

Agilent G1978A Source multimodale pour LC/MSD G1946/G1956

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

G1978-93050

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.

2 Vérification

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

3 Méthodes

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

Table des matières

1 Installation

Installation 9 Étape 1. Préparation de l'installation 9 Étape 2. Vérification de la version des cartes de l'instrument 10 Étape 3. Mise hors tension de l'instrument 11 Étape 4. Changement des circuits imprimés sur les cartes électroniques (ingénieurs clients uniquement) 11 Étape 5. Conversion d'une source ESI, APCI ou APPI en source multimodale 17 Étape 6. Mise à niveau du logiciel (patch G1978-10002) 17 Étape 7. Vérification des cartes de l'instrument 20 Étape 8. Vérification du fonctionnement de la source multimodale 23 Changement de source 24 Conversion d'une source ESI, APCI ou APPI en source multimodale 24 Installation de l'alimentation de la carte PCA de contrôle et du module HT 31 Connexion des câbles de la source multimodale 35 Retrait de la source multimodale 39 Conversion d'une source multimodale en source ESI, APCI ou APPI 42

2 Vérification

Détermination du mélange de solvant approprié pour les tests de vérification de performances 44
Préparation des échantillons d'évaluation de performances 45
Vérification du fonctionnement de la source multimodale 51
Autoréglage 57
Exemple de rapport de vérification de la source multimodale 58

3 Méthodes

Configuration d'une méthode pour qu'elle utilise la source multimodale60Création d'une méthode pour ionisation en mode mixte (positif/négatif)61Création d'une méthode pour ionisation en mode ESI/APCI alterné63

Table des matières



Agilent G1978A Source multimodale pour LC/MSD G1946/G1956 Guide de configuration

Installation

Installation 9

Étape 1. Préparation de l'installation 9 Étape 2. Vérification de la version des cartes de l'instrument 10 Étape 3. Mise hors tension de l'instrument 11 Étape 4. Changement des circuits imprimés sur les cartes électroniques (ingénieurs clients uniquement) 11 Étape 5. Conversion d'une source ESI, APCI ou APPI en source multimodale 17 Étape 6. Mise à niveau du logiciel (patch G1978-10002) 17 Étape 7. Vérification des cartes de l'instrument 20 Étape 8. Vérification du fonctionnement de la source multimodale 23 Changement de source 24 Conversion d'une source ESI, APCI ou APPI en source multimodale 24 Installation de l'alimentation de la carte PCA de contrôle et du module HT 31 Connexion des câbles de la source multimodale 35 Retrait de la source multimodale 39 Conversion d'une source multimodale en source ESI, APCI ou APPI 42

Ce chapitre contient les instructions d'installation de la source multimodale G1978A sur les instruments LC/MSD G1946 et G1956 (la source G1978B n'est pas prise en charge sur les instruments G1946/G1956).

Les instructions contenues dans ce manuel s'appliquent à la ChemStation Agilent LC/MSD version B.01.01 ou B.01.03, avec patch de mise à jour G1978-10002 minimum. Le CD-ROM d'installation des patchs comporte un fichier exécutable (**setup.exe**) pour chaque version (dans les dossiers intitulés B.01.01 et B.01.03). Exécutez le fichier **setup.exe** correspondant à la version de votre ChemStation.





Ce chapitre contient les instructions d'installation de la source multimodale G1978A sur les instruments LC/MSD G1946 et G1956.

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 de LC/MSD (référence G1978A);
 - source multimodale ESI/APCI pour LC/MSD (référence G1978-65239);
 - module HT pour la source multimodale (référence G1978-60050);
 - kit de transformation de source multimodale ESI/APCI vers LC/MSD (référence G1978-60150);
 - kit de mise à niveau du microprogramme pour la source multimodale (référence G1978-60156) ;
 - ChemStation version B.01.01 ou B.01.03 minimum ;
 - patch (référence G1978-10002). Le patch logiciel est installé dans la G1978A, mais doit être installé sur les versions B.01.01 et B.01.03 de la ChemStation.

REMARQUE

Si vous souhaitez installer la source multimodale sur des instruments MSD G1946B/C/D et G1956A/B sortis sur le marché avant la source, vous devez utiliser une ChemStation version B.01.01 minimum afin de procéder à l'installation du matériel, du microprogramme, des nouveaux PID et des patchs logiciels correspondant à la source multimodale.

Étape 2. Vérification de la version des cartes de l'instrument

- **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. Vérification de la version des cartes de l'instrument

Le logiciel vous permet de déterminer si les cartes de l'instrument sont à jour.

Carte d'analyseur 3

Pour savoir si une carte d'analyseur 3 est installée, procédez comme suit.

- 1 Sur la ligne de commande de la vue « Method and Run Control », tapez :
 - pat\$=nvrAnRev\$()
- 2 Sur la ligne de commande, tapez :
 - Print pat\$

Le système affiche la référence de la carte d'analyseur sur une ligne de message. Si la référence est *G1946-60250*, la carte installée est bien une carte d'analyseur 3. Dans le cas contraire, vous devez mettre à niveau le microprogramme vers celui correspondant à la carte d'analyseur 3.

Carte d'alimentation (PDB)

Les instruments G1956A/B et G1946B/C/D sont prééquipés de la carte d'alimentation appropriée (référence G1946-60002).

1

Étape 3. Mise hors tension de l'instrument

• Référez-vous aux instructions livrées avec votre instrument pour le mettre hors tension correctement.

REMARQUE

Éteignez complètement l'instrument s'il ne s'agit pas d'un système combiné. Cette procédure s'applique aux instruments G1946B/C/D ainsi qu'aux instruments G1956A/B commercialisés avant la sortie de la source multimodale. Ces instruments sont considérés comme des instruments mis à niveau pouvant être utilisés avec la source G1978A.

Étape 4. Changement des circuits imprimés sur les cartes électroniques (ingénieurs clients uniquement)

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 3 (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 (nouveau logement U6) par la référence G1978-80100 et le circuit imprimé EEPROM (nouveau logement U18) par la référence G1978-80200. Vous ne devez réaliser cette procédure que lors de la première installation de la source multimodale.



Bord plat du circuit imprimé claveté sur le logement



Figure 1 Logement équipé d'un port claveté pour circuits imprimés U6 et U18 sur la carte d'alimentation (à gauche) et logement équipé d'un port claveté pour circuit imprimé U129 sur la carte d'analyseur 3 (à droite). Le port claveté se situe dans le coin supérieur droit sur la carte d'alimentation et dans le coin supérieur gauche sur la carte d'analyseur.

Étape 4. Changement des circuits imprimés sur les cartes électroniques (ingénieurs clients uniquement)

ATTENTION

Vérifiez que le bord plat du circuit imprimé est parfaitement aligné avec celui du port claveté sur le logement. Si vous n'installez pas le circuit imprimé correctement, il risque d'être endommagé lors de la mise sous tension. Le port claveté ne se trouve pas au même endroit sur la carte d'alimentation et la carte d'analyseur.

Vous pouvez remplacer le circuit imprimé en laissant la carte d'alimentation dans l'instrument. Par contre, nous vous recommandons tout de même de la retirer pour éviter que le circuit imprimé ou l'outil ne tombe accidentellement dans l'instrument.

