

Agilent G1978A Source multimodale pour LC/MSD à temps de vol 6210/6220

Guide de configuration



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

G1978-93060

Édition

Première édition, décembre 2008

Imprimé aux États-Unis

Agilent Technologies, Inc. 3501 Stevens Creek Blvd. Santa Clara, CA 95052, États-Unis

Microsoft [®] 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 et de maintenance de la Source multimodale pour LC/MSD à temps de vol 6210/6220.

1 Installation

Ce chapitre explique comment préparer l'instrument LC/MSD à temps de vol pour la source multimodale G1978A et remplacer la source existante par la source multimodale.

2 Mise à niveau du logiciel et du microprogramme du LC/MSD à temps de vol

Ce chapitre explique comment mettre à niveau le logiciel et le microprogramme pour la source multimodale.

3 Vérification de l'installation

Ce chapitre explique comment vérifier l'installation de la source multimodale.

Table des matières

1 Installation 7

Installation

9

- Étape 1. Préparation de l'installation
- Étape 2. Retrait du tube électronique du LC/MSD à temps de vol 10
- Étape 3. Changement des circuits imprimés sur la carte d'alimentation et la carte d'analyseur 11

9

- Étape 4. Branchement des trois câbles de 10 M Ω 14
- Étape 5. Installation des câbles et de la carte PCA de contrôle HT 16
- Étape 6. Couplage de la source multimodale à l'instrument 21

Étape 7. Installation du nébuliseur, de l'électrode corona et des connexions de gaz 24

Changement de source 26

Conversion d'une source ESI, APCI ou APPI en source multimodale 26

2 Mise à niveau du logiciel et du microprogramme du LC/MSD à temps de vol 31

Étape 1. Mise à niveau du logiciel du LC/MSD à temps de vol 32
Étape 2. Mise à niveau du microprogramme du LC/MSD à temps de vol 35
Étape 3. Évacuation du LC/MSD à temps de vol et conditionnement du circuit électronique HT 36

3 Vérification de l'installation 37

- Étape 1. Autoréglage 38
- Etape 2. Configuration des noms et des paramètres de méthode 44
- Étape 3. Création de la méthode MMCHECKTOF_EI_POS.m 46
- Étape 4. Création de la méthode MMCHECKTOF_EI_NEG.m 48
- Étape 5. Création de la méthode MMCHECKTOF CI POS.m 50
- Étape 6. Création de la méthode MMCHECKTOF CI NEG.m 52
- Étape 7. Création de la méthode MMCHECKTOF_MX_EI POS_CI POS.m 54

Étape 8. Création de la méthode MMCHECKTOF_MX_EI NEG_CI NEG.m 56

Étape 9. Exécution des méthodes créées 58

Étape 10. Calcul de la réponse de la démo multimodale 66

Étape 11. Remplissage du rapport d'analyse de la source multimodale pour le calcul des hauteurs de pic 67



Agilent G1978A Source multimodale pour LC/MSD à temps de vol 6210/6220 Guide de configuration

Installation

Installation 9

Étape 1. Préparation de l'installation 9 Étape 2. Retrait du tube électronique du LC/MSD à temps de vol 10 Étape 3. Changement des circuits imprimés sur la carte d'alimentation et la carte d'analyseur 11 Étape 4. Branchement des trois câbles de 10 M Ω 14 Étape 5. Installation des câbles et de la carte PCA de contrôle HT 16 Étape 6. Couplage de la source multimodale à l'instrument 21 Étape 7. Installation du nébuliseur, de l'électrode corona et des connexions de gaz 24 Changement de source 26 Conversion d'une source ESI, APCI ou APPI en source multimodale 26

Ce chapitre explique comment installer la source multimodale G1978A. Vous devrez apporter des modifications à la configuration de l'instrument dans le cadre de l'installation.

La source multimodale est prise en charge par les logiciels suivants :

- logiciel TOF version A.02.00 ou A.02.01 avec patch G1978-10004;
- logiciel d'acquisition MassHunter pour la version TOF A.02.02;
- logiciel d'acquisition MassHunter pour la version TOF B.01.03 ou supérieure.

Pour les mises à niveau A.02.02 vers B.01.03 et plus, vous devez désinstaller complètement le logiciel Analyst. Vous devez réimager l'ordinateur pour vérifier que l'installation Analyst a bien été supprimée.

Pour obtenir les instructions d'installation du logiciel, reportez-vous au document TOF Installation Guide.





Installation

Étape 1. Préparation de l'installation

- 1 Vérifiez que vous avez les éléments suivants :
 - source multimodale ESI/APCI pour système combiné de LC/MSD (référence G1978A);
 - source multimodale ESI/APCI pour LC/MSD (référence G1978-65239);
 - kit de transformation ESI/APCI pour LC/MSD à temps de vol (référence G1978-60251) ;
 - logiciel TOF version A.02.02 minimum ;
 - guide d'installation de la source multimodale pour LC/MSD à temps de vol (référence G1978-90007).
- **2** Vérifiez que le numéro de série du LC/MSD à temps de vol est supérieur à US50600501 ou US54100700.
- 3 Vérifiez que le LC/MSD à temps de vol est équipé d'une carte à puce 4.
- **4** Vérifiez que vous possédez les versions appropriées du logiciel TOF (et des patchs éventuellement requis) ainsi que du logiciel d'acquisition MassHunter pour la version TOF. *N'installez pas le patch qui est fourni avec le kit de transformation de source multimodale ESI/APCI.*
- **5** 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 ;
 - clé mâle Torx T10.
- 6 Vérifier le fonctionnement du LC/MSD à temps de vol :
 - Installez les deux sources d'ionisation ESI, puis réalisez un autoréglage en mode positif et négatif.
 - Examinez les rapports de réglage pour vérifier que le LC/MSD à temps de vol respecte les spécifications de réglage.

- 7 Dans l'onglet « MS TOF », cliquez sur **Parameters** et sélectionnez **Positive** ion polarity. Cliquez sur **Save As** pour enregistrer les paramètres de réglage positifs dans le fichier d:**Program Files\Agilent\TOF Software\Tune**\ **PositiveESI.prm**.
- 8 Dans l'onglet « MS TOF », cliquez sur **Parameters** et sélectionnez **Negative** ion polarity. Cliquez sur **Save As** pour enregistrer les paramètres de réglage négatifs dans le fichier d:**Program Files\Agilent\TOF Software\Tune**\ **NegativeESI.prm**.
- **9** Dans le panneau Status, cliquez avec le bouton droit de la souris sur l'icône du LC/MSD à temps de vol et cliquez sur **Vent**.
- **10** Une fois le LC/MSD à temps de vol mis à la pression atmosphérique, coupez l'interrupteur avant et le disjoncteur principal.
- **11** Préparez une surface de travail antistatique sur laquelle vous entreposerez les composants électroniques que vous allez retirer au cours de la procédure de mise à niveau.

