

Agilent G1978A Source multimodale pour LC/MS Agilent 6300 à pièges d'ions

Guide de configuration



Agilent Technologies

Avertissements

© Agilent Technologies, Inc. 2008

Conformément aux lois internationales relatives à la propriété intellectuelle, toute reproduction, tout stockage électronique et toute traduction de ce manuel, totaux ou partiels, sous quelque forme et par quelque moyen que ce soit, sont interdits sauf consentement écrit préalable de la société Agilent Technologies, Inc.

Référence du manuel

G1978-93080

Édition

Première édition, décembre 2008

Imprimé aux États-Unis

Agilent Technologies, Inc. 5301 Stevens Creek Blvd. Santa Clara, CA 95051, États-Unis

Windows[®] et MS Windows[®] sont des marques déposées de Microsoft Corporation aux États-Unis.

Windows NT[®] est une marque déposée de Microsoft Corporation aux États-Unis.

Garantie

Les informations contenues dans ce document sont fournies « en l'état » et pourront faire l'objet de modifications sans préavis dans les éditions ultérieures. Dans les limites de la législation en vigueur, Agilent exclut en outre toute garantie, expresse ou implicite, quant à ce manuel et aux informations contenues dans ce dernier. notamment, mais sans s'v restreindre, toute garantie marchande et aptitude à un but particulier. En aucun cas, Agilent ne peut être tenu responsable des éventuelles erreurs contenues dans ce document, ni des dommages directs ou indirects pouvant découler des informations contenues dans ce document, de la fourniture, de l'usage ou de la qualité de ce document. Si Agilent et l'utilisateur ont souscrit un contrat écrit distinct dont les conditions de garantie relatives au produit couvert par ce document entrent en conflit avec les présentes conditions, les conditions de garantie du contrat distinct se substituent aux conditions stipulées dans le présent document.

Licences technologiques

Le matériel et le logiciel décrits dans ce document sont protégés par un accord de licence et leur utilisation ou reproduction sont soumises aux termes et conditions de ladite licence

Limitation des droits

L'utilisation du logiciel dans le cadre d'un contrat principal ou de sous-traitance avec le Gouvernement américain est soumise à la réglementation fédérale des Etats-Unis régissant les logiciels informatiques commerciaux (DFAR 252.227-7014, juin 1995) ou les produits commerciaux (FAR 2.101(a)) ou les logiciels informatiques sous licences (FAR 52.227-19, juin 1987) ou toute réglementation ou clause de contrat équivalente. L'utilisation, la duplication ou la publication de ce logiciel est soumise aux termes de la licence commerciale standard délivrée par Agilent Technologies. Conformément à la directive FAR 52.227-19(c)(1-2) (juin 1987), les droits d'utilisation accordés aux départements et agences rattachés au Gouvernement américain sont limités aux termes de la présente limitation des droits. Les droits d'utilisation accordés au Gouvernement américain dans le cadre des données techniques sont limités conformément aux directives FAR 52.227-14 (juin 1987) ou DFAR 252.227-7015 (b)(2) (novembre 1995).

Mentions de sécurité

ATTENTION

Une mention ATTENTION signale un danger. Si la procédure, le procédé ou les consignes ne sont pas exécutés correctement, le produit risque d'être endommagé ou les données d'être perdues. En présence d'une mention ATTENTION, vous devez continuer votre opération uniquement si vous avez totalement assimilé et respecté les conditions mentionnées.

AVERTISSEMENT

Une mention AVERTISSEMENT signale un danger. Si la procédure, le procédé ou les consignes ne sont pas exécutés correctement, les personnes risquent de s'exposer à des lésions graves. En présence d'une mention AVERTISSEMENT, vous devez continuer votre opération uniquement si vous avez totalement assimilé et respecté les conditions mentionnées.

Contenu de ce guide

Ce guide contient les instructions d'installation, d'utilisation, de maintenance et de dépannage correspondant à votre source d'ionisation nano-électrospray.

1 Installation

Ce chapitre explique comment installer la source d'ionisation multimodale et vérifier l'installation.

2 Vérification des performances

Ce chapitre contient les instructions nécessaires pour vérifier le fonctionnement de l'instrument à pièges d'ions avec la source d'ionisation multimodale.

3 Méthodes

Ce chapitre décrit le fonctionnement et la maintenance de base pour la source d'ionisation multimodale.

Notez que seules les sources multimodales équipées de thermocontacts sont prises en charge par les instruments LC/MS Agilent 6300 à pièges d'ions. Ces sources sont identifiées par un numéro de série incluant le code « TS » comme illustré ci-dessous :



Table des matières

1	Instal	lation	7
	notu	lacion	

Installation 8 Étape 1. Préparation de l'installation 8 Étape 2. Mise hors tension du tube électronique 9 Étape 3. Remplacement des anciennes cartes GELV et GEPS-1 par les cartes GELV-5 et GEPS-2 9 Étape 4. Conversion d'une source ESI, APCI ou APPI en source multimodale 11 Étape 5. Installation du logiciel TrapControl version 6.1 12 Étape 6. Vérification du fonctionnement de la source multimodale 12 Changement de source 13 Conversion d'une source ESI, APCI ou APPI en source multimodale 13 Installation de l'alimentation de la carte PCA de contrôle et du module HT 20 Connexion des câbles de la source multimodale 24 Retrait de la source multimodale 27 Conversion d'une source multimodale en source ESI, APCI ou APPI 30 Vérification des performances 31

Étape 1. Préparation de l'échantillon 32 Étape 2. Acquisition des données d'échantillon 36 Étape 3. Traitement des résultats 37 Analyse de l'échantillon de démo multimodal 38 Arrêt et mise sous pression atmosphérique de l'instrument 41 Vérification de l'étalonnage du piège d'ions 46

3 Méthodes 57

2

Configuration d'une méthode pour qu'elle utilise la source multimodale59Création d'une méthode pour ionisation en mode mixte (positif/négatif)62Création d'une méthode pour ionisation en mode ESI/APCI alterné63

Table des matières



Agilent G1978A Source multimodale pour LC/MS Agilent 6300 à pièges d'ions Guide de configuration

Installation

Changement de source 13 Étape 1. Préparation de l'installation 8 Étape 2. Mise hors tension du tube électronique 9 Étape 3. Remplacement des anciennes cartes GELV et GEPS-1 par les cartes GELV-5 et GEPS-2 9 Étape 4. Conversion d'une source ESI, APCI ou APPI en source multimodale 11 Étape 5. Installation du logiciel TrapControl version 6.1 12 Étape 6. Vérification du fonctionnement de la source multimodale 12 Changement de source 13 Conversion d'une source ESI, APCI ou APPI en source multimodale 13 Installation de l'alimentation de la carte PCA de contrôle et du module HT 20 Connexion des câbles de la source multimodale 24 Retrait de la source multimodale 27 Conversion d'une source multimodale en source ESI, APCI ou APPI 30

Ce chapitre explique comment installer la source multimodale G1978A sur les instruments LC/MS Agilent 6300 à pièges d'ions, mais aussi comment changer la source.



Étape 1. Préparation de l'installation

Avant d'installer la source multimodale, vérifiez que vous disposez bien des pièces et outils nécessaires.

- 1 Vérifiez que vous avez les éléments suivants :
 - source multimodale ESI/APCI pour système combiné (référence G1978A);
 - source multimodale ESI/APCI (référence G1978-65439);
 - module HT pour la source multimodale (référence G1978-60050);
 - kit de transformation de source multimodale ESI/APCI (référence G1978-60351) ;
 - ChemStation version B.01.03 minimum ;
 - logiciel TrapControl version 6.1.

REMARQUE

Les instruments LC/MS Agilent 6300 à pièges d'ions sont tous prééquipés du matériel nécessaire. Ils contiennent déjà la carte processeur GEPS-2 ainsi que la carte d'alimentation pour la lentille GELV-5.

- **2** Vérifiez que vous avez les outils, fournitures et produits chimiques suivants. Les éléments de cette liste ne sont pas fournis avec la source multimodale :
 - chiffons et gants propres et non pelucheux ;
 - eau et solvants organiques tels que acétone, méthanol, acétonitrile ou alcool isopropylique (tous de qualité CLHP) ;
 - clé à fourche 1/4" (6,35 mm);
 - clé mâle Torx T10.