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 l'instrument est éteint (voir Guide d'utilisation).
- **2** Retirez la carte PCA de l'analyseur 3 de l'ensemble tube.



Remplacement du circuit imprimé de microprogramme PLCC principal par la référence G1978-80067 sur la carte d'analyseur (logement U129)

Figure 2 Carte PCA de l'analyseur 3 (référence G1946-65250)

3 Retirez le circuit imprimé en vous servant de l'outil fourni avec la mise à niveau.

Étape 4. Changement des circuits imprimés sur les cartes électroniques (ingénieurs clients uniquement)



Figure 3 Outil de démontage et circuit imprimé claveté dans le coin supérieur gauche de la carte PCA de l'analyseur 3 (référence G1946-65250)

ATTENTION

Faites attention lorsque vous retirez le circuit imprimé à l'aide de l'outil fourni. Si vous exercez une pression trop forte, l'outil risque de percer le logement.

- **4** Remplacez le circuit logique programmable (PLD) de la carte PCA de l'analyseur 3 par celui que vous avez reçu avec la source multimodale.
- **5** La carte d'analyseur n'étant toujours pas réinstallée, installez le câble HT APCI 10 M Ω (voir Figure 4).



Figure 4 Câble HT APCI 10 MΩ (référence G1978-60806). Dans la procédure suivante, prenez soin de relier la bonne extrémité à l'alimentation APCI et au câble APCI.

Étape 4. Changement des circuits imprimés sur les cartes électroniques (ingénieurs clients uniquement)



6 Débranchez le câble HT APCI de l'alimentation APCI (voir Figure 5).

Débranchez le câble HT APCI à cet endroit.

Figure 5 Débranchement du câble HT APCI

7 Branchez le câble HT 10 M Ω en série avec le câble APCI, puis rebranchez l'alimentation APCI (voir Figure 6).



Câble HT 10 $M\Omega$ branché au câble APCI.

Câble 10 $M\Omega$ branché à l'alimentation APCI.

Figure 6 Câble HT 10 M Ω relié au câble APCI et à l'alimentation APCI.

Étape 4. Changement des circuits imprimés sur les cartes électroniques (ingénieurs clients uniquement)

- 8 Retirez la carte d'alimentation de l'instrument pour remplacer le circuit imprimé. Si vous la laissez dans l'instrument, le circuit imprimé ou l'outil risque de tomber dedans en cas de mauvaise manipulation.
- REMARQUE Vous pouvez remplacer les deux circuits imprimés en laissant la carte d'alimentation dans l'instrument. Par contre, nous vous recommandons tout de même de la retirer pour éviter que le circuit imprimé ou l'outil ne tombe accidentellement dans l'instrument.
 - **9** Retirez les circuits intégrés U6 et U18 de la carte d'alimentation à l'aide de l'outil fourni (voir Figure 7 à Figure 9).

ATTENTION

Vérifiez que le bord plat du circuit imprimé est parfaitement aligné avec celui du port claveté sur le logement. Si vous n'installez pas le circuit imprimé correctement, il risque d'être endommagé lors de la mise sous tension.



Circuit imprimé de la mémoire ROM MM LON programmée installé dans le logement U6 (nouvelle référence G1978-80100)

Circuit imprimé EEPROM installé dans le logement U18 (nouvelle référence G1978-80200)



Étape 4. Changement des circuits imprimés sur les cartes électroniques (ingénieurs clients uniquement)



Bord plat du circuit imprimé claveté dans le coin supérieur droit du logement U6 (référence G1978-80100)

Bord plat du circuit imprimé claveté dans le coin supérieur droit du logement U18 (référence G1978-80200)

Figure 8 Les deux circuits imprimés à remplacer sur la carte d'alimentation (référence G1946-65002), clavetés dans le coin supérieur droit du logement.





10 Remplacez les deux circuits intégrés de la carte d'alimentation.

Pour vérifier que les circuits intégrés ont bien été remplacés sur les deux cartes, voir « Étape 7. Vérification des cartes de l'instrument », page 20.

Étape 5. 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 24.

Étape 6. Mise à niveau du logiciel (patch G1978-10002)

Si vous utilisez une ChemStation version B.01.01 ou B.01.03, vous devez installer ce patch logiciel. Si vous utilisez une ChemStation version B.03.1 ou supérieure, passez à l'étape suivante.

- 1 Placez le CD-ROM de mise à niveau G1978-10002 dans le lecteur.
- 2 Ouvrez le dossier correspondant à la version de votre ChemStation (B.01.01 ou B.01.03), puis cliquez sur setup.exe.

Pour vous permettre de restaurer la configuration d'origine, le système effectue une sauvegarde des fichiers remplacés par le patch.

- 3 Dans l'écran « Welcome », cliquez sur Next.
- 4 Cliquez sur **Yes** pour accepter le contrat de licence.
- 5 Dans l'écran « Readme », cliquez sur Next.
- **6** Dans la boîte de dialogue « Start Copying Files », passez en revue les options de configuration et cliquez sur **Next**.

REMARQUE

Vous ne pouvez pas sélectionner le répertoire d'installation, car vous installez un patch sur le logiciel de la ChemStation.

7 Cliquez sur Yes pour mettre à niveau le microprogramme Microsoft.

AVERTISSEMENT

N'interrompez pas l'opération, ne lancez pas le logiciel Microsoft de la ChemStation et n'éteignez pas l'instrument pendant la mise à niveau. Vous risqueriez d'endommager l'instrument.

8 Indiquez l'adresse IP de l'instrument, puis tapez yes (voir Figure 10).

1

Étape 6. Mise à niveau du logiciel (patch G1978-10002)



Figure 10 Programme de mise à jour Microsoft (msupdate.exe)

 9 À l'invite « OK to proceed », tapez Y pour réaliser la mise à niveau matérielle (voir Figure 11).



Figure 11 Mise à niveau du microprogramme Microsoft

- **10** À l'invite « Press RST button to complete the update process », appuyez sur le bouton RST de l'instrument pour terminer la mise à niveau.
- **11** La ligne de commande affiche deux nouveaux messages.

Étape 6. Mise à niveau du logiciel (patch G1978-10002)

🔤 C:\Chem32\MS\FIRMWARE\msupdate.exe	١×
programming data	
erasing bank 1: sector 9	
programming data	
erasing bank 1: sector 10	
programming data	
erasing bank 1: sector 11	
programming data	
erasing bank 1: sector 12	
programming data	
erasing bank 1: sector 13	
programming data	
erasing bank 1: sector 14	
programming data	
erasing bank 1: sector 15	
programming data	
flash update complete	
$value = 0 = 0 \times 0$	
->	
Code download complete.	
5973N: Power cycle instrument to complete update process.	
G1946 Series: Press instrument RST button to complete update process.	
Power cycle detected. Waiting for instrument to boot	
Instrument is alive.	
Waiting for instrument firmware to load	•

AVERTISSEMENT N'interrompez pas l'opération, ne lancez pas le logiciel Microsoft de la ChemStation et n'éteignez pas l'instrument pendant la mise à niveau. Ne lancez le logiciel de la ChemStation qu'une fois la fenêtre de commande du programme de mise à niveau MSUpdate fermée.