Étape 2. Retrait du tube électronique du LC/MSD à temps de vol

- Retirez les composants du tube électronique du LC/MSD à temps de vol dans l'ordre suivant :
 - 1 Partie en mousse supérieure du tube électronique
 - **2** Amplificateur de puissance radioélectrique et parties en mousse situées à l'avant et à l'arrière du tube électronique
 - **3** Partie en mousse intermédiaire du tube électronique
 - 4 Carte PCA de l'analyseur 3 (référence G1946-65250)
 - **5** Carte à puce 4+ PCA avec cache de la carte d'alimentation
 - 6 Carte d'alimentation (référence G1946-65002)

Étape 3. Changement des circuits imprimés sur la carte d'alimentation et la carte d'analyseur

Pour permettre à l'instrument d'identifier la source, vous devez remplacer le circuit imprimé de microprogramme PLCC principal de la carte PCA de l'analyseur (logement U129) par la référence G1978-80067. Sur la carte d'alimentation, vous devez également remplacer le circuit imprimé de la mémoire ROM MM LON programmée (logement U6) par la référence G1978-80100 et le circuit imprimé EEPROM (logement U18) par la référence G1978-80200.

- 1 Recherchez le kit de mise à niveau du microprogramme pour la source multimodale (référence G1978-60156) dans la boîte du kit de mise à niveau.
- 2 Placez la carte d'analyseur que vous avez retirée à la section « Étape 2. Retrait du tube électronique du LC/MSD à temps de vol », page 10 sur une surface antistatique.



3 Repérez le logement U129 sur la carte d'analyseur (voir Figure 1).

Figure 1 Logement U129

4 Regardez le circuit imprimé qui se trouve dans le logement. Notez exactement comment il est installé et orienté (vous en aurez besoin pour installer correctement le nouveau circuit intégré). À l'aide de l'outil fourni, retirez le circuit intégré du logement U129 avec précaution. Faites attention de ne pas endommager le logement avec l'outil pendant la manipulation.

REMARQUE

N'introduisez que la pointe de l'outil pour retirer le circuit intégré. Si vous introduisez l'outil trop profondément, vous risquez d'endommager le logement. Pour utiliser l'outil de démontage correctement, reportez-vous à la Figure 2.



Figure 2 Retirez le circuit imprimé du logement avec précaution.

- **5** Recherchez le circuit intégré référencé G1978-80067 dans le kit de mise à niveau du microprogramme.
- **6** Installez et orientez correctement le circuit intégré dans le logement. Appuyez légèrement dessus pour l'emboîter.

ATTENTION

Vérifiez que le circuit imprimé est complètement inséré dans le logement. Si le circuit imprimé n'est pas complètement inséré, il risque d'être endommagé irrémédiablement lorsque l'alimentation de la carte sera rétablie.

7 Recherchez la carte d'alimentation que vous avez retirée dans la section « Étape 2. Retrait du tube électronique du LC/MSD à temps de vol », page 10. Posez-la sur une surface antistatique. 8 Retirez les circuits intégrés U6 et U18 de la carte d'alimentation de la même façon que vous l'avez fait pour le circuit intégré de la carte d'analyseur (voir Figure 3).



Figure 3 Retirez les circuits intégrés des logements U6 et U18

9 Repérez le circuit intégré référencé G1978-80200. Installez et orientez correctement le circuit intégré dans le logement. Appuyez légèrement sur le circuit intégré G1978-80200 pour l'emboîter dans le logement U18.

ATTENTION

Vérifiez que le circuit imprimé est complètement inséré dans le logement. Si le circuit imprimé n'est pas complètement inséré, il risque d'être endommagé irrémédiablement lorsque l'alimentation de la carte sera rétablie.

10 Repérez le circuit intégré référencé G1978-80100. Installez et orientez correctement le circuit intégré dans le logement. Appuyez légèrement sur le circuit intégré G1978-80100 pour l'emboîter dans le logement U6.

ATTENTION

Vérifiez que le circuit imprimé est complètement inséré dans le logement. Si le circuit imprimé n'est pas complètement inséré, il risque d'être endommagé irrémédiablement lorsque l'alimentation de la carte sera rétablie.

11 Une fois les circuits intégrés de la carte d'alimentation remplacés, réinstallez la carte dans le tube électronique. Attendez d'exécuter l'étape 4 avant de réinstaller la carte d'analyseur 3.

Étape 4. Branchement des trois câbles de 10 M Ω

1 Pendant que l'instrument est en cours de mise à la pression atmosphérique et que la carte d'analyseur n'est toujours pas réinstallée, branchez les câbles en série avec le câble de sortie des alimentations colonne capillaire/chambre de nébulisation et APCI. Vous n'êtes pas obligé de retirer la carte d'analyseur pour brancher les câbles. L'opération sera cependant plus facile si vous la retirez.



- **Figure 4** À gauche : deux câbles MIDGI M-F lestés de 10 M Ω (référence G1978-60806) et un câble SCID M-F lesté de 10 M Ω (référence G1978-60805). À droite : Câble APCI branché en série avec la sortie d'alimentation
- **2** Branchez l'un des câbles MIDGI M-F lestés de 10 M Ω (référence G1978-60806) en série avec le câble existant, puis rebranchez-le à l'alimentation APCI.



Figure 5 Trois câbles branchés en série avec les sorties d'alimentation

- **3** Branchez l'autre câble MIDGI M-F lesté de 10 M Ω (référence G1978-60806) en série avec le câble d'alimentation de la chambre de nébulisation, puis rebranchez-le à la sortie d'alimentation de la chambre de nébulisation.
- **4** Branchez le câble SCID M-F lesté de $10 \text{ M}\Omega$ (référence G1978-60805) en série avec le câble de la colonne capillaire, puis rebranchez-le à la sortie d'alimentation de la colonne capillaire.



Figure 6 Câbles regroupés le long des alimentations

- 5 Si vous ne l'avez pas encore fait, installez la carte d'analyseur.
- **6** Regroupez les câbles vers le bas le long des alimentations de telle sorte que vous arriviez à réinstaller la mousse intermédiaire correctement.
- 7 Réinstallez les composants du tube électronique, puis rebranchez tous les câbles que vous avez débranchés.

Étape 5. Installation des câbles et de la carte PCA de contrôle HT

1 Branchez le câble RS-232 au connecteur RS-232 de l'alimentation de la carte PCA de contrôle et du module HT.



Figure 7 Branchement du câble RS-232

2 Retirez le capot du module HT (référence G1978-60050).



Figure 8 Retrait du capot du module HT

3 Fixez l'alimentation de la carte PCA de contrôle et du module HT au tube. 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). **4** Retirez le serre-câble en plastique situé sur le câble du chauffage de désolvatation. Tirez le câble vers le bas de telle sorte que vous puissiez installer le module HT correctement.