Étape 2. Mise hors tension du tube électronique

• Exécutez la procédure « Arrêt et mise sous pression atmosphérique de l'instrument », page 41.

REMARQUE

S'il ne s'agit pas d'un système 6300 combiné, vous devez éteindre complètement le tube électronique de l'instrument. Cette remarque concerne les modèles SL, XCT, XCT Plus et XCT Ultra. Ces instruments sont considérés comme des instruments mis à niveau pouvant être utilisés avec la source G1978A. Par ailleurs, ces instruments nécessitent une mise à jour des codes d'identification qui n'étaient pas disponibles au moment de la sortie de la source multimodale G1978A sur les instruments à pièges d'ions.

Étape 3. Remplacement des anciennes cartes GELV et GEPS-1 par les cartes GELV-5 et GEPS-2

Pour pouvoir utiliser l'instrument avec la source multimodale, la carte PCA d'alimentation pour la lentille GELV-5 et la nouvelle carte GEPS-2 doivent être installées. Vous devez mettre à niveau les cartes de l'instrument si la version est antérieure à la série 6300 et si le piège n'est pas un modèle Ultra.



Figure 1 Carte GELV-5 complète avec nouveau circuit superposé dans le coin supérieur gauche (à g.) et version GELV-5A à côté du connecteur (à d.)

1

Étape 3. Remplacement des anciennes cartes GELV et GEPS-1 par les cartes GELV-5 et GEPS-2



Figure 2 Nouvelle carte GEPS-2 avec nouvelle plaque frontale

ATTENTION

La procédure suivante ne doit être réalisée que par des ingénieurs clients Agilent qualifiés. Si cette procédure n'est pas réalisée correctement, le circuit imprimé risque d'être endommagé lors de la mise sous tension.

- **1** Vérifiez que le tube électronique de l'instrument est éteint. Retirez l'aimant du capot supérieur pour le mettre sous tension.
- **2** Retirez l'ancienne carte PCA GELV de l'ensemble tube.
- **3** Avant de réinstaller la carte PCA GELV-5, installez le câble APCI HT 10 M en série avec le câble HT APCI existant.
- 4 Installation de la carte GELV-5 et branchement des câbles

Étape 4. Conversion d'une source ESI, APCI ou APPI en source multimodale



- Figure 3 Câble HT APCI 10 M Ω (référence G1978-60806). Dans la procédure suivante, prenez soin de relier la bonne extrémité à l'alimentation APCI et au câble APCI.
- **5** Retirez l'ancienne carte processeur GEPS-1 de l'instrument.

ATTENTION Lorsque vous installez la nouvelle carte GEPS-2, veillez à parfaitement aligner le connecteur plat avec le connecteur d'interface du spectromètre GESI.

- 6 Installez la carte processeur GEPS-2 dans l'instrument.
- 7 Replacez les morceaux de mousse ainsi que les capots que vous avez retirés.

Étape 4. Conversion d'une source ESI, APCI ou APPI en source multimodale

• Exécutez la procédure « Conversion d'une source ESI, APCI ou APPI en source multimodale », page 13.

Étape 5. Installation du logiciel TrapControl version 6.1

Étape 5. Installation du logiciel TrapControl version 6.1

La source multimodale G1978A est prise en charge par les ChemStation version B.01.03 ou supérieure équipées du logiciel TrapControl 6.1.

- 1 Utilisez l'assistant Ajout/Suppression de programmes du Panneau de configuration pour désinstaller les anciennes versions du logiciel TrapControl.
- 2 Exécutez le fichier **setup.exe** figurant dans chacun des dossiers numérotés ainsi que le fichier .bat dans l'ordre des étapes indiqué.

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

Étape 6. Vérification du fonctionnement de la source multimodale

Avant d'utiliser le système, vérifiez qu'il fonctionne correctement.

- 1 Lancez le logiciel de la ChemStation.
- 2 Exécutez la procédure « Vérification de l'étalonnage du piège d'ions », page 46.
- **3** Exécutez la procédure de la section « To bake out the ion trap » du document *Maintenance Guide*.
- 4 Exécutez la procédure « Étape 1. Préparation de l'échantillon », page 32.

REMARQUE Ces procédures de vérification doivent être utilisées exclusivement pour vérifier la sensibilité des instruments combinés livrés avec une source multimodale.

Changement de source

Cette section explique comment changer la source sur votre instrument.

Conversion d'une source ESI, APCI ou APPI en source multimodale

ATTENTION

Si vous installez la source sur cet instrument pour la première fois, exécutez la procédure « Installation », page 7.

- 1 À partir du logiciel TrapControl, sélectionnez « Shutdown » pour désactiver les paramètres suivants :
 - gaz de séchage (l/min);
 - pression du nébuliseur (psig) ;
 - température du gaz de séchage (°C) ;
 - température de l'évaporateur (source APCI seulement);
 - lampe éteinte (source APPI seulement).
- **2** Attendez que la source refroidisse (ne pas intervenir tant que les températures ne sont pas descendues à 100 °C minimum).
- 3 Débranchez le tube du nébuliseur de la source.
- 4 Débranchez le tube injecteur d'échantillon LC/MS à pièges d'ions.
- **5** Si la source installée est une source APCI ou APPI, débranchez le câble du chauffage de l'évaporateur APCI et le câble HT APCI.
- **6** Si la source installée est une source APPI, débranchez le câble RS-232 du port COM 2 de la carte processeur GEPS-2.
- 7 Retirez la source.
- 8 Dévissez et retirez le couvercle de la chambre de nébulisation. Voir Figure 4.

AVERTISSEMENT

Ne touchez pas la source multimodale ni le capuchon de la colonne capillaire. Ces pièces peuvent être très chaudes. Attendez qu'elles refroidissent avant de les manipuler.

Conversion d'une source ESI, APCI ou APPI en source multimodale

AVERTISSEMENT

N'introduisez pas vos doigts dans les ouvertures de la chambre multimodale. Lorsqu'elles sont en fonctionnement, un courant haute tension (jusqu'à 4 kV maximum) traverse la colonne capillaire et son capuchon.



Figure 4 Capuchon de la colonne capillaire et couvercle standard de la chambre de nébulisation pour source ESI ou APCI

9 Retirez le capuchon de la colonne capillaire. Si nécessaire, passez un chiffon propre légèrement humidifié avec de l'alcool isopropylique dessus (voir Figure 5).

Conversion d'une source ESI, APCI ou APPI en source multimodale



Figure 5 Couvercle de la chambre de nébulisation retiré

- 10 Réinstallez le capuchon sur la colonne capillaire.
- **11** Installez le nouveau couvercle de la chambre de nébulisation muni d'électrodes de charge électrostatique. Voir Figure 6.





12 Vissez le couvercle standard de la chambre de nébulisation de la source multimodale au support (voir Figure 7).

Conversion d'une source ESI, APCI ou APPI en source multimodale



Figure 7 Couvercle standard de la chambre de nébulisation de la source multimodale installé

REMARQUE

Les électrodes de charge électrostatique doivent être placées en position 6 et 9h. Desserrez les deux vis latérales pour régler la position des électrodes de charge électrostatique.

Conversion d'une source ESI, APCI ou APPI en source multimodale



13 Retirez le cache de protection de la chambre de nébulisation de la source multimodale.

Figure 8 Chambre de nébulisation de la source multimodale et son cache de protection

14 Installez la chambre de nébulisation sur son support.



Figure 9 Source multimodale installée sur le support de la chambre de nébulisation

Conversion d'une source ESI, APCI ou APPI en source multimodale

15 Installez le nébuliseur sur la chambre de nébulisation de la source multimodale.

N'utilisez jamais de bague de nébuliseur sur une source multimodale. Elle ne s'applique qu'aux sources ESI G1948A standard.



Figure 10 Source multimodale sans nébuliseur

16 Connectez le tube 1/8" du nébuliseur entre l'instrument LC/MS à pièges d'ions et le raccord à gaz du nébuliseur (voir Figure 11).



Figure 11 Tube à gaz relié au nébuliseur

Conversion d'une source ESI, APCI ou APPI en source multimodale

17 Raccordez le tube échantillon LC/MS à pièges d'ions au filtre d'entrée de la vanne de dérivation LC/MS à pièges d'ions (voir Figure 12, page 19).

