

## Agilent G1978B Multimode-Ionenquelle für Q-TOF LC/MS der Serie 6500

## Einrichtungshandbuch



Agilent Technologies

## Hinweise

© Agilent Technologies, Inc. 2008

Die Vervielfältigung, elektronische Speicherung, Anpassung oder Übersetzung dieses Handbuchs ist gemäß den Bestimmungen des Urheberrechtsgesetzes ohne vorherige schriftliche Genehmigung durch Agilent Technologies verboten.

#### Handbuch-Teilenummer

G1978-92100

#### Ausgabe

Erste Ausgabe, Dezember 2008

Gedruckt in USA

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

Windows®, Windows NT® und MS Windows® sind eingetragene Marken der Microsoft Corporation in den USA.

#### Gewährleistung

Agilent Technologies behält sich vor, die in diesem Handbuch enthaltenen Informationen iederzeit ohne Vorankündigung zu ändern. Agilent Technologies übernimmt keinerlei Gewährleistung für die in diesem Handbuch enthaltenen Informationen, insbesondere nicht für deren Eignung oder Tauglichkeit für einen bestimmten Zweck. Agilent Technologies übernimmt keine Haftung für Fehler, die in diesem Handbuch enthalten sind, und für zufällige Schäden oder Folgeschäden im Zusammenhang mit der Lieferung, Ingebrauchnahme oder Benutzung dieses Handbuchs. Falls zwischen Agilent und dem Benutzer eine schriftliche Vereinbarung mit abweichenden Gewährleistungsbedingungen hinsichtlich der in diesem **Dokument enthaltenen Informationen** existiert, so gelten diese schriftlich vereinbarten Bedingungen.

#### Technologielizenzen

Die in diesem Dokument beschriebene Hardware und/oder Software wird/werden unter einer Lizenz geliefert und dürfen nur entsprechend den Lizenzbedingungen genutzt oder kopiert werden.

#### Nutzungsbeschränkungen

Wenn Software für den Gebrauch durch die US-Regierung bestimmt ist, wird sie als "kommerzielle Computer-Software" gemäß der Definition in DFAR 252.227-7014 (Juni 1955), als "kommerzielle Komponente" gemäß der Definition in FAR 2.101(a), als "nutzungsbeschränkte Computer-Software" gemäß der Definition in FAR 52.227-19 (Juni 1987) (oder einer vergleichbaren Agenturoder Vertragsregelung) ausgeliefert und lizensiert. Nutzung, Vervielfältigung oder Weitergabe von Software unterliegt den standardmäßigen Bestimmungen für kommerzielle Lizenzen von Agilent Technologies. US-Regierung und -Behörden (außer Verteidigungsministerium) erhalten keine Rechte, die über die Rechte an "nutzungsbeschränkter Computer-Software" gemäß FAR 52.227-19(c)(1-2) (Juni 1987) hinausgehen. Zur US-Regierung zählende Benutzer erhalten keine Rechte, die über die Rechte an "nutzungsbeschränkter Computer-Software" gemäß FAR 52.227-14 (Juni 1987) oder DFAR 252.227-7015 (b)(2) (November 1995) hinausgehen, soweit in irgendwelchen technischen Daten anwendbar.

#### **Sicherheitshinweise**

## VORSICHT

Ein **VORSICHT**-Hinweis macht auf Arbeitsweisen, Anwendungen o. ä. aufmerksam, die bei falscher Ausführung zur Beschädigung des Produkts oder zum Verlust wichtiger Daten führen können. Wenn eine Prozedur mit dem Hinweis **VORSICHT** gekennzeichnet ist, dürfen Sie erst fortfahren, wenn Sie alle angeführten Bedingungen verstanden haben und diese erfüllt sind.

## WARNUNG

Ein WARNUNG-Hinweis macht auf Arbeitsweisen, Anwendungen o. ä. aufmerksam, die bei falscher Ausführung zu Personenschäden, u. U. mit Todesfolge, führen können. Wenn eine Prozedur mit dem Hinweis WARNUNG gekennzeichnet ist, dürfen Sie erst fortfahren, wenn Sie alle angeführten Bedingungen verstanden haben und diese erfüllt sind.

## In diesem Handbuch

In diesem Handbuch wird beschrieben, wie Ihre Multimode-Ionenquelle installiert und gewartet wird und wie Sie nach Fehlern suchen und diese beheben.

#### **1** Installation

In diesem Kapitel wird beschrieben, wie die Multimode-Ionenquelle installiert wird.

## 2 Einrichtung

In diesem Kapitel wird der Basisbetrieb und die Wartung der Multimode-Ionenquelle erläutert.

## Inhalt

#### **1** Installation 7

Schritt 1. Vorbereitung der Installation8Schritt 2. HV-Steuerungs-PCA und Kabel installieren9So entfernen Sie die Multimode-Ionenquelle13So wechseln Sie von Multimode zu ESI oder APCI14So wechseln Sie von ESI oder APCI zur Multimode-Ionenquelle15

#### **2 Einrichtung** 21

So richten Sie eine Methode für die Verwendung der Multimode-Ionenquelle ein 22 So öffnen Sie die Multimode-Ionenquelle 24

So überprüfen Sie das Tuning mit der Multimode-Ionenquelle 25

#### **3** Überprüfung der Installation 27

Schritt 1. Automatisches Tuning 28 Schritt 2. Einrichten von Methodennamen und Parametern 29 Schritt 3. Erstellen von MMCHECKTOF EI POS.m 30 Schritt 4. Erstellen von MMCHECKTOF\_EI\_NEG.m 32 Schritt 5. Erstellen von MMCHECKTOF CI POS.m 34 Schritt 6. Erstellen von MMCHECKTOF CI NEG.m 36 Schritt 7. Erstellen von MMCHECKTOF MX EI POS CI POS.m 38 Schritt 8. Erstellen von MMCHECKTOF MX EI NEG CI NEG.m 40 Schritt 9. Ausführen aller erstellten Methoden 42 Schritt 10. Berechnen des Response der Multimode-Musterprobe 50 Schritt 11. Ausfüllen des Multimode-Berichts zur Berechnung der Peakhöhen 51

Inhalt



Agilent G1978B Multimode-Ionenquelle für Q-TOF LC/MS der Serie 6500 Einrichtungshandbuch

## Installation

1

Schritt 1. Vorbereitung der Installation 8 Schritt 2. HV-Steuerungs-PCA und Kabel installieren 9 So entfernen Sie die Multimode-Ionenquelle 13 So wechseln Sie von Multimode zu ESI oder APCI 14 So wechseln Sie von ESI oder APCI zur Multimode-Ionenquelle 15

Dieses Kapitel enthält Anleitungen zur Installation der Multimode-Ionenquelle auf einem Q-TOF LC/MS-System der Serie 6510 sowie zum Entfernen und Austauschen der Quelle.



Schritt 1. Vorbereitung der Installation

## Schritt 1. Vorbereitung der Installation

Das Multimode Enablement Kit G1978-60451 gehört zum Lieferumfang der Multimode-Ionenquelle. Dieses Kit muss vor Verwendung der Multimode-Ionenquelle installiert werden.

Beachten Sie, dass die Multimode-Ionenquelle samt Zubehör von einem Agilent-Kundendiensttechniker installiert werden muss.

