

Agilent G1978B Multimode-Ionenquelle für Single Quad LC/MS der Serie 6100

Einrichtungshandbuch



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

G1978-92070

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 Nanoelektrospray-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 überprüft wird.

2 Verifizierung

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

3 Methoden

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

Inhalt

1 Installation

Installation 8 Schritt 1. Vorbereitung der Installation 8 Schritt 2. HV-Steuerungs-PCA und Kabel installieren 9

Quellen ändern 14

So entfernen Sie die Multimode-Ionenquelle14So wechseln Sie von Multimode zu ESI, APCI oder APPI15So wechseln Sie von ESI, APCI oder APPI zur Multimode-Ionenquelle16

2 Verifizierung

- So überprüfen Sie die Empfindlichkeit für 6120 Quad G1978B Multimode, Positive SIM-Modi 24
- So überprüfen Sie die Empfindlichkeit für 6130 und 6140 Quads G1978B Multimode, Positive SIM-Modi 26
- So überprüfen Sie die Empfindlichkeit für 6130 und 6140 Quads G1978B Multimode, Positive Scan-Modi 30
- So überprüfen Sie die Empfindlichkeit für das G1978B Multimode mithilfe der Multiple FIA-Methode im Mischmodus-Betrieb 33

So führen Sie ein automatisches Tuning durch 35

Beispiel eines Multimode-Verifizierungsberichts 37

3 Methoden

- So richten Sie eine Methode für die Verwendung der Multimode-Ionenquelle ein 40
- So erstellen Sie eine Methode für den Betrieb im positiven/negativen Mischmodus 42
- So erstellen Sie eine Methode für einen ESI- und APCI-Wechselbetrieb 44

Inhalt



Agilent G1978B Multimode-Ionenquelle für Single Quad LC/MS der Serie 6100 Einrichtungshandbuch

Installation

Installation 8 Schritt 1. Vorbereitung der Installation 8 Schritt 2. HV-Steuerungs-PCA und Kabel installieren 9 Quellen ändern 14 So entfernen Sie die Multimode-Ionenquelle 14 So wechseln Sie von Multimode zu ESI, APCI oder APPI 15 So wechseln Sie von ESI, APCI oder APPI 2ur Multimode-Ionenquelle 16

Dieses Kapitel enthält Anleitungen zur Installation der Multimode-Ionenquelle auf einem Single Quad LC/MS-System der Serie 6100 sowie zum Entfernen und Austauschen der Quelle.



1 Installation Installation

Installation

In diesem Abschnitt wird erläutert, wie die G1978B Multimode-Ionenquelle auf einem Single Quad LC/MS-Gerät der Serie 6100 installiert wird. Die G1978A-Multimode-Ionenquelle wird von diesen Geräten nicht unterstützt.

Das Single Quad LC/MS-System der Serie 6100 mit Multimode-Ionenquelle wird auf ChemStation B.03.01 oder höher bzw. auf ChemStation B.01.03 mit einem Patch unterstützt.

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-Stromversorgung, Best.-Nr. G1960-60802
- Ventil-BD-APCI-Nadelverriegelung, Best.-Nr. G1960-60856





1

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.

Heben Sie das Netzkabel sorgfältig auf, falls der Vakuumregelungsschaltkasten verwendet wird. Der Schaltkasten dient dazu, das Vakuum aufrechtzuerhalten, während ein Kundendiensttechniker an der Elektronik arbeitet. Der Schaltkasten ist nur für den Kundendiensttechniker 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.





Abbildung 3 Trennen der Vcap/Vchamber-Stromversorgung von der Ventil-PCA (links) und der Vcap/Vchamber.

Schritt 2. HV-Steuerungs-PCA und Kabel installieren

- **4** Führen Sie die Multimode-HV-Stromversorgungs-PCA in den Schlitz zwischen der Ventil-PCA und der Vcap/Vchamber. 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.





- **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.





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 das ChemStation-Programm.

- 17 Klicken Sie auf die Ansicht Method and Run Control > MSD > Spray Chamber (Methoden- und Laufsteuerung, MSD, Sprühkammer) und stellen Sie sicher, dass es sich bei der Quelle um eine MM-Quelle handelt.
- **18** Starten Sie vom Fenster "MSD Tune" (MSD-Tuning) aus das automatische Tuning für eine Multimode-Ionenquelle.
- **19** Vergewissern Sie sich, dass die Multimode-Ionenquelle ordnungsgemäß funktioniert.

Quellen ändern

So entf	ernen Sie die Multimode-Ionenquelle				
	Führen Sie die folgenden Schritte aus, um die Multimode-Ionenquelle zu entfernen.				
	1 Die Quellentemperaturen für die Verdampfer- und Trockengasheizungen müssen auf ein Minimum eingestellt werden, damit die Quelle abgekühlt wird.				
	Verwenden Sie den Menübefehl Tune > Instrument > Edit Spray Chamber (Tuning, Gerät, Sprühkammer bearbeiten), um das Dialogfeld "Edit Spray Chamber" (Sprühkammer bearbeiten) aufzurufen. Stellen Sie den Trockengasfluss, den Zerstäubergasfluss, die Trockengastemperatur und die Verdampfertemperatur auf die Mindestwerte ein.				
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, APCI oder APPI

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 Wenn es sich bei der zu installierenden Quelle um eine APPI-Quelle handelt, ziehen Sie das Multimode-Hochspannungs-PCA-RS-232-Kabel vom seriellen Anschluss B der Smart Card ab.
- **2** Schrauben Sie die Multimode-Sprühabschirmung mit den Feldformungselektroden ab und entfernen Sie sie.
- **3** 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.
- 4 Schließen Sie bei der APCI- und APPI-Ionenquelle das Verdampferheizungskabel und das APCI-Hochspannungskabel an. Schließen Sie bei der APPI-Quelle das RS-232-Kabel an den seriellen Anschluss B der Smart Card an.
- **5** Schließen Sie bei allen Quellen den Gasleitungsschlauch des Zerstäubers und den LC/MS-Probenschlauch an.