AVERTISSEMENT

La vanne de dérivation du chromatographe liquide des instruments LC Agilent série 1100 et 1200 est un composant majeur du système de sécurité G1978A. Le débit de phase mobile du CPL doit toujours être raccordé au filtre d'entrée de la vanne de dérivation. La vanne de dérivation doit être toujours raccordée au nébuliseur en direct (jamais en dérivation). Si la vanne de dérivation n'est pas utilisée conformément aux recommandations d'Agilent Technologies, la vanne n'assurera pas ses fonctions de sécurité.





- **18** Si vous installez la source multimodale pour la première fois, exécutez la procédure « Installation de l'alimentation de la carte PCA de contrôle et du module HT », page 20.
- **19** Exécutez la procédure « Connexion des câbles de la source multimodale », page 24.

Installation de l'alimentation de la carte PCA de contrôle et du module HT

Installation de l'alimentation de la carte PCA de contrôle et du module HT

1 Retirez le cache de l'alimentation de la carte PCA de contrôle et du module HT de la source (voir Figure 13).



Figure 13 Cache de l'alimentation de la carte PCA de contrôle et du module HT de la source retiré

2 Branchez le câble RS-232 au connecteur RS-232 de l'alimentation de la carte PCA de contrôle et du module HT (voir Figure 14).

Installation de l'alimentation de la carte PCA de contrôle et du module HT



Figure 14 Branchement du câble RS-232

3 Vous devez retirer les capots et panneaux de l'instrument (capot avant, capot supérieur, capot de sécurité et son aimant, porte d'accès au panneau latéral).

Installation de l'alimentation de la carte PCA de contrôle et du module HT

- **4** Retirez le serre-câble en plastique situé sur le câble du chauffage de désolvatation (voir Figure 15).

Retrait du serre-câble en plastique

Figure 15 Retrait du serre-câble

5 Faites passer le câble sous la ligne de gaz du système de distribution de solution étalon (voir Figure 16).



Bouchon blanc du système de distribution de solution étalon

Figure 16 Ligne de gaz du système de distribution de solution étalon

Installation de l'alimentation de la carte PCA de contrôle et du module HT

6 Fixez l'alimentation de la carte PCA de contrôle et du module HT au tube à l'aide la vis auto-taraudeuse fournie (voir Figure 17).



Figure 17 Fixation de l'alimentation de la carte PCA de contrôle et du module HT

7 À l'aide des vis fournies, fixez le capot supérieur de l'alimentation de la carte PCA de contrôle et du module HT sur le support. Voir Figure 18.



Figure 18 Fixation sur le support

8 Si vous installez la carte PCA de contrôle et le module HT dans le cadre de la conversion d'une source en source multimodale, revenez à la section
« Conversion d'une source ESI, APCI ou APPI en source multimodale », page 13.

Connexion des câbles de la source multimodale

Connexion des câbles de la source multimodale

1 Branchez le câble RS-232 au port COM 2 de la carte processeur GEPS-2, situé sur la gauche de l'instrument (voir Figure 19).



Port COM 2 de la carte processeur GEPS

Figure 19Branchements du câble RS-232

2 Branchez l'alimentation +15 Vcc à l'alimentation de la carte PCA de contrôle et du module HT (voir Figure 20).



Branchement +15 Vcc

Figure 20 Carte PCA de contrôle et module HT

3 Branchez l'autre extrémité de l'alimentation +15 Vcc à une prise 220 V à l'aide du cordon d'alimentation fourni avec l'alimentation +15 Vcc (voir Figure 21).

Connexion des câbles de la source multimodale



Figure 21 Cordon d'alimentation et alimentation +15 Vcc

4 À l'aide d'un serre-câbles, regroupez le cordon +15 Vcc de l'alimentation (référence 0950-4581) et le câble RS-232 du module HT pour la source multimodale (référence G1978-60050).

Le serre-câbles évite que le cordon +15 Vcc soit débranché accidentellement.

 5 Branchez le câble du chauffage de l'évaporateur, le câble HT APCI, ainsi que le câble de la carte PCA de contrôle et du module HT. Les connecteurs correspondants se trouvent sur le côté gauche de l'instrument (voir Figure 22).



Figure 22 Branchements du câble de la source multimodale

Connexion des câbles de la source multimodale



6 Fermez la porte de service, puis vérifiez que tous les capots et panneaux ont bien été remis (voir Figure 23).

Figure 23 Source multimodale et ses capots remontés

1

Retrait de la source multimodale

Pour retirer la source multimodale, procédez comme suit.

 À partir du logiciel TrapControl, arrêtez l'instrument (mode « Shutdown »). Ce mode éteint tous les systèmes de chauffage et coupe l'alimentation de tous les gaz.

AVERTISSEMENT Ne touchez pas la source multimodale ni le capuchon de la colonne capillaire. Ces pièces peuvent être très chaudes. Attendez qu'elles refroidissent avant de les manipuler.

AVERTISSEMENT

Ne touchez jamais les surfaces de la source, en particulier lorsque vous analysez des substances toxiques ou que vous manipulez des solvants toxiques. La source comporte de nombreuses pièces pointues (aiguille de l'électrode corona APCI, capteur de l'évaporateur et contre-électrode) qui peuvent engendrer des blessures corporelles sévères.

AVERTISSEMENT

N'introduisez pas vos doigts dans les ouvertures de la chambre multimodale. Lorsqu'elles sont en fonctionnement, un courant haute tension (jusqu'à 4 kV maximum) traverse la colonne capillaire et son capuchon.

- **2** Attendez environ 20 minutes, le temps que la source refroidisse (en-dessous de 100 °C).
- **3** Ouvrez la porte de service située sur la gauche du MS pour accéder aux câbles (voir Figure 24).

Retrait de la source multimodale



Figure 24 Instrument et source multimodale installée

- 4 Débranchez le câble de l'électrode de charge HT ESI. Voir Figure 25.
- **5** Débranchez le câble du chauffage APCI (évaporateur) et le câble HT APCI (voir Figure 25).
- **6** Débranchez le cordon 15 Vcc qui est relié au module électronique de la source multimodale (voir Figure 25).

REMARQUE

Si vous changez de type de source, n'oubliez pas de débrancher le cordon d'alimentation +15 Vcc du module HT de la source multimodale. Si vous ne le débranchez pas, la nouvelle source ne sera pas reconnue par le système.

Retrait de la source multimodale



Figure 25 Instrument et sa porte de service ouverte

- 7 Dévissez la ligne de gaz du nébuliseur.
- 8 Dévissez le tube échantillon du CPL pour le retirer du nébuliseur.
- 9 Ouvrez le taquet situé sur la source, puis ouvrez la source.
- **10** Retirez la source multimodale du support de la chambre de nébulisation.
- **11** Placez le cache de protection sur la source.
- **12** Si vous étiez en train de réaliser une conversion à partir d'une source multimodale, passez à la section « Conversion d'une source multimodale en source ESI, APCI ou APPI », page 30.
- **13** Si vous étiez en train de nettoyer la source multimodale, passez à la section « To clean the multimode source periodically » du *Guide de maintenance*.

Conversion d'une source multimodale en source ESI, APCI ou APPI

Conversion d'une source multimodale en source ESI, APCI ou APPI

AVERTISSEMENT

Ne touchez pas la source multimodale ni le capuchon de la colonne capillaire. Ces pièces peuvent être très chaudes. Attendez qu'elles refroidissent avant de les manipuler.

AVERTISSEMENT

Ne touchez jamais les surfaces de la source, en particulier lorsque vous analysez des substances toxiques ou que vous manipulez des solvants toxiques. La source comporte de nombreuses pièces pointues (aiguille de l'électrode corona APCI, capteur de l'évaporateur et contre-électrode) qui peuvent engendrer des blessures corporelles sévères.

- 1 Exécutez la procédure « Retrait de la source multimodale », page 27.
- **2** Si la source que vous vous apprêtez à installer est une source APPI, débranchez le câble série RS-232 PCA HT du port COM 2 de la carte processeur GEPS-2.
- **3** Dévissez et retirez le couvercle de la chambre de nébulisation muni d'électrodes de charge électrostatique.
- **4** Installez la nouvelle source et le couvercle standard de la chambre en vérifiant que le trou du couvercle de la chambre est en position 12h.
- **5** Dans le cas d'une source d'ionisation APCI ou APPI, branchez le câble du chauffage de l'évaporateur et le câble HT APCI. Dans le cas d'une source APPI, branchez le câble RS-232 au port COM 2 de la carte processeur GEPS-2.
- **6** Pour toutes les sources, rebranchez la ligne de gaz du nébuliseur et le tube échantillon LC/MS à pièges d'ions.