- 1 Stellen Sie sicher, dass das Multimode Enablement Kit die folgenden Teile enthält:
  - Multimode Bd HV-Kabel, Best.-Nr. G1960-60858
  - Multimode HV PCA, Best.-Nr. G1960-61015
  - Multimode Bd Strom-/Datenkabel, Best.-Nr. G1960-60873







Abbildung 1 Von links nach rechts: G1960-60858, G1960-61015 und G1960-60873

**2** Installieren Sie das APCI Enablement Kit, G1947-60451, das zum Lieferumfang der Multimode-Ionenquelle gehört.

Das APCI Enablement Kit enthält die folgenden Teile:

- Fast APCI HV-Stromversorgung, Best.-Nr. G1946-80058
- Ventil-BD-APCI-Stromkabel, Best.-Nr. G1960-60802
- Ventil-BD-APCI-Nadelverriegelungskabel, Best.-Nr. G1960-60856







Abbildung 2 Von links nach rechts: G1946-80058, G1960-60802 und G1960-60856

## Schritt 2. HV-Steuerungs-PCA und Kabel installieren

1 Schalten Sie das System aus und entfernen Sie das Netzkabel.

Das Netzkabel sollte sorgfältig aufgehoben werden, falls der Vakuumregelungsschaltkasten verwendet wird. Der Schaltkasten dient dazu, das Vakuum aufrechtzuerhalten, während ein Servicemitarbeiter an der Elektronik arbeitet. Der Schaltkasten ist nur für den Servicemitarbeiter vorgesehen.

- **2** Entfernen Sie die CDS-Abdeckung sowie die obere, seitliche, vordere und die Aux-Modul-Abdeckung.
- **3** Ziehen Sie das Flachbandkabel ab, das die Ventil-PCA mit der Vcap/Vchamber-Stromversorgung verbindet. Trennen Sie anschließend das Vcap- und Vchamber-Kabel von der Stromversorgung.







- **4** Führen Sie die Multimode-HV-Stromversorgungs-PCA in den Schlitz zwischen der Ventil-PCA und der Vcap/Vchamber-Stromversorgung. Sichern Sie die Platine, indem Sie sie in deren Schlitz drücken und mit zwei Schrauben befestigen.
- **5** Verbinden Sie die Ventil-PCA über das kurze graue Kabel mit der Multimode-HV-Stromversorgung.

1

Schritt 2. HV-Steuerungs-PCA und Kabel installieren





- **6** Installieren Sie die APCI-HV-Stromversorgung. Die APCI-HV-Stromversorgung befindet sich am Ende des AUX-Moduls.
- 7 Verbinden Sie die Ventil-PCA über das Flachbandkabel mit der Vcap/Vchamber-Stromversorgung.





8 Schließen Sie die Vcap- und Vchamber-Kabel an die Vcap/Vchamber-Stromversorgung an.

Schritt 2. HV-Steuerungs-PCA und Kabel installieren





**9** Verbinden Sie die APCI-HV-Stromversorgung über das lange Flachbandkabel, Best.-Nr. G1960-60802, mit der Ventil-PCA.



Abbildung 7 Verbinden der APCI HV-Stromversorgung mit der Ventil-PCA.

**10** Führen Sie ein Ende des APCI-Nadelverriegelungskabels, G1960-60856, durch den Schlitz im vorderen Teil des Systems und stecken Sie es in den APCI-HV-Anschluss ein. Schließen Sie das andere Ende mit dem O-Ring und der Mutter an das Gehäuse an (siehe Abbildung 8).





Abbildung 8 Verbinden der APCI-HV mit dem Gehäuse.

Schritt 2. HV-Steuerungs-PCA und Kabel installieren

**11** Führen Sie das Kabel, G1960-60858, durch den oberen Schlitz ein und befestigen Sie es am Gehäuse. Stecken Sie die beiden anderen Enden in die Multimode-HV-PCA.





Abbildung 9 Verbinden der HV-PCA mit dem Gehäuse.

- **12** Schließen Sie die Abdeckung des AUX-Moduls und schließen Sie alle Kabel neu an.
- **13** Bauen Sie die Multimode-Ionenquelle in das System ein und verbinden Sie alle Anschlüsse.





Abbildung 10 Installieren der Multimode-Ionenquelle (links) und Verbinden aller Anschlüsse.

- **14** Bringen Sie die CDS-Abdeckung sowie die seitliche, obere und vordere Abdeckung wieder an.
- 15 Stecken Sie den Netzstecker wieder ein und schalten Sie das System ein.

Der Abpumpvorgang beginnt.

- **16** Starten Sie die MassHunter Workstation und vergewissern Sie sich, dass die Software die Quelle erkennt.
- **17** Wählen Sie für die Ansicht **Context** (Kontext) die Option **Tune** (Tuning) und vergewissern Sie sich unter **Manual Tune** (Manuelles Tuning), dass das System die korrekten Tuning-Peaks generiert.

1

## So entfernen Sie die Multimode-Ionenquelle

Führen Sie die folgenden Schritte aus, um die Multimode-Ionenquelle zu entfernen.

- 1 Schalten Sie die Temperaturen und die Flüsse der Multimode-Ionenquelle aus:
  - **a** Wechseln Sie von der Ansicht **Context** (Kontext) zu **Acquisition** (Erfassung).
  - **b** Klicken Sie auf die Registerkarte **MS Q-TOF**.
  - **c** In der Registerkarte **Source** (Quelle) können Sie alle Spannungen und Temperaturen ausschalten.
  - d Warten Sie ungefähr 20 Minuten, bis die Quelle abgekühlt ist.

## **WARNUNG** Fassen Sie weder die Multimode-Ionenquelle noch die Kapillarkappe an. Sie sind möglicherweise sehr heiß. Lassen Sie die Teile abkühlen, bevor Sie sie anfassen.

## WARNUNG

Fassen Sie nie die Quellenoberflächen an, vor allem dann, wenn Sie Giftstoffe analysieren oder toxische Lösungsmittel verwenden. Die Quelle weist mehrere spitze Teile auf, die sich in Ihre Haut bohren können. Dazu gehören die APCI-Corona-Nadel, der Verdampfersensor und die Stromelektrode des Zählers.

#### WARNUNG Führen Sie weder Ihre Finger noch Werkzeuge durch die Öffnungen der Multimode-Kammer. Bei Verwendung weisen die Kapillaren und die Kapillarkappe Hochspannungen bis zu 4 kV auf.

- 2 Warten Sie ungefähr 20 Minuten, bis die Quelle abgekühlt ist.
- **3** Öffnen Sie die CDS-Tür auf der vorderen Seite des MS, um Zugang zu den Kabeln zu erhalten.
- 4 Ziehen Sie das ESI-Ladungselektroden-Hochspannungskabel ab.
- 5 Trennen Sie das APCI-Nadelverriegelungs- und Multimode-HV-Kabel.
- 6 Schrauben Sie die Zerstäubergasleitung vom Zerstäuber ab.
- 7 Schrauben Sie den LC-Probenschlauch vom Zerstäuber ab.
- 8 Öffnen Sie den Riegel auf der Quelle und öffnen Sie die Quelle.
- 9 Entfernen Sie die Multimode-Ionenquelle aus der Sprühkammerhalterung.
- **10** Legen Sie die Versandabdeckung auf die Quelle.