La fenêtre de commande se ferme une fois la mise à niveau de l'instrument terminée.

Étape 7. Vérification des cartes de l'instrument

Étape 7. Vérification des cartes de l'instrument

Vérification de l'application des nouveaux PID.

- 1 Lancez la ChemStation. Le programme **pid2.mac** modifie les PID automatiquement au lancement de la ChemStation.
- 2 Sur la ligne de commande de la vue Method and Run Control, tapez :

```
• MSZONEPID 7
```

Le système affiche les lignes de message suivantes :

P = 2500 I = 1 D = 0

 $I_D = 1$

Vérification du remplacement des circuits intégrés sur la carte d'alimentation et la carte d'analyseur 3

Procédez comme suit pour vérifier que les circuits intégrés de la carte d'analyseur 3 (référence G1946-65250) et de la carte d'alimentation (référence G1946-65002) ont bien été mis à jour pour prendre en charge la source multimodale. Si le CD-ROM de mise à niveau G1978-10002 a été chargé dans la ChemStation version B.01.01 ou B01.03, la macro **mstnnvr.mac** est mise à jour et renvoie des informations détaillées.

1 Sur la ligne de commande de la vue Method and Run Control, tapez :

```
mmcheck = MMBoardUpdate()
```

2 Tapez la commande suivante, puis appuyez sur Entrée.

Print mmcheck

Si la variable *mmcheck* est égale à 0, cela signifie que les deux cartes ont été mises à jour.

Si la variable *mmcheck* est égale à 1, cela signifie qu'une seule carte a été mise à jour.

Si la variable *mmcheck* est égale à 2, cela signifie que les deux cartes n'ont pas été mises à jour.

3 Vérifiez la version des circuits imprimés de microprogramme :

1

- Tapez readnvr, puis appuyez sur Entrée.
- Tapez shownvr ou printnvr, puis appuyez sur Entrée.

Le rapport MSDNVRAM.TXT ci-dessous récapitule les informations relatives au microprogramme chargé. Vérifiez que les numéros de version correspondent aux valeurs en gras :

Instrument Name	: Instrument 1	
Serial Number	: MS1202	
Product Number	: product1	Exp in G1946
Mfg Date	: 04/01/96	Exp <> 04/01/96
Quad Serial Number	: quad56	Exp <> quad56
MS Inject Valve Present	: 1	
ChemStation Rev	: Rev. B.01.01 [164] or B.	01.03 [203]
SmartCard Rev	: 3.02.01	
Analyzer Board FW Rev	: G1946-60250MM	
PDB HW Rev	: PPHA.01.00	
PDB FW Rev	: PRS2.03.00	Exp = PRS2.02.00
PDB 68332 FW Rev	: 1.63	Exp = 1.58
SICB-LON HW Rev	: PRH1.00.01	
SICB-LON FW Rev	: PRS1.01.01	
IO Board FW Rev	: 6.2; 6.3	
Turbo Pump Ctrl HW Rev	: TURB1.0.00	
Turbo Pump Ctrl FW Rev	: PRSW1.1.02	
Convect. Gauge HW Rev	: 011411-102	
Convect. Gauge FW Rev	: PP11520109	
Ion Gauge HW Rev	: 0115-27103	
Ion Gauge FW Rev	: PR11616115	
Log Amp ID	: LOG01,CAL	
Quad Frequency	: 1001200.0010	
Pos Ion Quad Polarity	: 0	
Neg Ion Quad Polarity	: 1	
Stdby Quad Temp	: 100	
Stdby Drying Gas Temp	: 300	
Stdby Drying Gas Flow	: 3.000	
Stdby Nebulizer Press	: 20.0	
Stdby Vaporizer Temp	: 325	
Quad Temp PIDs	: P=3000;I=0;D=0;ID=1	
Drying Gas Temp PIDs	: P=165;I=2;D=1024;ID=1	
Vaporizer Temp PIDs	: P=2500;I=1;D=0;ID=1	Exp = P=512;I=2;D=0;ID=1

G1946 LC/MSD Instrument Configuration

Étape 7. Vérification des cartes de l'instrument

Drying Gas Flow PIDs Nebulizer Pres PIDs	: P=10;I=1;D=10;ID=1 : P=10;I=1;D=10;ID=1	<pre>Exp = P=10;I=1;D=1;ID=1</pre>
Quad Temp Timeout Drying Gas Temp Timeout Vaporizer Temp Timeout Drying Gas Flow Timeout Nebulizer Pres Timeout	: 88.8 : 12.3 : 1.6 : 13.7 : 13.7	Exp = 4.4
CDS Leak Sensor Calibration CDS On Purge Time CDS Off Purge Time 1 CDS Off Purge Time 2 CDS On Delay	: 0 : 30 : 75 : 60 : 30	Exp <> 0
Mass Axis Lag D Coeff 0 Mass Axis Lag D Coeff 1 Mass Axis Lag D Coeff 2	: -0.0274494 : 0.000127939 : 2.65427e-09	
Std EMV EMV Gain Coeff 0 EMV Gain Coeff 1 EMV Gain Coeff 2	: 8.202345 : -59.097311 : 0	
Default Analog Out Default Fraction Collection Relay Default Aux Relay	: 0 : 0 : 0	
Polarity Switching Delay Signal Switching Delay	: 200 : 0	
EMF limit: Calibrant A hrs EMF limit: Calibrant B hrs EMF limit: Pump Oil hrs EMF limit: Gas Conditioner hrs EMF limit: Ion Optics hrs EMF limit: SSV Cycles EMF limit: EM Current	: 0 : 0 : 0 : 0 : 0 : 0 : 0 : 0	
Last Backup Date Last Restore Date NVR Macro Revision	: 5/5/2005 3:38:05 PM : : 1.14	

Étape 8. 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 « Autoréglage », page 57.
- **3** Procédez au dégazage de l'instrument (voir *Guide de maintenance* de la source multimodale).
- **4** Exécutez la procédure « Préparation des échantillons d'évaluation de performances », page 45.

REMARQUE

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

5 Exécutez la procédure « Vérification du fonctionnement de la source multimodale », page 51.

1

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 Passez à la vue MSD Tune.
- 2 Sélectionnez Instrument/Set Spray Chamber, puis réglez tous les débits et températures de gaz sur 0.
 - 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).
- **3** Attendez que la source refroidisse (ne pas intervenir tant que les températures ne sont pas descendues à 100 °C minimum).
- 4 Débranchez le tube du nébuliseur de la source.
- 5 Débranchez le tube injecteur d'échantillon LC/MSD.
- **6** Si la source installée est une source APCI ou APPI, débranchez le câble du chauffage de l'évaporateur APCI et le câble HT APCI.
- **7** Si la source installée est une source APPI, débranchez le câble RS-232 du port série B.
- 8 Retirez la source.

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

9 Dévissez et retirez le couvercle de la chambre de nébulisation (voir Figure 12).

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

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 12 Capuchon de la colonne capillaire et couvercle standard de la chambre de nébulisation pour source ESI ou APCI
- **10** Retirez le capuchon de la colonne capillaire. Si nécessaire, passez un chiffon propre légèrement humidifié avec de l'alcool isopropylique dessus (voir Figure 13).