2

Agilent G1978A Source multimodale pour LC/MS Agilent 6300 à pièges d'ions Guide de configuration

Vérification des performances

Étape 1. Préparation de l'échantillon 32 Étape 2. Acquisition des données d'échantillon 36 Étape 3. Traitement des résultats 37 Analyse de l'échantillon de démo multimodal 38 Arrêt et mise sous pression atmosphérique de l'instrument 41 Vérification de l'étalonnage du piège d'ions 46

Ce chapitre contient les instructions nécessaires pour vérifier le fonctionnement de l'instrument LC/MS Agilent 6300 à pièges d'ions avec la source d'ionisation multimodale.

Mélange de solvant approprié pour les tests de vérification de performances multimodales

Les facteurs de dilution indiqués s'appliquent à tous les instruments compatibles équipés de la source multimodale. Les tests de vérification de performances de la réserpine ne doivent être réalisés que sur les instruments LC/MS Agilent à pièges d'ions série 6310, 6320, 6330 et 6340 combinés prééquipés d'une source multimodale.



Étape 1. Préparation de l'échantillon

Pour les instruments à pièges d'ions série 6300, préparez un mélange méthanol/eau (75:25) avec 5 mM de formiate d'ammonium pour la phase mobile.

Utilisez des solvants de qualité CLHP minimum. Les solvants acceptables pour la plupart des applications de CPL peuvent contenir de fortes concentrations de résidus, détectables par les systèmes de LC/MS à pièges d'ions les plus sensibles. Assurez-vous que les solvants de CPL utilisés avec votre système de LC/MS sont conçus pour les analyses de CLHP, les analyses de pesticides, les analyses d'échantillons environnementaux ou les analyses de CPG/SM. Utilisez les solvants les plus purs possibles. L'acceptabilité des solvants doit être déterminée de manière empirique.

REMARQUE

Cette procédure de vérification doit être utilisée exclusivement pour vérifier la sensibilité des instruments combinés livrés avec une source multimodale.

Avant de commencer, vérifiez que vous avez les éléments suivants :

- une pipette graduée de 1 mL (référence 9301-1423);
- deux fioles jaugées de 50 mL (référence 9301-1424);
- une fiole jaugée de 100 mL (référence 9301-1344) ;
- un échantillon d'évaluation de performances des ions positifs (référence G2423A);
- des bouteilles en plastique pour stocker les dilutions (référence 9301-1433).

Les instruments combinés sont livrés avec tous les éléments énumérés ci-dessus.

Les échantillons d'évaluation de performances fournis doivent être dilués conformément aux concentrations requises au titre de la vérification du système de l'instrument à pièges d'ions. Pour plus d'informations, reportez-vous à la section « Mélange de solvant approprié pour les tests de vérification de performances multimodales ».

REMARQUE

Les échantillons doivent être utilisés dans les 24 heures suivant la dilution. La dilution intermédiaire (première dilution) de l'échantillon doit être conservée au frais dans les bouteilles fournies.

Conseils

- Rincez soigneusement les pipettes graduées et les fioles jaugées à l'eau déionisée avant, entre et après chaque utilisation.
- Utilisez exclusivement du matériel de laboratoire en polypropylène pour la préparation des échantillons d'évaluation de performances car les récipients en verre introduisent des concentrations de sodium inacceptables. Avant de verser les échantillons de vérification de performances dans les flacons du passeur automatiques d'échantillons, rincez systématiquement les flacons et leurs bouchons à l'aide du mélange de solvant utilisé pour la dilution des échantillons. Cette mesure permet de réduire la concentration éventuelle de résidus présents au niveau des flacons et des bouchons. Si une contamination résiduelle a été constatée sur les septa, vous pouvez analyser les flacons sans leurs bouchons.

Dilutions pour ionisation positive (mode SIM) avec LC/MS Agilent 6310 à pièges d'ions et source multimodale

- 1 À partir du logiciel ChemStation , chargez la méthode de sensibilité **Res_6310.m**.
- 2 Utilisez le mélange méthanol/eau (75:25) avec 5 mM de formiate d'ammonium que vous avez préparé comme solvant de dilution.
- **3** Effectuez une dilution à 1000:1 (5 pg/ μ L) dans le solvant d'élution :
 - **a** Transférez 1 mL de réserpine à 5 ng/ μ L dans une fiole jaugée de 50 mL.
 - **b** Préparez le solvant de dilution en diluant jusqu'au repère 50 mL avec le mélange méthanol/eau (75:25) et 5 mM de formiate d'ammonium.
 - c Transférez 5 mL de la première dilution dans une fiole jaugée de 100 mL.
 - d Diluez jusqu'au repère 100 mL avec le solvant de dilution.
 - e Transférez 1 à 2 mL de la dilution de réserpine à 5 pg/µl finale dans un flacon en verre, puis fermez avec le bouchon.
- **4** Placez le flacon de dilution de réserpine dans la position 2 du passeur automatique d'échantillons.
- **5** Préparez le blanc de solvant en transférant un petit volume du mélange méthanol/eau (75:25) avec 5 mM de formiate d'ammonium dans un second flacon.
- 6 Placez le flacon contenant le blanc de solvant dans la position 1.

Étape 1. Préparation de l'échantillon

Dilutions pour ionisation positive (mode SIM) avec LC/MS Agilent 6320 à pièges d'ions et source multimodale

- 1 À partir du logiciel ChemStation , chargez la méthode de sensibilité **Res_6320.m**.
- 2 Préparez le solvant de dilution en mélangeant dans un autre récipient un petit volume de chaque solvant contenu dans le réservoir du CPL avec le mélange méthanol/eau (75:25) et 5 mM de formiate d'ammonium.
- 3 Effectuez une dilution à 5000:1 (1 pg/ μ L) dans le solvant d'élution :
 - a Transférez 1 mL de réserpine à 5 ng/µL dans une fiole jaugée de 50 mL.
 - **b** Préparez le solvant de dilution en diluant jusqu'au repère 50 mL avec un mélange ACN/H₂O (50:50) et acide formique à 0,2 %.
 - **c** Transférez 1 mL de la première dilution dans une autre fiole jaugée de 100 mL.
 - d Diluez jusqu'au repère 100 mL avec le solvant de dilution.
 - e Transférez 1 à 2 mL de la dilution de réserpine à 1 pg/ μ l finale dans un flacon en verre, puis fermez avec le bouchon.
- **4** Placez le flacon de dilution de réserpine dans la position 2 du passeur automatique d'échantillons.
- **5** Préparez le blanc de solvant en transférant un petit volume du solvant de dilution dans un second flacon.
- 6 Placez le flacon contenant le blanc de solvant dans la position 1.

Dilutions pour ionisation positive (mode SIM) avec LC/MS Agilent 6330 à pièges d'ions et source multimodale

- 1 À partir du logiciel ChemStation , chargez la méthode de sensibilité **Res_6330.m**.
- 2 Préparez le solvant de dilution en mélangeant dans un autre récipient un petit volume de chaque solvant contenu dans le réservoir du CPL avec le mélange méthanol/eau (75:25) et 5 mM de formiate d'ammonium.
- **3** Effectuez une dilution à 50 000:1 (100 fg/ μ l) dans le solvant d'élution :
 - a Transférez 1 mL de réserpine à 5 ng/ μ L dans une fiole jaugée de 50 mL.
 - **b** Préparez le solvant de dilution en diluant jusqu'au repère 50 mL avec le mélange méthanol/eau (75:25) et 5 mM de formiate d'ammonium.
 - c Transférez 1 mL de la première dilution dans une autre fiole jaugée de 50 mL.

- d Diluez jusqu'au repère 50 mL avec le solvant de dilution.
- e Transférez 5 mL de la première dilution dans une fiole jaugée de 100 mL.
- f Diluez jusqu'au repère 100 mL avec le solvant de dilution.
- **g** Transférez 1 à 2 mL de la dilution de réserpine à 100 fg/ μ l finale dans un flacon en verre, puis fermez avec le bouchon.
- **4** Placez le flacon de dilution de réserpine dans la position 2 du passeur automatique d'échantillons.
- **5** Préparez le blanc de solvant en transférant un petit volume du solvant de dilution dans un second flacon.
- 6 Placez le flacon contenant le blanc de solvant dans la position 1.