Serre-câble en plastique

Figure 9Serre-câble en plastique



Serre-câble en plastique retiré

Figure 10 Serre-câble retiré et câble tiré vers le bas

1 Installation



5 Fixez l'alimentation de la carte PCA de contrôle et du module HT au tube à l'aide la vis auto-taraudeuse fournie.

Fixez l'alimentation de la carte PCA de contrôle et du module HT au tube

Figure 11 Vis auto-taraudeuse

6 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.



Figure 12 Fixation sur les supports



Branchement au connecteur série de la carte à puce

Figure 13 Branchements du câble RS-232

- 7 Branchez le câble RS-232 du module HT au connecteur série de la carte à puce 4 (voir Figure 13).
- **8** Branchez l'alimentation 15 Vcc à l'alimentation de la carte PCA de contrôle et du module HT (voir Figure 14 et Figure 15).
- **9** 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 14 et Figure 15).



Branchement du cordon 15 Vcc au module HT

Figure 14 Branchements du câble RS-232



Figure 15 Cordon d'alimentation et alimentation 15 Vcc

Étape 6. Couplage de la source multimodale à l'instrument

1 Retirez la chambre de nébulisation éventuellement installée sur le support. Retirez le cache de protection de la chambre de nébulisation de la source multimodale.



Figure 16 Source multimodale

2 Installez la source multimodale sur le support de la chambre de nébulisation (voir Figure 17).



Figure 17 Source multimodale couplée au LC/MSD à temps de vol

3 Vissez le capuchon au support (voir Figure 18).

Les électrodes de charge électrostatique sont placées en position 6 et 9h.

4 Desserrez les deux vis latérales pour régler la position des électrodes de charge électrostatique.



Figure 18 Capuchon de la source multimodale (référence G1978-60060)

 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 19).

Installation 1



Figure 19 Branchements de câbles

Étape 7. Installation du nébuliseur, de l'électrode corona et des connexions de gaz

- 1 Installez le nébuliseur sur la chambre de nébulisation de la source multimodale. N'utilisez jamais de bague de nébuliseur sur une source multimodale.
- **2** Connectez le tube 1/8" du nébuliseur entre l'instrument LC/MS et le raccord à gaz du nébuliseur.
- **3** Raccordez le tube échantillon LC/MS au raccord de volume mort du nébuliseur (voir Figure 20).
- **4** Branchez le CPL à la connexion d'entrée du LC/MSD à temps de vol. Ne branchez jamais le tube du CPL directement au nébuliseur. Voir Figure 20.
- 5 Installez l'électrode corona. Veillez à ce qu'elle soit entièrement insérée.



Figure 20 Nébuliseur, électrode corona et connexions d'azote installés

- **6** Remplacez la bouteille de solution étalon B par la solution étalon pour la source multimodale (référence G1969-85020).

Figure 21 Solution étalon pour LC/MSD à temps de vol (référence G1969-85020)

7 Réinstallez tous les capots et panneaux.



Figure 22 Capots et panneaux réinstallés

Changement de source

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

Exécutez cette procédure si vous souhaitez convertir une source ESI, APCI ou APPI en source multimodale. Si vous changez la source multimodale pour la première fois, passez à la section « Installation », page 7.

- 1 Réglez le paramètre de la Source au minimum pour le débit du gaz de séchage, le débit du gaz du nébuliseur, la température du gaz de séchage ainsi que la température de l'évaporateur.
- 2 Débranchez le tube de gaz du nébuliseur de la source d'ionisation.
- 3 Débranchez les câbles de la source actuellement installée.
- 4 Retirez la source d'ionisation.
- 5 Dévissez et retirez le couvercle de la chambre de nébulisation.

ATTENTION

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

ATTENTION

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



Figure 23 Couvercle standard de la chambre de nébulisation

6 Retirez le capuchon de la colonne capillaire. Si nécessaire, passez un chiffon propre légèrement humidifié avec de l'alcool isopropylique dessus (voir Figure 24).



Figure 24Capuchon de la colonne capillaire

7 Si nécessaire, passez un chiffon propre légèrement humidifié avec de l'alcool isopropylique sur la surface de la colonne capillaire et réinstallez le capuchon.



Figure 25 Capillaire

8 Une fois la colonne capillaire et son capuchon nettoyés, réinstallez-les. Installez le nouveau couvercle de la chambre de nébulisation muni d'électrodes de charge électrostatique.





9 Vissez le couvercle standard de la chambre de nébulisation de la source multimodale au support (voir Figure 27).

Les électrodes de charge électrostatique sont placées en position 6 et 9h.

10 Desserrez les deux vis latérales pour régler la position des électrodes de charge électrostatique.



Figure 27 Capuchon de la source multimodale (référence G1978-60060)

11 Débranchez le câble du chauffage de l'évaporateur APCI, le câble HT APCI ainsi que les autres câbles (comme le câble RS 232 de la source APPI).

ATTENTION

Si vous souhaitez changer de source (autre que la source G1978A), n'oubliez pas de débrancher l'alimentation +15 Vcc du module HT.

1 Installation



Agilent G1978A Source multimodale pour LC/MSD à temps de vol 6210/6220 Guide de configuration

2 Mise à niveau du logiciel et du microprogramme du LC/MSD à temps de vol

Étape 1. Mise à niveau du logiciel du LC/MSD à temps de vol 32 Étape 2. Mise à niveau du microprogramme du LC/MSD à temps de vol 35 Étape 3 Évacuation du LC/MSD à temps de vol et conditionnement d

Étape 3. Évacuation du LC/MSD à temps de vol et conditionnement du circuit électronique HT 36

Ce chapitre explique comment mettre à niveau le logiciel et le microprogramme du LC/MSD à temps de vol G3300AA respectivement vers les versions 5.30 et A.02.02 minimum pour pouvoir utiliser la source multimodale.



Étape 1. Mise à niveau du logiciel du LC/MSD à temps de vol

- 1 Effectuez une copie de sauvegarde des fichiers et dossiers figurant dans le dossier C:\Program Files\Agilent\TOF Software :
 - méthodes d'analyse de données ;
 - méthodes ;
 - listes de travail.

Lorsque vous installez ou mettez à niveau un logiciel, le programme écrase toutes les méthodes et listes de masse existantes. Si vous avez modifié des fichiers fournis par Agilent, il risque également de les écraser. C'est pourquoi nous vous recommandons de ne jamais modifier les projets VBA fournis par Agilent et de sauvegarder les fichiers Agilent que vous avez éventuellement modifiés.