1

So wechseln Sie von ESI, APCI oder APPI zur Multimode-Ionenquelle

So wechseln Sie von ESI, APCI oder APPI 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 Wechseln Sie zur Ansicht MSD Tune (MSD-Tuning).
- 2 Wählen Sie Instrument/Set Spray Chamber (Gerät, Sprühkammer festlegen) und stellen Sie alle Gasflüsse und Temperaturen auf 0.
 - Trockengas (L/min)
 - Zerstäuberdruck (psig)
 - Trockengastemperatur (°C)
 - Verdampfungstemperatur (nur APCI-Quelle)
 - Lampe aus (nur APPI-Quelle)
- **3** Warten Sie, bis die Quelle abgekühlt ist (bzw. bis die Temperatur mindestens unter 100 °C ist).
- **4** Ziehen Sie die Zerstäubergasschläuche von der aktuell installierten Ionenquelle ab.
- 5 Ziehen Sie die LC/MS-Probeneinlassschläuche ab.
- **6** Wenn die APCI- oder APPI-Quelle installiert ist, entfernen Sie das Heizungskabel des APCI-Verdampfers und das APCI-Hochspannungskabel.
- **7** Wenn die APPI-Quelle installiert ist, entfernen Sie das RS-232-Kabel des seriellen B-Anschlusses.
- **8** Entfernen Sie die aktuell installierte Quelle.
- **9** 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.

So wechseln Sie von ESI, APCI oder APPI zur Multimode-Ionenquelle

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.



Abbildung 11 Standardsprühabschirmung und Kapillarkappe für ESI oder APCI

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

So wechseln Sie von ESI, APCI oder APPI zur Multimode-Ionenquelle



Abbildung 12 Sprühabschirmung entfernt.

- 11 Setzen Sie die Kapillarkappe wieder auf die Kapillare.
- **12** Installieren Sie die neue Sprühabschirmung mit Feldformungselektroden. Siehe Abbildung 13.



Abbildung 13 Multimode-Sprühabschirmung

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

So wechseln Sie von ESI, APCI oder APPI zur Multimode-Ionenquelle



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.

14 Entfernen Sie die Versandabdeckung von der Sprühkammer der Multimode-Ionenquelle.



Abbildung 15 Multimode-Sprühkammer

So wechseln Sie von ESI, APCI oder APPI zur Multimode-Ionenquelle





15 Montieren Sie die Sprühkammer auf der Sprühkammerhalterung.

Abbildung 16 Multimode-Ionenquelle mit I-Taste

16 Installieren Sie den Zerstäuber auf der Sprühkammer der Multimode-Ionenquelle.



Abbildung 17 Kein Zerstäuber auf der Multimode-Ionenquelle

17 Verbinden Sie die LC/MS-Zentraleinheit über den

1/8-Zoll-Zerstäubergasschlauch mit dem Zerstäubergas-Fitting. Siehe Abbildung 18.

So wechseln Sie von ESI, APCI oder APPI zur Multimode-Ionenquelle



Abbildung 18 Zerstäuber mit angeschlossenem Gasschlauch

18 Schließen Sie den LC/MS-Probenschlauch an den Einlassfilter des LC/MS-Umschaltventils an. Siehe Abbildung 19 auf Seite 22.

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.

So wechseln Sie von ESI, APCI oder APPI zur Multimode-Ionenquelle



Abbildung 19 LC/MS-Probenschlauch mit dem LC/MS-Einlassfilter verbunden

19 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 Single Quad LC/MS der Serie 6100 Einrichtungshandbuch

2 Verifizierung

- So überprüfen Sie die Empfindlichkeit für 6120 Quad G1978B Multimode, Positive SIM-Modi 24
- So überprüfen Sie die Empfindlichkeit für 6130 und 6140 Quads G1978B Multimode, Positive SIM-Modi 26
- So überprüfen Sie die Empfindlichkeit für 6130 und 6140 Quads G1978B Multimode, Positive Scan-Modi 30
- So überprüfen Sie die Empfindlichkeit für das G1978B Multimode mithilfe der Multiple FIA-Methode im Mischmodus-Betrieb 33
- So führen Sie ein automatisches Tuning durch 35
- Beispiel eines Multimode-Verifizierungsberichts 37

Dieses Kapitel enthält Anweisungen zur Überprüfung Ihres G1978B Multimode Single Quad LC/MS-Geräts der Serie 6100.



So überprüfen Sie die Empfindlichkeit für 6120 Quad - G1978B Multimode, Positive SIM-Modi

So überprüfen Sie die Empfindlichkeit für 6120 Quad - G1978B Multimode, Positive SIM-Modi

HINWEIS

Das G6110A-Gerät unterstützt die Multimode-Ionenquelle nicht ohne das Auswahlventil. Verwenden Sie das Optionskit G2735H, damit der G6110A mit der Multimode-Ionenquelle arbeiten kann.

Vorbereitung

- Geben Sie 1 mL von 5-ng/µL-Reserpin (Agilent G2423A) in einen 50-mL-Messkolben. Verwenden Sie eine saubere Messpipette.
- **2** Verdünnen Sie bis zur 50-mL-Marke mit Methanol/Wasser im Verhältnis 75:25 mit 0,1 % Ameisen- oder Essigsäure.
- **3** Geben Sie 1 mL von der ersten Verdünnungslösung in einen zweiten 50-mL-Messkolben. Verwenden Sie eine saubere Messpipette.
- **4** Verdünnen Sie bis zur 50-mL-Marke mit Methanol/Wasser im Verhältnis 75:25 mit 0,1 % Ameisen- oder Essigsäure.

Dies ergibt die 2-pg/µL-Reserpinkonzentration, die für die Leistungsverifizierung benötigt wird.

