorgente multimode”](#) a pagina 13.

Fase 5. Installazione del software Trap Control 6.1

La sorgente multimode G1978A è supportata da ChemStation versione B.01.03 o versione successiva con software Trap Control 6.1.

- 1 Rimuovere eventuali versioni precedenti del software Trap Control tramite la funzione Installazione applicazioni del Pannello di controllo di Windows.
- 2 Eseguire il programma **setup.exe** e il file **.bat** in ogni cartella numerata seguendo l'ordine indicato nelle fasi numerate.

-  Step 0 - (IF APPLICABLE) Upgrade from A.xx.xx ChemStation to B.xx.xx
-  Step 1 - Install 6300 Series Ion Trap LCMS v6.1 SW
-  Step 3 - Install 6300 Series Ion Trap LCMS Supplemental Files
-  Step 2 - Launch 6300 Series Trap Control (online PCs only).bat
-  What is included in the Supplemental Files Installation.txt

Fase 6. Verifica della sensibilità della sorgente multimode

Prima di utilizzare il sistema, è consigliabile verificarne la sensibilità.

- 1 Avviare il software ChemStation.
- 2 Eseguire le operazioni illustrate in [“Verifica della calibratura della trappola ionica”](#) a pagina 46.
- 3 Eseguire le operazioni illustrate in [“To bake out the ion trap”](#) (Esecuzione del bake-out della trappola ionica) nella *Guida alla manutenzione*.
- 4 Eseguire le operazioni illustrate in [“Fase 1. Preparazione del campione”](#) a pagina 32.

NOTA

Questi metodi di verifica devono essere impiegati anche per il controllo della sensibilità per gli strumenti forniti in bundle e spediti solo con una sorgente multimode.

Cambio della sorgente

Questa sezione illustra le attività che è necessario compiere per cambiare la sorgente dello strumento.

Conversione da ESI, APCI o APPI a sorgente multimode

AVVERTENZA

Durante la prima installazione della sorgente su questo strumento, eseguire le operazioni indicate in “Installazione” a pagina 7.

- 1 Dal software Trap Control, selezionare Shutdown (Arresto) per interrompere i seguenti parametri:
 - Gas di essiccamento (L/min)
 - Pressione del nebulizzatore (psig)
 - Temperatura gas di essiccamento (°C)
 - Temperatura vaporizzatore (solo sorgente APCI)
 - Lampada spenta (solo sorgente APPI)
- 2 Attendere che la sorgente si raffreddi fino a temperature inferiori a 100°C.
- 3 Scollegare il tubo del gas del nebulizzatore dalla sorgente ionica attualmente installata.
- 4 Scollegare il tubo entrata campioni LC/MS della trappola ionica.
- 5 Se sono installate le sorgenti APCI o APPI, rimuovere il cavo del riscaldatore del vaporizzatore APCI e il cavo dell'alta tensione APCI.
- 6 Se è installata la sorgente APPI, rimuovere il cavo RS-232 della porta COM 2 del sistema processore GEPS-2.
- 7 Rimuovere la sorgente ionica attualmente installata.
- 8 Svitare e rimuovere lo schermo di nebulizzazione. Vedere la [Figura 4](#).

ATTENZIONE

Non toccare la sorgente multimode o il tappo capillare. Questi possono essere estremamente caldi. Lasciare raffreddare le parti prima di maneggiarle.

1 Installazione

Conversione da ESI, APCI o APPI a sorgente multimode

ATTENZIONE

Non inserire dita o strumenti attraverso le aperture presenti sulla camera multimode. Durante l'uso, capillari e relativo tappo sono sottoposti a tensioni che possono arrivare fino a 4 kV.

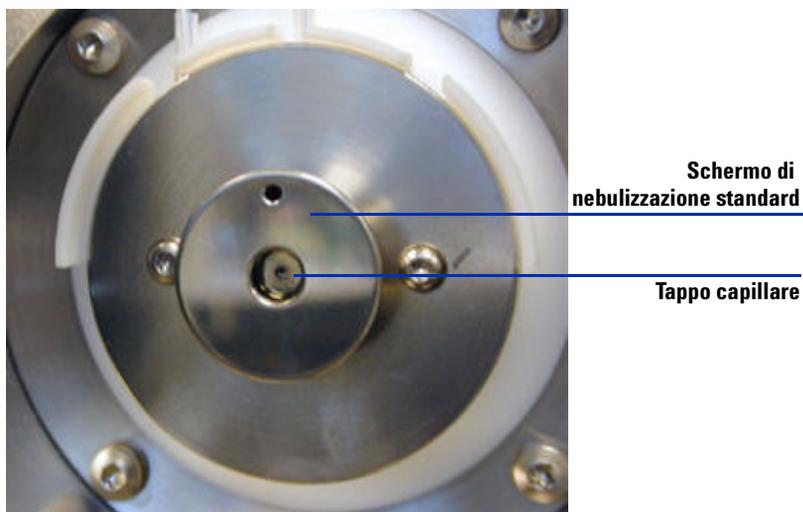


Figura 4 Schermo di nebulizzazione standard e tappo capillare per ESI o APCI

- 9 Rimuovere il tappo capillare. Se necessario, inumidire un panno pulito con alcool isopropilico e pulire il tappo capillare. Vedere la [Figura 5](#).

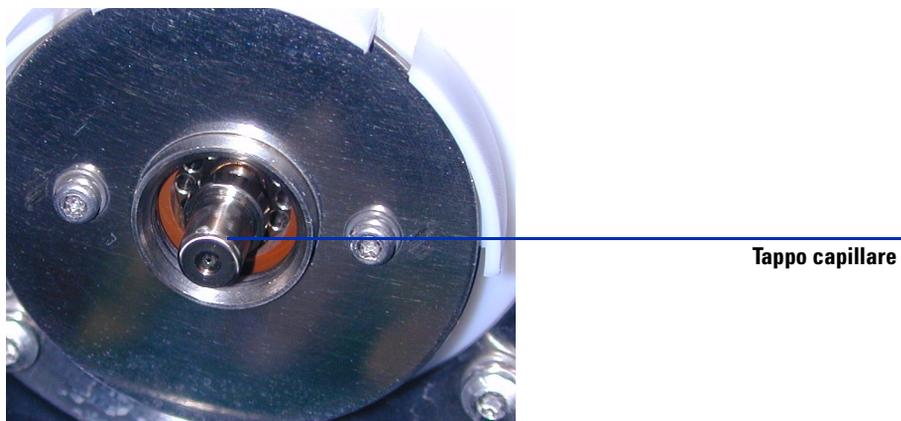


Figura 5 Schermo di nebulizzazione rimosso.

- 10 Riposizionare il tappo capillare sul capillare.
- 11 Installare il nuovo schermo di nebulizzazione con gli elettrodi modificatori del campo. Vedere la [Figura 6](#).



Figura 6 Schermo di nebulizzazione multimode

- 12 Avvitare lo schermo di nebulizzazione multimode sull'apposito supporto. Vedere la [Figura 7](#).

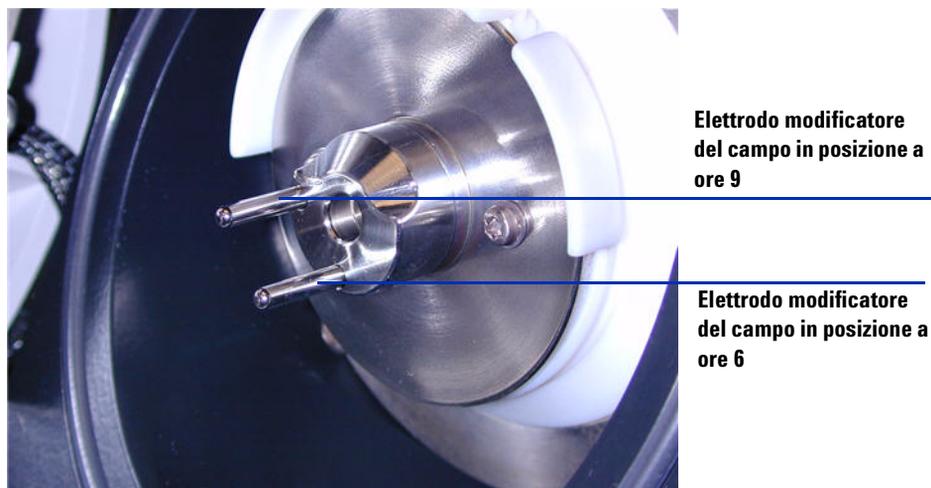


Figura 7 Schermo di nebulizzazione multimode installato

NOTA

Gli elettrodi modificatori del campo dovrebbero trovarsi nelle posizioni a ore 6 e a ore 9. Allentare le viti della placca terminale su entrambi i lati per regolare la posizione degli elettrodi modificatori del campo.

1 Installazione

Conversione da ESI, APCI o APPI a sorgente multimode

- 13** Rimuovere il coperchio di spedizione dalla camera di nebulizzazione della sorgente multimode.



Coperchio di spedizione

Figura 8 Camera di nebulizzazione multimode con coperchio di spedizione

- 14** Installare la camera di nebulizzazione sull'apposito supporto.



Supporto della camera di nebulizzazione

Supporto della camera di nebulizzazione

Figura 9 Sorgente multimode installata sul supporto della camera di nebulizzazione

15 Installare il nebulizzatore sulla camera di nebulizzazione della sorgente multimode.

Non utilizzare il distanziale del nebulizzatore sulla sorgente multimode. Il distanziale del nebulizzatore è usato solo per la sorgente ESI G1948A standard.



Figura 10 Sorgente multimode senza nebulizzatore

16 Collegare il tubo del gas del nebulizzatore da 1/8 di pollice dalla struttura principale LC/MS della trappola ionica al raccordo del gas del nebulizzatore. Vedere la [Figura 11](#).



Figura 11 Nebulizzatore con tubo del gas collegato

1 Installazione

Conversione da ESI, APCI o APPI a sorgente multimode

- 17 Collegare il tubo dei campioni LC/MS della trappola ionica al filtro di ingresso della valvola deviatrice LC/MS della trappola ionica. Vedere la [Figura 12](#) a pagina 18.