Dilutions pour ionisation positive (mode SIM) avec LC/MS Agilent 6340 à pièges d'ions et source multimodale

- 1 À partir du logiciel ChemStation, chargez la méthode de sensibilité **Res_6340.m**.
- 2 Préparez le solvant de dilution en mélangeant dans un autre récipient un petit volume de chaque solvant contenu dans le réservoir du CPL avec le mélange ACN/H2O (50:50) et acide formique à 0,2 %.
- **3** Effectuez une dilution à 50 000:1 (100 fg/ μ l) dans le solvant d'élution :
 - a Transférez 1 mL de réserpine à 5 ng/ μ L dans une fiole jaugée de 50 mL.
 - **b** Préparez le solvant de dilution en diluant jusqu'au repère 50 mL avec le mélange méthanol/eau (75:25) et 5 mM de formiate d'ammonium.
 - **c** Transférez 1 mL de la première dilution dans une autre fiole jaugée de 50 mL.
 - d Diluez jusqu'au repère 50 mL avec le solvant de dilution.
 - e Transférez 5 mL de la première dilution dans une fiole jaugée de 100 mL.
 - f Diluez jusqu'au repère 100 mL avec le solvant de dilution.
 - **g** Transférez 1 à 2 mL de la dilution de réserpine à 100 fg/µl finale dans un flacon en verre, puis fermez avec le bouchon.
- **4** Placez le flacon de dilution de réserpine dans la position 2 du passeur automatique d'échantillons.
- **5** Préparez le blanc de solvant en transférant un petit volume du solvant de dilution dans un second flacon.
- 6 Placez le flacon contenant le blanc de solvant dans la position 1.

Étape 2. Acquisition des données d'échantillon

Étape 2. Acquisition des données d'échantillon

- 1 Vérifiez que les paramètres suivants sont bien configurés, puis réglez le CPL capillaire :
 - L'ICC est allumé.
 - Cible = 30 000 pour les modèles 6310 (500 000 pour les modèles 6320, 6330 et 6340)
 - Temps d'accélération max. = 300 ms
 - Pression du nébuliseur = 40 psi (CPL 1100/1200)
 - Pression du nébuliseur = 20 psi (CPL capillaire)
 - Débit du gaz de séchage = 9 L/min (CPL 1100/1200)
 - Débit du gaz de séchage = 5 L/min (CPL capillaire)
 - Température du gaz de séchage = 350 °C (CPL 1100/1200)
 - Température de l'évaporateur = 250 °C (CPL 1100/1200)
 - Température du gaz de séchage = 325 °C (CPL capillaire)
 - Température de l'évaporateur = 250 °C (CPL 1100/1200)
 - Gamme de balayage des masses = 150 à 650
 - Résolution de balayage = Normal
 - Moyennes = 3 (CPL 1100/1200)
 - Moyennes = 6 (CPL capillaire)
 - Moyennes mobiles = 2
- **2** À partir du logiciel Agilent ChemStation, vérifiez une méthode de l'injecteur en procédant comme suit :
 - 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 Vérifiez que les volumes d'injection définis sont de 1 μl (2,5 μL pour les modèles 6320, 6330 et 6340) et que la température du compartiment de la colonne est de 30 °C.

Le débit de gaz doit être égal à 400 $\mu L/min$ pour les CPL 1100 (20 $\mu L/min$ pour les CPL capillaires).

- 4 Renseignez les informations d'échantillon appropriées.
- **5** Isolez la masse 609.3 (largeur 2 uma).
- **6** Réglez le paramètre « Frag Amp » entre 0,8 et 1,2 volt. Utilisez la valeur qui permet d'obtenir les rapports signal sur bruit optimums.
- 7 Lancez l'analyse des sept injections, puis contrôlez la somme des ions 397 et 448.

Étape 3. Traitement des résultats

La méthode d'acquisition procède automatiquement au traitement des données. Le fichier de données est chargé automatiquement dans le logiciel DataAnalysis de l'instrument Agilent 6300.

- S'il est nécessaire de retraiter les données :
 - a Chargez le fichier de données dans l'analyseur de données.
 - **b** Modifiez les paramètres de la méthode.
 - **c** Sélectionnez Method > Run pour exécuter le script d'automatisation.

Le script génère une trace chromatographique du chromatogramme d'ions sélectionnés (EIC) 397;448 +All MSn, exécute la commande Find > Compounds - Integrate Only et imprime les résultats dans le rapport intitulé « Sensitivity Checkout Report (P).layout ».

Les spécifications de sensibilité suivantes concernent les six pics de réserpine (valeurs non moyennées) :

- Modèles 6310 Rapport signal/bruit calculé >= 50:1, 5 pg sur la colonne
- Modèles 6320 Rapport signal/bruit calculé >= 50:1, 1 pg sur la colonne
- Modèles 6330 Rapport signal/bruit calculé >= 50:1, 250 fg sur la colonne
- Modèles 6340 Rapport signal/bruit calculé >= 50:1, 250 fg sur la colonne

Analyse de l'échantillon de démo multimodal

L'échantillon de démo CPL ESI + APCI doit être exécuté lors de la première installation de la source multimodale afin de vérifier qu'elle fonctionne dans tous les modes (ESI, APCI et ESI + APCI).

- 1 À partir de ChemStation, chargez la méthode Multimode_Checkout.m.
- **2** Transférez l'échantillon de démo CPL ESI + APCI (référence G1978-85000) dans un flacon (aucune dilution à effectuer).
- 3 Placez le flacon rempli d'échantillon de démo CPL ESI + APCI en position 1.
- **4** Préparez le solvant A avec un mélange méthanol/eau (65:35) et acide acétique à 0,2 % (débit 400 mL/min).
- **5** Vérifiez le programme de l'injecteur pour l'analyse de l'échantillon de démo FIA.

Injector P	ogram : Instrument 1	×
# Func	tion	Change
1 REN	IOTE STARTPULSE	Insert
-		Append
- Program	Table:	
#	Command	Cut
1	REMOTE Startpulse	cout
2	DRAW def. amount from vial 1	Сору
3	INJECT	Rasta
4	REPEAT 31 times	Fasic
5	WAIT 0.45 min	
6	DRAW def. amount from vial 1	
7	INJECT	
8	END REPEAT	
	OK Cancel Help	

Figure 26 Programme de l'injecteur

- **6** Vérifiez qu'une colonne Zorbax SB-C18 3,5 m 2,1 x 30 mm (référence 873700-902, fournie avec G2440CA/DA) est installée sur le LC/MS à pièges d'ions.
- **7** Configurez le logiciel TrapControl pour réaliser une analyse composée de six segments :

Vérification des performances 2 Analyse de l'échantillon de démo multimodal

Tableau 1

Mode
Mode ESI POSITIF - violet de cristal - ion 372.2
Mode ESI NÉGATIF - acide sulfonique hexane - ion 165.1
Mode APCI POSITIF - carbazole - ion 168.1
Mode APCI NÉGATIF - phénanthrol-9 - ion 193.1
Mode ESI + APCI POSITIF - ions 372.2 et 168.1
Mode ESI + APCI NÉGATIF - ions 165.1 et 193.1

- 8 Réglez le paramètre **Trap Drive** sur **Smart**, puis appliquez la valeur **165** pour tous les segments.
- **9** Choisissez le chromatogramme d'ions sélectionnés à utiliser pour les ions : 372.2, 165.1, 168.1 et 193.1.



Figure 27 Analyse TrapControl multimodale en six segments

- **10** À partir de l'analyseur de données, chargez le fichier de données correspondant à l'analyse multimodale en six segments.
- 11 Exécutez le script suivant :
 - Analysis.Compounds.Clear

Analyse de l'échantillon de démo multimodal

- Analysis.Chromatograms.Clear
- 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

Le premier chromatogramme d'ions sélectionnés concerne l'ion 372.1 en mode ESI positif et mixte. Vous devez observer une récupération d'au moins 20 % pour le mode mixte.

Le second chromatogramme d'ions sélectionnés concerne l'ion 168.1 en mode ESI positif et mixte. Vous devez observer une récupération d'au moins 20 %.