5 Geben Sie ungefähr 1 mL von der zweiten Verdünnungslösung in eine Probenflasche zur Verwendung im automatischen LC-Probengeber.

	G1978B ES Positiver SIM-Modus	G1978B APCI Positiver SIM-Modus
Probe	Reserpin, 5 ng/µL	Reserpin, 5 ng/µL
Konzentration nach Verdünnung	2 pg/µL	2 pg/µL
Injektionsvolumen	5 μL	5 μL
Gesamtmenge der injizierten Probe	10 pg	10 pg
Proben-BestNr.	G2423A	G2423A

 Tabelle 1
 6110 und 6120 Quad Leistungsverifizierung - Übersichtstabelle

So überprüfen Sie die Empfindlichkeit für 6120 Quad - G1978B Multimode, Positive SIM-Modi

	G1978B ES Positiver SIM-Modus	G1978B APCI Positiver SIM-Modus
Lösungsmittel	75:25 Methanol/Wasser mit 0,1 % Ameisen- oder Essigsäure	75:25 Methanol/Wasser mit 0,1 % Ameisen- oder Essigsäure
Methodenname	6110SIMES_MM.M (6110 Quad)	6110SIMCI_MM.M (6110 Quad)
	6120SIMES_MM.M (6120 Quad)	6120SIMCI_MM.M (6120 Quad)
Leistungsspezifikation	20: 1 pk-pk 100: 1 rms	10: 1 pk-pk 50: 1 rms

Tabelle 1 6110 und 6120 Quad Leistungsverifizierung - Übersichtstabelle

Empfindlichkeitsverifizierung für Multimode in ESI, Positiver SIM-Modus

- 1 Starten Sie die ChemStation-Software.
- **2** Wechseln Sie zur Ansicht **MSD Tune** (MSD-Tuning) und starten Sie das automatische Tuning.

Sie müssen nach Abschluss des automatischen Tunings möglicherweise bis zu 30 Minuten warten, bevor Sie fortfahren, damit die Kalibrierlösung aus dem Quad-Gerät gepumpt werden kann. Dadurch werden mögliche Hintergrundsignale von der Kalibrierlösung minimiert.

- **3** Wechseln Sie zur Ansicht **Method and Run Control** (Methoden- und Laufsteuerung) und laden Sie die Methode **6120SIMES_MM.M** (6120-Modell).
- **4** Bearbeiten Sie die Methode, um sicherzugehen, dass Methanol/Wasser im Verhältnis 75:25 mit 0,1 % Ameisen- oder Essigsäure als LC-Lösungsmittel ausgewählt ist.
- 5 Stellen Sie die Probenflaschen in den automatischen LC-Probengeber.
 - Position 1: leer, Probenflasche ohne Verschluss
 - Position 2: Probenflasche mit dem für die Verdünnung verwendeten Lösungsmittel (Blindlösung)
 - Position 3: Probenflasche mit der Reserpinprobe (2 pg/µL)
- **6** Führen Sie die Methode aus.

So überprüfen Sie die Empfindlichkeit für 6130 und 6140 Quads - G1978B Multimode, Positive SIM-Modi

Die Methode führt einen FIA-Lauf mit einer Injektion der leeren Probenflasche, fünf Injektionen der Blindlösung und fünf Injektionen der Reserpinprobe aus.

Möglicherweise müssen Sie den Zerstäuberdruck weiter optimieren, indem Sie FIA-Experimente durchführen, um eine maximale Geräteempfindlichkeit zu erzielen.

7 Überprüfen Sie die Ergebnisse.

Wenn die Methode beendet ist, wird ein Bericht ausgedruckt, in dem das Signal/Rausch-Verhältnis für die fünf Blindlösungs- und fünf Probe-Peaks sowie der Durchschnitt (ohne Blindlösung) der Probe-Peaks angegeben sind. Der durchschnittliche Wert des Signal/Rausch-Verhältnisses (ohne Blindlösung) muss größer gleich 20:1 Peak zu Peak (100:1 RMS) sein.

So überprüfen Sie die Empfindlichkeit für 6130 und 6140 Quads -G1978B Multimode, Positive SIM-Modi

Vorbereitung

- Geben Sie 1 mL von 5-ng/µL-Reserpin (Agilent G2423A) in einen 50-mL-Messkolben. Verwenden Sie eine saubere Messpipette.
- **2** Verdünnen Sie bis zur 50-mL-Marke mit Methanol/Wasser im Verhältnis 75:25 mit 5 mM Ammoniumformiat.
- **3** Geben Sie 1 mL von der ersten Verdünnungslösung in einen 100-mL-Messkolben. Verwenden Sie eine saubere Messpipette.
- **4** Verdünnen Sie bis zur 100-mL-Marke mit Methanol/Wasser im Verhältnis 75:25 mit 5 mM Ammoniumformiat.

Dies ergibt die 1-pg/ μ L-Reserpinkonzentration, die für die Leistungsverifizierung benötigt wird.

5 Geben Sie ungefähr 1 mL von der zweiten Verdünnungslösung in eine Probenflasche für den automatischen Probengeber.

So überprüfen Sie die Empfindlichkeit für 6130 und 6140 Quads - G1978B Multimode, Positive SIM-Modi

	G1978B ES Positiver SIM-Modus	G1978B APCI Positiver SIM-Modus	
Probe	Reserpin, 5 ng/µL	Reserpin, 5 ng/µL	
Konzentration nach Verdünnung	1 pg/µL	1 pg/µL	
Injektionsvolumen	1 µL	1 µL	
Gesamtmenge der injizierten Probe	1 pg	1 pg	
Proben-BestNr.	G2423A	G2423A	
Lösungsmittel	75:25 Methanol/Wasser mit 5 mM Ammoniumformiat	75:25 Methanol/Wasser mit 5 mM Ammoniumformiat	
Methodenname	6130SIMES_MM.M (6130-Modell) 6140SIMES_MM_M	6130SIMCI_MM.M (6140-Modell)	
	(6140-Modell)	(6140-Modell)	
Leistungsspezifikation	20: 1 pk-pk 100: 1 rms	10: 1 pk-pk 50: 1 rms	

 Tabelle 2
 6130 und 6140 Quad Leistungsverifizierung - Zusammenfassung, SIM-Modus

Empfindlichkeitsverifizierung für Multimode in ESI, Positiver SIM-Modus

- 1 Starten Sie die ChemStation-Software.
- **2** Wechseln Sie zur Ansicht **MSD Tune** (MSD-Tuning) und starten Sie das automatische Tuning.