ATTENZIONE

La valvola deviatrice del cromatografo liquido LC Agilent serie 1100 e 1200 è parte integrante del sistema di sicurezza G1978A. Il flusso della fase mobile LC deve essere sempre collegato al filtro di ingresso della valvola deviatrice. Non bypassare mai la valvola deviatrice con una connessione diretta al nebulizzatore. Qualora la valvola deviatrice venga utilizzata diversamente da come specificato da Agilent Technologies, le protezioni fornite dalla valvola deviatrice possono subire danni.



Figura 12 Tubo campioni LC/MS della trappola ionica collegato al filtro in ingresso

- 18 Durante la prima installazione della sorgente, eseguire le operazioni indicate in [“Installazione del PCA di controllo HV”](#) a pagina 19.
- 19 Eseguire le operazioni illustrate in [“Connessione dei cavi della sorgente multimode”](#) a pagina 23.

Installazione del PCA di controllo HV

- 1 Rimuovere il coperchio HV e dell'alimentatore PCA di controllo della sorgente. Vedere la [Figura 13](#).



Figura 13 Coperchio HV e dell'alimentatore PCA di controllo della sorgente rimosso

- 2 Collegare il cavo RS-232 al relativo connettore della sezione HV e dell'alimentatore PCA di controllo. Vedere la [Figura 14](#).

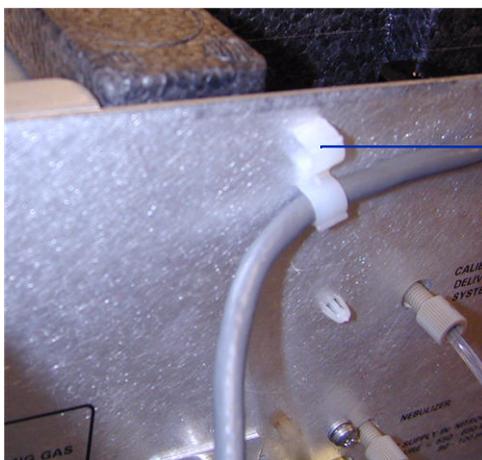
1 Installazione

Installazione del PCA di controllo HV



Figura 14 Collegamento del cavo RS-232

- 3 Le coperture anteriore, superiore e di sicurezza con magneti e i pannelli di accesso laterali dello strumento dovrebbero essere rimossi.
- 4 Rimuovere la fascetta fermacavo in plastica dal cavo di riscaldamento di desolvatazione. Per informazioni vedere [Figura 15](#).



**Rimozione della fascetta
fermacavo in plastica**

Figura 15 Rimozione della fascetta fermacavo

- 5 Riposizionare il cavo sotto il tubo del gas del sistema di trasporto della soluzione calibrante. Vedere la [Figura 16](#).



Tappo bianco del sistema di trasporto

Figura 16 Tubo del gas del sistema di trasporto della soluzione calibrante

- 6 Montaggio del cavo HV e dell'alimentatore PCA di controllo sulla vasca con le viti autofilettanti fornite. Vedere la [Figura 17](#).



Figura 17 Montaggio del cavo HV e dell'alimentatore PCA di controllo

- 7 Fissare il coperchio superiore dell'alimentatore della sezione HV e del PCA di controllo alle staffe di supporto mediante le viti fornite. Vedere la [Figura 18](#).

1 Installazione

Installazione del PCA di controllo HV



Figura 18 Fissaggio alle staffe di supporto

- 8** In caso di installazione della sezione HV e del controllo PCA nell'ambito di una conversione alla sorgente multimode, tornare alla sezione **“Conversione da ESI, APCI o APPI a sorgente multimode”** a pagina 13.

Connessione dei cavi della sorgente multimode

- 1 Collegare il cavo RS-232 alla porta COM 2 del sistema processore GEPS-2 situata sul lato sinistro del telaio dello strumento. Vedere la [Figura 19](#).



Porta COM 2 del sistema processore GEPS

Figura 19 Collegamenti del cavo RS-232

- 2 Collegare l'alimentatore a +15 VCC alla sezione HV e al PCA di controllo. Vedere la [Figura 20](#).



Collegamento +15 VCC

Figura 20 Sezione HV e PCA di controllo

- 3 Collegare l'altra estremità dell'alimentatore +15 VCC a una presa di corrente 220 VCA tramite il cavo di alimentazione fornito con l'alimentatore +15 VCC. Vedere la [Figura 21](#).

1 Installazione

Connessione dei cavi della sorgente multimode



Figura 21 Cavo di alimentazione e alimentatore a +15 VCC

- 4 Utilizzare una fascetta fermacavo per fissare il cavo dell'alimentazione a +15 VCC che esce dall'alimentatore (codice 0950-4581) al cavo RS-232 del gruppo HV multimode (codice G1978-60050.)

La fascetta permette di assicurare il cavo +15 VCC per impedirne la disconnessione accidentale.

- 5 Collegare il riscaldatore del vaporizzatore, l'alta tensione APCI e i cavi HV e del PCA di controllo. I connettori del riscaldatore APCI, dell'alta tensione APCI e di HV e PCA di controllo sono situati sul lato sinistro del telaio dello strumento. Vedere la [Figura 22](#).



Figura 22 Collegamenti dei cavi della sorgente multimode

- 6 Chiudere lo sportello di servizio e verificare che tutti i coperchi siano al loro posto. Vedere la [Figura 23](#).



Figura 23 Sorgente multimode con coperchi installati

Rimozione di una sorgente multimode

Per rimuovere una sorgente multimode, eseguire le seguenti operazioni:

- 1 Dal software Trap Control, impostare lo strumento in modalità Shutdown (Spegnimento). Questa operazione causa l'abbassamento di tutte le temperature e l'interruzione dei flussi di gas.

ATTENZIONE

Non toccare la sorgente multimode o il tappo capillare. Questi possono essere estremamente caldi. Lasciare raffreddare le parti prima di maneggiarle.

ATTENZIONE

Non toccare mai le superfici della sorgente, specialmente durante l'analisi di sostanze tossiche o quando si utilizzano solventi tossici. La sorgente presenta numerose parti affilate che possono causare lesioni cutanee, tra cui l'ago della corona APCI, il sensore del vaporizzatore e gli elettrodi del contatore.

ATTENZIONE

Non inserire dita o strumenti attraverso le aperture presenti sulla camera multimode. Durante l'uso, capillari e relativo tappo sono sottoposti a tensioni che possono arrivare fino a 4 kV.

- 2 Attendere circa 20 minuti che la sorgente sia fredda (sotto i 100°C).
- 3 Aprire lo sportello di servizio sul lato sinistro del MS per accedere ai cavi. Vedere la [Figura 24](#).



Figura 24 Strumento con la sorgente multimode installata

- 4 Scollegare il cavo dell'elettrodo di carica ad alto voltaggio ESI. Vedere la [Figura 25](#).
- 5 Scollegare il cavo del riscaldatore APCI (vaporizzatore) e il cavo ad alta tensione APCI. Vedere la [Figura 25](#).
- 6 Staccare il collegamento 15 VCC con il modulo dell'elettronica multimode. Vedere la [Figura 25](#).

NOTA

Per passare ad altri tipi di sorgente, rimuovere l'alimentazione a +15 VCC dal modulo HV multimode. Lasciando l'alimentazione +15 VCC collegata al modulo HV, la nuova sorgente sarà identificata come sconosciuta.

1 Installazione

Rimozione di una sorgente multimode



Figura 25 Strumento con sportello di servizio aperto

- 7 Svitare la tubazione del gas del nebulizzatore.
- 8 Svitare la tubazione dei campioni LC dal nebulizzatore.
- 9 Aprire il blocco sulla sorgente e aprirla.
- 10 Rimuovere la sorgente multimode dal supporto della camera di nebulizzazione.
- 11 Posizionare il coperchio di spedizione sulla sorgente.
- 12 Durante la conversione da una sorgente multimode a un altro tipo di sorgente, proseguire dalla sezione [“Conversione da multimode a ESI, APCI o APPI”](#) a pagina 29.
- 13 Durante le operazioni di pulizia di una sorgente multimode, passare alla sezione [“Pulizia periodica della sorgente multimode”](#) nella *Guida alla manutenzione*.

Conversione da multimode a ESI, APCI o APPI

ATTENZIONE

Non toccare la sorgente multimode o il tappo capillare. Questi possono essere estremamente caldi. Lasciare raffreddare le parti prima di maneggiarle.

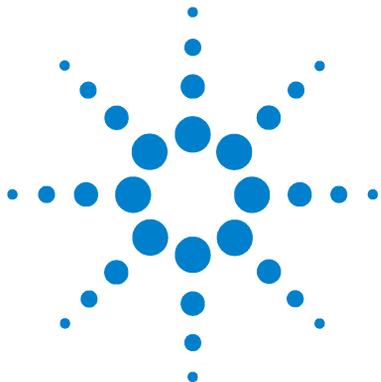
ATTENZIONE

Non toccare mai le superfici della sorgente, specialmente durante l'analisi di sostanze tossiche o quando si utilizzano solventi tossici. La sorgente presenta numerose parti affilate che possono causare lesioni cutanee, tra cui l'ago della corona APCI, il sensore del vaporizzatore e gli elettrodi del contatore.

- 1 Eseguire le operazioni illustrate in [“Rimozione di una sorgente multimode”](#) a pagina 26.
- 2 Se la sorgente da installare è del tipo APPI, scollegare il cavo seriale RS-232 PCA ad alta tensione multimode dalla porta COM 2 della scheda GEPS-2.
- 3 Svitare e rimuovere lo schermo di nebulizzazione multimode con gli elettrodi modificatori del campo.
- 4 Installare la nuova sorgente e lo schermo di nebulizzazione standard, assicurandosi che il foro nello schermo di nebulizzazione si trovi in posizione a ore 12.
- 5 Per sorgenti ioniche APCI e APPI, collegare il cavo del riscaldatore del vaporizzatore e il cavo ad alta tensione APCI. Per la sorgente APPI, collegare il cavo RS-232 alla porta COM 2 della scheda GEPS-2.
- 6 Per tutte le sorgenti, ricollegare il tubo del gas del nebulizzatore e il tubo dei campioni LC/MS della trappola ionica.