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



Capuchon de la colonne capillaire

Figure 13 Couvercle de la chambre de nébulisation retiré

- 11 Réinstallez le capuchon sur la colonne capillaire.
- **12** Installez le nouveau couvercle de la chambre de nébulisation muni d'électrodes de charge électrostatique (voir Figure 14).





13 Vissez le couvercle standard de la chambre de nébulisation de la source multimodale au support (voir Figure 15).

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



Figure 15 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.

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

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



Figure 16 Chambre de nébulisation de la source multimodale et son cache de protection



15 Installez la chambre de nébulisation sur son support.

Figure 17 Source multimodale installée sur le support de la chambre de nébulisation

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

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



Figure 18Source multimodale sans nébuliseur

17 Connectez le tube 1/8" du nébuliseur entre l'instrument LC/MSD et le raccord à gaz du nébuliseur (voir Figure 19).



Figure 19 Tube à gaz relié au nébuliseur

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

18 Raccordez le tube échantillon LC/MSD au filtre d'entrée de la vanne de dérivation LC/MSD (voir Figure 20, page 30).

AVERTISSEMENT

La vanne de dérivation du chromatographe liquide des instruments LC/MSD Agilent série 1100 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.





- **19** 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 31.
- **20** Exécutez la procédure « Connexion des câbles de la source multimodale », page 35.
- **21** Si vous installez la source multimodale pour la première fois, revenez à la section « Étape 6. Mise à niveau du logiciel (patch G1978-10002) », page 17.

Installation 1 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 21).



- Figure 21 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 22).

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



Figure 22 Branchement du câble RS-232

- **3** Retirez 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 (voir Figure 23).

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



Retrait du serre-câble en plastique

Figure 23 Retrait du serre-câble

5 Faites passer le câble sous la ligne de gaz du système de distribution de solution étalon (voir Figure 24).



Ligne de gaz du système de distribution de solution étalon

Faites passer le câble sous la ligne de gaz du système de distribution de solution étalon

Figure 24 Ligne de gaz du système de distribution de solution étalon

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 25).

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



Figure 25 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 26).



Figure 26 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 24.

1

Connexion des câbles de la source multimodale

1 Branchez le câble RS-232 au connecteur série B de l'interface de la carte à puce 3, située sur la gauche de l'instrument (voir Figure 27).



Figure 27 Branchements 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 28).



Figure 28 Carte PCA de contrôle et module HT

Connexion des câbles de la source multimodale

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 29).



Figure 29 Cordon d'alimentation et alimentation 15 Vcc

 A 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). Voir Figure 30.



Figure 30 Regroupement du cordon d'alimentation et du câble RS-232 à l'aide d'un serre-câbles

1

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 31).



Figure 31 Branchements du câble de la source multimodale

- **6** Vérifiez que la bouteille A du système de distribution de solution étalon (CDS) contient un volume suffisant (100 ml) de solution étalon APCI/APPI (référence G2432A). Voir Figure 31.
- 7 Vérifiez que la bouteille B du système de distribution de solution étalon (CDS) contient un volume suffisant (100 ml) de solution étalon ES (référence G2421A). Voir Figure 31.
- 8 Fermez la porte de service, puis vérifiez que tous les capots et panneaux ont bien été remis (voir Figure 32).
- **9** Revenez à la section « Conversion d'une source ESI, APCI ou APPI en source multimodale », page 24.

Connexion des câbles de la source multimodale



Figure 32 Source multimodale et ses capots remontés

1

Retrait de la source multimodale

Pour retirer la source multimodale, procédez comme suit.

1 La température du chauffage de l'évaporateur et du chauffage du gaz de séchage doit être réglée au minimum pour que la source refroidisse suffisamment. Cliquez sur Tune > Instrument > Edit Spray Chamber pour afficher la boîte de dialogue « Edit Spray Chamber ». Réglez au minimum 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.

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.
- **3** Ouvrez la porte de service située sur la gauche du MSD pour accéder aux câbles (voir Figure 33).

Retrait de la source multimodale



Ouvrez la porte de service pour accéder aux câbles.

Figure 33 Instrument et source multimodale installée

- 4 Débranchez le câble de l'électrode de charge HT ESI (voir Figure 34).
- **5** Débranchez le câble du chauffage APCI (évaporateur) et le câble HT APCI (voir Figure 34).
- **6** Débranchez le cordon 15 Vcc qui est relié au module électronique de la source multimodale (voir Figure 34).

REMARQUE

Si vous ne débranchez pas l'alimentation du module électronique de la source multimodale, la nouvelle source ne sera pas reconnue par le système.

Retrait de la source multimodale



Figure 34 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 42.
- **13** Si vous étiez en train de nettoyer la source multimodale, passez à la section « To clean the multimode source weekly » 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 39.
- **2** Si la source que vous vous apprêtez à installer est une source APPI, débranchez le câble série RS-232 PCA HT du connecteur série B de la carte à puce.
- **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 connecteur série B de la carte à puce.
- **6** Pour toutes les sources, rebranchez la ligne de gaz du nébuliseur et le tube échantillon LC/MSD.



Agilent G1978A Source multimodale pour LC/MSD G1946/G1956 Guide de configuration

2 Vérification

Détermination du mélange de solvant approprié pour les tests de vérification de performances 44

Préparation des échantillons d'évaluation de performances 45 Vérification du fonctionnement de la source multimodale 51 Autoréglage 57

Exemple de rapport de vérification de la source multimodale 58

Ce chapitre contient les instructions nécessaires pour vérifier la source multimodale et valider son fonctionnement.



2 Vérification

Détermination du mélange de solvant approprié pour les tests de vérification de performances

Détermination du mélange de solvant approprié pour les tests de vérification de performances

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 G1956A et G1956B combinés prééquipés d'une source multimodale.

Aidez-vous des informations suivantes pour déterminer le mélange de solvant approprié pour votre modèle d'instrument :

G1956A ou G1946C LC/MSD VL

Vous pouvez utiliser les solvants organiques suivants : méthanol, alcool isopropylique ou acétonitrile.

• mélange solvant organique/eau (50:50)

G1956B ou G1946B/D LC/MSD SL

• mélange méthanol/eau (75:25) avec 5 mM de formiate d'ammonium.

Pour obtenir 5 mM de solution de formiate d'ammonium, ajoutez 0,315 g de formiate d'ammonium à 1 litre de phase mobile constituée méthanol/eau (75:25). Utilisez du formiate d'ammonium de pureté égale à 97 % ou plus.

Modèles VL et SL du LC/MSD

- Vous pouvez ajouter de l'acide acétique à 0,2 % maximum ou de l'acide formique à 0,1 % maximum pour la vérification des ions positifs. Cette mesure n'est généralement pas utile, mais peut aider à résoudre le problème de suppression d'ions résultant de la présence de contaminants résiduels dans 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/MSD les plus sensibles. Assurez-vous que les solvants de CPL utilisés avec votre système de LC/MSD 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.