So wechseln Sie von Multimode zu ESI oder APCI

## So wechseln Sie von Multimode zu ESI oder APCI

## WARNUNG

Fassen Sie nie die Quellenoberflächen an, vor allem dann, wenn Sie Giftstoffe analysieren oder toxische Lösungsmittel verwenden. Die Quelle weist mehrere spitze Teile auf, die sich in Ihre Haut bohren können. Dazu gehören die APCI-Corona-Nadel, der Verdampfersensor und die Stromelektrode des Zählers.

- 1 Schrauben Sie die Multimode-Sprühabschirmung mit den Feldformungselektroden ab und entfernen Sie sie.
- **2** Installieren Sie die neue Quelle und die Standardsprühabschirmung. Vergewissern Sie sich dabei, dass sich das Loch in der Sprühabschirmung in der 12-Uhr-Position befindet.
- **3** Schließen Sie bei der APCI-Ionenquelle das Verdampferheizungskabel und das APCI-Hochspannungskabel an.
- **4** Schließen Sie bei allen Quellen den Gasleitungsschlauch des Zerstäubers und den LC/MS-Probenschlauch an.

## So wechseln Sie von ESI oder APCI zur Multimode-Ionenquelle

## VORSICHT

Führen Sie die unter "Installation" auf Seite 7 beschriebenen Schritte aus, wenn Sie diese Quelle zum ersten Mal auf diesem Gerät installieren.

- **1** Schalten Sie die Temperaturen und die Flüsse der Multimode-Ionenquelle aus:
  - **a** Wechseln Sie von der Ansicht **Context** (Kontext) zu **Acquisition** (Erfassung).
  - **b** Klicken Sie auf die Registerkarte **MS Q-TOF**.
  - **c** In der Registerkarte **Source** (Quelle) können Sie alle Spannungen und Temperaturen ausschalten.
  - d Warten Sie ungefähr 20 Minuten, bis die Quelle abgekühlt ist.
- **2** Warten Sie, bis die Quelle abgekühlt ist (bzw. bis die Temperatur mindestens unter 100 °C ist).
- **3** Ziehen Sie die Zerstäubergasschläuche von der aktuell installierten Ionenquelle ab.
- 4 Ziehen Sie die LC/MS-Probeneinlassschläuche ab.
- **5** Wenn die APCI-Quelle installiert ist, entfernen Sie das Heizungskabel des APCI-Verdampfers und das APCI-Hochspannungskabel.
- 6 Entfernen Sie die aktuell installierte Quelle.
- 7 Schrauben Sie die Sprühabschirmung ab und entfernen Sie sie. Siehe Abbildung 11.

## WARNUNG

Fassen Sie weder die Multimode-Ionenquelle noch die Kapillarkappe an. Sie sind möglicherweise sehr heiß. Lassen Sie die Teile abkühlen, bevor Sie sie anfassen.

## WARNUNG

Führen Sie weder Ihre Finger noch Werkzeuge durch die Öffnungen der Multimode-Kammer. Bei Verwendung weisen die Kapillaren und die Kapillarkappe Hochspannungen bis zu 4 kV auf.

1

So wechseln Sie von ESI oder APCI zur Multimode-Ionenquelle



Abbildung 11 Standardsprühabschirmung und Kapillarkappe für ESI oder APCI

8 Entfernen Sie die Kapillarkappe. Sofern erforderlich, befeuchten Sie ein sauberes Tuch mit Isopropylalkohol und wischen Sie die Kapillarkappe ab. Siehe Abbildung 12.



Kapillarkappe

Abbildung 12 Sprühabschirmung entfernt.

**9** Setzen Sie die Kapillarkappe wieder auf die Kapillare.

So wechseln Sie von ESI oder APCI zur Multimode-Ionenquelle

- **10** Installieren Sie die neue Sprühabschirmung mit Feldformungselektroden. Siehe Abbildung 13.

Abbildung 13 Multimode-Sprühabschirmung

**11** Schrauben Sie die Multimode-Sprühabschirmung in den dafür vorgesehenen Halter. Siehe Abbildung 14.



Abbildung 14 Multimode-Sprühabschirmung installiert

## HINWEIS

Die Feldformungselektroden sollten sich in der 9-Uhr- und 6-Uhr-Position befinden. Lösen Sie zum Einstellen der Position der Feldformungselektroden die Schrauben auf beiden Seiten der Endplatte.

So wechseln Sie von ESI oder APCI zur Multimode-Ionenquelle

- **12** Entfernen Sie die Versandabdeckung von der Sprühkammer der Multimode-Ionenquelle.

Abbildung 15 Multimode-Sprühkammer

13 Montieren Sie die Sprühkammer auf der Sprühkammerhalterung.





Abbildung 16 Multimode-Ionenquelle mit I-Taste

**14** Installieren Sie den Zerstäuber auf der Sprühkammer der Multimode-Ionenquelle.

So wechseln Sie von ESI oder APCI zur Multimode-Ionenquelle



Abbildung 17 Kein Zerstäuber auf der Multimode-Ionenquelle

 15 Verbinden Sie die LC/MS-Zentraleinheit über den 1/8-Zoll-Zerstäubergasschlauch mit dem Zerstäubergas-Fitting. Siehe Abbildung 18.



Abbildung 18 Zerstäuber mit angeschlossenem Gasschlauch

So wechseln Sie von ESI oder APCI zur Multimode-Ionenquelle

**16** Schließen Sie den LC/MS-Probenschlauch an den Einlassfilter des LC/MS-Umschaltventils an.

## WARNUNG

Das Umschaltventil des LC/MS-Flüssigchromatographen ist ein fester Bestandteil des G1978B-Sicherheitssystems. Der LC-Fluss der mobilen Phase muss immer mit dem Einlassfilter des Umschaltventils verbunden sein. Sie sollten nie das Umschaltventil umgehen und direkt an den Zerstäuber anschließen. Falls das Umschaltventil in einer Art und Weise eingesetzt wird, die von Agilent Technologies nicht angegeben wurde, kann der durch das Umschaltventil gebotene Schutz beeinträchtigt werden.

**17** Führen Sie die unter "Schritt 2. HV-Steuerungs-PCA und Kabel installieren" auf Seite 9 beschriebenen Schritte aus, wenn Sie die Multimode-Ionenquelle zum ersten Mal installieren.



Agilent G1978B Multimode-Ionenquelle für Q-TOF LC/MS der Serie 6500 Einrichtungshandbuch

## 2 Einrichtung

So richten Sie eine Methode für die Verwendung der Multimode-Ionenquelle ein 22 So überprüfen Sie das Tuning mit der Multimode-Ionenquelle 25

In diesem Kapitel werden die Aufgaben beschrieben, die zum Betrieb und zur Wartung der Multimode-Ionenquelle erforderlich sind.





So richten Sie eine Methode für die Verwendung der Multimode-Ionenquelle ein

# So richten Sie eine Methode für die Verwendung der Multimode-Ionenquelle ein

## WARNUNG

Das LC/MS-Umschaltventil ist ein fester Bestandteil des C1079B Sieberheitegusteme, Der LC Eluge der mehilen Phase m

G1978B-Sicherheitssystems. Der LC-Fluss der mobilen Phase muss immer mit dem Einlassfilter des Umschaltventils verbunden sein. Sie sollten nie das Umschaltventil umgehen und direkt an den Zerstäuber anschließen. Falls das Umschaltventil in einer Art und Weise eingesetzt wird, die von Agilent Technologies nicht angegeben wurde, kann der durch das Umschaltventil gebotene Schutz beeinträchtigt werden, und das System kann in Brand geraten.