1 Installazione

Conversione da multimode a ESI, APCI o APPI



2 Verifica della sensibilità

Fase 1. Preparazione del campione	32
Fase 2. Acquisizione dei dati campione	36
Fase 3. Elaborazione dei risultato	37
Esecuzione del campione demo multimode	38
Spegnimento e spurgo dello strumento	41
Verifica della calibratura della trappola ionica	46

Questo capitolo contiene le attività che è necessario eseguire per verificare la sensibilità della trappola ionica LC/MS serie 6300 con la sorgente multimode.

Miscela di solventi corretta per la verifica della sensibilità multimode

Sono fornite diluizioni dei solventi per tutti gli strumenti supportati con la sorgente multimode. La verifica della sensibilità con la reserpina è necessaria sugli strumenti trappola 6310, 6320, 6330 e 6340 forniti in bundle con una sorgente multimode.



Fase 1. Preparazione del campione

Per tutti i modelli di trappola serie 6300, preparare una soluzione al 75:25 di metanolo/acqua con 5 mM di formiato di ammonio come fase mobile.

È consigliabile utilizzare solventi di grado minimo HPLC. I solventi accettabili per la maggior parte delle applicazioni LC possono contenere elevati livelli di fondo rilevabili da parte delle più sensibili trappole ioniche LC/MS. I solventi LC utilizzati con le unità LC/MS dovrebbero essere classificati come adatti ad analisi di tipo HPLC e per pesticidi, ambientali o GC/MS. Utilizzare i solventi di maggiore purezza disponibili. L'accettabilità dei solventi deve essere stabilita in modo empirico.

NOTA

Questo metodo di verifica può essere impiegato solamente su strumenti forniti in bundle con una sorgente multimode.

Prima di iniziare, verificare di disporre dei seguenti articoli:

- Pipetta graduata da 1 mL, codice 9301-1423
- Contenitore di volume 50 mL (due unità), codice 9301-1424
- Contenitore di volume 100 mL, codice 9301-1344
- Campione di valutazione prestazioni ioni positivi, codice G2423A
- Bottiglie di plastica per la conservazione delle diluizioni, codice 9301-1433

Gli strumenti forniti in bundle sono dotati degli articoli elencati in precedenza.

I campioni per la valutazione della sensibilità forniti devono essere diluiti alle concentrazioni richieste per la verifica del sistema trappola ionica. Per ulteriori informazioni, consultare la sezione [“Miscela di solventi corretta per la verifica della sensibilità multimode”](#).

NOTA

I campioni diluiti devono essere utilizzati entro un giorno dalla loro preparazione. Refrigerare le diluizioni intermedie (prime) nelle bottiglie fornite.

Suggerimenti

- Lavare attentamente le pipette graduate e i contenitori con acqua deionizzata prima, durante e dopo l'uso.
- Per preparare i campioni di valutazione della sensibilità utilizzare attrezzi di laboratorio in polipropilene, poiché i contenitori di vetro introducono livelli inaccettabili di sodio. Prima di riempirli con i campioni per la verifica della sensibilità, lavare sempre i vial e i tappi per il campionatore automatico con la miscela di solvente utilizzata per la diluizione dei campioni stessi. Ciò riduce i contaminanti di fondo introdotti da vial e tappi. Qualora risulti che i setti sono fonte di contaminazione di fondo, i vial possono essere analizzati senza tappo.

Per le unità trappola ionica serie 6310 con sorgente multimode, diluizione modalità SIM positiva

- 1 Nel software ChemStation, caricare il metodo di sensibilità **Res_6310.m**.
- 2 Come solvente di diluizione, utilizzare la soluzione al 75:25 di metanolo/acqua con 5 mM di formiato di ammonio.
- 3 Creare una diluizione di 1000:1 (5 pg/μL) nel solvente di eluizione procedendo come segue:
 - a Trasferire 1 mL di reserpina al 5 ng/μL in un contenitore da 50 mL.
 - b Portare a volume a 50 mL con una soluzione al 75:25 di metanolo/acqua con 5 mM di formiato di ammonio come solvente di diluizione.
 - c Trasferire 5 mL della prima diluizione in un contenitore da 100 mL.
 - d Portare a volume a 100 mL con il solvente di diluizione.
 - e Trasferire da 1 a 2 mL della diluizione finale di reserpina al 5 pg/μL in una provetta in vetro e sigillare.
- 4 Inserire la provetta contenente la diluizione di reserpina nella posizione 2 del campionatore automatico.
- 5 Trasferire un po' di soluzione al 75:25 di metanolo/acqua con 5 mM di formiato di ammonio in una seconda provetta da usare per iniettare per l'analisi in bianco.
- 6 Inserire la soluzione per l'analisi in bianco nella posizione 1.

2 Verifica della sensibilità

Fase 1. Preparazione del campione

Per le unità trappola ionica serie 6320 con sorgente multimode, diluizione modalità SIM positiva

- 1 Nel software ChemStation, caricare il metodo di sensibilità **Res_6320.m**.
- 2 Miscelare una piccola parte di ciascun solvente LC in un altro contenitore come soluzione al 75:25 di metanolo/acqua con 5 mM formiato di ammonio da utilizzare per il solvente di diluizione.
- 3 Creare una diluizione di 5.000:1 (1 pg/ μ L) nel solvente di eluizione procedendo come segue:
 - a Trasferire 1 mL di reserpina al 5 ng/ μ L in un contenitore da 50 mL.
 - b Portare a volume a 50 mL con una soluzione al 50:50 di ACN/H₂O con lo 0,2% di acido formico come solvente di diluizione.
 - c Trasferire 1 mL della prima diluizione nell'altro contenitore da 100 mL.
 - d Portare a volume a 100 mL con il solvente di diluizione.
 - e Trasferire da 1 a 2 mL della diluizione finale di reserpina al 1 pg/ μ l in una provetta in vetro e sigillare.
- 4 Inserire la provetta contenente la diluizione di reserpina nella posizione 2 del campionatore automatico.
- 5 Trasferire parte del solvente di diluizione in una seconda provetta da usare per iniettare per l'analisi in bianco.
- 6 Inserire la soluzione per l'analisi in bianco nella posizione 1.

Per le unità trappola ionica serie 6330 con sorgente multimode, diluizione modalità SIM positiva

- 1 Nel software ChemStation, caricare il metodo di sensibilità **Res_6330.m**.
- 2 Miscelare una piccola parte di ciascun solvente LC in un altro contenitore come soluzione al 75:25 di metanolo/acqua con 5 mM formiato di ammonio da utilizzare per il solvente di diluizione.
- 3 Creare una diluizione di 50.000:1 (100 fg/ μ L) nel solvente di eluizione procedendo come segue:
 - a Trasferire 1 mL di reserpina al 5 ng/ μ L in un contenitore da 50 mL.
 - b Portare a volume a 50 mL con una soluzione al 75:25 di metanolo/acqua con 5 mM di formiato di ammonio come solvente di diluizione.
 - c Trasferire 1 mL della prima diluizione nell'altro contenitore da 50 mL.
 - d Portare a volume a 50 mL con il solvente di diluizione.

- e Trasferire 5 mL della prima diluizione in un contenitore da 100 mL.
 - f Portare a volume a 100 mL con il solvente di diluizione.
 - g Trasferire da 1 a 2 mL della diluizione finale di reserpina al 100 fg/ μ L in una provetta in vetro e sigillare.
- 4 Inserire la provetta contenente la diluizione di reserpina nella posizione 2 del campionatore automatico.
 - 5 Trasferire parte del solvente di diluizione in una seconda provetta da usare per iniettare per l'analisi in bianco.
 - 6 Inserire la soluzione per l'analisi in bianco nella posizione 1.

Per le unità trappola ionica serie 6340 con sorgente multimode, diluizione modalità SIM positiva

- 1 Nel software ChemStation, caricare il metodo di sensibilità **Res_6340.m**.
- 2 Miscelare una piccola parte di ciascun solvente LC in un altro contenitore come soluzione al 50:50 di ACN/H₂O (con lo 0,2% di acido formico) da utilizzare per il solvente di diluizione.
- 3 Creare una diluizione di 50.000:1 (100 fg/ μ L) nel solvente di eluizione procedendo come segue:
 - a Trasferire 1 mL di reserpina al 5 ng/ μ L in un contenitore da 50 mL.
 - b Portare a volume a 50 mL con una soluzione al 75:25 di metanolo/acqua con 5 mM di formiato di ammonio come solvente di diluizione.
 - c Trasferire 1 mL della prima diluizione nell'altro contenitore da 50 mL.
 - d Portare a volume a 50 mL con il solvente di diluizione.
 - e Trasferire 5 mL della prima diluizione in un contenitore da 100 mL.
 - f Portare a volume a 100 mL con il solvente di diluizione.
 - g Trasferire da 1 a 2 mL della diluizione finale di reserpina al 100 fg/ μ L in una provetta in vetro e sigillare.
- 4 Inserire la provetta contenente la diluizione di reserpina nella posizione 2 del campionatore automatico.
- 5 Trasferire parte del solvente di diluizione in una seconda provetta da usare per iniettare per l'analisi in bianco.
- 6 Inserire la soluzione per l'analisi in bianco nella posizione 1.