Préparation des échantillons d'évaluation de performances

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 de référence G2423A (pour les deux interfaces) ;
- 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 LC/MSD. Pour plus d'informations, reportez-vous à la section « Détermination du mélange de solvant approprié pour les tests de vérification de performances ».

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.

2

2 Vérification

Préparation des échantillons d'évaluation de performances

• 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.

	MM-ES positif Mode SIM	MM-APCI positif Mode SIM
Échantillon	Réserpine, 5 ng/µL	Réserpine, 5 ng/µL
Concentration après dilution	2 pg/µL	2 pg/µL
Volume d'injection	5 µL	5 µL
Quantité totale d'échantillon injecté	10 pg	10 pg
Référence de l'échantillon	G2423A	G2423A
Solvant	50:50 solvant organique/eau	50:50 solvant organique/eau
Nom de la méthode	56VLSMES_MM.M	56VLSMCI_MM.M
Spécifications de performances	20: 1 pk-pk 100: 1 rms	10: 1 pk-pk 50: 1 rms

Tableau 1 Récapitulatif des performances G1956A VL (mode SIM)

Tableau 2 Récapitulatif des performances G1956B SL (mode SIM)

	MM-ES positif Mode SIM	MM-APCI positif Mode SIM
Échantillon	Réserpine, 5 ng/µL	Réserpine, 5 ng/µL
Concentration après dilution	1 pg/µL	1 pg/µL
Volume d'injection	1 μL	1 µL

Préparation des échantillons d'évaluation de performances

	MM-ES positif Mode SIM	MM-APCI positif Mode SIM
Quantité totale d'échantillon injecté	1 pg	1 pg
Référence de l'échantillon	G2423A	G2423A
Solvant	75:25 méthanol/eau avec 5 mM de formiate d'ammonium	75:25 méthanol/eau avec 5 mM de formiate d'ammonium
Nom de la méthode	56SLSMES_MM.M	56SLSMCI_MM.M
Spécifications de performances	20: 1 pk-pk 100: 1 rms	10: 1 pk-pk 50: 1 rms

Tableau 2 Récapitulatif des performances G1956B SL (mode SIM)

Tableau 3 Récapitulatif des performances G1956B SL (mode SCAN)

	MM-ES positif Mode SCAN	MM-APCI positif Mode SCAN
Échantillon	Réserpine, 5 ng/µL	Réserpine, 5 ng/µL
Concentration après dilution	10 pg/µL	10 pg/µL
Volume d'injection	5 μL	5 µL
Quantité totale d'échantillon injecté	50 pg	50 pg
Référence de l'échantillon	G2423A	G2423A
Solvant	75:25 méthanol/eau avec 5 mM de formiate d'ammonium	75:25 méthanol/eau avec 5 mM de formiate d'ammonium
Nom de la méthode	56SLSCES_MM.M	56SLSCCI_MM.M
Spécifications de performances	20: 1 pk-pk 100: 1 rms	10: 1 pk-pk 50: 1 rms

2 Vérification

Préparation des échantillons d'évaluation de performances

	MM-ES positif Mode SIM	MM-APCI positif Mode SIM
Échantillon	Réserpine, 5 ng/µL	Réserpine, 5 ng/µL
Concentration après dilution	2 pg/µL	2 pg/µL
Volume d'injection	5 µL	5 μL
Quantité totale d'échantillon injecté	10 pg	10 pg
Référence de l'échantillon	G2423A	G2423A
Solvant	50:50 solvant organique/eau	50:50 solvant organique/eau
Nom de la méthode	MSSUPRES_MM.M	MSSUPCI_MM.M
Spécifications de performances	10: 1 pk-pk 50: 1 rms	5: 1 pk-pk 25: 1 rms

Tableau 4 Récapitulatif des performances G1946C (mode SIM)

 Tableau 5
 Récapitulatif des performances G1946D SL (modes SIM et SCAN)

	MM-ES positif Évaluation du mode SIM	MM-APCI positif Évaluation du mode SIM	MM-ES positif Mode SCAN	MM-APCI positif Mode SCAN
Échantillon	Réserpine, 5 ng∕µL	Réserpine, 5 ng∕µL	Réserpine, 5 ng∕µL	Réserpine, 5 ng∕µL
Concentration après dilution	1 pg/µL	1 pg/µL	10 pg/µL	10 pg/µL
Volume d'injection	1 µL	1 µL	5 μL	5 µL
Quantité totale d'échantillon injecté	1 pg	1 pg	50 pg	50 pg
Référence de l'échantillon	G2423A	G2423A	G2423A	G2423A

Préparation des échantillons d'évaluation de performances

	MM-ES positif Évaluation du mode SIM	MM-APCI positif Évaluation du mode SIM	MM-ES positif Mode SCAN	MM-APCI positif Mode SCAN
Solvant	75:25	75:25	75:25	75:25
	méthanol/eau	méthanol/eau	méthanol/eau	méthanol/eau
	avec 5 mM	avec 5 mM	avec 5 mM	avec 5 mM
	de formiate	de formiate	de formiate	de formiate
	d'ammonium	d'ammonium	d'ammonium	d'ammonium
Nom de la méthode	SLSIMES_MM.M	SLSIMCI_MM.M	SLSCNES_MM.M	SLSCNCI_MM.M
Spécifications de	10: 1 pk-pk	5: 1 pk-pk	10: 1 pk-pk	5: 1 pk-pk
performances	50: 1 rms	25: 1 rms	50: 1 rms	25: 1 rms

Tableau 5 Récapitulatif des performances G194	46D SL (modes SIM et SCAN)
---	----------------------------

 Tableau 6
 Récapitulatif des performances G1946B (mode SIM)

	MM-ES positif Mode SIM	MM-APCI positif Mode SIM
Échantillon	Réserpine, 5 ng/µL	Réserpine, 5 ng/µL
Concentration après dilution	2 pg/µL	2 pg/µL
Volume d'injection	5 μL	5 µL
Quantité totale d'échantillon injecté	10 pg	10 pg
Référence de l'échantillon	G2423A	G2423A
Solvant	50:50 solvant organique/eau	50:50 solvant organique/eau
Nom de la méthode	MSSUPRES_MM.M	MSSUPCI_MM.M
Spécifications de performances	10: 1 pk-pk 50: 1 rms	5: 1 pk-pk 25: 1 rms

2 Vérification

Préparation des échantillons d'évaluation de performances

Dilutions pour ionisation positive (mode SIM) avec G1946B/C et source multimodale

- 1 Transférez 1 mL de réserpine à 5 ng/ μ L (référence Agilent G2423A) dans une fiole jaugée de 50 mL. Utilisez une pipette graduée propre.
- **2** Diluez jusqu'au repère 50 mL avec le mélange solvant organique/eau (50:50).
- **3** Transférez 1 mL de la première dilution dans une seconde fiole jaugée de 50 mL. Utilisez une pipette graduée propre.
- 4 Diluez jusqu'au repère 50 mL avec le mélange solvant organique/eau (50:50). Vous obtenez la concentration de réserpine requise pour l'évaluation (2 pg/µL).
- **5** Transférer environ 1 mL de la seconde dilution dans un flacon du passeur automatique d'échantillons du CPL.