- 1 Wechseln Sie in der MassHunter-Software von **Context** (Kontext) zu **Acquisition** (Erfassung).
- **2** Wählen Sie in der Registerkarte "MS Q-TOF" für **Ion source** (Ionenquelle) die Option **Multimode** (siehe Abbildung 19 auf Seite 23).
- Wählen Sie in der Registerkarte Sources (Quellen) einen Ionisierungsmodus in der Liste Ion Modes (Seg) (Ionisierungsmodus) aus. Sie können den Ionisierungsmodus auf einen der folgenden Werte setzen:
  - ESI
  - APCI
  - Mixed (Gemischt)

Bei Auswahl des Ionisierungsmodus "Mixed" (Gemischt) wird eine Methode für den gleichzeitigen ESI- und APCI-Betrieb angegeben.

Beachten Sie, dass die Auswahl der Ionisierungsmodi nur angezeigt wird, wenn für **Ion source** (Ionenquelle) die Option **Multimode** ausgewählt ist.

- **4** Geben Sie in der Registerkarte **Source** (Quelle) die gewünschten Quellenbedingungen an. Empfohlene Quellenbedingungen für die Multimode-Ionenquelle für die verschiedenen Ionisierungsmodi finden Sie im *Agilent G1978A/B Multimode Source Maintenance Guide* unter "Guidelines".
- 5 Nehmen Sie andere Änderungen vor, die für Ihre Methode erforderlich sind.
- 6 Klicken Sie auf "Save" (Speichern), um die Methode zu speichern.

So richten Sie eine Methode für die Verwendung der Multimode-Ionenquelle ein

– Multimode (Se	eg)					MS TOF (Expt)
Gas Temp	325	°C		324	°C	Fragmentor 175 V
Vaporizer	200	°С		198	°C	Skimmer 65 V
Drying Gas	5	1/min		5.0	1/min	
Nebulizer	30	psig		30	psig	UCI 1 RF Vpp   750 V
Multimode (E)	kpt)					Ionization Modes (seg)
VCap	2000	۷	Capillary	0.141	uА	Mixed
Corona+	4	uА	Corona	110	V	
			Chamber	3.61	uА	Charging Voltage 2000 V

Abbildung 19 Multimode-Erfassungseinstellungen

So öffnen Sie die Multimode-Ionenquelle

## So öffnen Sie die Multimode-Ionenquelle

Öffnen Sie die Multimode-Ionenquelle, um zwecks Reinigung und Überprüfung an die Endkappe und die Kapillarenkappe zu gelangen.

## WARNUNG

Fassen Sie weder die Multimode-Ionenquelle noch die Kapillarkappe an. Sie sind möglicherweise sehr heiß. Lassen Sie die Teile abkühlen, bevor Sie sie anfassen.

## WARNUNG

Fassen Sie nie die Quellenoberflächen an, vor allem dann, wenn Sie Giftstoffe analysieren oder toxische Lösungsmittel verwenden. Die Quelle weist mehrere spitze Teile auf, die sich in Ihre Haut bohren können. Dazu gehören die APCI-Corona-Nadel, der Verdampfersensor und die Stromelektrode des Zählers.

## WARNUNG

Führen Sie weder Ihre Finger noch Werkzeuge durch die Öffnungen der Multimode-Kammer. Bei Verwendung weisen die Kapillaren und die Kapillarkappe Hochspannungen bis zu 4 kV auf.

- 1 Schalten Sie die Temperaturen und die Flüsse der Multimode-Ionenquelle aus:
  - **a** Wechseln Sie von der Ansicht **Context** (Kontext) zu **Acquisition** (Erfassung).
  - **b** Klicken Sie auf die Registerkarte MS Q-TOF.
  - c Versetzen Sie das Gerät in den Standby-Modus.
  - d Warten Sie ungefähr 20 Minuten, bis die Quelle abgekühlt ist.
- 2 Öffnen Sie die Abdeckung der Sprühkammer, indem Sie am Riegel ziehen.

Die Hochspannung wird automatisch ausgeschaltet, wenn die Tür der Kammer geöffnet wird, sodass in der Kammer keine Hochspannung anliegt.

- **3** Überprüfen Sie, dass der Verdampfungstemperatursensor gerade ist und 15 mm über die Rückseite der Kammer herausragt.
- 4 Überprüfen Sie, dass der Separator vertikal ausgerichtet ist.
- **5** Überprüfen Sie, dass die APCI-Corona-Nadel eingesetzt ist und etwa 3 mm aus der Corona-Führung herausragt.
- 6 Überprüfen Sie, dass die Quelle sauber ist.

## So überprüfen Sie das Tuning mit der Multimode-Ionenquelle

Das automatische Tuning ist derzeit nur für die G3251B Dual-Elektrospray-Quelle verfügbar. Massenkalibrierungen und die manuelle Optimierung der Massenauflösung können jedoch mit der G1978B Quelle durchgeführt werden. Gehen Sie wie folgt vor, um die Massengenauigkeit zu kalibrieren.

- **1** Führen Sie ein automatisches Tuning bei installierter G3251B Dual-Elektrospray-Quelle durch.
- **2** Entfernen Sie die G3251B Dual-Elektrospray-Quelle und installieren Sie die G1978B Multimode-Ionenquelle.
- **3** Nehmen Sie die Elektrospray-Kalibrierlösungsflasche B aus dem Gerät. Verschließen Sie die Kalibrierlösungsflasche mit einer der mitgelieferten Verschlusskappen (Best.-Nr. 9300-2575).
- 4 Spülen Sie eine der zusätzlichen Kalibrierlösungsflaschen (Best.-Nr. 9300-2576), die im Lieferumfang des Q-TOF Shipping Kits (Best.-Nr. G2581-60170) enthalten sind, mit hochreinem Acetonitril. Gießen Sie den Inhalt des MMI-L Low Concentration Tuning Mix (Best.-Nr. G1969-85020) in die gespülte Kalibrierlösungsflasche. Stellen Sie die Kalibrierlösungsflasche auf der Q-TOF-Zentraleinheit an die Position für Flasche B.
- **5** Wählen Sie für die Ansicht **Context** (Kontext) die Option **Tune** (Tuning) in der MassHunter Workstation.
  - **a** Laden Sie die zuletzt verwendete Autotuning-Datei. Ändern Sie den Multimode-Quellentyp.
  - **b** Klicken Sie auf die Registerkarte **Mass TOF Calibration** (Mass TOF-Kalibrierung) und führen Sie eine Massenkalibrierung durch.
  - **c** Passen Sie die Objektivspannung und andere Tuningparameter nach Bedarf an, um die Massenauflösung des Geräts zu optimieren. Wenn am mittleren Spiegel Änderungen vorgenommen werden, muss erneut eine Massenkalibrierung durchgeführt werden.
  - **d** Vergewissern Sie sich, dass Tuning-Peaks in ausreichender Menge vorhanden sind, dass das Tuning-Peak bei 2122 eine höhere Auflösung als 10.000 hat und dass alle Massenzuordnungen nach der Massenkalibrierung eine Toleranz von maximal 2 ppm aufweisen.
- 6 Speichern Sie die Tuning-Datei und schließen Sie den Tuning-Kontext.