Figure 28

Le troisième chromatogramme d'ions sélectionnés concerne l'ion 165.1 en mode APCI positif et mixte. Vous devez observer une récupération d'au moins 20 % pour le mode mixte.

Le quatrième chromatogramme d'ions sélectionnés concerne l'ion 193.1 en mode APCI négatif et mixte. Vous devez observer une récupération d'au moins 20 %.

Arrêt et mise sous pression atmosphérique de l'instrument





Arrêt et mise sous pression atmosphérique de l'instrument

Procédez comme suit pour arrêter, mettre sous pression et éteindre complètement l'instrument.

Si vous possédez le logiciel TrapControl version 6.0 ou supérieure, la mise sous pression et la mise sous vide peuvent être réalisées à partir d'Internet Explorer.

1 Ouvrez Internet Explorer, puis tapez l'adresse http:\ 192.168.254.10.

Arrêt et mise sous pression atmosphérique de l'instrument

Back • 🕤 • 💌 😰 🏠 🏸	Search 👷 Favorites 🕢 🍰 🍃 😹	b	💌 🎝 Go Link:
	Agilent 6330 Ion To PowerPC Communication Mo	rap LC/MS dule Frontend	BRUKER
	Devi	ce Status	
	Firmware Revision		
Device Status			
	Product ID		
Device Setup			
Device	Device Type		
Identification	Internet Address	192.168.254.10 (from BOOTP)	
		255.255.255.0 (from BOOTP)	
		Free	
Acquisition			
ocessor Status	Uptime	4d Oh 46min 9s	
	GEAP Revision	GE2AP-1.2.188.31	
	GEAP Compile Date/Time	Thu Mar 23 10:28:10 2006	
	NTB Revision	1.1.42.0	
	NTB Compile Date/Time	Mon Mar 27 11:18:40 2006	
Service	MP Error Flag	unset	

Figure 30

2 Cliquez sur Service > Vacuum System.

Arrêt et mise sous pression atmosphérique de l'instrument

Agilent 6330 Ion Tra	p LC/MS	
PowerPC Communication Modul	e Frontend	BRUKEN
Ser	vice	
Intrument	Agilent 6330 Ion Trap LC/MS	
Serial Number	77718.00096	
Ethernet Address:	00:00:AD:25:3E:10	
GEIC Firmware Version:	geic-2.1.226.0	
GEIC Firmware Compile Date:	Fri Mar 31 10.10.49 2006 (V_2006_03_31)	
Port Table Version:	20051208	
GEIC Hardware Version:	4	
		10.4 2006 11:5
	Ser Intrument Genal Number Beharnst Address GEIC Fansware Version GEIC Fansware Version GEIC Hardware Version	Service

Figure 31

3 À partir de la page « Vacuum System », cliquez sur Vent VacSys.

Arrêt et mise sous pression atmosphérique de l'instrument

kess 👔 http://192.168.254.10/g	eic/frameservice.html			💌 🔁 Go Lini
	Agi	lent 63	30 Ion Trap LC	MS BRUKER
Service		,	Vacuum Status (cont Running	tinuous)
Hour Meter	Result Value	Range	Comment	Update Continual Update
Logfile	parsed 14.95	14.00: 16.80	GEVI+15V AI13	Start VacSys Vent VacSys
	passed 9440	60:200	Hzl Turbopump Fan TPFN	
Walna Control	passed 0	0	Ready Low Vacuum Gauge DI8	Legas Hestan mVacGauge
Yave Courton	passed 6.18	2.50: 6.50	[V] Low Vacuum Pressure AI6	
Monitor	parsed 99.7	90.0: 105.0	[%] Turbopump 1 Speed AI2	
Standby Values	parsed 1.17	0.20: 1.90	[A] Turbopump 1 Current AI3	C Routh Down
Main Manu	parsed 97.8	90.0: 105.0	[%] Turbopump 2 Speed AI4	Fough Fump
	passed 0.20	0.10: 0.50	[A] Turbopump 2 Current AI5	C Turbo Dumo 2
	passed 1	1	Degas Status DI10	C High Vacuum Gaura
	parsed 0	0	Ready High Vacuum Gauge DI9	12 3 12 3 handler & second cyange
	passed 4.06	1.50:4.90	[V] High Vacuum Pressure AI7	Enter Setup Authentication Code:
	parted 1	1	Kearly Vacuum System DI7	Switch
	pared 4.95	0.00.10.00	VAKOK AID4	
				10.4.2006 11:55

Figure 32 Instrument mis sous pression atmosphérique

4 Attendez que la vitesse des deux turbos soit descendue en-dessous de 10 % avant de poursuivre.

AVERTISSEMENT Le chauffage du gaz de séchage et le chauffage de l'évaporateur APCI sont encore très chauds. Laissez l'instrument refroidir avant de continuer.

AVERTISSEMENT

Ne touchez pas la source multimodale ni le capuchon de la colonne capillaire. Ces pièces peuvent être très chaudes. Attendez qu'elles refroidissent avant de les manipuler.

AVERTISSEMENT

Ne touchez jamais les surfaces de la source, en particulier lorsque vous analysez des substances toxiques ou que vous manipulez des solvants toxiques. La source comporte de nombreuses pièces pointues (aiguille de l'électrode corona APCI, capteur de l'évaporateur et contre-électrode) qui peuvent engendrer des blessures corporelles sévères. **5** Une fois la vitesse des deux turbos inférieure à 10 %, coupez l'interrupteur d'alimentation avant et latéral du LC/MS.

L'instrument procède automatiquement à une mise sous vide dès que l'interrupteur d'alimentation avant et latéral est réactivé. Lancez Internet Explorer, puis observez l'état de mise sous vide de l'instrument.

2

Vérification de l'étalonnage du piège d'ions

Vérification de l'étalonnage du piège d'ions

Il n'est pas nécessaire d'effectuer d'étalonnage lors de l'installation. Les instruments sont livrés étalonnés. Le fichier d'étalonnage est stocké dans la carte processeur GEPS-2 de l'instrument. Lorsque le logiciel TrapControl est installé, la carte processeur GEPS-2 télécharge automatiquement le fichier d'étalonnage dans le répertoire **C:\BDalSystemData\Data\Instruments**.

Si vous devez étalonner l'instrument, tenez compte des remarques suivantes :

- Les étalonnages de balayage, de fragmentation et d'isolement s'effectuent en mode APCI sur les instruments LC/MS Agilent 6300 à pièges d'ions équipés de la source multimodale.
- L'étalonnage est effectué à partir du même onglet « Calibration » pour tous les types de source.
- Le mélange d'étalonnage utilisé pour la source multimodale est le mélange de mise au point APCI\APPI (référence G2432A).

Pour étalonner la source, procédez comme suit :

1 Sélectionnez la liste de masse appropriée (positive ou négative) pour la solution étalon G2432A.

S'il n'existe pas de liste de masse d'étalonnage positive ou négative pour les masses APCI, créez des listes de masse APCI positives et négatives pour les étalonnages multimodaux.

- Cliquez sur **Options > Edit Mass List**.
- Pour chaque liste de masse à créer, cliquez sur le nom d'échantillon et ajoutez les masses appropriées à la liste (voir Tableau 2 pour les ions positifs et Tableau 3 pour les ions négatifs).
- Cliquez sur Save, puis Close.
- Hormis la solution étalon utilisée, tous les modes sont étalonnés de la même façon avec la source ESI G1948A. Pour les étalonnages avec la source multimodale G1978A installé, le mode d'ionisation utilisé n'est plus ESI mais APCI.

- 2 Choisissez le type d'étalonnage approprié :
 - Les étalonnages de fragmentation et d'isolement ne doivent être réalisés que pour le mode « Ultra Scan ».
 - L'étalonnage de balayage peut être réalisé pour tous les modes (y compris Ultra Scan).
- 3 Chargez les méthodes correspondant au mode approprié (Ultra Scan, Standard-Enhanced, Standard-Maximum ou Extended). Elles se trouvent dans le dossier D:\Methods\Instalation Methods.
- 4 Dans le menu de l'onglet « Calibration », cliquez sur le bouton d'option Report. Lorsque vous effectuez un étalonnage, le système stocke automatiquement les données d'étalonnage dans le dossier C:\
 BDalSystemData\Data\Instruments\Agilent 6330 lon Trap LC MS. Les données d'étalonnage actuelles se trouvent dans le dossier identifié par la référence de l'instrument (les données de l'étalonnage précédent se trouvent dans le dossier Backup).
- 5 Cliquez sur Show Spectra pour afficher le spectre (voir Figure 35).
- 6 Cliquez sur **Print** pour imprimer le rapport d'étalonnage.