Dilutions pour ionisation positive (mode SIM) avec G1956B ou G1946D SL et source multimodale

- 1 Transférez 1 mL de réserpine à 5 ng/ μ L (référence Agilent G2423A) dans une fiole jaugée de 50 mL. Utilisez une pipette graduée propre.
- 2 Diluez jusqu'au repère 50 mL avec le mélange méthanol/eau (75:25) avec 5 mM de formiate d'ammonium.
- **3** Transférez 1 mL de la première dilution dans une fiole jaugée de 100 mL. Utilisez une pipette graduée propre.
- 4 Diluez jusqu'au repère 100 mL avec le mélange méthanol/eau (75:25) avec 5 mM de formiate d'ammonium. Vous obtenez la concentration de réserpine requise pour l'évaluation (1 $pg/\mu L$).
- **5** Transférer environ 1 mL de la seconde dilution dans un flacon du passeur automatique d'échantillons.

Dilutions pour ionisation positive (mode SCAN) avec G1956B ou G1946D SL et source multimodale

- 1 Transférez 1 mL de réserpine à 5 ng/ μ L (référence Agilent G2423A) dans une fiole jaugée de 50 mL. Utilisez une pipette graduée propre.
- 2 Diluez jusqu'au repère 50 mL avec le mélange méthanol/eau (75:25) avec 5 mM de formiate d'ammonium.

Vérification du fonctionnement de la source multimodale

- **3** Transférez 5 mL de la première dilution dans une fiole jaugée de 50 mL. Utilisez une pipette graduée propre.
- 4 Diluez jusqu'au repère 50 mL avec le mélange méthanol/eau (75:25) avec 5 mM de formiate d'ammonium. Vous obtenez la concentration de réserpine requise pour l'évaluation (10 pg/μL).
- **5** Transférer environ 1 mL de la seconde dilution dans un flacon du passeur automatique d'échantillons.

Vérification du fonctionnement de la source multimodale

Utilisez les méthodes suivantes pour vérifier les performances du système de LC/MSD avec la source multimodale. Les méthodes de vérification de performances nécessitent un CPL Agilent 1100 avec passeur automatique d'échantillons.

REMARQUE

Vérifiez que vous avez bien utilisé les paramètres de réglage appropriés. Si vous ne l'avez pas fait, vous risquez de ne pas pouvoir régler le LC/MSD.

- Interface source multimodale + G1956A, ionisation positive (mode SIM);
- interface source multimodale + G1956B ionisation positive (mode SCAN);
- interface source multimodale + G1956B ionisation positive (mode SIM);
- interface source multimodale G1978A + LC/MSD G1956B SL ionisation mixte;
- analyse FIA multiple pour l'interface source multimodale G1978A ionisation mixte.

Chargement des méthodes pour l'interface source multimodale + G1956A, ionisation positive (mode SIM)

- 1 Chargez la méthode 56VLSMES_MM.M pour le G1956A.
- 2 Modifiez la méthode en utilisant un mélange solvant organique/eau (50:50) comme solvant de CPL. Tous les autres paramètres du CPL correspondent à ceux de la méthode **56VLSMES_MM.M**.

2 Vérification

Vérification du fonctionnement de la source multimodale

- **3** Effectuez un autoréglage (Autotune) avec la solution étalon pour la source multimodale APCI.
- REMARQUE Une fois l'autoréglage effectué, vous devez attendre environ 30 minutes (le temps que le système pompe la solution étalon et que le détecteur de masse soit vide). Cette mesure permet de diminuer les signaux de fonds attribuables à la solution étalon.

REMARQUE Vous devrez peut-être ajuster le réglage de la pression du nébuliseur pour optimiser la sensibilité de l'instrument.

- 4 Placez les flacons dans le passeur automatique d'échantillons du CPL.
 - Position 1 : flacon vide, sans bouchon
 - Position 2 : flacon rempli de solvant utilisé pour la dilution (blanc de solvant)
 - Position 3 : flacon rempli d'échantillon de réserpine (2 pg/µL)
- 5 Exécutez la méthode.

La méthode effectue une analyse FIA en réalisant une injection du flacon vide, cinq injections du blanc de solvant et cinq injections de l'échantillon de réserpine.

6 Consultez les résultats.

Une fois la méthode exécutée, le système imprime un document qui précise le rapport signal sur bruit pour les cinq pics de blanc et les cinq pics d'échantillon ainsi qu'une moyenne (soustraite du blanc) pour les pics d'échantillon. Ces valeurs permettent de vérifier le fonctionnement de la source multimodale. Les cinq pics d'échantillon sont visibles dans le chromatogramme d'ions sélectionnés (EIC).

Chargement de la méthode pour l'interface source multimodale + G1956B, ionisation positive (mode SCAN)

- 1 Chargez la méthode **56SLSCES_MM.M** pour le G1956B.
- Modifiez la méthode en utilisant un mélange méthanol/eau (75:25) avec
 5 mM de formiate d'ammonium. Tous les autres paramètres du CPL correspondent à ceux de la méthode 56SLSCES_MM.M.

Vérification du fonctionnement de la source multimodale

3 Effectuez un autoréglage.

REMARQUE Une fois l'autoréglage effectué, vous devez attendre environ 30 minutes (le temps que le système pompe la solution étalon et que le détecteur de masse soit vide). Cette mesure permet de diminuer les signaux de fonds attribuables à la solution étalon.

REMARQUE Vous devrez peut-être ajuster le réglage de la pression du nébuliseur pour optimiser la sensibilité de l'instrument.

- 4 Placez les flacons dans le passeur automatique d'échantillons du CPL.
 - Position 1 : flacon vide, sans bouchon
 - Position 2 : flacon rempli de solvant utilisé pour la dilution (blanc de solvant)
 - Position 3 : flacon rempli d'échantillon de réserpine $(10 \text{ pg/}\mu\text{L})$
- **5** Exécutez la méthode.

La méthode effectue une analyse FIA en réalisant une injection du flacon vide, cinq injections du blanc de solvant et cinq injections de l'échantillon de réserpine.

6 Consultez les résultats.

Une fois la méthode exécutée, le système imprime un document qui précise le rapport signal sur bruit pour les cinq pics de blanc et les cinq pics d'échantillon ainsi qu'une moyenne (soustraite du blanc) pour les pics d'échantillon. Ces valeurs permettent de vérifier le fonctionnement de la source multimodale. Les cinq pics d'échantillon sont visibles dans le chromatogramme d'ions sélectionnés (EIC).

Chargement des méthodes pour l'interface source multimodale + G1956B, ionisation positive (mode SIM)

- 1 Chargez la méthode **56SLSM_MM.M** pour le G1956B.
- Modifiez la méthode en utilisant un mélange méthanol/eau (75:25) avec
 5 mM de formiate d'ammonium comme solvant de CPL.

Tous les autres paramètres du CPL correspondent à ceux de la méthode **56SLSMES_MM.M**.

2 Vérification

Vérification du fonctionnement de la source multimodale

3 Effectuez un autoréglage.

REMARQUE

Une fois l'autoréglage effectué, vous devez attendre environ 30 minutes (le temps que le système pompe la solution étalon et que le détecteur de masse soit vide). Cette mesure permet de diminuer les signaux de fonds attribuables à la solution étalon.