- 2 Débranchez le câble LAN de l'ordinateur.
- **3** Utilisez l'assistant Ajout/Suppression de programmes de Windows pour désinstaller l'ancienne version du logiciel du LC/MSD à temps de vol.
- **4** Lorsque le système vous demande si vous souhaitez supprimer l'ensemble des fichiers et dossiers, cliquez sur **Non**. Vos méthodes, vos listes de travail et vos scripts d'analyse ne seront pas supprimés.
- **5** Utilisez l'assistant Ajout/Suppression de programmes de Windows pour désinstaller l'ancienne version du logiciel Analyst QS.
- **6** Dans l'Explorateur de fichiers, ouvrez le lecteur de CD-ROM contenant le CD-ROM d'installation. Ouvrez le répertoire **Analyst**. Double-cliquez sur **setup.exe**.
- 7 Dans l'écran « Welcome », cliquez sur Next.
- 8 Cliquez sur Yes pour accepter le contrat de licence.
- **9** Précisez le dossier d'installation de votre choix, puis cliquez sur **Next**. Nous vous recommandons de conserver le répertoire par défaut.
- **10** Lorsque le programme vous demande de sélectionner l'emplacement de stockage des fichiers de données, choisissez **D**:**PE Sciex Data**\.
- **11** Cliquez sur **Next** pour poursuivre l'installation.
- **12** Lorsque le programme vous demande si vous souhaitez installer le serveur o-MALDI, cliquez sur **Cancel**. Vous n'avez pas besoin de ce logiciel avec le LC/MSD à temps de vol.
- **13** Lorsque le programme vous invite à redémarrer votre ordinateur, cliquez sur **Yes**.

- **14** Dans l'Explorateur de fichiers, ouvrez le lecteur de CD-ROM contenant le CD-ROM d'installation. Ouvrez le répertoire **G3300**. Double-cliquez sur **setup.exe**.
- 15 Dans l'écran « Welcome », cliquez sur Next.
- **16** Cliquez sur Yes pour accepter le contrat de licence.
- **17** Précisez le dossier d'installation de votre choix, puis cliquez sur **Next**. Nous vous recommandons de conserver le répertoire par défaut.
- 18 Cochez la case Install BootP. La carte à puce 4 utilise une adresse IP fixe (192.168.254.12). Vous n'avez donc pas besoin du service BootP avec le LC/MSD à temps de vol. Par contre, vous pouvez configurer la carte LAN du CPL pour qu'elle utilise le service BootP.

Vous pouvez également configurer le CPL avec une adresse IP fixe. Pour plus d'informations, reportez-vous au CD-ROM « Agilent Technologies LAN Card G1369A » (référence G1369-90000).

- 19 Précisez le dossier dans lequel vous souhaitez stocker vos méthodes et rapports, puis cliquez sur Next. Pour faciliter les sauvegardes, vous pouvez stocker vos données sur un disque différent. Dans le cas des systèmes combinés, le répertoire de stockage des données par défaut sur le LC/MSD à temps de vol est : D:\TOF_Data. C'est ce nom de dossier que vous devez préciser.
- **20** Dans la boîte de dialogue « Start Copying Files », passez en revue les options de configuration et cliquez sur **Next**.
- **21** Lorsque le système vous demande si vous souhaitez mettre à jour la liste des masses, cliquez sur **Yes**. Pour les mises à niveau A.00.00, A.01.00 ou A.01.01 vers A.02.00, le programme doit procéder à une mise à jour des listes de masses.
- 22 Lorsque le programme vous invite à redémarrer votre ordinateur, cliquez sur Yes.
- 23 Rebranchez le câble LAN de l'ordinateur.
- **24** Ajoutez l'adresse MAC de la carte LAN du CPL dans le gestionnaire BootP, puis affectez l'adresse IP 192.168.254.11 au CPL.

Vous pouvez également configurer le CPL avec une adresse IP fixe. Pour plus d'informations, reportez-vous au CD-ROM « Agilent Technologies LAN Card G1369A » (référence G1369-90000).

25 Une fois le logiciel chargé, configurez l'instrument logique. Le LC/MSD à temps de vol (et éventuellement le CPL et le convertisseur A/N) sont

configurés dans un instrument logique. Vous devez absolument réaliser cette opération avant d'utiliser le logiciel du LC/MSD à temps de vol.

- a Cliquez sur Démarrer > Programmes > Agilent > TOF Software > Tools
 > Instrument Configuration.
- **b** Cliquez sur Add.
- **c** Dans la fenêtre « Add Devices », cliquez sur **OK** pour accepter la valeur de connexion par défaut du LC/MSD à temps de vol.
- d Ajoutez autant d'instruments que vous le désirez.
- **e** Changez le nom d'instrument si vous le souhaitez. Les noms fournis ne sont donnés qu'à titre d'information.
- f Cliquez sur OK pour créer la configuration de l'instrument.
- **g** Une fois l'instrument parfaitement configuré, cliquez sur **OK** pour fermer la fenêtre d'informations qui s'affiche.
- **26** Vérifiez que les modifications ont bien été appliquées au fichier HOSTS. Le logiciel ajoute des entrées pour le LC/MSD à temps de vol ainsi que les modules CLHP.
 - a Utilisez Notepad pour ouvrir le fichier HOSTS du dossier C:\WINNT\ System32\drivers\etc\.
 - **b** Sous l'entrée « localhost », vérifiez qu'il existe des entrées pour le LC/MSD à temps de vol et le CPL (si vous en avez configuré un).
 - c Cliquez sur File > Save pour enregistrer et fermer le fichier.

Étape 2. Mise à niveau du microprogramme du LC/MSD à temps de vol

- 1 Installez l'outil de mise à jour du microprogramme du LC/MSD à temps de vol. Dans l'Explorateur de fichiers, ouvrez le lecteur de CD-ROM contenant le CD-ROM d'installation.
- 2 Ouvrez le dossier Support\TOF Firmware.
- **3** Double-cliquez sur MSFirmwareUpdate_1.16.exe.

La boîte de dialogue WinZip apparaît. Utilisez le répertoire d'installation par défaut.

- 4 Cliquez sur Unzip.
- **5** Lorsqu'un message vous informe que les fichiers ont été dézippés, cliquez sur **OK**.
- 6 Cliquez sur Close pour terminer l'installation.
- 7 Double-cliquez sur tofupdate.exe dans le répertoire copié.
- 8 Précisez l'adresse IP du LC/MSD à temps de vol (192.168.254.12 par défaut).
- 9 Lorsque le programme vous invite à continuer la mise à jour, tapez Y.
- **10** Une fois le microprogramme du LC/MSD à temps de vol mis à jour, réinitialisez la carte de communication (carte à puce 4) en appuyant sur le bouton de réinitialisation. Il se trouve dans la petite ouverture située au-dessus du port en série de la carte à puce 4.
- **11** Une fois la carte à puce 4 initialisée, lancez le logiciel du LC/MSD à temps de vol.
- **12** Cliquez sur **Print > Instrument Configuration**.
- **13** Vérifiez que la version du microprogramme de la carte à puce 4 est 5.30 ou supérieure.