Vous pouvez vous servir du rapport d'étalonnage pour valider l'étalonnage de balayage en vérifiant que les masses sont dans la limite de 0,2 AMU de la masse actuelle à l'issue de l'étalonnage. La masse actuelle et la masse observée s'affichent dès que vous effectuez un étalonnage de balayage (voir figure 2). Un étalonnage de balayage peut être réalisé pour les modes de balayage Ultra Scan, Standard-Enhanced, Standard-Maximum ou Extended.

Le système propose d'autres modes d'étalonnage (Detector, Ejection Factor, Ejection Phase, Isolation et SPS).

Vérification de l'étalonnage du piège d'ions

	lon positif (m/z)	Formule empirique	
Purine+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	
fragment	1307.969049	C25.H17.O6.N3.P3.F40	
HP-1521+H	1521.971900	C30.H19.O6.N3.P3.F48	
fragment	1807.937049	C35.H17.O6.N3.P3.F60	
HP-2121+H	2121.933500	C42.H19.O6.N3.P3.F72	

 Tableau 2
 Ions positifs - Valeurs d'étalonnage APCI G2432A pour ions positifs et formules empiriques (SM haute résolution)

 Tableau 3
 Ions négatifs - Valeurs d'étalonnage APCI G2432A pour ions négatifs et formules empiriques (SM haute résolution)

	lon négatif (m/z)	Formule empirique
Purine-H	119.035771	C5.H3.N4
fragment	556.001426	C10.H15.O6.N3.P3.F10
fragment	805.985476	C15.H15.O6.N3.P3.F20
fragment	1305.953400	C25.H15.O6.N3.P3.F40
fragment	1805.921399	C35.H15.O6.N3.P3.F60

Les signaux des fragments ions s'intensifient (valeur m/z) à mesure que l'énergie de dissociation induite par collision augmente.

Vérification de l'étalonnage du piège d'ions

Standby			MM ADDI Tuning M	in Pee	Polarity	Trap
Shutdown Source Multimode APC1	C Auto C Scan C Frag	Mass List	Fragmentation Calibration	Isolation Calibration	Positive Negative Alternating Link Edit	ICC SmartTarget 500000 Max. Accu Time 300.00 Scan 100 to Averages 5
I▼ Neb Gas I▼ Dry Gas I▼ HV	C Report	Start	Results	Detector	C Unlink Edit for Parameter Apply to all Segments	Rolling Averaging To No. 2 Apply

Figure 33 Fenêtre d'étalonnage en mode client standard



Figure 34 Fenêtre d'étalonnage en mode service. Le mode Service est destiné exclusivement à l'usage des ingénieurs clients sur site Agilent qualifiés.

Vérification de l'étalonnage du piège d'ions



Figure 35 Une fois l'étalonnage réalisé à partir de l'onglet « Calibration », vous pouvez afficher le spectre (« Show Spectra ») ou imprimer le rapport d'étalonnage (« Print »).

Scan Calibrati	on 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

Actual Mass	Upserved ivi
322.05	322.05
622.29	622.28
922.01	922.01
1521.97	1521.98
2121.93	2121.95

Figure 36 La figure suivante représente un exemple de rapport imprimé.

Vérification de l'étalonnage du piège d'ions



Figure 37 Spectre Ultra Scan généré après l'étalonnage d'une source multimodale en mode APCI pour ions de masse faible. L'utilisateur a sélectionné l'onglet « Show Spectral » et le système a affiché les données dans l'analyseur de données.

Vérification de l'étalonnage du piège d'ions

🐘 Untitled - DataAnalysis 👘 +++ Agile	ent In-Hous	Lise Version +++	_ @ ×
UI	Levil Deres	erer Annable Maled Wei Weih Melen Hile	
	ientity <u>r</u> roce	ress generation green yew yook window mep)] Λ & Ab 4a 4a [A 4b] (A, 19] (A, 19] (A, 19] (A, 19] (A)	
Analysis List	Mass Sr		×
E ⊂ Ji, SconCaHighMassd L ∠ JA, -MS = L <u>L</u> (SconCaLowMassd) - Δ <u>L</u> (SconCaLowMassd) - ∠ ∠ A, -MS	Intens. ×10 ⁸		2122.0
	25-		
	2.0-)))	
	1.5-	5- 322.0	
	1.0-	622.3	
	0.5-	1907.9 20 40 610 800 1000 1200 1400 1600 1800	200 m/z

Figure 38 Spectre Ultra Scan généré après l'étalonnage d'une source multimodale en mode APCI pour ions de masse élevée. L'utilisateur a sélectionné l'onglet « Show Spectral » et le système a affiché les données dans l'analyseur de données.

Vérification de l'étalonnage du piège d'ions





 Detector Ca 포	libration F	Report
Instrument	Agilent	6330 Ion Trap no 00096
Operator	Adminis	strator
Created	2006-09	-14T11.0:02-07:00
Polarity	Positive	
Mass	0.00	m/z
Dynode	7.0	kV
Relative gain Previous	212	%
Relative Gain New	100	%

Figure 40 La figure suivante représente un exemple de rapport d'étalonnage de détecteur imprimé.

Vérification de l'étalonnage du piège d'ions



Figure 41 L'étalonnage du gain de fragmentation doit être réalisé après l'étalonnage de balayage. Le rapport peut être imprimé.

X	Fraç	gmentation C	alibration Re	port
Instrumen	t Agilent 6330	Ion Trap no00	096	
Operator	Administrator			
Created 2	006-09-14T12:	45:58-07:00		
User Calib	. Current			
Scan Mod	e Ultra Scan			
Polarity Po	ositive			
Previous		New		
Mass 121.05 322.05 622.03 922.03 1307.97 1521.97 1807.94 2121.93	- Position -17.65 -15.36 -11.55 -7.38 11.61 0.99 8.37 11.11	Mass 121.05 322.05 622.29 922.01 1521.97 2121.93	Position -16.01 -13.47 -9.47 -4.89 4.00 12.21	

Figure 42 La figure suivante représente un exemple de rapport d'étalonnage de fragmentation imprimé.

Vérification de l'étalonnage du piège d'ions





	Isolatior	n Calibration	Report	
	Instrument Operator A Created 20 User Calib. Scan Mode	Agilent 6330 Administrator 06-09-14T13: Current Ultra Sc	lon Trap no000 19:51-07:00 an	996
	Polarity Previous Mass 322.05 1521.97	Position -6.42 -6.07	New Mass 121.05 322.05 622.29 922.01 1521.97 2121.93	- -5.41 -5.89 -6.35 -6.53 -5.55 -4.75
-h-				

Figure 44 La figure suivante représente un exemple de rapport d'étalonnage d'isolement imprimé.

Vérification de l'étalonnage du piège d'ions



Agilent G1978A Source multimodale pour LC/MS Agilent 6300 à pièges d'ions Guide de configuration

Méthodes

3

- Configuration d'une méthode pour qu'elle utilise la source multimodale 59
- Création d'une méthode pour ionisation en mode mixte (positif/négatif) 62
- Création d'une méthode pour ionisation en mode ESI/APCI alterné 63

Ce chapitre contient les instructions nécessaires pour configurer les méthodes correspondant à la source multimodale et décrit les étapes de maintenance spécifiques à l'instrument.

Pour obtenir les instructions de maintenance détaillées, consultez le document *G1978A Multimode Source Maintenance Guide*.





Figure 45

Configuration d'une méthode pour qu'elle utilise la source multimodale

Configuration d'une méthode pour qu'elle utilise la source multimodale

1 À partir du logiciel TrapControl, sélectionnez **Shutdown** et réglez le type de source sur Multimode.