So überprüfen Sie das Tuning mit der Multimode-Ionenquelle



3

Agilent G1978B Multimode-Ionenquelle für Q-TOF LC/MS der Serie 6500 Einrichtungshandbuch

## Überprüfung der Installation

Schritt 1. Automatisches Tuning 28
Schritt 2. Einrichten von Methodennamen und Parametern 29
Schritt 3. Erstellen von MMCHECKTOF\_EI\_POS.m 30
Schritt 4. Erstellen von MMCHECKTOF\_EI\_NEG.m 32
Schritt 5. Erstellen von MMCHECKTOF\_CI\_POS.m 34
Schritt 6. Erstellen von MMCHECKTOF\_CI\_NEG.m 36
Schritt 7. Erstellen von MMCHECKTOF\_MX\_EI POS\_CI POS.m 38
Schritt 8. Erstellen von MMCHECKTOF\_MX\_EI NEG\_CI NEG.m 40
Schritt 9. Ausführen aller erstellten Methoden 42
Schritt 10. Berechnen des Response der Multimode-Musterprobe 50
Schritt 11. Ausfüllen des Multimode-Berichts zur Berechnung der Peakhöhen 51

In diesem Kapitel wird das Erstellen und Ausführen von Methoden zur Überprüfung des Systems beschrieben.



## Schritt 1. Automatisches Tuning

Dieser Schritt gilt für die MassHunter Workstation Software – Acquisition für die TOF/Q-TOF-Software ab Version B.01.03.

- Führen Sie ein Autotuning mit dem G1969-85000 ESI-L Low Concentration Tuning Mix durch. Es gibt keine tuningspezifischen Methoden.
  - Tunen Sie den 6220 im erweiterten dynamischen 2-GHz-Bereich für den positiven und negativen Modus.
  - Tunen Sie den 6210 im 1-GHz-Standardmodus (3200 m/z).

## Schritt 2. Einrichten von Methodennamen und Parametern

- **1** Erstellen Sie sechs Methoden aus Default.m für die Multimode-ESI- und APCI-LC-Musterprobe (Best.-Nr. G1978-85000). Verwenden Sie dazu folgende Methodennamen:
  - 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 Verwenden Sie folgende Parameter für jede Methode:

#### Tabelle 1

Parameter/Registerkarte	Wert					
Säule	Kartuschen-Hardware, Rapid Resolution (BestNr. 820555-901)					
	SB-C18 Rapid Res 3,5 µm, 2,1 x 30 mm (BestNr. 873700-902)					
Registerkarte "Probe"	Name: MM-Musterprobe					
	Position 1					
	Analysenlauftyp: Standard					
	Nur Erfassung					
	Pfad D:\PE Sciex Data\Projects\Data					
Registerkarte "ALS"	Standardinjektion 1 µL					
	Registerkarte "Bin Pump":					
	Fluss 0,4 mL/min					
	Stoppzeit: 3 min					
	Lösungsmittel A 100 % (65 % MeOH: 35 % $H_2O$ + 0,2 % Essigsäure)					
	Laufzeit wie bei Pumpe					
Datendateien	Datendatei: MM_ESI_POS.wiff					
(Datendateien für B.01.03	Datendatei: MM_ESI_NEG.wiff					
oder höher verwenden das Suffix d)	Datendatei: MM_APCI_POS.wiff					
ounix .uj	Datendatei: MM_APCI_NEG.wiff					
	Datendatei: MM_ESI_APCI_POS.wiff					
	Datendatei: MM_ESI_APCI_NEG.wiff					

## Schritt 3. Erstellen von MMCHECKTOF\_EI\_POS.m

Die Grafiken in diesem Abschnitt unterscheiden sich geringfügig bei MassHunter B.01.03 oder höher. Bei B.01.03 haben Sie über die Ansicht "Acquisition" (Erfassung) Zugriff auf diese Registerkarten.

• Legen Sie die Parameter für MMCHECKTOF\_EI\_POS.m fest:

	Data Acq	uisition	Ref. Ma	isses   C	Chromatogram	Tune   Calibr	ation	Parameters	Diagnostics
on Polarity (Seg.)	Gas Temp	350	с	300	С	Fragmentor	225	v	Source (Seg.)
Polarity Switch per scan	Vaporizer Drying Gas	200	C Vmin	200	C I/min	Skimmer	60	v	© ESI © APCI
ime and Scan Segments	Nebulizer	60	psig	20	psig	OCT RF V	250	v	C ESI/APCI
me (minutes) Scans Add 0.00	- MMI (Scan) VCap	1000	v	Capillary	μA	Chamber	0.00	μΑ	Charging Voltage
Del Add	Corona +	4.0	μA	Corona	77 V				12000

#### Abbildung 20 Erfassungsparameter

MMI MMI Ion Polarity (Seg)	Chromatogram Details Type EIC 💌	Segments		Chromatograms  1 Crystal Violet  2 1-Hexanesultonic acid	Reset
Polarity Switch per scan	Label Crystal Violet	10.00	Add->	3 Carbozole 4 9-Phenanthrol	
Select Scan to Lisplay	Extracted 372-372.3	Scans	Modify		
Add 0.00	Offset 15 % Y-axis range 1000000 counts	Scan 1 Scan 2 Scan 3	Delete		
Mod Def	Add Chromatogram with index	Scan 4			

Abbildung 21 Chromatogramm

Schritt 3. Erstellen von MMCHECKTOF\_EI\_POS.m

lonisierungsmodus		MM-ES	
Polarität		Negativ	
1100 Binäre Pumpe 1			
Steuerung			
Säulenfluss		0,400 mL/min	
Stoppzeit		Keine Begrenzung	
Nachspülzeit		Aus	
Lösungsmittel			
Lösungsmittel A		100 % (65 % MeOH: 35 %	H <sub>2</sub> O + 0,2 % Essigsäure)
Lösungsmittel B		0,0 %	
Druckgrenzwerte			
Mindestdruck		0 bar	
Maximaldruck		400 bar	
Sprühkammer			
[MSZones]			
Gastemperatur	350 °C		Maximum 350 <sup>°</sup> C
Verdampfer	200 °C		Maximum 250 °C
Trockengas	5,0 L/m	in	Maximum 13,0 L/min
Zerstäuberdruck	60 psig		Maximum 60 psig
VCap (Positiv)	1000 V		
VCap (Negativ)	1000 V		
VCharge (Positiv)	2000 V		
VCharge (Negativ)	2000 V		
Corona (Positiv)	0,0 µA		
Corona (Negativ)	0,0 µA		

Schritt 4. Erstellen von MMCHECKTOF\_EI\_NEG.m

## Schritt 4. Erstellen von MMCHECKTOF\_EI\_NEG.m

• Legen Sie die Parameter für MMCHECKTOF\_EI\_NEG.m fest:

Sample   Properties   ALS   Bin F	<sup>p</sup> ump   Colum	n   DAD	MS T	OF						
Ion Source	Data Acq	uisition	Ref. Ma	asses (	Chromatogram	n   T	une Calibr	ation	Parameters	Diagnostics
	MMI (Seg.)						MS TOF (S	can)		- MMI
Ion Polarity (Seg.)	Gas Temp	350	с	300	с		Fragmentor	225	v	Source (Seg.)
Polaritu Switch per scan	Vaporizer	200	с	200	C		Chimmer	0.0		C ESI
Select Scan to Display	Drying Gas	5.0	1/min	3.4	l/min		Skimmer	160	V	C APCI
Time and Scan Segments	Nebulizer	60	psig	20	_ psig		OCT RF V	250	v	C ESI/APCI
Time (minutes) Scans	MMI (Scan)					10				
Add 0.00	VCap	1000	V	Capillary	0.000	μA	Chamber	0.00	μΑ	Charging Voltage
Del Add	Corona -	4.0	μΑ	Corona	77	v				12000
Mod	J									