Fase 2. Acquisizione dei dati campione

- 1 Confermare le seguenti impostazioni e modificarle per CapLC:
 - ICC = ON
 - Target (Obiettivo) = 30.000 per 6310 (500.000 per 6320, 6330 e 6340)
 - Max. Acc. Time (Tempo max acc.) = 300 ms
 - Nebulizer pressure (Pressione del nebulizzatore) = 40 psi (1100/1200 LC)
 - Nebulizer pressure (Pressione del nebulizzatore) = 20 psi (CapLC)
 - Dry gas flow (Flusso gas di essiccamento) = 9 L/min (1100/1200 LC)
 - Dry gas flow (Flusso gas di essiccamento) = 5 L/min (CapLC)
 - Dry gas temperature (Temperatura gas di essiccamento) = 350°C (1100/1200 LC)
 - Vaporizer temperature (Temperatura vaporizzatore) = 250°C (1100/1200 LC)
 - Dry gas temperature (Temperatura gas di essiccazione) = 325°C (CapLC)
 - Vaporizer temperature (Temperatura vaporizzatore) = 250°C (1100/1200 LC)
 - Mass scan range (Intervallo scansione massa) = da 150 a 650
 - Scan resolution (Risoluzione scansione) = Normal
 - Averages (Medie) = 3 (1100/1200 LC)
 - Averages (Medie) = 6 (CapLC)
 - Rolling averages (Medie in corso) = 2
- 2 In Agilent ChemStation, verificare un metodo iniettore eseguendo le seguenti operazioni:
 - 1 REMOTE Startpulse
 - 2 DRAW def amount from vial 1
 - 3 INJECT
 - 4 REPEAT 6 times
 - 5 WAIT 1.00 min
 - 6 DRAW def. amount from vial 2
 - 7 INJECT
 - 8 END REPEAT

- 3 Verificare che la quantità di iniezione specificata sia 1 µl (2,5 µL per 6320, 6330 e 6340) e che la temperatura del vano colonna sia di 30°C.

Il flusso LC per l'unità 1100 LC dovrebbe essere 400 µL/min (20 µL/min per CapLC).

- 4 Specificare l'impostazione Sample Info (Informazioni campione) appropriata.
- 5 Isolare la massa 609.3 (ampiezza 2 unità di massa atomica).
- 6 Impostare il valore di Frag Amp tra 0,8 e 1,2 volt. Utilizzare l'impostazione che fornisce i valori ottimali di rapporto segnale-rumore.
- 7 Avviare l'esecuzione di 7 iniezioni e monitorare la somma degli ioni del prodotto 397 e 448.

Fase 3. Elaborazione dei risultato

Il metodo di acquisizione elabora automaticamente i dati. Il file di dati vengono caricati automaticamente nel programma DataAnalysis serie 6300.

- Se è necessaria una nuova elaborazione:
 - a Caricare i file di dati nel DA.
 - b Modifica i parametri del metodo.
 - c Selezionare Method > Run (Metodo > Esegui) per eseguire lo script di automazione.

Lo script genera una traccia cromatografica di EIC 397;448 +All MSn, esegue il comando Find > Compounds - Integrate Only (Cerca > Composti - Solo integrati), quindi stampa il risultato in "Sensitivity Checkout Report (P).layout".

Le specifiche di sensibilità per i sei picchi di reserpina (non mediate) sono:

- 6310 - Calculated S/N (S/R calcolato) >= 50:1, 5 pg su colonna
- 6320 - Calculated S/N (S/R calcolato) >= 50:1, 1 pg su colonna
- 6330 - Calculated S/N (S/R calcolato) >= 50:1, 250 fg su colonna
- 6340 - Calculated S/N (S/R calcolato) >= 50:1, 250 fg su colonna

Esecuzione del campione demo multimode

Durante l'installazione, è necessario il campione demo ESI+APCI LC per consentire la verifica della sorgente multimode in tutte le modalità di funzionamento multimode ESI, APCI ed ESI+APCI.

- 1 In ChemStation, caricare il metodo **Multimode_Checkout.m**.
- 2 Trasferire il campione demo ESI+APCI LC (codice G1978-85000) in un vial (nessuna diluizione necessaria).
- 3 Inserire il vial con il campione demo ESI+APCI LC nella posizione 1.
- 4 Creare il Solvente A: soluzione al 65/35 di metanolo/acqua con lo 0,2 % di acido acetico e flusso da 0,400 mL/min.
- 5 Controllare il programma dell'iniettore per l'analisi di campioni demo FIA.

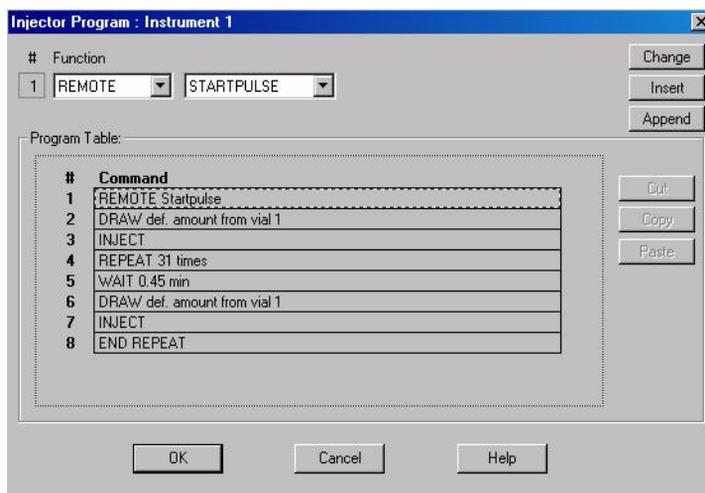


Figura 26 Programma dell'iniettore

- 6 Assicurarsi della presenza di una colonna Zorbax, SB-C 18, 2,1x30 mm, 3,5 um, (codice 873700-902, fornito con G2440CA/DA) installato sulla trappola LC/MS.
- 7 Configurare il software Trap Control per eseguire un esame in sei segmenti:

Tavola 1

Segmento	Modalità
1	Multimode ESI positivo, Violetto di genziana, ione 372.2
2	Multimode ESI negativo, acido 1-Esano solfonico, ione 165.1
3	Multimode APCI positivo, Carbozolo, ione 168.1
4	Multimode APCI negativo, 9-Fenatrolo, ione 193.1
5	Multimode ESI+APC positivo, ione 372.2 e 168.1
6	Multimode ESI+APCI negativo, 165.1 e 193.1

8 Impostare **Trap Drive** (Unità trappola) su **Smart** e la massa obiettivo su **165** per tutti i segmenti.

9 Impostare l'EIC Cromatogramma trappola per tutti gli ioni di interesse come segue: 372.2, 165.1, 168.1 e 193.1.

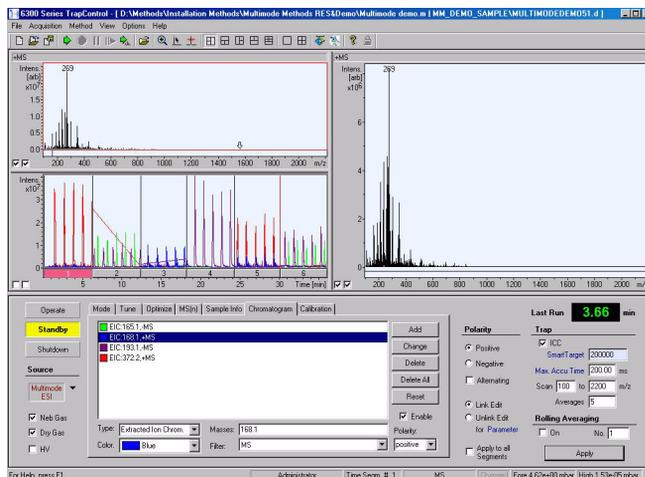


Figura 27 Esame Trap Control multimode in sei segmenti

10 Dall'analisi dei dati, caricare il file di dati multimode in sei segmenti.

11 Eseguire il seguente script:

- Analysis.Compounds.Clear
- Analysis.Chromatograms.Clear

2 Verifica della sensibilità

Esecuzione del campione demo multimode

- Analysis.Chromatograms.Add daEIC, daAllMS, "372.2", daPositive
- Analysis.Chromatograms.Add daEIC, daAllMS, "165.1", daNegative
- Analysis.Chromatograms.Add daEIC, daAllMS, "168.1", daPositive
- Analysis.Chromatograms.Add daEIC, daAllMS, "193.1", daNegative
- Analysis.Chromatograms.IntegrateOnly
- Analysis.Save
- Form.Close

Il primo EIC è 372.1 in modalità ESI positiva e mista. Dovrebbe apparire almeno un 20% di recupero per la modalità mista.

Il secondo EIC è 168.1 in modalità APCI positiva e mista. Dovrebbe apparire almeno un 20% di recupero.



Figura 28

Il terzo EIC è 165.1 in modalità APCI positiva e mista. Dovrebbe apparire almeno un 20% di recupero per la modalità mista.

Il quarto EIC è 193.1 in modalità APCI negativa e mista. Dovrebbe apparire almeno un 20% di recupero.

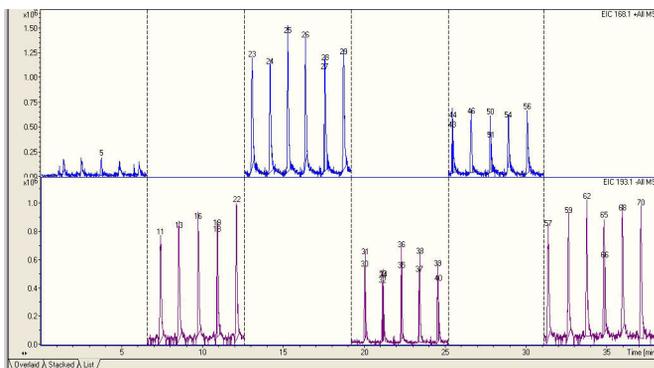


Figura 29

Spegnimento e spurgo dello strumento

Per spegnere, spurgare e disattivare completamente lo strumento, eseguire la seguente procedura.

Con il software Trap Control 6.0 e versioni successive, lo spurgo e la procedura di pump-down possono essere eseguite da Internet Explorer.

- 1 Avviare Internet Explorer e accedere all'indirizzo <http://192.168.254.10>.

