

# Agilent G1978B Sorgente multimode per Triple Quad LC/MS serie 6410

# Guida alla configurazione



Agilent Technologies

# Avvisi

© Agilent Technologies, Inc. 2008

Nessuna parte di questo manuale può essere riprodotta in qualsiasi forma o mezzo (compresa la memorizzazione su supporti elettronici e il recupero o la traduzione in lingua straniera) senza la preventiva autorizzazione scritta di Agilent Technologies Inc., conformemente a quanto previsto dalle leggi in vigore negli Stati Uniti e da altre normative internazionali sui diritti d'autore.

#### **Codice del manuale**

G1978-94090

#### Edizione

Prima edizione, dicembre 2008

Stampato negli Stati Uniti d'America

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

Windows® e MS Windows® sono marchi di Microsoft Corporation registrati negli Stati Uniti.

Windows NT® è un marchio di Microsoft Corporation registrato negli Stati Uniti.

#### Garanzia

Le informazioni contenute in questo documento sono fornite allo stato corrente e sono soggette a modifiche senza preavviso nelle edizioni future. Agilent non rilascia alcuna altra garanzia, esplicita o implicita, comprese le garanzie implicite di commerciabilità e idoneità a un uso specifico, relativamente al presente manuale e alle informazioni in esso contenute. Salvo in caso di dolo o colpa grave, Agilent non sarà responsabile di errori o danni diretti o indiretti relativi alla fornitura o all'uso di questo documento o delle informazioni in esso contenute. In caso di separato accordo scritto tra Agilent e l'utente con diverse condizioni di garanzia relativamente al contenuto di questo documento, in conflitto con le condizioni qui riportate, prevarranno le condizioni dell'accordo separato.

### Licenze tecnologia

l componenti hardware e o software descritti in questo documento vengono forniti con licenza e possono essere utilizzati o copiati solo in conformità ai termini di tale licenza.

### Limitazione dei diritti sul software

Qualora utilizzato in esecuzione di un contratto o subcontratto con un ente statunitense, il software è consegnato in licenza quale "software per uso commerciale" come definito nel DFAR 252.227-7014 (Giugno 1995) o come "prodotto commerciale" in conformità con quanto specificato nel documento FAR 2.101(a) oppure come "software per uso limitato" in conformità a quanto definito nel documento FAR 52.227-19 (Giugno 1987) o in qualsiasi altra norma o clausola di contratto equivalente. L'uso, la duplicazione o la divulgazione del software è soggetta ai termini della licenza commerciale standard di Agilent; enti ed agenzie non-DOD del governo degli Stati Uniti avranno solo dei Diritti Ristretti come difiniti nel FAR 52.227-19(c)(1-2) (Giugno 1987). Gli utenti degli Stati Uniti avranno solo i Diritti Limitati definiti nel FAR 52.227-14 (Giugno 1987) o DFAR 252.227-7015 (b)(2) (Novembre 1995), come per qualsiasi dato tecnico.

### Indicazioni di sicurezza

### AVVERTENZA

L'indicazione **AVVERTENZA** segnala un rischio. Richiama l'attenzione su una procedura operativa o analoga operazione che, se non eseguita correttamente o non rispettata, può provocare danni al prodotto o la perdita di dati importanti. Non eseguite mai alcuna operazione ignorando l'**AVVERTENZA**, fatelo solo dopo aver compreso e applicato completamente le indicazioni di Agilent.

### ATTENZIONE

L'indicazione ATTENZIONE segnala un rischio serio. Richiama l'attenzione su una procedura operativa o analoga operazione che, se non eseguita correttamente o non rispettata, può provocare lesioni personali o morte. Non eseguite mai alcuna operazione ignorando l'indicazione ATTEN-ZIONE, fatelo solo dopo aver compreso e applicato completamente le indicazioni di Agilent.

# In questa guida

Questa guida spiega come installare, gestire e risolvere i problemi della sorgente ionica multimode.

### **1** Installazione

Questo capitolo spiega come installare la sorgente multimode.

### 2 Verifica della sensibilità

Questo capitolo descrive come configurare i metodi ed eseguire l'ottimizzazione automatica della sorgente.

# Sommario

#### 1 Installazione 7 8 Installazione Fase 1. Preparazione all'installazione 8 Fase 2. Installazione del PCA e dei cavi di controllo HV 9 Cambio della sorgente 13 Rimozione di una sorgente multimode 13 Conversione da multimode a ESI o APCI 14 Conversione da ESI o APCI a sorgente multimode 15 2 Verifica della sensibilità 21 Revisione dei metodi e worklist di esame 22 Esecuzione della verifica di sensibilità 24 Ottimizzazione automatica con la sorgente multimode 28

Impostazione di un metodo per utilizzare la sorgente multimode

29

### Sommario



Agilent G1978B Sorgente multimode per Triple Quad LC/MS serie 6410 Guida alla configurazione

# Installazione

Installazione 8 Fase 1. Preparazione all'installazione 8 Fase 2. Installazione del PCA e dei cavi di controllo HV 9 Cambio della sorgente 13 Rimozione di una sorgente multimode 13 Conversione da multimode a ESI o APCI 14 Conversione da ESI o APCI a sorgente multimode 15

Questo capitolo contiene le istruzioni necessarie per installare, rimuovere o sostituire la sorgente multimode su un sistema Triple Quad LC/MS serie 6400.