#### Abbildung 22 Erfassung

▼ MMI	Data   Acquisition   Hef. Masses   Chromatogram Chromatogram Details	Seaments	oration   Paramete	Chromatograms	Reset
eg.)	Type EIC 💌	All		1 Crystal Violet 2 1-Hexanesulfonic acid	
ch per scan	Label 1-Hexanesulfonic acid	0.00	Add ->	3 Carbazole 4 9-Phenanthrol	
to Display an Segments	Extracted 165-165.3	0	Modify		
s) Scans	Offset 15 % Y-axis range 1000000 counts	Scen 1 Scen 2 Scen 3	Delete		
Add	Add Chromatogram with index	Scan 4			

Abbildung 23 Chromatogramm

Schritt 4. Erstellen von MMCHECKTOF\_EI\_NEG.m

lonisierungsmodus		MM-ES	
Polarität		Negativ	
1100 Binäre Pumpe 1			
Steuerung			
Säulenfluss		0,400 mL/min	
Stoppzeit		Keine Begrenzung	
Nachspülzeit		Aus	
Lösungsmittel			
Lösungsmittel A		100 % (65 % MeOH: 35 %	H <sub>2</sub> O + 0,2 % Essigsäure)
Lösungsmittel B		0,0 %	
Druckgrenzwerte			
Mindestdruck		0 bar	
Maximaldruck		400 bar	
Sprühkammer			
[MSZones]			
Gastemperatur	350 °C		Maximum 350 °C
Verdampfer	200 °C		Maximum 250 °C
Trockengas	5,0 L/m	in	Maximum 13,0 L/min
Zerstäuberdruck	60 psig		Maximum 60 psig
VCap (Positiv)	1000 V		
VCap (Negativ)	1000 V		
VCharge (Positiv)	2000 V		
VCharge (Negativ)	2000 V		
Corona (Positiv)	0,0 µA		
Corona (Negativ)	0,0 µA		

Schritt 5. Erstellen von MMCHECKTOF\_CI\_POS.m

## Schritt 5. Erstellen von MMCHECKTOF\_CI\_POS.m

• Legen Sie die Parameter für MMCHECKTOF\_CI\_POS.m fest:

Sample   Properties   ALS   Bin F Ion Source   MMI     MMI	Pump   Colum Data   Acq	n   DAD uisition	MS T Ref. Ma	IOF   asses	Chromatogram	) Tun	ie   Calibr	ation ]	Parameters	Diagnostics
Ion Polarity (Seg.) © Positive C Negative	Gas Temp	350	с	300	c		MS TOF (S Fragmentor	can) 225	v	Source (Seg.)
Polarity Switch per scan Select Scan to Display	Vaporizer Drying Gas	200	C Vmin	3.4	C //min		Skimmer	60	v	APCI
Time and Scan Segments Time (minutes) Scans	Nebulizer	20	psig	20	psig		OCT RF V	250	v	
Add [0.00	VCap Corona +	1000 6.0	V µA	Capillary Corona	0.008	μA V	Chamber	0.78	μA	Charging Voltage
Mod										

#### Abbildung 24 Erfassung

MMI MMI	Chromatogram Details	Segments	raiun   Paramère	Chromatograms	Reset
Polarity Switch per scan	Label Carbozole	0.00	Add ->	3 Carbozole 4 9-Phenanthrol	
Select Scan to Display Time and Scan Segments Time (minutes) Scans	Extracted Masses 168-168.3	Scans	Modify		
Add 0.00	Viser 15 % Y-axis range 1000000 counts	Scan 1 Scan 2 Scan 3	Delete		
Mod Del	Add Chromatogram with index	Scan 4			
					<u> </u>

Abbildung 25 Chromatogramm

Schritt 5. Erstellen von MMCHECKTOF\_CI\_POS.m

lonisierungsmodus		MM-APCI
Polarität		Positiv
1100 Binäre Pumpe 1		
Steuerung		
Säulenfluss		0,400 mL/min
Stoppzeit		Keine Begrenzung
Nachspülzeit		Aus
Lösungsmittel		
Lösungsmittel A		100 % (65 % MeOH: 35 % H <sub>2</sub> O + 0,2 % Essigsäure)
Lösungsmittel B		0,0 %
Druckgrenzwerte		
Mindestdruck		0 bar
Maximaldruck		400 bar
Sprühkammer		
[MSZones]		
Gastemperatur	350 °C	Maximum 350 °C
Verdampfer	200 °C	Maximum 250 °C
Trockengas	5,0 L/min	Maximum 13,0 L/min
Zerstäuberdruck	20 psig	Maximum 60 psig
VCap (Positiv)	1000 V	
VCap (Negativ)	1000 V	
VCharge (Positiv)	2000 V	
VCharge (Negativ)	2000 V	
Corona (Positiv)	6,0 μA	
Corona (Negativ)	6,0 μA	

Schritt 6. Erstellen von MMCHECKTOF\_CI\_NEG.m

## Schritt 6. Erstellen von MMCHECKTOF\_CI\_NEG.m

• Legen Sie die Parameter für MMCHECKTOF\_CI\_NEG.m fest:

Dara 1 wed	lisition	Ref. Ma	asses   (	Chromatogram	Tune   Calibr	ation Param	eters   Diagnostics
Gas Temp	350	с	300	c	MS TOF (S Fragmentor	can) 225 V	Source (Seg.)
Vaporizer Drying Gas	200	C I/min	200	C 1/min	Skimmer	60 V	C ESI APCI
Nebulizer	20	psig	20	psig	OCT RF V	250 V	C ESI/APCI
- MMI (Scan) VCap Corona -	1000	V ua	Capillary Corona	0.008 µA	Chamber	<u>1.41</u> μΑ	Charging Voltage
	- MMI (Seg.)- Gas Temp Vaporizer Drying Gas Nebulizer - MMI (Scan) VCap Corona -	MMI (Seg.)           Gas Temp         350           Vaporizer         200           Drying Gas         5.0           Nebulizer         20           MMI (Scan)         VCap           VCap         1000           Corona         6.0	MMI (Seg.)           Gas Temp         350         C           Vaporizer         200         C           Drying Gas         5.0         //min           Nebulizer         20         psig           MMI (Scan)         VCap         1000         V           Corona -         6.0         µA	MMI (Seg.)         Gas Temp         350         С         300           Vaporizer         200         С         200           Drying Gas         5.0         J/min         3.4           Nebulizer         20         psig         20           MMI (Scan)         VCap         1000         V         Capillary           Corona         6.0         µA         Corona	MMI (Seg.)         Gas Temp         350         C         300         C           Vaporizer         200         C         200         C           Drying Gas         5.0         l/min         3.4         l/min           Nebulizer         20         psig         20         psig           MMI (Scan)         VCap         1000         V         Capillary         0.008         μA           Corona -         6.0         μA         Corona         2781         V	MMI (Seg.)         MS TOF (S           Gas Temp         350         C         300         C           Vaporizer         200         C         200         C           Drying Gas         5.0         //min         3.4         //min           Nebulizer         20         prig         20         prig           VCap         1000         V         Capillary         0.008         μA         Chamber           Corona -         6.0         μA         Corona         2781         V	MMI (Seg.)         MS TOF (Scan)           Gas Temp         350         C         300         C           Vaporizer         200         C         200         C           Drying Gas         5.0         1/min         3.4         1/min           Nebulizer         20         psig         20         psig           VCap         1000         V         Capillary         0.006         μA         Chamber         1.41         μA           Corona -         6.0         μA         Corona         2781         V         V