2 Verifica della sensibilità

Spegnimento e spurgo dello strumento

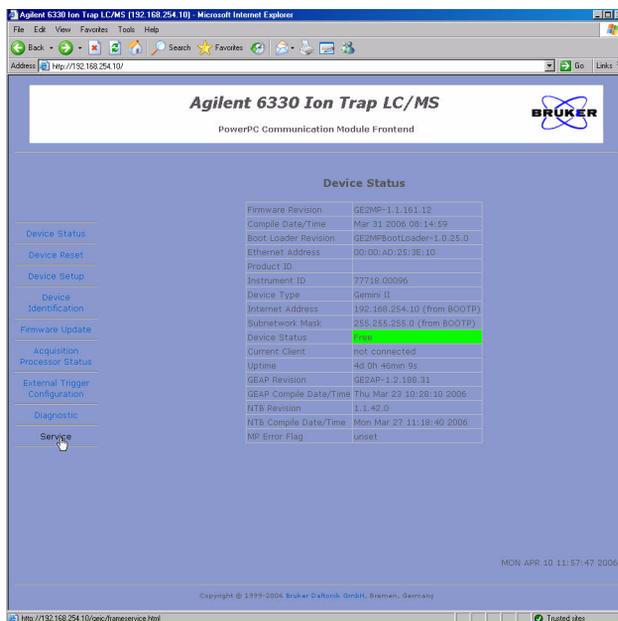


Figura 30

2 Fare clic su **Service** > **Vacuum System** (Servizio > Sistema sottovuoto).



Figura 31

3 Nella pagina Vacuum System, fare clic su **Vent VacSys** (Spurgo VacSys).

2 Verifica della sensibilità

Spegnimento e spurgo dello strumento

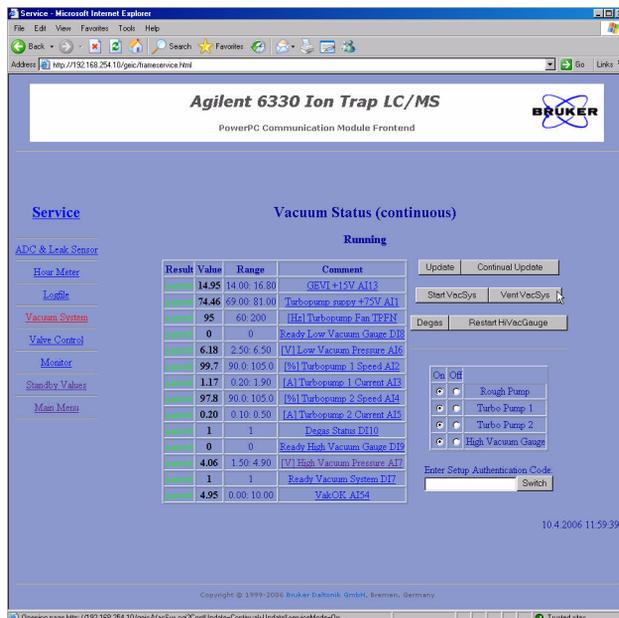


Figura 32 Strumento non spurcato

- Prima di proseguire, attendere che la velocità di entrambe le ventole scenda sotto il 10%.

ATTENZIONE

I riscaldatori del gas di essiccamento e del vaporizzatore APCI saranno ancora caldi. Attendere che lo strumento si raffreddi prima di proseguire.

ATTENZIONE

Non toccare la sorgente multimode o il tappo capillare. Questi possono essere estremamente caldi. Lasciare raffreddare le parti prima di maneggiarle.

ATTENZIONE

Non toccare mai le superfici della sorgente, specialmente durante l'analisi di sostanze tossiche o quando si utilizzano solventi tossici. La sorgente presenta numerose parti affilate che possono causare lesioni cutanee, tra cui l'ago della corona APCI, il sensore del vaporizzatore e gli elettrodi del contatore.

- 5 Attendere che la velocità delle ventole scenda sotto il 10%, quindi spegnere il dispositivo tramite gli interruttori posti sul lato frontale e laterale del LC/MS.

Quando gli interruttori laterale e frontale vengono azionati nuovamente, lo strumento esegue automaticamente la procedura di pump-down. Avviare Internet Explorer e monitorare lo stato della procedura di pump-down.

Verifica della calibratura della trappola ionica

Le operazioni di calibratura non sono necessarie in fase di installazione. Gli strumenti vengono forniti già calibrati. Il file di calibratura corrente è archiviato sul sistema processore GEPS-2 dello strumento. Quando è installato il software Trap Control, il sistema processore di GEPS-2 scarica il file yep di calibratura nella directory **C:\BDalSystemData\Data\Instruments**.

Qualora risulti necessario eseguire la calibratura del sistema, è utile ricordare quanto segue:

- sulle trappole serie 6300 con la sorgente multimode, le calibrature Scan (Scansione), Fragmentation (Frammentazione) e Isolation (Isolamento) vengono effettuate in modalità APCI.
- La calibratura viene eseguita dalla stessa visualizzazione Calibration Tab (Scheda calibratura) per tutti i tipi di sorgente.
- La miscelazione di calibratura usata per la sorgente multimode è chiamata G2432A APCI\APPI tuning mix (**miscelazione di ottimizzazione**).

Per procedere alla calibratura della sorgente:

- 1 Selezionare le liste di massa positive o negative più appropriate per la soluzione calibrante G2432A.

Se non esistono liste di massa di calibratura positive o negative per le masse APCI, creare liste di massa APCI positive e negative per la calibratura multimode.

- Fare clic su **Options > Edit Mass List** (Opzioni > Modifica lista di masse).
- Per ogni lista di masse da creare, fare clic su Sample Name (Nome campione), quindi aggiungere le masse appropriate all'elenco; vedere la [Tavola 2](#) per gli ioni positivi e la [Tavola 3](#) per gli ioni negativi.
- Fare clic su **Save** (Salva), quindi su **Close** (Chiudi).
- Tutte le modalità vengono calibrate come avviene con la sorgente G1948A ESI standard, tranne per la soluzione calibrante utilizzata. Per eseguire la calibratura con la sorgente multimode G1978A installata, la modalità di ionizzazione cambia da ESI ad APCI.

- 2 Scegliere il tipo di calibratura più appropriato:
 - Le calibrature Fragmentation (Frammentazione) e Isolation (Isolamento) sono riservate per la sola modalità Ultra Scan (Scansione ultra).
 - La calibratura Scan può essere impiegata per tutte le modalità (compresa la modalità Ultra Scan).
- 3 Caricare i metodi per la modalità appropriata tra Ultra Scan (Scansione ultra), Standard-Enhanced (Standard-avanzata), Standard-Maximum (Standard-massima) o Extended (Estesa). I metodi sono ubicati nella cartella **D:\Methods\Installation Methods**.
- 4 Fare clic sul pulsante radiale **Report** nel menu Calibration Tab (Scheda calibratura). Al termine della calibratura, i dati correnti vengono archiviati nella cartella **C:\BDalSystemData\Data\Instruments\Agilent 6330 Ion Trap LC MS**. La calibratura corrente è situata nella cartella che ha come nome il numero dello strumento, mentre la calibratura precedente viene archiviata nella cartella **Backup**.
- 5 Fare clic su **Show Spectra** (Mostra spettri) per visualizzare gli spettri. Vedere la [Figura 35](#).
- 6 Fare clic su **Print** (Stampa) per stampare il report di calibratura.

Il report di calibratura può essere impiegato per convalidare la calibratura Scan (Scansione) per la corretta assegnazione della massa entro 0,2 unità di massa atomica della massa effettiva al termine della calibratura. Quando viene eseguita una calibratura Scan (Scansione) vengono visualizzati i valori di Actual Mass (Massa reale) e Observed Mass (Massa osservata). Vedere la figura 2. La calibratura Scan (Scansione) è disponibile per le modalità Ultra Scan (Scansione ultra), Std-Enhanced (Standard-avanzata), Std-Maximum (Standard-massima) o Extended (Estesa).

Altre modalità di calibratura disponibili sono Detector (Rilevatore), Ejection Factor (Fattore di eiezione), Ejection Phase (Fase di eiezione), Isolation (Isolamento) e SPS parameter (Parametro SPS).

2 Verifica della sensibilità

Verifica della calibratura della trappola ionica

Tavola 2 Ioni positivi - Formule empiriche ioni di calibratura APCI G2432A per MS ad alta risoluzione

	ione positivo (m/z)	Formula empirica
Purina+H	121.051421	C5.H5.N4
HP-0321+H	322.048699	C6.H19.O6.N3.P3
HP-0622+H	622.029499	C12.H19.O6.N3.P3.F12
HP-0921+H	922.010300	C18.H19.O6.N3.P3.F24
frammento	1307.969049	C25.H17.O6.N3.P3.F40
HP-1521+H	1521.971900	C30.H19.O6.N3.P3.F48
frammento	1807.937049	C35.H17.O6.N3.P3.F60
HP-2121+H	2121.933500	C42.H19.O6.N3.P3.F72

Tavola 3 Ioni negativi - Formule empiriche ioni di calibratura APCI G2432A per MS ad alta risoluzione

	ione negativo (m/z)	Formula empirica
Purina-H	119.035771	C5.H3.N4
frammento	556.001426	C10.H15.O6.N3.P3.F10
frammento	805.985476	C15.H15.O6.N3.P3.F20
frammento	1305.953400	C25.H15.O6.N3.P3.F40
frammento	1805.921399	C35.H15.O6.N3.P3.F60

All'aumentare dell'energia CID, i segnali di ioni frammentati risultano progressivamente più forti a valori più elevati di m/z.

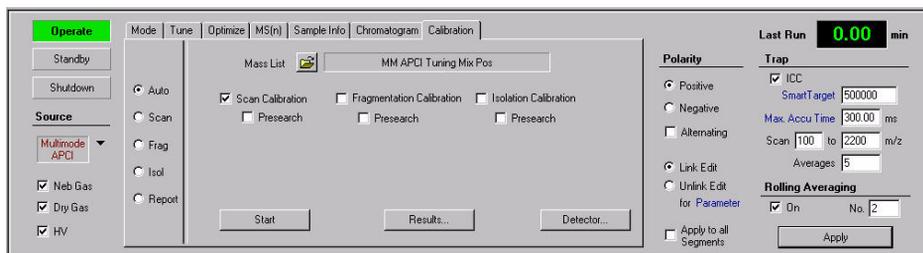


Figura 33 Finestra di calibratura nella modalità cliente standard

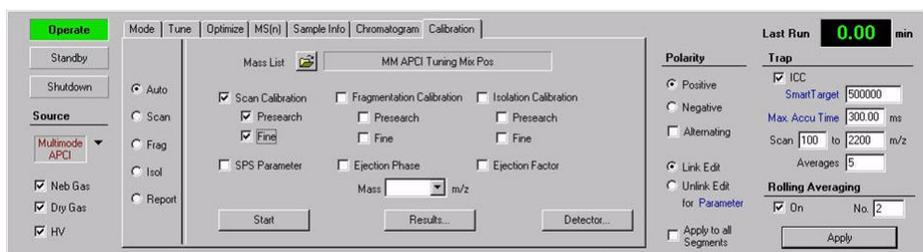


Figura 34 Finestra di calibratura mostrata in modalità di servizio. Notare che la modalità Service (Servizio) dovrebbe essere eseguita da personale FSE addestrato da Agilent.