REMARQUE Vous devrez peut-être ajuster le réglage de la pression du nébuliseur pour optimiser la sensibilité de l'instrument.

- 4 Placez les flacons dans le passeur automatique d'échantillons du CPL.
 - Position 1 : flacon vide, sans bouchon
 - Position 2 : flacon rempli de solvant utilisé pour la dilution (blanc de solvant)
 - Position 3 : flacon rempli d'échantillon de réserpine (1 pg/μL)
- **5** Exécutez la méthode.

La méthode effectue une analyse FIA en réalisant une injection du flacon vide, cinq injections du blanc de solvant et cinq injections de l'échantillon de réserpine.

6 Consultez les résultats.

Une fois la méthode exécutée, le système imprime un document qui précise le rapport signal sur bruit pour les cinq pics de blanc et les cinq pics d'échantillon ainsi qu'une moyenne (soustraite du blanc) pour les pics d'échantillon. Ces valeurs permettent de vérifier le fonctionnement de la source multimodale. Les cinq pics d'échantillon sont visibles dans le chromatogramme d'ions sélectionnés (EIC).

Chargement de la méthode d'analyse FIA multiple pour l'interface source multimodale G1978A, ionisation mixte

1 Si nécessaire, effectuez un autoréglage.

REMARQUE Une fois l'autoréglage effectué, vous devez attendre environ 30 minutes (le temps que le système pompe la solution étalon et que le détecteur de masse soit vide). Cette mesure permet de diminuer les signaux de fonds attribuables à la solution étalon.

REMARQUE Vous devrez peut-être ajuster le réglage de la pression du nébuliseur pour optimiser la sensibilité de l'instrument.

- 2 Chargez la méthode MMCheckSL_ES.M.
- Modifiez la méthode en utilisant un mélange méthanol/eau (65:35) avec de l'acide acétique à 0,2 % comme solvant de CPL. Enregistrez la méthode. Répétez la procédure pour les méthodes MMCheckSL_CI.M et MMCheckSL_MX.M.

REMARQUE Si l'instrument est un modèle VL, les méthodes à charger et modifier sont MMCheckVL_ES.M, MMCheckVL_CI.M et MMCheckVL_MX.M dans les étapes 1 à 5.

4 Placez le flacon dans le passeur automatique d'échantillons du CPL.

Position 21 : flacon rempli d'échantillon de démo CPL ESI + APCI (référence G1978-85000)

- 5 Configurez une séquence de méthode d'analyse FIA multiple :
 - a Cliquez sur RunControl > Run Multiple FIA Methods....
 - b Dans la boîte de dialogue « Run Multiple FIA Methods », cliquez sur Group
 > Add Group. Affectez un nom (unique) au répertoire où seront stockés les fichiers.
 - c Dans la boîte de dialogue « Run Multiple FIA Methods », cliquez sur Methods > Add Method. Sélectionnez MMCheckSL_ES.M, puis cliquez sur OK.
 - **d** Répétez la procédure pour ajouter la méthode **MMCheckSL_CI.M**.

2

2 Vérification

Vérification du fonctionnement de la source multimodale

- e Répétez la procédure pour ajouter la méthode MMCheckSL_MX.M.
- f Cliquez sur la zone Data File associée au fichier MMCheckSL_ES.M.
- Dans la zone **Subdirectory**, affectez un nom (unique) au sous-répertoire où seront stockés les fichiers.
- Modifiez la zone Data File associée à Multi_ES.
- Dans la zone **Operator**, indiquez le nom ou le code d'identification de l'utilisateur.
- Cliquez sur le bouton **OK**.
- g Répétez la procédure pour le fichier MMCheckSL_CI.M en choisissant le même nom de sous-répertoire et en utilisant le nom de fichier Multi_CI.
- h Répétez la procédure pour le fichier MMCheckSL_MX.M en choisissant le même nom de sous-répertoire et en utilisant le nom de fichier Multi_MX.
- i Cliquez sur le bouton Run pour démarrer la séquence.
- **6** Consultez les résultats. Une fois la dernière méthode exécutée, le système imprime le rapport de vérification de la source multimodale (voir
 - « Exemple de rapport de vérification de la source multimodale », page 58).

Autoréglage

La source multimodale ne peut être réglée qu'en mode MM-APCI. La fonction d'autoréglage (Autotune) est accessible à partir du même menu pour toutes les sources.

• Dans la vue MSD Tune, cliquez sur Instrument > Autotune.

Le rapport d'autoréglage comporte un en-tête intitulé **MM-APCI Positive Mode - Standard Scan** ou **MM-APCI Negative Mode - Standard Scan**. Vous pouvez effectuer un réglage de contrôle après l'autoréglage pour vérifier que l'instrument respecte les spécifications de réglage de contrôle. Attendez au moins huit heures pour réaliser l'autoréglage, le temps que le système ait eu le temps de stabiliser le vide et la température.



Figure 35 Rapport Autotune

2 Vérification

Exemple de rapport de vérification de la source multimodale

Exemple de rapport de vérification de la source multimodale

D type: G1956B	Ir 23-Eeb-J	istrument na	me: Instru	men	Operator na	ame: pcorm
tafiles:			דיש איני איי	ti co d		
APCI mode :	C:\Chem32	(1 (DATA (MMS ()1)DATA MMS	TD_223\Mu1 TD_223\Mu1	ti_CI.d		
Mixed mode .	c. (crieliisz	T (DATA (MMS	10_223 (Mu 1	ti_M∧.u		Ť
		ESI Comp	ound Resul	ts		
Compound	m/z	Polarity	ESI mode	Mixed mode	Mixed:ESI ratio	Result
Crystal violet	372.2	Positive	832925	541200	64.9 %	Pass
1-Hexanesulf-	165.1	Negative	220506	181617	82.3 %	Pass
	·	·				1
		APCI COM	pound Resu	ilts		
Compound		APCI Com	Pound Resu APCI mode	Nixed mode	Mixed:APCI ratio	Result
Compound Carbazole	m/z 168.1	APCI Com Polarity Positive	pound Resu APCI mode 623026	Nixed mode 225911	Mixed:APCI ratio 36.2 %	Result
Compound Carbazole	m/z -168.1	APCI Com Polarity Positive	pound Resu APCI mode 623026	Mixed mode 225911	Mixed:APCI ratio 36.2 %	Result Pass



Agilent G1978A Source multimodale pour LC/MSD G1946/G1956 Guide de configuration

Méthodes

3

- Configuration d'une méthode pour qu'elle utilise la source multimodale 60
- Création d'une méthode pour ionisation en mode mixte (positif/négatif) 61
- 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.