Sie müssen nach Abschluss des automatischen Tunings möglicherweise bis zu 30 Minuten warten, bevor Sie fortfahren, damit die Kalibrierlösung aus dem Quad-Gerät gepumpt werden kann. Dadurch werden mögliche Hintergrundsignale von der Kalibrierlösung minimiert.

3 Wechseln Sie zur Ansicht **Method and Run Control** (Methoden- und Laufsteuerung) und laden Sie die Methode **6130SIMES_MM.M** (6130-Modell) oder **6140SIMES_MM.M** (6140-Modell).

So überprüfen Sie die Empfindlichkeit für 6130 und 6140 Quads - G1978B Multimode, Positive SIM-Modi

- **4** Bearbeiten Sie die Methode, um sicherzugehen, dass Methanol/Wasser im Verhältnis 75:25 mit 5 mM Ammoniumformiat als LC-Lösungsmittel ausgewählt ist.
- 5 Stellen Sie die Probenflaschen in den automatischen LC-Probengeber.
 - Position 1: leer, Probenflasche ohne Verschluss
 - Position 2: Probenflasche mit dem für die Verdünnung verwendeten Lösungsmittel (Blindlösung)
 - Position 3: Probenflasche mit der Reserpinprobe $(1 \text{ pg}/\mu\text{L})$
- **6** Führen Sie die Methode aus.

Die Methode führt einen FIA-Lauf mit einer Injektion der leeren Probenflasche, fünf Injektionen der Blindlösung und fünf Injektionen der Reserpinprobe aus.

Möglicherweise müssen Sie den Zerstäuberdruck weiter optimieren, indem Sie FIA-Experimente durchführen, um eine maximale Geräteempfindlichkeit zu erzielen.

7 Überprüfen Sie die Ergebnisse.

Wenn die Methode beendet ist, wird ein Bericht ausgedruckt, in dem das Signal/Rausch-Verhältnis für die fünf Blindlösungs- und fünf Probe-Peaks sowie der Durchschnitt (ohne Blindlösung) der Probe-Peaks angegeben sind. Der durchschnittliche Wert des Signal/Rausch-Verhältnisses (ohne Blindlösung) muss größer gleich 20:1 Peak zu Peak (100:1 RMS) sein.

Empfindlichkeitsverifizierung für Multimode in APCI, Positiver SIM-Modus

- 1 Starten Sie die ChemStation-Software.
- **2** Wechseln Sie zur Ansicht **MSD Tune** (MSD-Tuning) und starten Sie das automatische Tuning.

Sie müssen nach Abschluss des automatischen Tunings möglicherweise bis zu 30 Minuten warten, bevor Sie fortfahren, damit die Kalibrierlösung aus dem Quad-Gerät gepumpt werden kann. Dadurch werden mögliche Hintergrundsignale von der Kalibrierlösung minimiert.

3 Wechseln Sie zur Ansicht **Method and Run Control** (Methoden- und Laufsteuerung) und laden Sie die Methode **6130SIMCI_MM.M** (6130-Modell) oder **6140SIMCE_MM.M** (6140-Modell). So überprüfen Sie die Empfindlichkeit für 6130 und 6140 Quads - G1978B Multimode, Positive SIM-Modi

- **4** Bearbeiten Sie die Methode, um sicherzugehen, dass Methanol/Wasser im Verhältnis 75:25 mit 5 mM Ammoniumformiat als LC-Lösungsmittel ausgewählt ist.
- 5 Stellen Sie die Probenflaschen in den automatischen LC-Probengeber.
 - Position 1: leer, Probenflasche ohne Verschluss
 - Position 2: Probenflasche mit dem für die Verdünnung verwendeten Lösungsmittel (Blindlösung)
 - Position 3: Probenflasche mit der Reserpinprobe $(1 \text{ pg}/\mu\text{L})$
- **6** Führen Sie die Methode aus.

Möglicherweise müssen Sie den Zerstäuberdruck weiter optimieren, indem Sie FIA-Experimente durchführen, um eine maximale Geräteempfindlichkeit zu erzielen.

Die Methode führt einen FIA-Lauf mit einer Injektion der leeren Probenflasche, fünf Injektionen der Blindlösung und fünf Injektionen der Reserpinprobe aus.

7 Überprüfen Sie die Ergebnisse.

Wenn die Methode beendet ist, wird ein Bericht ausgedruckt, in dem das Signal/Rausch-Verhältnis für die fünf Blindlösungs- und fünf Probe-Peaks sowie der Durchschnitt (ohne Blindlösung) der Probe-Peaks angegeben sind. Der durchschnittliche Wert des Signal/Rausch-Verhältnisses (ohne Blindlösung) muss größer gleich 10:1 Peak zu Peak (50:1 RMS) sein.

So überprüfen Sie die Empfindlichkeit für 6130 und 6140 Quads - G1978B Multimode, Positive Scan-Modi

So überprüfen Sie die Empfindlichkeit für 6130 und 6140 Quads -G1978B Multimode, Positive Scan-Modi

Vorbereitung

- Geben Sie 1 mL von 5-ng/µL-Reserpin (Agilent G2423A) in einen 50-mL-Messkolben. Verwenden Sie eine saubere Messpipette.
- **2** Verdünnen Sie bis zur 50-mL-Marke mit Methanol/Wasser im Verhältnis 75:25 mit 5 mM Ammoniumformiat.
- **3** Geben Sie 5 mL von der ersten Verdünnungslösung in einen 50-mL-Messkolben. Verwenden Sie eine saubere Messpipette.
- **4** Verdünnen Sie bis zur 50-mL-Marke mit Methanol/Wasser im Verhältnis 75:25 mit 5 mM Ammoniumformiat.