Étape 3. Évacuation du LC/MSD à temps de vol et conditionnement du circuit électronique HT

Vous devez conditionner le circuit électronique HT avant de procéder au réglage du LC/MSD à temps de vol.

- 1 Cliquez sur Démarrer > Programmes > Agilent > TOF Software > Tools > TOF Diagnostics.
- 2 Cliquez sur Connection > Connect.

Le programme affiche l'adresse IP par défaut du LC/MSD à temps de vol (192.168.254.12).

3 Cliquez sur OK.

Une fois la connexion établie, la ligne d'état Windows affiche le message « Instrument Responding ». La zone d'état de connexion située en bas à droite devient verte.

4 Dans la zone de groupe **HV Conditioning**, sélectionnez l'option **0.6 Hour Cycle (Quick Vent)** (comme le LC/MSD à temps de vol a été mis sous pression d'azote). Cliquez sur le bouton **Condition HV** pour lancer le processus de conditionnement HT. Vous ne pouvez pas réaliser de réglage ni d'étalonnage tant que ce processus est en cours.



Agilent G1978A Source multimodale pour LC/MSD à temps de vol 6210/6220 Guide de configuration

3 Vérification de l'installation

Étape 1. Autoréglage 38
Étape 2. Configuration des noms et des paramètres de méthode 44
Étape 3. Création de la méthode MMCHECKTOF_EI_POS.m 46
Étape 4. Création de la méthode MMCHECKTOF_EI_NEG.m 48
Étape 5. Création de la méthode MMCHECKTOF_CI_POS.m 50
Étape 6. Création de la méthode MMCHECKTOF_CI_NEG.m 52
Étape 7. Création de la méthode MMCHECKTOF_MX_EI POS_CI POS.m 54
Étape 8. Création de la méthode MMCHECKTOF_MX_EI NEG_CI NEG.m 56
Étape 9. Exécution des méthodes créées 58
Étape 10. Calcul de la réponse de la démo multimodale 66
Étape 11. Remplissage du rapport d'analyse de la source multimodale pour

Ce chapitre explique comment créer et exécuter des méthodes pour vérifier le fonctionnement du système. Pour obtenir les informations structurelles concernant l'échantillon de démo utilisé dans ce chapitre, voir « ESI + APCI LC Demo Sample », page 105.

le calcul des hauteurs de pic 67



3 Vérification de l'installation

Étape 1. Autoréglage

Logiciel d'acquisition MassHunter pour la version TOF A.02.02

Avant d'utiliser le LC/MSD à temps de vol avec la source multimodale, vous devez réaliser des tâches d'installation et de vérification. L'autoréglage doit être réalisé en mode mixte avec le mélange de mise au point ESI-L à faible concentration approprié (référence G1969-85000).

- 1 Cliquez sur File > Open > Method.
- 2 Chargez le fichier **MMIautotune.m**.
- 3 Cliquez sur l'onglet Tune, puis sélectionnez Autotune.

L'instrument génère un rapport d'autoréglage positif pour la source multimodale (voir Figure 28, page 39).



Figure 28 Rapport d'autoréglage positif pour la source multimodale

4 Inversez la polarité (négative), puis exécutez un autoréglage.

L'instrument génère un rapport d'autoréglage négatif pour la source multimodale.



Figure 29 Rapport d'autoréglage négatif pour la source multimodale

- **5** Chargez la méthode de changement de polarité positive associée (MMIautotunePSPos.m, par exemple).
- 6 Cliquez sur l'onglet Tune, puis sélectionnez Autotune.

L'instrument génère un rapport de changement de polarité positive uniquement pour la méthode MMIautotunePSPos.m.



7 Chargez la méthode de changement de polarité négative associée (MMIautotunePSNeg.m, par exemple).

L'instrument génère un rapport de changement de polarité négative uniquement pour la méthode MMIautotunePSNeg.m.



L'instrument est prêt à être utilisé avec les réglages de changement de polarité rapide.

Logiciel d'acquisition MassHunter pour la version TOF B.01.03

- Exécutez un autoréglage avec le mélange de mise au point G1969-85000. Il n'existe pas de méthode de réglage spécifique.
 - Réglez l'instrument 6220 sur la plage dynamique étendue de 2 GHz en mode positif et négatif.
 - Réglez l'instrument 6210 sur le mode standard (3200 m/z) 1 GHz.

Étape 2. Configuration des noms et des paramètres de méthode

- 1 À l'aide de la méthode par défaut (Default.m), créez six méthodes pour l'échantillon de démo CPL ESI + APCI (référence G1978-85000) en utilisant les noms suivants :
 - MMCHECKTOF_EI_POS.m
 - MMCHECKTOF_EI_NEG.m
 - MMCHECKTOF_CI_POS.m
 - MMCHECKTOF_CI_NEG.m
 - MMCHECKTOF_MX_EI POS_CI POS.m
 - MMCHECKTOF_MX_EI NEG_CI NEG.m
- 2 Utilisez les paramètres suivants pour chacune des méthodes :

Tableau 1

Paramètre/Onglet	Valeur
Onglet Column	Kit de montage pour cartouche à Résolution Rapide (RR) (référence 820555-901)
	SB-C18 RR 3,5 m, 2,1 x 30 mm (référence 873700-902)
Onglet Sample	Nom : MM Demo Sample
	Position 1
	Type d'analyse : Standard
	Acquisition seulement
	Chemin D:\PE Sciex Data\Projects\Data

Та	b	ea	u	1

Paramètre/Onglet	Valeur					
Onglet ALS	Injection standard 1 µL					
	Onglet Bin Pump :					
	Débit : 0,4 mL/min					
	Heure d'arrêt : 3 min					
	Solvant A $$ 100 % (65 % MeOH : 35 % $\rm H_{2}O$ + acide acétique à 0,2 %)					
	Temps d'analyse identique à la pompe					
Fichiers de données	Fichier de données : MM_ESI_POS.wiff					
(pour la version TOF B.01.03 ou supérieure, utilisez le	Fichier de données : MM_ESI_NEG.wiff					
	Fichier de données : MM_APCI_POS.wiff					
suffixe .d)	Fichier de données : MM_APCI_NEG.wiff					
,	Fichier de données : MM_ESI_APCI_POS.wiff					
	Fichier de données : MM_ESI_APCI_NEG.wiff					

Étape 3. Création de la méthode MMCHECKTOF_EI_POS.m

Les captures d'écran contenues dans cette section peuvent différer légèrement dans la version MassHunter pour B.01.03 ou supérieure. Si vous possédez la version B.01.03, ces onglets sont accessibles à partir de la vue Acquisition.