2 Verifica della sensibilità

Verifica della calibratura della trappola ionica

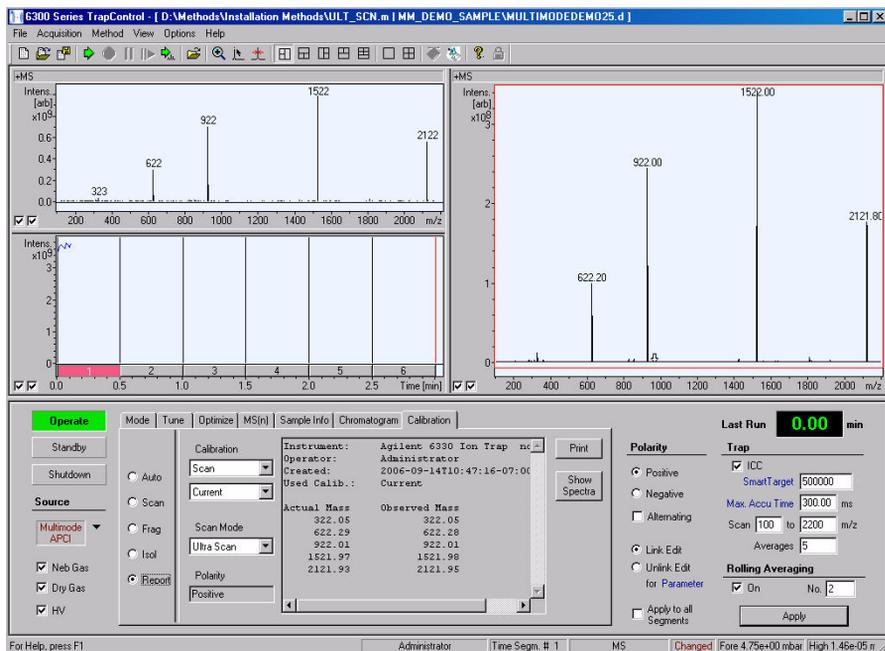


Figura 35 Al termine della calibratura dalla pagina Calibration Tab (Scheda calibratura), selezionare Print (Stampa) o Show Spectra (Mostra spettri).

Scan Calibration Report	
Instrument	Agilent 6330 Ion Trap no 00096
Operator	Administrator
Created	2006-09-14T10:47:16-07:00
Used Calib.	Current
Scan Mode	Ultra Scan
Polarity	Positive
Actual Mass	Observed Mass
322.05	322.05
622.29	622.28
922.01	922.01
1521.97	1521.98
2121.93	2121.95

Figura 36 L'esempio che segue mostra un report creato selezionando Print (Stampa).

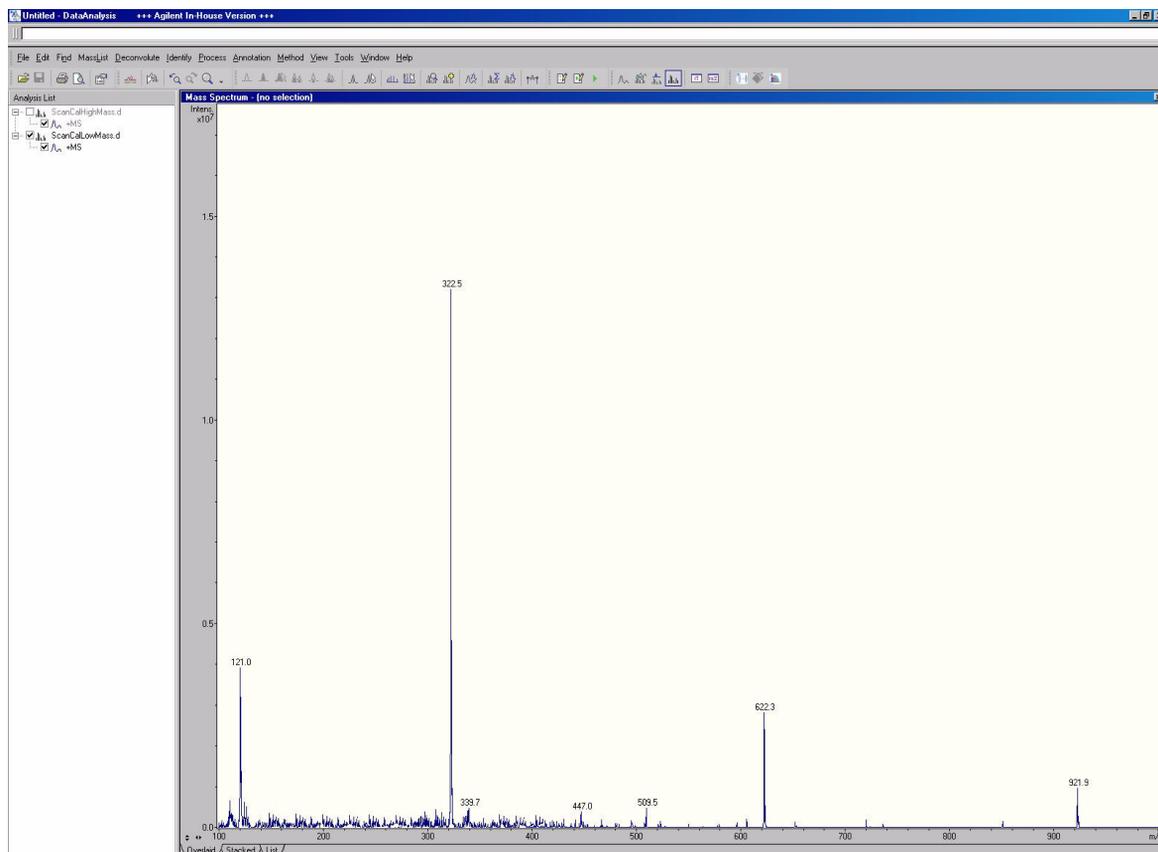


Figura 37 Spettri in modalità Ultra Scan (Scansione ultra) generati dalla calibratura della sorgente Multimode in modalità APCI per ioni di massa ridotta. È stata selezionata l'opzione Show Spectral Tab (Mostra scheda spettrale) che mostra i dati nella relativa analisi.

2 Verifica della sensibilità

Verifica della calibratura della trappola ionica

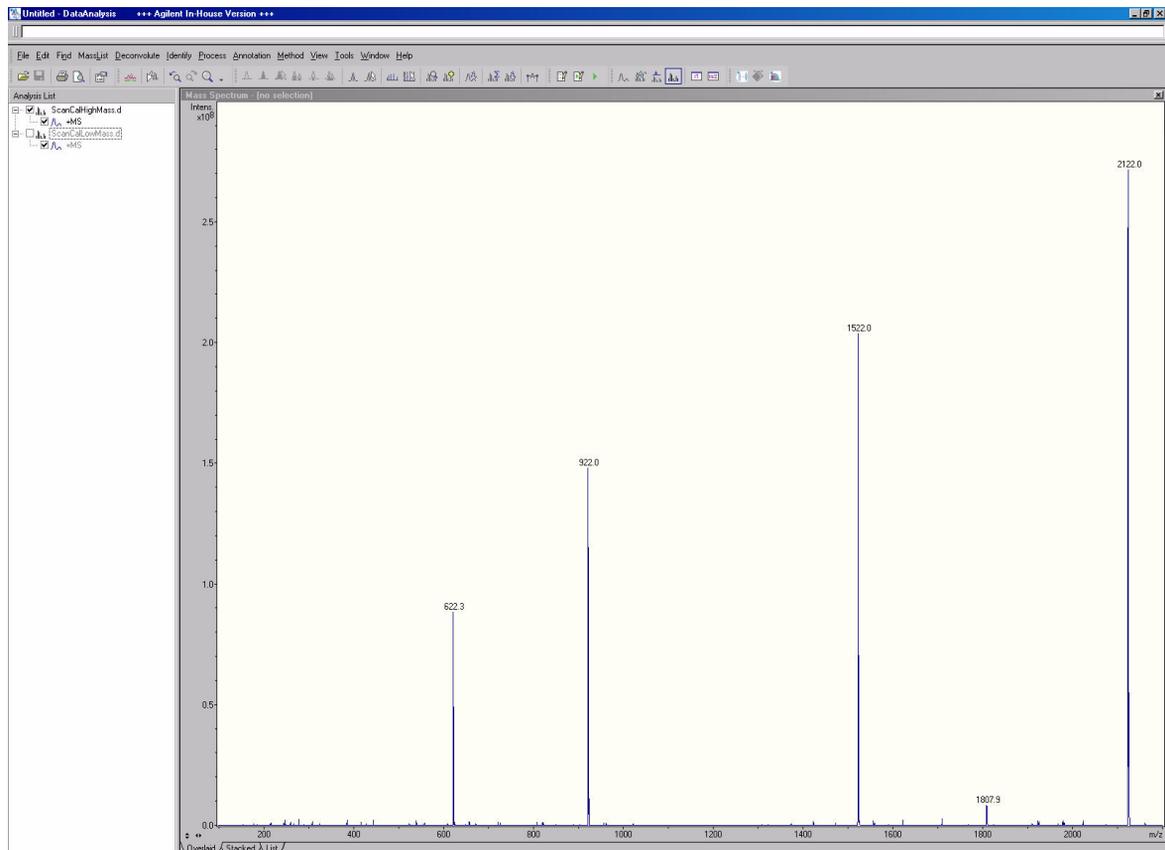


Figura 38 Spettri in modalità Ultra Scan (Scansione ultra) generati dalla calibratura della sorgente Multimode in modalità APCI per ioni di massa elevata. È stata selezionata l'opzione Show Spectral Tab (Mostra scheda spettrale) che mostra i dati nella relativa analisi.