Dies ergibt die 10-pg/µL-Reserpinkonzentration, die für die Leistungsverifizierung benötigt wird.

5 Geben Sie ungefähr 1 mL von der zweiten Verdünnungslösung in eine Probenflasche für den automatischen Probengeber.

	G1978B ES Positiver SCAN-Modus	G1978B APCI Positiver SCAN-Modus
Probe	Reserpin, 5 ng/µL	Reserpin, 5 ng/µL
Konzentration nach Verdünnung	10 pg/µL	10 pg/µL
Injektionsvolumen	5 µL	5 µL
Gesamtmenge der injizierten Probe	50 pg	50 pg
Proben-BestNr.	G2423A	G2423A
Lösungsmittel	75:25 Methanol/Wasser mit 5 mM Ammoniumformiat	75:25 Methanol/Wasser mit 5 mM Ammoniumformiat

 Tabelle 3
 6130 und 6140 Quad Leistungsverifizierung - Zusammenfassung, Scan-Modus

So überprüfen Sie die Empfindlichkeit für 6130 und 6140 Quads - G1978B Multimode, Positive Scan-Modi

	G1978B ES Positiver SCAN-Modus	G1978B APCI Positiver SCAN-Modus
Methodenname	6130SCNES_MM.M (6130 Quad)	6130SCNCI_MM.M (6130 Quad)
	6140SCNES_MM.M (6140 Quad)	6140SCNCI_MM.M (6140 Quad)
Leistungsspezifikation	20: 1 pk-pk 100: 1 rms	10: 1 pk-pk 50: 1 rms

 Tabelle 3
 6130 und 6140 Quad Leistungsverifizierung - Zusammenfassung, Scan-Modus

Empfindlichkeitsverifizierung für Multimode in ESI, Positiver Scan-Modus

- 1 Starten Sie die ChemStation-Software.
- **2** Wechseln Sie zur Ansicht **MSD Tune** (MSD-Tuning) und starten Sie das automatische Tuning.

Sie müssen nach Abschluss des automatischen Tunings möglicherweise bis zu 30 Minuten warten, bevor Sie fortfahren, damit die Kalibrierlösung aus dem Quad-Gerät gepumpt werden kann. Dadurch werden mögliche Hintergrundsignale von der Kalibrierlösung minimiert.

- **3** Wechseln Sie zur Ansicht **Method and Run Control** (Methoden- und Laufsteuerung) und laden Sie die Methode **6130SCNES_MM.M** (für 6130) oder **6140SCNES_MM.M** (für 6140).
- **4** Bearbeiten Sie die Methode, um sicherzugehen, dass Methanol/Wasser im Verhältnis 75:25 mit 5 mM Ammoniumformiat als LC-Lösungsmittel ausgewählt ist.
- 5 Stellen Sie die Probenflaschen in den automatischen LC-Probengeber.
 - Position 1: leer, Probenflasche ohne Verschluss
 - Position 2: Probenflasche mit dem für die Verdünnung verwendeten Lösungsmittel (Blindlösung)
 - Position 3: Probenflasche mit der Reserpinprobe $(10 \text{ pg/}\mu\text{L})$
- 6 Führen Sie die Methode aus.

Möglicherweise müssen Sie den Zerstäuberdruck weiter optimieren, indem Sie FIA-Experimente durchführen, um eine maximale Geräteempfindlichkeit zu erzielen.

So überprüfen Sie die Empfindlichkeit für 6130 und 6140 Quads - G1978B Multimode, Positive Scan-Modi

Die Methode führt einen FIA-Lauf mit einer Injektion der leeren Probenflasche, fünf Injektionen der Blindlösung und fünf Injektionen der Reserpinprobe aus.

7 Überprüfen Sie die Ergebnisse.

Wenn die Methode beendet ist, wird ein Bericht ausgedruckt, in dem das Signal/Rausch-Verhältnis für die fünf Blindlösungs- und fünf Probe-Peaks sowie der Durchschnitt (ohne Blindlösung) der Probe-Peaks angegeben sind. Der durchschnittliche Wert des Signal/Rausch-Verhältnisses (ohne Blindlösung) muss größer gleich 20:1 Peak zu Peak (100:1 RMS) sein.

Empfindlichkeitsverifizierung für Multimode in APCI, Positiver Scan-Modus

- 1 Starten Sie die ChemStation-Software.
- **2** Wechseln Sie zur Ansicht **MSD Tune** (MSD-Tuning) und starten Sie das automatische Tuning.

Sie müssen nach Abschluss des automatischen Tunings möglicherweise bis zu 30 Minuten warten, bevor Sie fortfahren, damit die Kalibrierlösung aus dem Quad-Gerät gepumpt werden kann. Dadurch werden mögliche Hintergrundsignale von der Kalibrierlösung minimiert.

- **3** Wechseln Sie zur Ansicht **Method and Run Control** (Methoden- und Laufsteuerung) und laden Sie die Methode **6130SCNCI_MM.M** (6130-Modell) oder **6140SCNCI_MM.M** (6140-Modell).
- **4** Bearbeiten Sie die Methode, um sicherzugehen, dass Methanol/Wasser im Verhältnis 75:25 mit 5 mM Ammoniumformiat als LC-Lösungsmittel ausgewählt ist.
- 5 Stellen Sie die Probenflaschen in den automatischen LC-Probengeber.
 - Position 1: leer, Probenflasche ohne Verschluss
 - Position 2: Probenflasche mit dem für die Verdünnung verwendeten Lösungsmittel (Blindlösung)
 - Position 3: Probenflasche mit der Reserpinprobe $(10 \text{ pg/}\mu\text{L})$
- 6 Führen Sie die Methode aus.