• Utilisez les paramètres suivants pour la méthode MMCHECKTOF_EI_POS.m :

MMI MMI	Data Acq	uisition	Ref. Ma	asses C	hromatogram	Tur	ne Calibr	ation	Parameters	Diagnostics
Ion Polarity (Seg.) Positive C Negative	Gas Temp	350	с	300	с		Fragmentor	225	v	Source (Seg.)
Polarity Switch per scan Select Scan to Display	Vaporizer Drying Gas	200	C I/min	200	C Vmin		Skimmer	60	v	© ESI © APCI
Time and Scan Segments	Nebulizer	60	psig	20	psig		OCT RF V	250	v	C ESI/APCI
Add 0.00	MMI (Scan) VCap	1000	v	Capillary	0.000	μΑ	Chamber	0.00	μΑ	Charging Voltage
Del Add	Corona +	4.0	μA	Corona	77	v				12000

Figure 30 Paramètres d'acquisition

MMI 💌 MMI	Chromatogram Details		Chromatograms	
on Polarity (Seg.)		Segments	1 Costal Violet	Reset
Positive C Negative	Type EIC 💌	All	2 1-Hexanesulfonic acid	
0.1 2 0.2 1		10.00	3 Carbozole	
Polaniy Switch per scan	Label Crystal Violet	Add->	A SY RENDRONOI	
Select Scan to Display	Extracted Fare area			
Time and Scan Segments	Masses 372-372.3	Modify		
Fime (minutes) Scans	Offset 15 %	Scans		
Add 0.00		Scan 2 Delete		
0.00	Y-axis range 1000000 counts	Scan 3		
Add		Scan 4		
Mod Def	Add Chromatogram with index	1	1	

Figure 31 Chromatogramme

Mode d'ionisation		MM-ES	
Polarité		Négative	
Pompe 1 - Pompe binaire série 1	1100		
Contrôle			
Débit de la colonne		0,400 mL/min	
Heure d'arrêt		Aucune limite	
Durée postanalyse		Aucune	
Solvants			
Solvant A		100 % (65 % MeOH : 35 %	H ₂ O + acide acétique à 0,2 %)
Solvant B		0 %	
Limites de pression			
Pression min.		0 bar	
Pression max.		400 bars	
Chambre de nébulisation			
[MSZones]			
T° gaz	$350~^{\circ}C$		350 °C max.
Évaporateur	200 °C		250 °C max.
Gaz de séchage	5 L/min		13 L/min max.
Pression du nébuliseur	60 psig		60 psig max.
Tension de la colonne capillaire (positive)	1 000 V		
Tension de la colonne capillaire (négative)	1 000 V		
Tension de charge (positive)	2 000 V		
Tension de charge (négative)	2 000 V		
Électrode corona (positive)	0 µA		
Électrode corona (négative)	0 μA		

Étape 4. Création de la méthode MMCHECKTOF_EI_NEG.m

• Utilisez les paramètres suivants pour la méthode MMCHECKTOF_EI_NEG.m :

MMI MMI	Data Acq	uisition	Ref. Ma	asses C	Chromatogram	Tune	Calibration	Parameters	Diagnostics
on Polarity (Seg.) C Positive C Negative	Gas Temp	350	с	300	с	Fragn	nentor 225	v	Source (Seg.)
Polarity Switch per scan	Vaporizer Drying Gas	200	C I/min	200	C Vmin	Skim	ner 60	v	© ESI © APCI
me and Scan Segments	Nebulizer	60	psig	20	psig	OCT	RFV 250	v	C ESI/APCI
Add [0.00	MMI (Scan) VCap	1000	v	Capillary	[0.000 μ	A Cham	ber 0.00	μΑ	Charging Voltage
Del Add	Corona •	4.0	μA	Corona	77 V				12000 V

Figure 32 Acquisition

MMI Seg.) C Negative	Chromatogram Details Type EIC		Segments All		Chromatograms 1 Crystal Violet 2 1-Hexenesultonic acid	Reset
h per scan	Label 1-Hexan	esulfonic acid	- 0.00	Add→	3 Carbazole 4 9-Phenanthrol	
n Segments	Extracted [165-165. Masses	3	Scans	Modify		
scans	Offset 15 Y-axis range 1000000	% counts	Scen 1 Scen 2 Scen 3	Delete		
Add	Add Chromatogram with	index	Scan 4			

Figure 33 Chromatogramme

Mode d'ionisation		MM-ES	
Polarité		Négative	
Pompe 1 - Pompe binaire série 1	100		
Contrôle			
Débit de la colonne		0,400 mL/min	
Heure d'arrêt		Aucune limite	
Durée postanalyse		Aucune	
Solvants			
Solvant A		100 % (65 % MeOH : 35 %	H ₂ O + acide acétique à 0,2 %)
Solvant B		0 %	
Limites de pression			
Pression min.		0 bar	
Pression max.		400 bars	
Chambre de nébulisation			
[MSZones]			
T° gaz	350 °C		350 °C max.
Évaporateur	200 °C		250 °C max.
Gaz de séchage	5 L/min		13 L/min max.
Pression du nébuliseur	60 psig		60 psig max.
Tension de la colonne capillaire (positive)	1 000 V		
Tension de la colonne capillaire (négative)	1 000 V		
Tension de charge (positive)	2 000 V		
Tension de charge (négative)	2 000 V		
Électrode corona (positive)	0 μA		
Électrode corona (négative)	0 µA		

Étape 5. Création de la méthode MMCHECKTOF_CI_POS.m

• Utilisez les paramètres suivants pour la méthode MMCHECKTOF_CI_POS.m :

MMI MMI	Data Acq	uisition	Ref. Ma	asses (Chromatogram T	Tune Calibr	ration	Parameters	Diagnostics
Ion Polarity (Seg.)	Gas Temp	350	с	300	-c	Fragmentor	225	v	Source (Seg.)
Polarity Switch per scan	Vaporizer Drving Gas	200	C	200	C Vmin	Skimmer	60	v	C ESI
Select Scan to Display	Nebulizer	20	psig	20	psig	OCT RF V	250	v	C ESI/APCI
Add 0.00	MMI (Scan) VCap	1000	- v	Capillary	μA	Chamber	0.78	_μΑ	Charging Voltage
Del Add	Corona +	6.0	μA	Corona	4923 V				[2000 V

Figure 34 Acquisition

Polarity Switch per scan. Label Carbozole Add→ B setscole Select Scan to Display Extracted res scal Image: Set scale	Reset	Chromatograms 1 Crystral Violet 2 1-Hexanesulfonic acid		Segments	Chromatogram Details Type EIC	MMI MMI Ion Polarity (Seg.) © Positive © Negative
Time and Scan Segments Masses Total 10000 Modify Add 0.00 1 Add Other Scan 3 Scan 3 Scan 3 Scan 4 Scan 3 Scan 4 Delete		B Cortorolo	Add -> Modify Delete	Scans Scan 1 Scan 2 Scan 3 Scan 4	Label Carbozole Extracted 156-168.3 Offset 15 % Y-axis range 1000000 counts Add Chromatogram with index	Polarity Switch per scan Select Scan to Display Time and Scan Segments Add 000 Def 000 Add 000 Control Control C