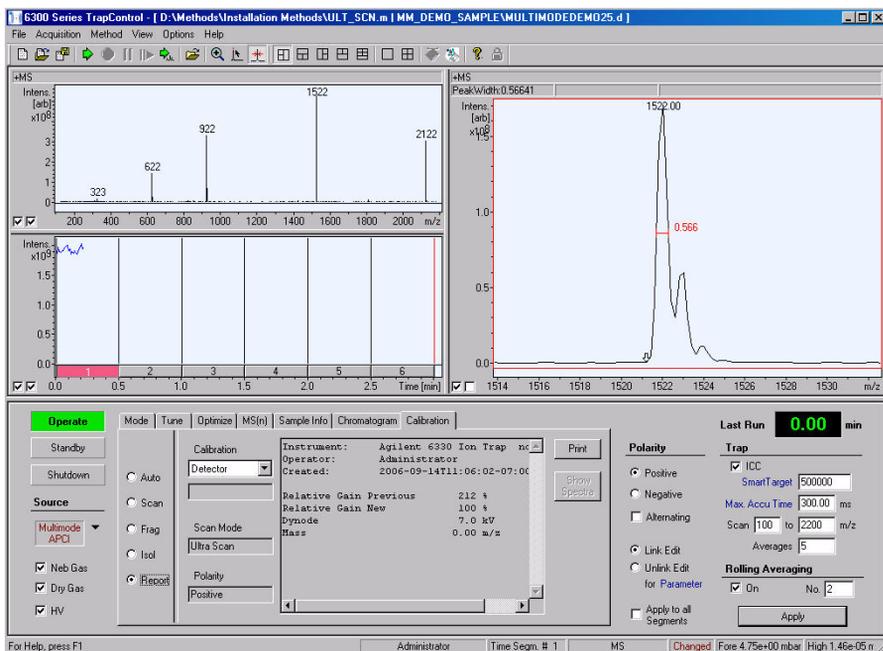


Figura 39 La calibratura di guadagno Detector (Rilevatore) dovrebbe essere eseguita dopo la calibratura della scansione iniziale. Il report generato da questa calibratura può essere stampato.

Detector Calibration Report		
Instrument	Agilent 6330 Ion Trap no 00096	
Operator	Administrator	
Created	2006-09-14T11:02:07:00	
Polarity	Positive	
Mass	0.00	m/z
Dynode	7.0	kV
Relative gain Previous	212	%
Relative Gain New	100	%

Figura 40 L'esempio che segue mostra un comune report per la calibratura Detector (Rilevatore) visualizzato quando viene selezionata l'opzione Print (Stampa).

2 Verifica della sensibilità

Verifica della calibratura della trappola ionica

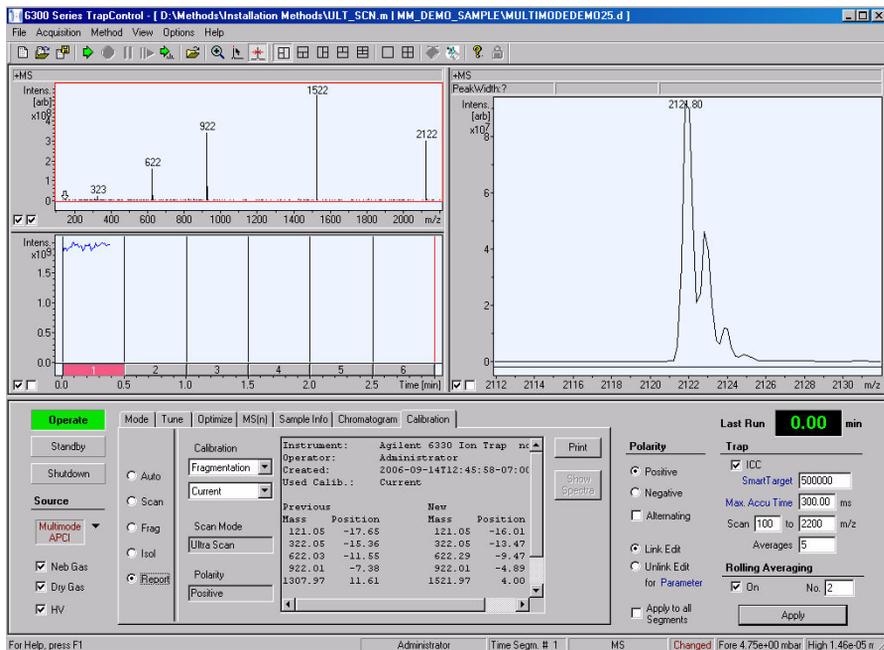


Figura 41 La calibratura di guadagno Fragmentation (Frammentazione) dovrebbe essere eseguita dopo la calibratura Scan (Scansione). Il report generato da questa calibratura può essere stampato.

Fragmentation Calibration Report

Instrument Agilent 6330 Ion Trap no00096

Operator Administrator

Created 2006-09-14T12:45:58-07:00

User Calib. Current

Scan Mode Ultra Scan

Polarity Positive

Previous		New	
Mass	Position	Mass	Position
121.05	-17.65	121.05	-16.01
322.05	-15.36	322.05	-13.47
622.03	-11.55	622.29	-9.47
922.03	-7.38	922.01	-4.89
1307.97	11.61	1521.97	4.00
1521.97	0.99	2121.93	12.21
1807.94	8.37		
2121.93	11.11		

Figura 42 L'esempio che segue mostra un comune report per la calibratura Fragmentation (Frammentazione) visualizzato quando viene selezionata l'opzione Print (Stampa).

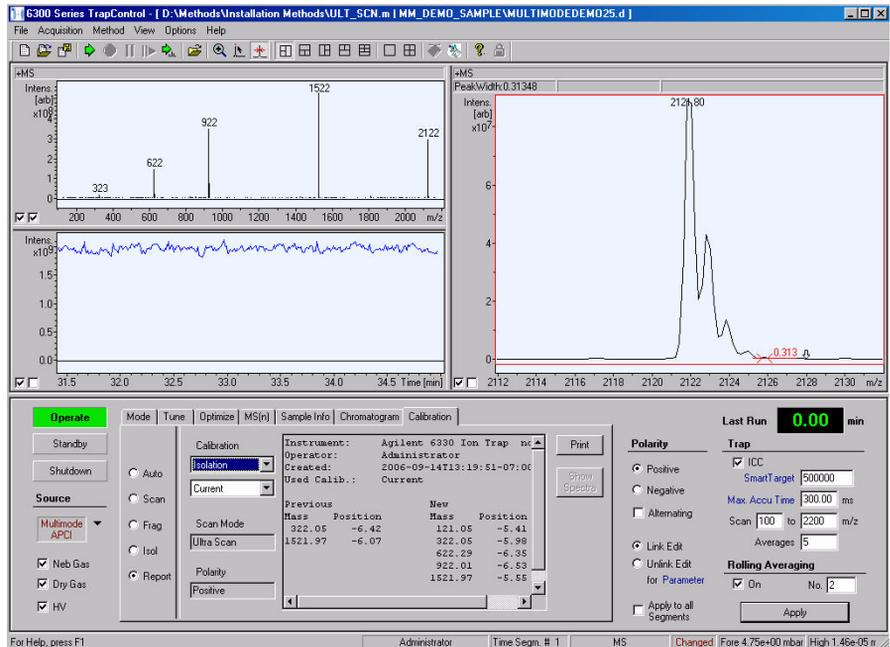


Figura 43 La calibratura Isolation (Isolamento) dovrebbe essere eseguita dopo la calibratura Fragmentation (Frammentazione). Il report generato da questa calibratura può essere stampato.

Isolation Calibration Report

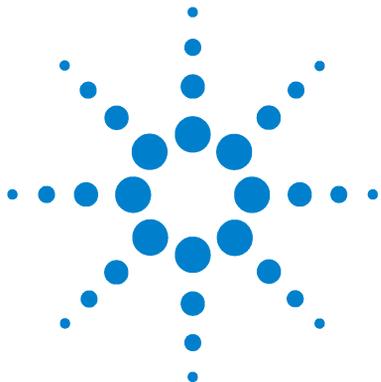
Instrument Agilent 6330 Ion Trap no00096
 Operator Administrator
 Created 2006-09-14T13:19:51-07:00
 User Calib. Current
 Scan Mode Ultra Scan
 Polarity Positive

Previous		New	
Mass	Position	Mass	Position
322.05	-6.42	121.05	-5.41
1521.97	-6.07	322.05	-5.89
		622.29	-6.35
		922.01	-6.53
		1521.97	-5.55
		2121.93	-4.75

Figura 44 L'esempio che segue mostra un comune report per la calibratura Isolation (Isolamento) visualizzato quando viene selezionata l'opzione Print (Stampa).

2 Verifica della sensibilità

Verifica della calibratura della trappola ionica



3 Metodi

Configurazione di un metodo per l'utilizzo della sorgente multimode 59

Creazione di un metodo per operazioni in modalità mista
positiva/negativa 61

Creazione di un metodo per l'esecuzione alternata delle operazioni ESI
e APCI 62

Questo capitolo descrive le attività che richiedono la configurazione di metodi per la sorgente multimode e come eseguire le operazioni di manutenzione specifiche dello strumento.

Per ulteriori informazioni sulle operazioni di manutenzione, vedere la *Guida alla manutenzione della sorgente multimode G1978A*.





Figura 45

Configurazione di un metodo per l'utilizzo della sorgente multimode

- 1 Dal software Trap Control, selezionare **Shutdown** (Spegnimento), quindi scegliere il tipo di sorgente Multimode.