Die Methode führt einen FIA-Lauf mit einer Injektion der leeren Probenflasche, fünf Injektionen der Blindlösung und fünf Injektionen der Reserpinprobe aus. So überprüfen Sie die Empfindlichkeit für das G1978B Multimode mithilfe der Multiple FIA-Methode im Mischmodus-Betrieb

> Möglicherweise müssen Sie den Zerstäuberdruck weiter optimieren, indem Sie FIA-Experimente durchführen, um eine maximale Geräteempfindlichkeit zu erzielen.

7 Überprüfen Sie die Ergebnisse.

Wenn die Methode beendet ist, wird ein Bericht ausgedruckt, in dem das Signal/Rausch-Verhältnis für die fünf Blindlösungs- und fünf Probe-Peaks sowie der Durchschnitt (ohne Blindlösung) der Probe-Peaks angegeben sind. Der durchschnittliche Wert des Signal/Rausch-Verhältnisses (ohne Blindlösung) muss größer gleich 10:1 Peak zu Peak (50:1 RMS) sein.

So überprüfen Sie die Empfindlichkeit für das G1978B Multimode mithilfe der Multiple FIA-Methode im Mischmodus-Betrieb

Vorbereitung

1 Führen Sie bei Bedarf ein automatisches Tuning durch.

Sie müssen nach Abschluss des automatischen Tunings möglicherweise bis zu 30 Minuten warten, bevor Sie fortfahren, damit die Kalibrierlösung aus dem Quad-Gerät gepumpt werden kann. Dadurch werden mögliche Hintergrundsignale von der Kalibrierlösung minimiert.

Möglicherweise müssen Sie den Zerstäuberdruck weiter optimieren, um eine maximale Geräteempfindlichkeit zu erzielen.

- 2 Laden Sie die Methode MMCheckSL_ES.M und:
 - **a** Bearbeiten Sie die Methode, um sicherzugehen, dass Methanol/Wasser im Verhältnis 65:35 mit 0,2 % Essigsäure als LC-Lösungsmittel ausgewählt ist.
 - **b** Klicken Sie auf "Save" (Speichern), um die Methode zu speichern.
- **3** Wiederholen Sie den Vorgang für **MMCheckSL_CI.M** und **MMCheckSL_MX.M**.
- 4 Stellen Sie die Probenflasche in den automatischen LC-Probengeber.
 - Position 21: Probenflasche mit der ESI + APCI LC Demo-Probe (Best.-Nr. G1978-85000)

So überprüfen Sie die Empfindlichkeit für das G1978B Multimode mithilfe der Multiple FIA-Methode im Mischmodus-Betrieb

Erstellen Sie und führen Sie eine Multiple FIA-Methodensequenz aus

- 1 Wählen Sie **RunControl > Run Multiple FIA Methods** (Analysenlaufsteuerung, Multiple FIA-Methoden ausführen).
- **2** Klicken Sie im Dialogfeld "Run Multiple FIA Methods" (Multiple FIA-Methoden ausführen) auf **Group > Add Group** (Gruppe, Gruppe hinzufügen).
- **3** Geben Sie einen eindeutigen Namen für das Verzeichnis ein, in dem die Datendateien gespeichert werden sollen.
- **4** Klicken Sie im Dialogfeld "Run Multiple FIA Methods" (Multiple FIA-Methoden ausführen) auf **Methods > Add Method** (Methoden, Methode hinzufügen), wählen Sie **MMCheckSL_ES.M** aus und klicken Sie auf **OK**.
- 5 Wiederholen Sie den Vorgang, um MMCheckSL_CI.M hinzuzufügen.
- 6 Wiederholen Sie den Vorgang, um MMCheckSL_MX.M hinzuzufügen.
- 7 Klicken Sie auf Data File (Datendatei) für die MMCheckSL_ES.M-Datendatei und:
 - **a** Ändern Sie den Wert unter **Subdirectory** (Unterverzeichnis) in einen eindeutigen Namen für das Unterverzeichnis, in dem die Datendateien gespeichert werden sollen.
 - **b** Ändern Sie **Data File** (Datendatei) in Multi_ES.
 - **c** Ändern Sie den Wert für **Operator** (Bediener) in den Namen oder die Kennung des Benutzers.
 - d Klicken Sie auf OK.
- 8 Wiederholen Sie den Vorgang für die **MMCheckSL_CI.M**-Datendatei. Verwenden Sie dasselbe Unterverzeichnis und ändern Sie **Data File** (Datendatei) in Multi_CI.
- 9 Wiederholen Sie den Vorgang für die **MMCheckSL_MX.M**-Datendatei. Verwenden Sie dasselbe Unterverzeichnis und ändern Sie **Data File** (Datendatei) in Multi_MX als Datendateiname.
- 10 Klicken Sie auf Run (Analysenlauf), um die Sequenz zu starten.

11 Überprüfen Sie die Ergebnisse.

Nach Abschluss der letzten Methode wird der Bericht "Multimode Verification Report" (Multimode-Verifizierungsbericht) ausgegeben.

2

So führen Sie ein automatisches Tuning durch

Das Tuning der Multimode-Ionenquelle erfolgt ausschließlich im MM-APCI-Modus. Das automatische Tuning wird vom selben Menü wie bei allen Quellen ausgeführt.

• Wählen Sie in der Ansicht **MSD Tune** (MSD-Tuning) den Menübefehl **Instrument > Autotune** (Gerät, Automatisches Tuning) aus.