Il existe trois modes pour la source multimodale :

- Multimode ESI
- Multimode APCI
- Multimode ESI+APCI

Standhu	Save Spectra	Scan Mode	Divert Valve		Polaritu	Tran
Shutdown	Include Profile Spectra	 Ultra Scan 	to Source		Positive	
Source	⊙ On	C Standard - Enhanced	C to Waste		C Negative	Max. Accu Time 200.00 ms
ESI	C Auto MS(n) Prec. Selection	Standard · Maximum			Alternating	Scan 100 to 2200 m/z
	Multimode	C Extended			Link Edit	Averages 5
Dru Gas	<u>E</u> SI ^{VS}	Range 50-2200 m/z		Configure	O Unlink Edit for Parameter	Rolling Averaging
⊡ HV	APCI Nan <u>o</u> ESI off-line	Speed 26,000 m/z /sec		Filters	Apply to all	
	NanoE <u>S</u> I on-line				Segments	
		Administrat	or Time Seg	m. #1 MS	Changed F	ore 4.55e+00 mbar High 1.35e-05 r

Figure 46

2 Sélectionnez le mode correspondant à l'analyse que vous voulez réaliser. Dans l'exemple ci-dessous, nous avons sélectionnez le mode « Multimode ESI ». Vous pouvez sélectionner les modes ESI, APCI ou ESI +APCI même si le piège d'ions est en veille.

Standby		Source			Expert	Parameter Setting	Polarity	Trap
Shutdown		Capillary - 2500	v	2	nA Skimmer	40.0 V	Positive	Final Sector
ource		End Plate Offset -500	V,	75	nA Cap Exit	103.4 V	C Negative	Max Accu Time 200.00 ms
Multimode 🛛 👻	- O Smart	Charging Volt - 2000	- V		Dct 1 D	12.00 V Oct RF 122.3 Vpp	C Alternating	Scan 100 to 2200 m/
ESI	Expert Multimode		psi	59.9	psi Oct 2 DG	C 1.70 V Lens 1 -5.0 V	Link Edit	Averages 5
Neb Gas	ESI	APCI	1/min	5.0	I/min Trap Dri	ve 30.4 Lens 2 -60.0 V	O Unlink Edit	Rolling Averaging
Dry Gas		ESI + APCI	°C	264.4	*C		for Parameter	🗆 On No. 1
HV		Tvaponzer remp 1200	c	193.2]*C	Block Voltages	Apply to all	Apply
	NanoE <u>S</u> I ondine						- Segments	
					Administrator	Time Seam # 1 MS	Changed For	e 5.39e+00 mbar High 1.42e-05 n

Figure 47

Configuration d'une méthode pour qu'elle utilise la source multimodale

- 3 Configurez les paramètres de réglage :
 - Réglez la pression du nébuliseur, le débit du gaz de séchage et la température du gaz de séchage en fonction du débit et de la phase mobile du CPL.
 - En mode ESI, APCI ou ESI+APCI, réglez la température de l'évaporateur de manière appropriée par rapport à l'analyse. La température de l'évaporateur est maintenue en mode ESI, APCI et ESI+APCI.

Si vous le souhaitez, vous pouvez utiliser les paramètres par défaut de la source multimodale comme paramètres de départ pour les modes ESI, APCI et ESI+APCI.

4 À partir de Tune Expert, modifiez les paramètres dont vous avez besoin pour la méthode.

Standby		Source					Expert Pa	arameter Setting	Polarity	Trap
Shutdown		Capillary -	2500	v	2	nA	Skimmer	40.0 V	Positive	DOI 100
		End Plate Offset	-500	٧	73	nA	Cap Exit	103.4 V	C Negative	Smarr arget [200000
Source	C Smart			né	49	né			-	Max. Accu Time 200.00 ms
Multimode 💌	~ ~ ~ ~ ~ ~ ~ ~ ~ ~ ~ ~ ~ ~ ~ ~ ~ ~ ~ ~	Charging Volt -	2000	V			Oct 1 DC	12.00 V Oct RF 122.3	Vpp Mitemating	Scan 100 to 2200 m/z
ESI	(• Expert	Nebulizer	60.0	psi	59.9	psi	Oct 2 DC	1.70 V Lens 1 -5.0	V 💿 Link Edit	Averages 5
🔽 Neb Gas		Dry Gas	5.0	1/min	5.0	1/min	Trap Drive	30.4 Lens 2 -60.0	🗸 🔿 Unlink Edit	Rolling Averaging
🔽 Dry Gas		Dry Temp	300	°C	307.9	*C			for Paramete	f On No. 1
П ну		Vaporizer Temp	200	*C	199.9	*C		Block Voltages	- Apply to all	

Figure 48

Configuration d'une méthode pour qu'elle utilise la source multimodale

5 Dans la liste déroulante Method, cliquez sur Save-6300 Series Trap Control Part.



Figure 49

AVERTISSEMENT

La vanne de dérivation du chromatographe liquide des instruments LC/MS Agilent 6300 à pièges d'ions est un composant majeur du système de sécurité G1978A. Le débit de phase mobile du CPL doit toujours être raccordé au filtre d'entrée de la vanne de dérivation. La vanne de dérivation doit être toujours raccordée au nébuliseur en direct (jamais en dérivation). Si la vanne de dérivation n'est pas utilisée conformément aux recommandations d'Agilent Technologies, la vanne n'assurera pas ses fonctions de sécurité. Création d'une méthode pour ionisation en mode mixte (positif/négatif)

Création d'une méthode pour ionisation en mode mixte (positif/négatif)

1 À partir du logiciel TrapControl, réglez le type d'analyse à réaliser avec la source multimodale sur **Multimode ESI+APCI**.



Figure 50

- 2 Réglez la polarité sur Alternating.
- **3** Sélectionnez **Tune Expert**, puis réglez les autres paramètres de la **Source** appropriés en fonction du type d'acquisition.
- 4 Enregistrez la partie TrapControl de la méthode.

Le changement de polarité est une technique très utile mais nécessite un temps d'attente entre les analyses (il faut attendre que la réaction ionique se fasse et que le trajet optique se remplisse d'ions). La vitesse de remplissage du trajet ionique dépend essentiellement de la densité du gaz. La densité du gaz dépend de la température de la source. Si vous créez une méthode pour une opération en mode mixte, utilisez une température d'évaporation faible (entre 150 et 200 °C) et une tension de l'évaporateur faible (1 000 V environ). Ces facteurs jouent un rôle important dans la qualité des résultats des expériences de changement de polarité positive/négative.

Création d'une méthode pour ionisation en mode ESI/APCI alterné

- 1 À partir du logiciel TrapControl, réglez le type d'analyse à réaliser avec la source multimodale sur **Multimode ESI**.
- 2 Pour alterner les modes ESI et APCI (mode ESI/APCI alterné), réglez chaque segment sur **Multimode ESI** ou **Multimode APCI**.
- **3** Sélectionnez **Tune Expert**, puis réglez les autres paramètres de la **Source** appropriés en fonction du type d'acquisition.
- 4 Modifiez les paramètres dont vous avez besoin pour la méthode.
- **5** Enregistrez la partie TrapControl de la méthode.

REMARQUE

En règle générale, nous vous recommandons d'utiliser le mode mixte (MM-ES+APCI) plutôt qu'alterner le mode ESI et le mode APCI. En outre, vous n'êtes généralement pas obligé de savoir si un composé ne répond qu'en mode ESI ou APCI sur une échelle de temps chromatographique.

3

Création d'une méthode pour ionisation en mode ESI/APCI alterné

Index

Index

Α

autoréglage, 46

C

conversion d'une source ESI, APCI ou APPI, 13 conversion en source ESI ou APCI, 30 couvercle standard de la chambre de nébulisation de la source multimodale, 15

E

ESI

conversion d'une source, 13 conversion en source, 30

F

filtre d'entrée de la vanne de dérivation, 19

installation, 7
changement de source, 11
changement des circuits imprimés, 9
mise à niveau du logiciel (patch), 12
préparation, 8
vérification du fonctionnement de la source multimodale, 12

Μ

mélange de solvant, méthode configuration de base, mode ESI/APCI alterné, mode mixte (positif/négatif), multimodale nébuliseur, photographie de la source,

Ρ

pièces couvercle standard de la chambre de nébulisation de la source multimodale, 15

T

tube échantillon, 19

Index

www.agilent.com

Contenu de ce manuel

Ce manuel contient les instructions d'installation, d'utilisation, de maintenance et de dépannage de la Source multimodale pour LC/MS Agilent 6300 à pièges d'ions.

 $^{\scriptsize (\!C\!)}$ Agilent Technologies, Inc. 2008

Imprimé aux États-Unis Première édition, décembre 2008



G1978-93080



Agilent Technologies