Figure 35 Chromatogramme

Mode d'ionisation		MM-APCI
Polarité		Positive
Pompe 1 - Pompe binaire série	1100	
Contrôle		
Débit de la colonne		0,400 mL/min
Heure d'arrêt		Aucune limite
Durée postanalyse		Aucune
Solvants		
Solvant A		100 % (65 % MeOH : 35 % $\rm H_{2}O$ + acide acétique à 0,2 %)
Solvant B		0 %
Limites de pression		
Pression min.		0 bar
Pression max.		400 bars
Chambre de nébulisation		
[MSZones]		
T° gaz	350 °C	350 °C max.
Évaporateur	200 °C	250 °C max.
Gaz de séchage	5 L/min	13 L/min max.
Pression du nébuliseur	20 psig	60 psig max.
Tension de la colonne capillaire (positive)	1 000 V	
Tension de la colonne capillaire (négative)	1 000 V	
Tension de charge (positive)	2 000 V	
Tension de charge (négative)	2 000 V	
Électrode corona (positive)	6 μΑ	
Électrode corona (négative)	6 μΑ	

Étape 6. Création de la méthode MMCHECKTOF_CI_NEG.m

• Utilisez les paramètres suivants pour la méthode MMCHECKTOF_CI_NEG.m :

Ion Source	Data Acq	uisition	Ref. Ma	asses C	hromatogram T	une Calibr	ation	Parameters)	Diagnostics
Ion Polarity (Seg.) C Positive C Negative	Gas Temp	350	с	300	с	Fragmentor	225	v	Source (Seg.)
Polarity Switch per scan	Vaporizer Drying Gas	200	C 	200	C Vmin	Skimmer	60	v	C ESI
Time and Scan Segments	Nebulizer	20	psig	20	psig	OCT RFV	250	v	C ESI/APCI
Add 0.00	-MMI (Scan) VCap	1000	V	Capillary	μA	Chamber	1.41	μΑ	Charging Voltage
Mod Del	Corona -	6.0	μA	Corona	2781 V				

Figure 36 Acquisition

MMI MMI In Polarity (Seg.)	Data Acquisition Heft Masses Chromatogram Chromatogram Details Type EIC •	Segments	ration Parameters	Diagnostics Chromatograms 1 Crystal Violet 2 1-Hexanesulfonic acid	Reset
Polarity Switch per scan	Label 9-Phenanthrol	0.00	Add->	3 Carbazole 4 9-Phenanthrol	
Select Scan to Display Time and Scan Segments Time (minutes)	Extracted 193-193.3	Scans .	Modify		
Add 0.00	Vfiset 15 % Y-axis range 1000000 counts	Scan 1 Scan 2 Scan 3	Delete		
Del Add	Add Chromatogram with index	Scen 4			

Figure 37 Chromatogramme

N. 1. 11: 1. 41		
Mode d'ionisation		MM-APCI
Polarité		Négative
Pompe 1 - Pompe binaire série	1100	
Contrôle		
Débit de la colonne		0,400 mL/min
Heure d'arrêt		Aucune limite
Durée postanalyse		Aucune
Solvants		
Solvant A		100 % (65 % MeOH : 35 % $\rm H_{2}O$ + acide acétique à 0,2 %)
Solvant B		0 %
Limites de pression		
Pression min.		0 bar
Pression max.		400 bars
Chambre de nébulisation		
[MSZones]		
T° gaz	350 °C	350 °C max.
Évaporateur	200 °C	250 °C max.
Gaz de séchage	5 L/min	13 L/min max.
Pression du nébuliseur	20 psig	60 psig max.
Tension de la colonne capillaire (positive)	1 000 V	
Tension de la colonne capillaire (négative)	1 000 V	
Tension de charge (positive)	2 000 V	
Tension de charge (négative)	2 000 V	
Électrode corona (positive)	6 μΑ	
Électrode corona (négative)	6 μΑ	

Étape 7. Création de la méthode MMCHECKTOF_MX_El POS_CI POS.m

• Utilisez les paramètres suivants pour la méthode MMCHECKTOF_MX_EI POS_CI POS.m :

MMI MMI	-MMI (Sea)	uisidion	hel. M	asses (.nromatogram			can)	Farameters	
Ion Polarity (Seg.)	Gas Temp	350	С	300	с		Fragmentor	225	v	Source (Seg.)
Polaritu Switch per scan	Vaporizer	200	С	200	с		Chinese	100		C ESI
Select Scan to Display	Drying Gas	5.0	1/min	3.4	1/min		Skiminer	1en	v	C APCI
Time and Scan Segments	Nebulizer	60	psig	20	psig		OCT RF V	250	v	ESI/APCI
Time (minutes) Scans	MMI (Scan)		_						_	Charging Voltage
	VCap	1000	V	Capillary	0.000	μA	Chamber	0.00	μΑ	
Del Add	Corona +	1.0	μA	Corona	3291	v				12000

Figure 38 Acquisition

Positive Nongetive 000 1 000 0<	MMI MMI on Polarity (Seg.)	Chromatogram Details	Segments	ineren 1 i erenne	Chromatograms	Reset
Speed 2 control Duppley Extracted 372-372.4 Modify Time and Scan Segments Messes 372-372.4 Scans Add 0.00 1 Add Scans Scans Modify 15 % Scans Delete Scans Scans Scans Delete Modify Add Notify Delete	Positive C Negative Polarity Switch per scan	Label Crystal Violet	0.00	Add ->	2 1-Hexanesultonic acid 3 Carbazole 4 9-Phenanthrol	
Add 0.00 1 Add Y-axis range 1000000 counts Scen 1 Scen 3 Scen 3 Delete Mod Del Add Chrometogram with index	Time and Scan Segments Fime (minutes) Scans	Extracted 372-372.4	Scens .	Modify		
Mod Del Add Chrometogram with index	Add 0.00	Y-exis range 1000000 counts	Scan 1 Scan 2 Scan 3	Delete		
	Mod Del	Add Chromatogram with index	Scan 4			



Mode d'ionisation		MM-ES+APCI
Polarité		Positive
Pompe 1 - Pompe binaire série 1	100	
Contrôle		
Débit de la colonne		0,400 mL/min
Heure d'arrêt		Aucune limite
Durée postanalyse		Aucune
Solvants		
Solvant A		100 % (65 % MeOH : 35 % $\rm H_{2}O$ + acide acétique à 0,2 %)
Solvant B		0 %
Limites de pression		
Pression min.		0 bar
Pression max.		400 bars
Chambre de nébulisation		
[MSZones]		
T° gaz	350 °C	350 °C max.
Évaporateur	200 °C	250 °C max.
Gaz de séchage	5 L/min	n 13 L/min max.
Pression du nébuliseur	60 psig	60 psig max.
Tension de la colonne capillaire (positive)	1 000 V	
Tension de la colonne capillaire (négative)	1 000 V	
Tension de charge (positive)	2 000 V	
Tension de charge (négative)	2 000 V	
Électrode corona (positive)	1 μΑ	
Électrode corona (négative)	1 μΑ	