Der Tuning-Bericht enthält eine Kopfzeile mit dem Titel **MM-APCI Positive Mode - Standard Scan** (MM-APCI Positiver Modus - Standard-Scan) oder **MM-APCI Negative Mode - Standard Scan** (MM-APCI Negativer Modus -Standard-Scan). Sie können nach Abschluss des automatischen Tunings den Vorgang zum Überprüfen des automatischen Tunings ausführen, um sicherzustellen, dass das Gerät die Tuning-Kriterien erfüllt. Führen Sie das automatische Tuning erst durch, nachdem das System zum Äquilibrieren des Vakuums und der Temperaturen mindestens 8 Stunden Zeit gehabt hat.

So führen Sie ein automatisches Tuning durch



Abbildung 20 Autotuning-Bericht

Beispiel eines Multimode-Verifizierungsberichts

Beispiel eines Multimode-Verifizierungsberichts

SD type: G1956B	Ir	nstrument na	me: Instru	umen	Operator na	ame: pcorm
cquisition date: atafiles: ESI mode : c APCI mode : c Mixed mode : c	23-Feb-2 C:\Chem32 C:\Chem32 C:\Chem32 C:\Chem32	005 1)DATA\MMS 1)DATA\MMS 1)DATA\MMS	TD_223\Mu TD_223\Mu TD_223\Mu TD_223\Mu	ti_ES.d ti_CI.d ti_MX.d		
		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- onic acid	165.1	Negative	220506	181617	82.3 %	Pass
1-Hexanesulf- onic acid	165.1	APCI Com	220506	181617 	82.3 %	 Pass
1-Hexanesulf- onic acid Compound	165.1 m/z	APCI Com	220506 pound Resu APCI mode	181617 	82.3 %	Pass
1-Hexanesulf- onic acid Compound Carbazole	 	APCI Com Polarity Positive	220506 pound Resu APCI mode 623026	181617 Ilts Mixed mode 225911	82.3 %	Pass Result Pass

Beispiel eines Multimode-Verifizierungsberichts



Agilent G1978B Multimode-Ionenquelle für Single Quad LC/MS der Serie 6100 Einrichtungshandbuch

Methoden

3

- So richten Sie eine Methode für die Verwendung der Multimode-Ionenquelle ein 40
- So erstellen Sie eine Methode für den Betrieb im positiven/negativen Mischmodus 42
- So erstellen Sie eine Methode für einen ESI- und APCI-Wechselbetrieb 44

In diesem Kapitel werden die Aufgaben beschrieben, die zum Einrichten von Methoden für die Verwendung der Multimode-Ionenquelle erforderlich sind. Empfohlene Quellenbedingungen für die Multimode-Ionenquelle für die verschiedenen Ionisierungsmodi finden Sie im *Agilent G1978A/B Multimode Source Maintenance Guide* unter "Guidelines".





3 Methoden

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

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

Führen Sie die folgenden Schritte aus, wenn Ihre Methode eine Multimode-Ionenquelle verwenden soll:

- Öffnen Sie das Dialogfeld "MSD Spray Chamber" (MSD-Sprühkammer), indem Sie auf Instrument > MSD Spray Chamber (Gerät, MSD-Sprühkammer) in der Ansicht Method and Run Control (Methodenund Laufsteuerung) klicken.
- 2 Setzen Sie Method Spray Chamber (Methoden-Sprühkammer) auf MM-ES+APCI.
- **3** Stellen Sie sicher, dass **Installed Spray Chamber** (Installierte Sprühkammer) auf **MM-ES+APCI** eingestellt ist.
- 4 Nehmen Sie andere Änderungen vor, die für Ihre Methode erforderlich sind.
- 5 Klicken Sie auf OK.
- Öffnen Sie das Dialogfeld "Set up MSD Signals" (MSD-Signale einrichten), indem Sie auf Instrument > More > Set up MSD Signals (Gerät, Mehr, MSD-Signale einrichten) in der Ansicht Method and Run Control (Methoden- und Laufsteuerung) klicken.
- 7 Wählen Sie den gewünschten Ionisierungsmodus aus der Liste Ionization (Ionisierung) aus. Diese Liste ist nur dann sichtbar, wenn "Method Spray Chamber" (Methoden-Sprühkammer) auf **MM-ES+APCI** gesetzt wurde. Sie können den Ionisierungsmodus auf einen der folgenden Werte setzen:
 - MM-ES
 - MM-APCI
 - MM-ES+APCI
- 8 Nehmen Sie andere Änderungen vor, die für Ihre Methode erforderlich sind.

9 Klicken Sie auf **OK**.

WARNUNG

Das Umschaltventil des Single Quadrupol LC/MS-Flüssigchromatographen der Serie 6100 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, und das System kann in Brand geraten.

3

3 Methoden

So erstellen Sie eine Methode für den Betrieb im positiven/negativen Mischmodus

So erstellen Sie eine Methode für den Betrieb im positiven/negativen Mischmodus

- 1 Öffnen Sie das Dialogfeld "MSD Spray Chamber", indem Sie auf Instrument
 > Set Up MSD Signals (Gerät, MSD-Signale einrichten) in der Ansicht Method and Run Control (Methoden- und Laufsteuerung) klicken.
- 2 Wählen Sie MM-ES_APCI aus der Dropdown-Liste Method Spray Chamber (Methoden-Sprühkammer) aus.
- **3** Stellen Sie sicher, dass **Installed Spray Chamber** (Installierte Sprühkammer) ebenfalls auf **MM-ES+APCI** eingestellt ist.
- 4 Nehmen Sie andere Änderungen vor, die für Ihre Methode erforderlich sind.
- 5 Klicken Sie auf OK.
- Öffnen Sie das Dialogfeld "MSD Signals" (MSD-Signale), indem Sie auf Instrument > MSD Spray chamber (Gerät, MSD-Sprühkammer) in der Ansicht Method and Run Control (Methoden- und Laufsteuerung) klicken.
- 7 Ändern Sie die Einstellungen, sodass Signal 1 eine **positive** Polarität und Signal 2 eine **negative** Polarität aufweist, wie in Abbildung 21 dargestellt.
- 8 Nehmen Sie andere Änderungen vor, die für Ihre Methode erforderlich sind.
- 9 Klicken Sie auf OK.