#### Abbildung 26 Erfassung

MMI MMI Ion Polarity (Seg.)	Chromatogram Details Type EIC 💌	Segments		Chromatograms	Reset
Polarity Switch per scan	Label 9-Phenanthrol	0.00	Add->	3 Carbazole 4 9 Phenanthrol	
Select Scan to Display Time and Scan Segments	Extracted 193-193.3	Scane	Modify		
Add 0.00	Offset 15 % Y-axis range 1000000 counts	Scan 1 Scan 2	Delete		
Del Add	Add Ourmateuran with index	Scan 4			
Mod					J

Abbildung 27 Chromatogramm

Schritt 6. Erstellen von MMCHECKTOF\_CI\_NEG.m

lonisierungsmodus		MM-APCI
Polarität		Negativ
1100 Binäre Pumpe 1		
Steuerung		
Säulenfluss		0,400 mL/min
Stoppzeit		Keine Begrenzung
Nachspülzeit		Aus
Lösungsmittel		
Lösungsmittel A		100 % (65 % MeOH: 35 % H <sub>2</sub> O + 0,2 % Essigsäure)
Lösungsmittel B		0,0 %
Druckgrenzwerte		
Mindestdruck		0 bar
Maximaldruck		400 bar
Sprühkammer		
[MSZones]		
Gastemperatur	350 °C	Maximum 350 °C
Verdampfer	200 °C	Maximum 250 °C
Trockengas	5,0 L/min	Maximum 13,0 L/min
Zerstäuberdruck	20 psig	Maximum 60 psig
VCap (Positiv)	1000 V	
VCap (Negativ)	1000 V	
VCharge (Positiv)	2000 V	
VCharge (Negativ)	2000 V	
Corona (Positiv)	6,0 μA	
Corona (Negativ)	6,0 μA	

Schritt 7. Erstellen von MMCHECKTOF\_MX\_EI POS\_CI POS.m

## Schritt 7. Erstellen von MMCHECKTOF\_MX\_EI POS\_CI POS.m

• Legen Sie die Parameter für MMCHECKTOF\_MX\_EI POS\_CI POS.m fest.

MMI  MMI	Data Acq	uisition	Ref. M	asses   (	Chromatogram   T	une   Calibr	ation	Parameters	Diagnostics
on Polarity (Seg.) Positive C Negative	Gas Temp	350	с	300	-c	- MS TOF (S Fragmentor	can) [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	C ESI C APCI
Time and Scan Segments Time (minutes) Scans	Nebulizer	60	psig	20	psig	OCT RF V	250	v	C ESI/APCI
Add 0.00	VCap	1000	v	Capillary	μΑ	Chamber	0.00	μΑ	Charging Voltage
Add Add	Corona +	1.0	μA	Corona	3291 V				

### Abbildung 28 Erfassung

MI MMI	Chromatogram Details Type EIC	Segments	ration   Paramet	Chromatograms	Reset
Polarity Switch per scan	Label Crystal Violet	0.00	Add ->	3 Carbazole 4 9-Phenanthrol	
Select Scan to Display ime and Scan Segments ime (minutes) Scans	Extracted 372-372.4	Scens .	Modify	j	
Add 0.00	Viser 15 % Y-axis range 1000000 counts	Scan 1 Scan 2 Scan 3	Delete		
Mod Dei	Add Chromatogram with index	Scan 4			
		2 14 			

Abbildung 29 Chromatogramm

#### 3

Überprüfung der Installation Schritt 7. Erstellen von MMCHECKTOF\_MX\_EI POS\_CI POS.m

lonisierungsmodus		MM-ES+APCI	
Polarität		Positiv	
1100 Binäre Pumpe 1			
Steuerung			
Säulenfluss		0,400 mL/min	
Stoppzeit		Keine Begrenzung	
Nachspülzeit		Aus	
Lösungsmittel			
Lösungsmittel A		100 % (65 % MeOH: 35 %	H <sub>2</sub> O + 0,2 % Essigsäure)
Lösungsmittel B		0,0 %	
Druckgrenzwerte			
Mindestdruck		0 bar	
Maximaldruck		400 bar	
Sprühkammer			
[MSZones]			
Gastemperatur	350 °C		Maximum 350 °C
Verdampfer	200 °C		Maximum 250 °C
Trockengas	5,0 L/n	nin	Maximum 13,0 L/min
Zerstäuberdruck	60 psig		Maximum 60 psig
VCap (Positiv)	1000 V		
VCap (Negativ)	1000 V		
VCharge (Positiv)	2000 V		
VCharge (Negativ)	2000 V		
Corona (Positiv)	1,0 µA		
Corona (Negativ)	1,0 μA		

Schritt 8. Erstellen von MMCHECKTOF\_MX\_EI NEG\_CI NEG.m

## Schritt 8. Erstellen von MMCHECKTOF\_MX\_EI NEG\_CI NEG.m

• Legen Sie die Parameter für MMCHECKTOF\_MX\_EI NEG\_CI NEG.m fest.

Ion Source	Data Acq	uisition	Ref. Ma	asses   C	hromatogram	Tune   Calibr	ation	Parameters	Diagnostics
Television (1996)	MMI (Seg.)					MS TOF (S	can) —		MMI
Ion Polarity (Seg.)	Gas Temp	350	С	300	C	Fragmentor	225	V	Source (Seg.)
	Vaporizer	200	с	199	C			_	C ESI
Folarity Switch per scan Select Scan to Display	Drying Gas	5.0	l/min	3.4	I/min	Skimmer	60	V	C APCI
Time and Scan Segments	Nebulizer	60	psig	20	psig	OCT RF V	250		ESI/APCI
Time (minutes) Scans	- MML (Scan)				16.32				
Add 0.00	VCap	1000	v	Capillary	0.000 μ/	A Chamber	0.00	μΑ	Charging Voltage
Del 0.00 1 Add	Corona -	1.0	μΑ	Corona	2551 V				2000 V
Med	4	<u>e</u>							

#### Abbildung 30 Erfassung

Ion Polarity (Seg.)	Chromatogram Details Type EIC 💌	Segments	Chromatograms           1 Crystal Violet           2 1-Hexanesulfonic acid	Reset
Polarity Switch per scan Select Scan to Display	Label 1-Hexanesulfonic acid	Add->	3 Carbazole 4 9-Phenanthrol	
Time and Scan Segments Time (minutes) Scans	Extracted 165-165.3	Scans Modify		
Add 0.00	Uffset         15         %           Y-axis range         1000000         counts	Scan 2 Scan 3 Scan 4		
Mod	Add Chromatogram with index			

Abbildung 31 Chromatogramm

lonisierungsmodus		MM-ES+APCI	
Polarität		Negativ	
1100 Binäre Pumpe 1			
Steuerung			
Säulenfluss		0,400 mL/min	
Stoppzeit		Keine Begrenzung	
Nachspülzeit		Aus	
Lösungsmittel			
Lösungsmittel A		100 % (65 % MeOH: 35 %	H <sub>2</sub> O + 0,2 % Essigsäure)
Lösungsmittel B		0,0 %	
Druckgrenzwerte			
Mindestdruck		0 bar	
Maximaldruck		400 bar	
Sprühkammer			
[MSZones]			
Gastemperatur	350 °C		Maximum 350 °C
Verdampfer	200 °C		Maximum 250 °C
Trockengas	5,0 L/m	iin	Maximum 13,0 L/min
Zerstäuberdruck	60 psig		Maximum 60 psig
VCap (Positiv)	1000 V		
VCap (Negativ)	1000 V		
VCharge (Positiv)	2000 V		
VCharge (Negativ)	2000 V		
Corona (Positiv)	1,0 µA		
Corona (Negativ)	1,0 µA		

Schritt 9. Ausführen aller erstellten Methoden

## Schritt 9. Ausführen aller erstellten Methoden

 Führen Sie alle Methoden aus, die Sie gerade erstellt haben. Das Echtzeit-Diagramm unten zeigt die sechs Analysenläufe.