3 Méthodes

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

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

Pour configurer votre méthode afin qu'elle utilise une source multimodale, procédez comme suit :

- 1 Ouvrez la boîte de dialogue « MSD Spray Chamber » en cliquant sur Instrument > MSD Spray Chamber dans la vue Method and Run Control.
- 2 Réglez le paramètre Method Spray Chamber sur MM-ES+APCI.
- **3** Vérifiez que le paramètre **Installed Spray Chamber** est réglé sur **MM-ES+APCI**.
- 4 Modifiez les paramètres dont vous avez besoin pour la méthode.
- 5 Cliquez sur le bouton OK.
- 6 Ouvrez la boîte de dialogue « Set up MSD Signals » en cliquant sur Instrument > More > Set up MSD Signals dans la vue Method and Run Control.
- 7 Dans la liste **Ionization**, sélectionnez le mode d'ionisation approprié. Cette liste ne s'affiche que si le paramètre « Method Spray Chamber » est réglé sur **MM-ES+APCI**. Vous pouvez choisir parmi les modes d'ionisation suivants :
 - MM-ES
 - MM-APCI
 - MM-ES+APCI
- 8 Modifiez les paramètres dont vous avez besoin pour la méthode.
- 9 Cliquez sur le bouton OK.

AVERTISSEMENT

La vanne de dérivation du chromatographe liquide des instruments LC/MS Simple Quadripôle Agilent série 6100 est un composant majeur du système de sécurité G1978B. 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 et le système risque de prendre feu. Création d'une méthode pour ionisation en mode mixte (positif/négatif)

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

- Ouvrez la boîte de dialogue « MSD Spray Chamber » en cliquant sur Instrument > Set Up MSD Signals dans la vue Method and Run Control.
- 2 Dans la liste déroulante **Method Spray Chamber**, sélectionnez **MM-ES_APCI**.
- **3** Vérifiez que le paramètre **Installed Spray Chamber** est réglé sur **MM-ES+APCI**.
- 4 Modifiez les paramètres dont vous avez besoin pour la méthode.
- **5** Cliquez sur le bouton **OK**.
- 6 Ouvrez la boîte de dialogue « Set up MSD Signals » en cliquant sur Instrument > MSD Spray chamber dans la vue Method and Run Control.
- 7 Changez les paramètres des signaux comme suit : polarité **positive** pour le signal 1 et polarité **négative** pour le signal 2 (voir Figure 36).
- 8 Modifiez les paramètres dont vous avez besoin pour la méthode.
- 9 Cliquez sur le bouton OK.

Le changement de polarité positive/négative 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.

3 Méthodes

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



Figure 36 Paramétrage des polarités positive/négative à partir de la boîte de dialogue « Set up MSD Signals »

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

- Ouvrez la boîte de dialogue « MSD Spray Chamber » en cliquant sur Instrument > MSD Spray Chamber dans la vue Method and Run Control.
- 2 Réglez le paramètre Method Spray Chamber sur MM-ES+APCI.

MSD Spray Chamber	×
Method Spray Chamber: MM-ES+APCI 💌	Lamp Status
Installed Spray Chamber: MM-ES+APCI	O ON O OFF
Temperatures, Pressure, and Flow	а н
Drying Gas Flow (I/min): 12.0	12.0 13.0
<u>N</u> ebulizer Pressure (psig): 35	35 60
Drying Gas Temperature (*C): 250	250 350
Vaporizer Temperature (°C): 198	200 250
Parameters Positive	Negative
Capiļlary Voltage (V): 4000	4000
Corona Current (µA): 4.0	40
Charging Voltage (V): 2000	2000
Time (min) Parameter	Value
Insert Append Cut	<u>C</u> opy <u>P</u> aste
<u>D</u> K Cancel	Help



- **3** Vérifiez que le paramètre **Installed Spray Chamber** est réglé sur **MM-ES+APCI**.
- **4** Modifiez les paramètres dont vous avez besoin pour la méthode.
- **5** Cliquez sur le bouton **OK**.
- 6 Ouvrez la boîte de dialogue « Set up MSD Signals » en cliquant sur Instrument > Set Up MSD Signals dans la vue Method and Run Control.
- 7 Changez les paramètres des signaux comme suit : **MM-ES** réglé sur **Ionization** pour le signal 1 et **MM-APCI** réglé sur **Ionization** pour le signal 2 (voir Figure 38).

3

3 Méthodes

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

- 8 Modifiez les paramètres dont vous avez besoin pour la méthode.
- 9 Cliquez sur le bouton OK.

REMARQUE

En règle générale, nous vous recommandons d'utiliser le mode mixte (MM-ESI+APCI pour le signal 1) plutôt qu'alterner le mode MM-ES (signal 1) et le mode MM-APCI (signal 2). Il offre de meilleurs résultats, car il permet de réaliser deux fois plus d'analyses pendant l'élution d'un pic chromatographique et élimine les temps d'attente entre les analyses. 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.

	Set Up MSD Signals	X
	MSD Control	MSD Signal Settings
	☑ Use <u>M</u> SD	Signal: 1 T
	<u>S</u> topTime: noLimit 💌	
Paramètres de mode	FIA Enabled	Mode: Scan Polarity: Positive Pronization: MM-ES X cycle time: 50.0
d'ionisation pour les	General	Time(hnin) On / Mass Range Frag- Gain Inters-Step
signaux 1 et 2	<u>T</u> une File:	Urr Low High mentor hold size
	atunes.tun 💌	
	Source: MM-ES+APCI	
	Peak <u>w</u> idth 0.080 min	
	Cycle Time	
	0.78 sec/cycle	Cast June Annual Cast Cast
	🔲 <u>F</u> ast Scan	Soit Inseit Appenu ut Copy Paste
	☑ Time <u>F</u> ilter	Signal: 2 -
	Scan Data Storage	Mode: Scan 🔻 Polarity: Positive 💌 Ionization: MM-APCI 💌 % cycle time: 50.0
	Condensed 💌	Time(min) On / Mass Range Frag- Time(min) Off Low High mentor Gain hold size
	Active Signals:	
	Pos ESI	
	2 Pso APCI	
	Acquisition Parameters	Sort Insert Append Crit Copyr Parts
	O Display EIC Parameters	Cont moant Append Cont Copy Faste
	S Display LIC Parameters	
	<u>A</u> dvanced	<u> </u>

Figure 38 Paramétrage des modes d'ionisation MM-ES et MM-APCI à partir de la boîte de dialogue « Set up MSD Signals »

Index

Index

A

autoréglage, 57

C

conversion d'une source ESI, APCI ou APPI, 24 conversion en source ESI ou APCI, 42 couvercle standard de la chambre de nébulisation de la source multimodale, 26

E

ESI

conversion d'une source, 24 conversion en source, 42

F

filtre d'entrée de la vanne de dérivation, 30

installation, 7
changement de source, 17
changement des circuits imprimés, 11
mise à niveau du logiciel (patch), 17
préparation, 9
vérification de la version des cartes, 10
vérification des cartes, 20
vérification du fonctionnement de la source multimodale, 23

Μ

mélange de solvant, 44 méthode configuration de base, 60 mode ESI/APCI alterné, 63 mode mixte (positif/négatif), 61 multimodale nébuliseur, 29

Ρ

pièces couvercle standard de la chambre de nébulisation de la source multimodale, 26 préparation des échantillons d'évaluation de performances, 45

Т

Tube échantillon LC/MSD, 30

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/MSD G1946/G1956.

© Agilent Technologies, Inc. 2008

Imprimé aux États-Unis Première édition, décembre 2008



G1978-93050