Ein schneller Positiv/Negativ-Polaritätenwechsel ist sehr hilfreich, aber es erfordert Zeit, bis die Ionenchemie hergestellt ist und der optische Pfad mit Ionen nachgefüllt wird. Die Gasdichte beeinflusst die Geschwindigkeit, mit der der Ionenpfad nachgefüllt wird. Die Gasdichte wird wiederum von der Quellentemperatur beeinflusst. Verwenden Sie bei einer Methode, die eine Positiv-/Negativ-Umschaltung durchführt, eine niedrigere Verdampfertemperatur (150 bis 200 °C) und eine niedrigere Vcap (ungefähr 1000 V). Dies wirkt sich erheblich auf die Qualität der Ergebnisse in Positiv-/Negativ-Umschaltungsversuchen aus.

Methoden 3

So erstellen Sie eine Methode für den Betrieb im positiven/negativen Mischmodus



Abbildung 21 Positiv-/Negativ-Polaritätsumschaltung mithilfe des Dialogfelds "Set Up MSD Signals" (MSD-Signale einrichten) So erstellen Sie eine Methode für einen ESI- und APCI-Wechselbetrieb

So erstellen Sie eine Methode für einen ESI- und APCI-Wechselbetrieb

- Öffnen Sie das Dialogfeld "MSD Spray Chamber" (MSD-Sprühkammer), indem Sie auf Instrument > MSD Spray Chamber (Gerät, MSD-Sprühkammer) in der Ansicht Method and Run Control (Methodenund Laufsteuerung) klicken.
- 2 Setzen Sie Method Spray Chamber (Methoden-Sprühkammer) auf MM-ES+APCI.

MSD Spray Chamber			x
Method Spray Chamber: MM-ES+APCI 💌	Lamp St	atus	
Installed Spray Chamber: MM-ES+APCI	- C 00	- O OFF	
Temperatures, Pressure, and Flow Actual	Setpoint	Maximum	1
Drying Gas Flow (I/min): 12.0	12.0	13.0	
Nebulizer Pressure (psig): 35	35	60	
Drying Gas Temperature (*C): 250	250	350	
Vaporizer Temperature (°C): 198	200	250	
Parameters Positive	Negative]
Capillary Voltage (V): 4000	4000		
Co <u>r</u> ona Current (µA): 4.0	40		
Charging Voltage (V): 2000	2000		
- Time Table			1
Time (min) Parameter		Value	
Insert Append Cyt	Сору	Paste	
<u>D</u> K Cancel	<u>H</u> elp		

- Abbildung 22 "Method Spray Chamber" (Methoden-Sprühkammer) auf "MM-ES+APCI" eingestellt.
- **3** Stellen Sie sicher, dass **Installed Spray Chamber** (Installierte Sprühkammer) ebenfalls auf **MM-ES+APCI** eingestellt ist.
- 4 Nehmen Sie andere Änderungen vor, die für Ihre Methode erforderlich sind.
- **5** Klicken Sie auf **OK**.

- **6** Öffnen Sie das Dialogfeld "Set up MSD Signals" (MSD-Signale einrichten), indem Sie auf **Instrument > Set Up MSD Signals** (Gerät, MSD-Signale einrichten) in der Ansicht **Method and Run Control** (Methoden- und Laufsteuerung) klicken.
- Ändern Sie die Einstellungen, sodass der Wert der Ionization (Ionisierung) von Signal 1 MM-ES ist und der Wert der Ionization (Ionisierung) für Signal 2 MM-APCI ist, wie in Abbildung 23 dargestellt.
- 8 Nehmen Sie andere Änderungen vor, die für Ihre Methode erforderlich sind.
- 9 Klicken Sie auf OK.

HINWEIS

Verwenden Sie in der Regel den Mischmodusbetrieb (Einstellung "MM-ES+APCI" mit Signal 1) statt zwischen den Modi "MM-ES" (Signal 1) und "MM-APCI" (Signal 2) umzuschalten. Es werden doppelt soviele Scans während der Elution eines chromatographischen Peaks erzielt und zwischen Scans ist keine Verzögerung erforderlich, was dazu führt, dass bessere Daten geliefert werden. Es ist selten erforderlich zu wissen, ob eine Substanz völlig in den ESI- oder APCI-Modi auf einer chromatographischen Zeitskala reagiert.

3

3 Methoden

So erstellen Sie eine Methode für einen ESI- und APCI-Wechselbetrieb



Abbildung 23 MM-ES- und MM-APCI-Umschaltung mithilfe des Dialogfelds "Set Up MSD Signals" (MSD-Signale einrichten)

Index

A

Automatisches Tuning, 35

E

Einlassfilter des Umschaltventils, 21 ESI Konvertieren von, 16 Wechseln zu, 15

Installation, 7,23

L

LC/MSD-Probenschlauch, 22

Μ

Methode ESI- und APCI-Wechselbetrieb, 44 Grundlegende Einrichtung, 40 Positiv-/Negativ-Mischmodus, 42 Multimode Bild der Quelle, 39 Zerstäuber, 21

S

Sprühabschirmung für Multimode-Ionenquelle, 18

T

Teile Multimode-Sprühabschirmung, 18

W

Wechseln von ESI, APCI oder APPI, **16** Wechseln zu ESI oder APCI, **15** Index

www.agilent.com

Inhalt dieses Buchs

Dieses Buch enthält Anleitungen zur Installation, Bedienung, Wartung und Fehlerbehebung der Multimode-Ionenquelle für Single Quad LC/MS der Serie 6100.

© Agilent Technologies, Inc. 2008

Gedruckt in USA Erste Ausgabe, Dezember 2008



G1978-92070