Étape 8. Création de la méthode MMCHECKTOF_MX_EI NEG_CI NEG.m

• Utilisez les paramètres suivants pour la méthode MMCHECKTOF_MX_EI NEG_CI NEG.m :



Figure 40 Acquisition

Ion Polarity (Seg.)	Chromatogram Details Type EIC	Segments		Chromatograms 1 Crystal Violet 2 1-Hexanesulfonic acid	Reset
Polarity Switch per scan	Label 1-Hexanesulfonic acid	0.00	Add->	3 Carbazole 4 9-Phenanthrol	
Select Scan to Display Time and Scan Segments	Extracted T65-165.3	Scene	Modify		
Add 0.00	Offset 15 % Y-axis range 1000000 counts	Scan 1 Scan 2 Scan 3	Delete	Ī	
Mod Del	Add Chromatogram with index	Scan 4			

Figure 41 Chromatogramme

Mode d'ionisation		MM-ES+APCI
Polarité		Négative
Pompe 1 - Pompe binaire série 11	00	
Contrôle		
Débit de la colonne		0,400 mL/min
Heure d'arrêt		Aucune limite
Durée postanalyse		Aucune
Solvants		
Solvant A		100 % (65 % MeOH : 35 % $\rm H_{2}O$ + acide acétique à 0,2 %)
Solvant B		0 %
Limites de pression		
Pression min.		0 bar
Pression max.		400 bars
Chambre de nébulisation		
[MSZones]		
T° gaz	350 °C	350 °C max.
Évaporateur	200 °C	250 °C max.
Gaz de séchage	5 L/min	n 13 L/min max.
Pression du nébuliseur	60 psig	60 psig max.
Tension de la colonne capillaire (positive)	1 000 V	
Tension de la colonne capillaire (négative)	1 000 V	
Tension de charge (positive)	2 000 V	
Tension de charge (négative)	2 000 V	
Électrode corona (positive)	1 μΑ	
Électrode corona (négative)	1 μΑ	

Étape 9. Exécution des méthodes créées

Exécutez chacune des méthodes que vous venez de créer.
 Les graphiques ci-dessous illustrent les six résultats d'analyse.



2 Étudiez les résultats Analyst correspondant à MM_ESI_pos.wif. Faites une extraction de l'ion 372-372.4. Enregistrez la hauteur du pic (91 000, par exemple).



3 Étudiez les résultats correspondant à MM_ESI_neg.wif. Faites une extraction de l'ion 165-165.4. Enregistrez la hauteur du pic (97 000, par exemple).



4 Étudiez les résultats correspondant à MM_APCI_pos.wif. Faites une extraction de l'ion 168-168.4. Enregistrez la hauteur du pic (140 000, par exemple).



 Étudiez les résultats correspondant à MM_APCI_neg.wif. Faites une extraction de l'ion 193-193.4. Enregistrez la hauteur du pic (640 000, par exemple).



6 Étudiez les résultats correspondant à MM_ESI_APCI_pos.wif. Faites une extraction de l'ion 372-372.4. Enregistrez la hauteur du pic (57 000, par exemple).



7 Étudiez les résultats correspondant à MM_ESI_APCI_pos.wif. Faites une extraction de l'ion 168-168.4. Enregistrez la hauteur du pic (34 000, par exemple).



8 Étudiez les résultats correspondant à MM_ESI_APCI_neg.wif. Faites une extraction de l'ion 165-165.4. Enregistrez la hauteur du pic (110 000, par exemple).



9 Étudiez les résultats correspondant à MM_ESI_APCI_neg.wif. Faites une extraction de l'ion 193-193.4. Enregistrez la hauteur du pic (400 000, par exemple).



Étape 10. Calcul de la réponse de la démo multimodale

1 Remplissez les champs du rapport d'analyse de la source d'ionisation multimodale.

Dans l'exemple ci-dessous, le rapport a été rempli avec les données collectées à partir des analyses réalisées au cours des étapes précédentes. Cet exemple vous explique comment saisir les valeurs une fois que l'instrument a été installé et vérifié. Vous trouverez à la page suivante un rapport d'analyse vierge dans lequel vous pourrez reporter les données des instruments installés.

Multimode Ion Source Report

Instrument name:

Operator name:

Acquisition date: 23-Feb-2006

Datafiles: MM_ESI_pos.wif MM_ESI_Neg.wif MM_APCI_POS.wif MM_APCI_NEG.wif MM_ESI_APCI_POS.wif MM_ESI_APCI_NEG.wif

MSD type: TOF

		ESI Com	oound Resu	lts		
Compound	m/z	Polarity	ESI mode	Mixed mode	Mixed:ESI ratio	Result
Crystal violet	372.2	Positive	91k	57k	63%	Pass
1-Hexanesulf- onic acid	165.1	Negative	 97k			Pass

Compound	m/z	Polarity	APCI mode	Mixed mode	Mixed:APCI ratio	Result
Carbazole	168.1	Positive	140k	34k	24%	Pass
9-Phenanthrol	193.1	Negative	640k	 400k	63%	Passi

Passing criteria: Mixed mode response 20% or greater of single-mode response.

2 Exécutez toutes les méthodes, puis notez les hauteurs de pic. Calculez le rapport signal/bruit.

Étape 11. Remplissage du rapport d'analyse de la source multimodale pour le calcul des hauteurs de pic

• Reportez les valeurs d'analyse de la source multimodale dans le rapport ci-dessous pour calculer les hauteurs de pic.

M	ultimode	Ion Source	Report			
SD type: TOF		Instrument	name:		Operator i	name:
cquisition date:	23-Feb-2	2006				
atafiles: MM_ESI_pos.wif MM_ESI_Neg.wif MM_APCI_POS.wif MM_ESI_APCI_NEG.vif MM_ESI_APCI_NEG.V	wif					
		ESI Comp	ound Resu	lts		
Compound	m/z	Polarity	ESI mode	Mixed mode	Mixed:ESI ratio	Result
Crystal violet	372.2	Positive				
1-Hexanesulf- onic acid	165.1	Negative				
		APCI Com	oound Resi	ults		
Compound	m/z	Polarity	APCI mode	Mixed mode	Mixed:APCI ratio	Result
Carbazole	168.1	Positive				

Passing criteria: Mixed mode response 20% or greater of single-mode response.

3 Vérification de l'installation

www.agilent.com

Contenu de ce manuel

Ce guide contient les instructions d'installation, de remplacement et de vérification de la Source multimodale pour LC/MSD à temps de vol 6210/6220 (référence Agilent G1978A).

© Agilent Technologies, Inc. 2008

Imprimé aux États-Unis Première édition, décembre 2008



G1978-93060