Vi sono tre differenti modalità per la sorgente multimode:

- Multimode ESI
- Multimode APCI
- Multimode ES+APCI

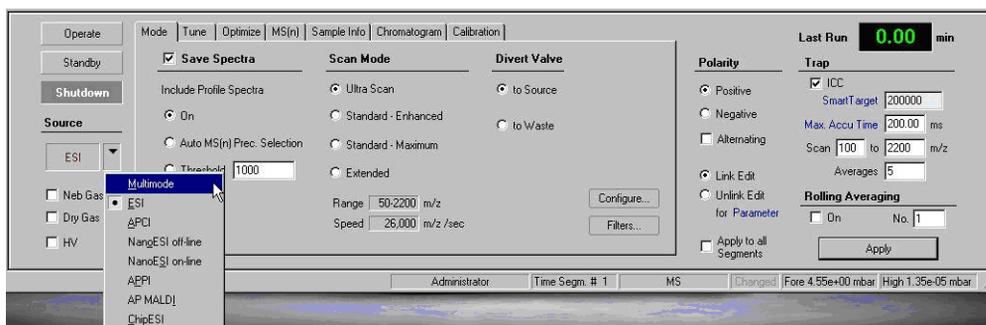


Figura 46

- 2 Selezionare la modalità di analisi desiderata. Nell'esempio che segue, è selezionata la modalità Multimode ESI. Durante la selezione della modalità ESI, APCI o ESI +APCI, la trappola può essere posta in stato di attesa.

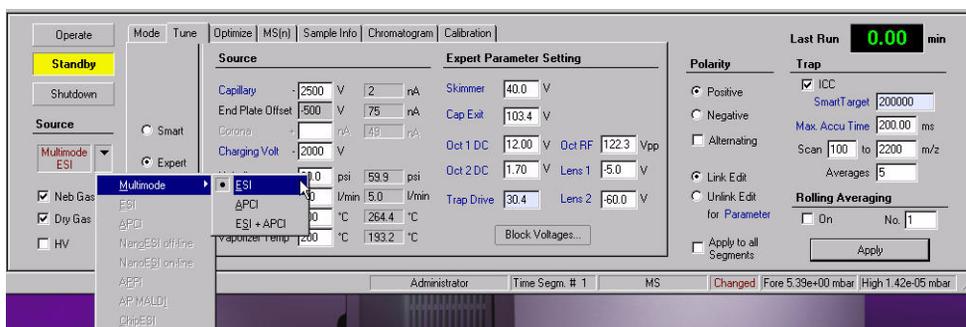


Figura 47

- 3 Impostare i parametri di ottimizzazione:

3 Metodi

Configurazione di un metodo per l'utilizzo della sorgente multimode

- Regolare la pressione di nebulizzazione, il flusso e la temperatura del gas di essiccazione a seconda della fase mobile e del flusso LC.
- Nelle modalità Multimode ESI, APCI o ESI+APCI, impostare la temperatura del vaporizzatore più adatta all'analisi. La temperatura del vaporizzatore è attivata durante le operazioni in modalità Multimode ESI, APCI o ESI+APCI.

Per le modalità Multimode ESI, Multimode APCI e Multimode ESI+APCI, come parametri di avvio è possibile utilizzare le impostazioni predefinite della sorgente.

- 4 In Tune Expert (Ottimizzazione esperta) è possibile eseguire eventuali variazioni necessarie per il metodo impiegato.

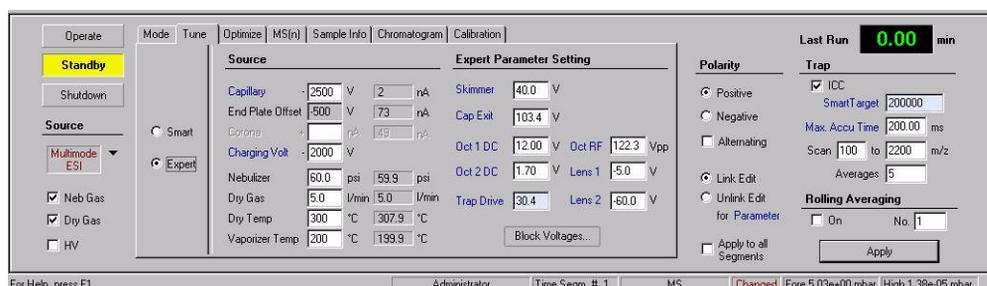


Figura 48

- 5 Nell'elenco a discesa **Method** (Metodo), fare clic su **Save-6300 Series Trap Control Part** (Salva parte Trap Control serie 6300).

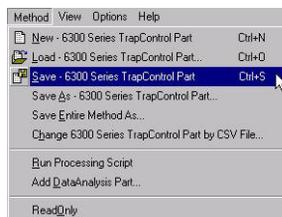


Figura 49

ATTENZIONE

Sulle trappole Agilent serie 6300, la valvola deviatrice del cromatografo liquido è parte integrante del sistema di sicurezza G1978A. Il flusso della fase mobile LC deve essere sempre collegato al filtro di ingresso della valvola deviatrice. Non bypassare mai la valvola deviatrice con una connessione diretta al nebulizzatore. Qualora la valvola deviatrice venga utilizzata diversamente da come specificato da Agilent Technologies, le protezioni fornite dalla valvola deviatrice possono subire danni.

Creazione di un metodo per operazioni in modalità mista positiva/negativa

- 1 Dal software Trap Control, selezionare il tipo di analisi della sorgente multimode **Multimode ES+APCI**.

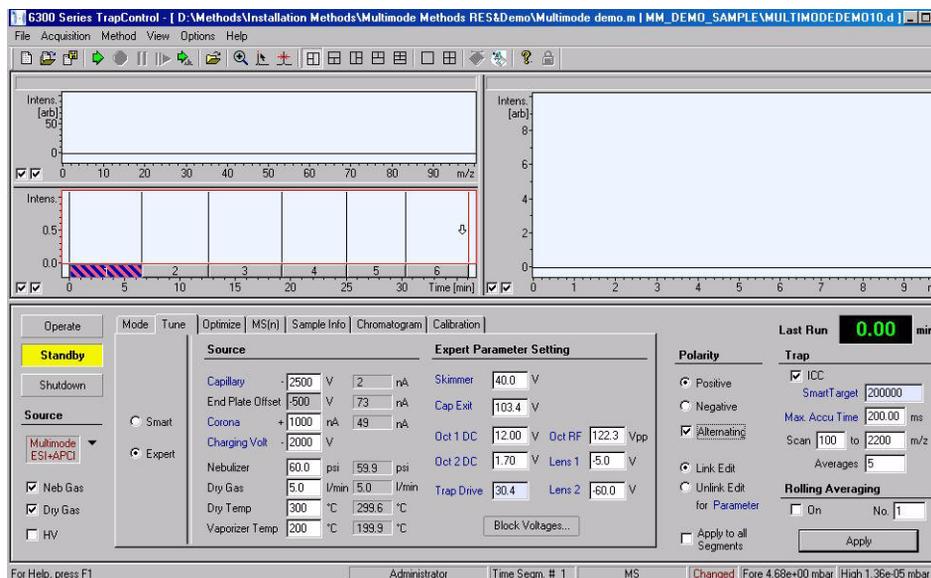


Figure 50

- 2 Selezionare la polarità **Alternating** (Alternata).
- 3 Selezionare **Tune Expert** (Ottimizzazione esperta) e impostare tutti gli altri parametri **Source** (Sorgente) necessari per il tipo di acquisizione.
- 4 Salvare la parte Trap Control del metodo.

Lo scambio di polarità è una tecnica molto utile, ma richiede tempo per il ristabilimento della chimica ionica e il riempimento del percorso dell'ottica da parte degli ioni. La densità del gas influisce sulla velocità con cui il percorso degli ioni viene riempito nuovamente. La densità del gas varia a seconda della temperatura della sorgente. Per utilizzare lo scambio positivo/negativo durante l'analisi di un metodo, utilizzare una temperatura di vaporizzazione inferiore (da 150 a 200°C) e un minore valore di VCap (circa 1000 V). Queste impostazioni hanno notevoli effetti sulla qualità dei risultati degli esperimenti di scambio positivo/negativo.

Creazione di un metodo per l'esecuzione alternata delle operazioni ESI e APCI

- 1 Dal software Trap Control, selezionare il tipo di analisi della sorgente multimode **Multimode ESI**.
- 2 Per utilizzare le modalità Multimode ESI e Multimode APCI, impostare ciascun segmento su **Multimode ESI** o **Multimode APCI**.
- 3 Selezionare **Tune Expert** (Ottimizzazione esperta) e impostare tutti gli altri parametri **Source** (Sorgente) necessari per il tipo di acquisizione.
- 4 Effettuare le eventuali altre modifiche necessarie per il metodo.
- 5 Salvare la parte Trap Control del metodo.

NOTA

In generale, invece di alternare i segmenti delle modalità Multimode ESI e Multimode APCI, è consigliabile utilizzare la modalità di funzionamento mista (MM-ES+APCI). Raramente all'interno di una corsa cromatografica un composto risponde solamente in modalità ESI o APCI.

Indice analitico

C

conversione a ESI o APCI, [29](#)
conversione da ESI, APCI o APPI, [13](#)

E

ESI
conversione, [13, 29](#)

F

filtro di ingresso della valvola
deviatrice, [18](#)

I

installazione, [7](#)
aggiornamento del software tramite una
patch, [12](#)
preparazione, [8](#)
scambio sorgenti, [11](#)
sostituzione chip, [9](#)
verifica sensibilità della sorgente
multimode, [12](#)

M

metodo
configurazione base, [59](#)
esecuzione alternata di ESI e APCI, [62](#)
modalità mista positiva/negativa, [61](#)
miscela solventi, [31](#)

P

parti
schermo di nebulizzazione
multimode, [15](#)
procedura di ottimizzazione automatica, [46](#)

S

schermo di nebulizzazione per sorgente
multimode, [15](#)

sorgente multimode
immagine, [58](#)
nebulizzatore, [17](#)

T

tubo dei campioni, [18](#)

www.agilent.com

In questo volume

Questo volume contiene le istruzioni di installazione, impiego, manutenzione e risoluzione dei problemi per la Sorgente multimode per trappola ionica LC/MS serie 6300 .

© Agilent Technologies 2008

Stampato negli Stati Uniti d'America
Prima edizione, dicembre 2008



G1978-94080