2 Prüfen Sie die Analyst-Daten für MM\_ESI\_pos.wif. Extrahiertes Ion 372-372.4. Zeichnen Sie die Peakhöhe auf. Beispiel: 91.000.



Schritt 9. Ausführen aller erstellten Methoden



**3** Prüfen Sie die Daten im Datenanalyseprogramm für MM\_ESI\_Neg. Extrahiertes Ion 165-165.4. Zeichnen Sie die Peakhöhe auf. Beispiel: 97.000.

Schritt 9. Ausführen aller erstellten Methoden

**4** Prüfen Sie die Daten im Datenanalyseprogramm für MM\_APCI\_POS. Extrahiertes Ion 168-168.4. Zeichnen Sie die Peakhöhe auf. Beispiel 140.000.



**5** Prüfen Sie die Daten im Datenanalyseprogramm für MM\_APCI\_Neg. Extrahiertes Ion 193-193.4. Zeichnen Sie die Peakhöhe auf. Beispiel 640.000.



Schritt 9. Ausführen aller erstellten Methoden

- TIC of +TOF MS: from MM\_ESI\_APCI\_pos.wiff Max. 2.1e6 cps. 105.00 181.07 211.04 181.07 2.0e6 100.94 100.94 100.94 100.94 100.94 cps Intensity, 1.0e6 0.0 1,4 1.5 Time, min 0.2 0.4 1.0 1.2 1.8 2.0 2.2 2.4 2.6 2.8 3.0 0.6 0.8 XIC of +TOF MS: 372 to 372.4 amu from MM\_ESI\_APCI\_pos.wiff Max. 5.7e4 cps 372.25 5.5e4 5.0e4 4.5e4 4.0e4 3.5e4 ntensity, cps 3.0e4 2.5e4 2.0e4 1.5e4 1.0e4 5000.0 0.0 0.2 0.4 0.6 0.8 1.0 1.2 1.6 1.8 2.0 2.2 2.4 2.6 2.8 3.0 1.4 Time, min
- **6** Prüfen Sie die Daten im Datenanalyseprogramm für MM\_ESI\_APCI\_POS. Extrahiertes Ion 372-372.4. Zeichnen Sie die Peakhöhe auf. Beispiel: 57.000.

Schritt 9. Ausführen aller erstellten Methoden

7 Prüfen Sie die Daten im Datenanalyseprogramm für MM\_ ESI\_APCI\_POS. Extrahiertes Ion 168-168.4. Zeichnen Sie die Peakhöhe auf. Beispiel: 34.000.



Schritt 9. Ausführen aller erstellten Methoden

**8** Prüfen Sie die Daten im Datenanalyseprogramm für MM\_ ESI\_APCI\_NEG. Extrahiertes Ion 165-165.4. Zeichnen Sie die Peakhöhe auf. Beispiel: 110.000.



Schritt 9. Ausführen aller erstellten Methoden

**9** Prüfen Sie die Daten im Datenanalyseprogramm für MM\_ ESI\_APCI\_NEG. Extrahiertes Ion 193-193.4. Zeichnen Sie die Peakhöhe auf. Beispiel: 400.000.



Schritt 10. Berechnen des Response der Multimode-Musterprobe

# Schritt 10. Berechnen des Response der Multimode-Musterprobe

1 Tragen Sie manuell die Werte in den Multimode-Ionenquellen-Bericht ein.

Die manuell eingetragenen Werte im Beispielbericht unten entsprechen den Daten, die bei den Analysenläufen in den vorherigen Schritten erfasst wurden. Dies ist ein Beispiel dafür, wie die Werte des installierten und überprüften Geräts eingetragen werden müssen. Der leere Bericht für Daten installierter Geräte befindet sich auf der nächsten Seite.

	ultimode	Ion Source	Report			
SD type: TOF		Instrument	name:		Operator	name:
cquisition date:	23-Feb-2	2006				
atafiles: MM_ESI_pos.wif MM_ESI_Neg.wif MM_APCI_POS.wif MM_APCI_NEG.wif MM_ESI_APCI_POS.\ MM_ESI_APCI_NEG.\	vif vif					
		ESI Comp	ound Resul	ts		
Compound	m/z	ESI Comp	ESI   mode	ts Mixed   mode	Mixed:ESI ratio	Result
Compound Crystal violet	m/z 372.2	ESI Comp Polarity Positive	ESI mode 91k	Mixed   mode   57k	Mixed:ESI ratio 63%	Result   Pass

Compound	m/z	Polarity	APCI mode	Mixed mode	Mixed:APCI ratio	Result
Carbazole	168.1	Positive	140k	34k	24%	Pass
0 Phonesthrol	102.1	Nogativo			6.2%	

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

**2** Führen Sie alle Methoden aus und erfassen Sie die Peakhöhen. Berechnen Sie den Wert des Signals.

Schritt 11. Ausfüllen des Multimode-Berichts zur Berechnung der Peakhöhen

# Schritt 11. Ausfüllen des Multimode-Berichts zur Berechnung der Peakhöhen

• Füllen Sie den Multimode-Bericht zur Berechnung der Peakhöhen anhand der Grafik unten aus.

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_NEG.wif MM_ESI_APCI_POS.v MM_ESI_APCI_POS.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	pound Res	ults		
Compound	m/z	Polarity	APCI mode	Mixed   mode	Mixed:APCI   ratio	Result
Carbazole	168.1	Positive				
	1					

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

Schritt 11. Ausfüllen des Multimode-Berichts zur Berechnung der Peakhöhen

## Index

## A

Automatisches Tuning, 25

## E

Einlassfilter des Umschaltventils, 20 ESI Konvertieren von, 15 Wechseln zu, 14

## 

Installation, 7

## Μ

Methode Grundlegende Einrichtung, 22 Multimode Bild der Quelle, 21 Zerstäuber, 19

## 0

Öffnen der Multimode-Ionenquelle, 24

## S

Sprühabschirmung für Multimode-Ionenquelle, 17

## T

Teile Multimode-Sprühabschirmung, 17

### W

Wechseln von ESI oder APCI, 15 Wechseln zu ESI oder APCI, 14 Index

## www.agilent.com

## **Inhalt dieses Buchs**

Dieses Buch enthält Anleitungen zur Installation, Bedienung, Wartung und Fehlerbehebung der Multimode-Ionenquelle für Q-TOF LC/MS der Serie 6500.

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

Gedruckt in USA Erste Ausgabe, Dezember 2008



G1978-92100



**Agilent Technologies**