# Fase 1. Preparazione all'installazione

La sorgente multimode viene fornita con il Multimode Enablement Kit G1978-60451. Questo equipaggiamento deve essere installato prima di utilizzare la sorgente multimode.

Si ricorda che la sorgente multimode e i relativi accessori devono essere installati da un tecnico dell'assistenza clienti Agilent.

- **1** Verificare che il Multimode Enablement Kit contenga le parti elencate di seguito:
  - Cavo multimode Bd HV, codice G1960-60858
  - PCA multimode HV, codice G1960-61015
  - Cavo alimentazione/dati Bd multimode, codice G1960-60873







Figura 1 Da sinistra a destra: G1960-60858, G1960-61015 e G1960-60873

**2** Installare l'APCI Enablement Kit codice G1947-60451 fornito con la sorgente multimode.

L'APCI Enablement kit contiene le parti elencate di seguito:

- Alimentazione HV APCI rapida, p/n G1946-80058
- Cavo alimentazione BD-APCI valvola, codice G1960-60802
- Cavo dispositivo di sicurezza ago BD-APCI valvola, codice G1960-60856

Fase 2. Installazione del PCA e dei cavi di controllo HV







Figura 2 Da sinistra a destra: G1946-80058, G1960-60802 e G1960-60856

# Fase 2. Installazione del PCA e dei cavi di controllo HV

1 Spegnere il sistema e scollegare il cavo di alimentazione dell'unità.

Qualora sia necessario utilizzare la scatola interruttori per il controllo del vuoto, il cavo di alimentazione dovrebbe essere lasciato collegato. La scatola interruttori è concepita per mantenere il vuoto mentre il tecnico dell'assistenza opera sull'elettronica. La scatola interruttori deve essere utilizzata solamente dal personale tecnico dell'assistenza.

- **2** Rimuovere il coperchio del CDS e le parti superiore, laterale, frontale e il coperchio del modulo Aux.
- **3** Scollegare il cavo a piattina che collega la PCA della valvola all'alimentazione di VCap/VChamber. Fatto ciò, scollegare il cavo di VCap e VChamber dalla presa di corrente.





- Figura 3 Scollegamento del cavo di alimentazione di Vcap/Vchamber dal PCA della valvola (sinistra) e da Vcap/Vchamber.
  - **4** Posizionare il PCA di alimentazione HV multimode nello slot posto tra il PCA della valvola e l'alimentazione della sezione Vcap/Vchamber. Assicurare la scheda premendola nello slot verso il basso, quindi fissarla con due viti.

Fase 2. Installazione del PCA e dei cavi di controllo HV

**5** Collegare il cavo corto grigio dalla PCA della valvola all'alimentazione HV dell'unità multimode.





- **6** Installare l'alimentazione dell'HV APCI. Questa è situata all'estremità del modulo AUX.
- 7 Collegare il cavo a piattina tra PCA della valvola e alimentazione di Vcap/Vchamber.



Figura 5 Collegamento del PCA della valvola all'alimentazione di Vcap/Vchamber.

8 Collegare i cavi di Vcap e Vchamber all'alimentazione di Vcap/Vchamber.

Fase 2. Installazione del PCA e dei cavi di controllo HV



Figura 6 Collegamento dei cavi di Vcap e Vchamber all'alimentazione.

**9** Collegare il cavo a piattina lungo, codice G1960-60802, dall'alimentazione HV APCI alla PCA della valvola.



Figura 7 Collegamento dell'alimentazione HV APCI al PCA della valvola.

**10** Inserire un'estremità del cavo del dispositivo di sicurezza ago APCI, codice G1960-60856, attraverso lo slot posto sulla parte anteriore del sistema, quindi inserirlo nel connettore HV APCI. Inserire l'altra estremità nel telaio con l'O-ring e il dado (vedere la Figura 8).





**Figura 8** Collegamento dell'HV APCI al telaio.

Fase 2. Installazione del PCA e dei cavi di controllo HV

**11** Inserire il cavo codice G1960-60858 nello slot superiore e collegarlo al telaio. Inserire le altre due estremità nel PCA HV multimode.





Figura 9 Collegamento del PCA HV al telaio.

12 Chiudere il coperchio del modulo AUX e ricollegare tutti i cavi.

13 Installare la sorgente multimode sul sistema e collegare tutti i connettori.





- Figura 10 Installazione della sorgente multimode (sinistra) e collegamento di tutti i connettori.
- 14 Rimontare le parti laterale, superiore, frontale e il coperchio del CDS.
- **15** Reinserire il cavo di alimentazione e accendere l'unità mediante l'interruttore anteriore.

Il sistema avvia il processo di pompaggio.

- **16** Avviare il programma MassHunter Workstation e verificare che il software riconosca la sorgente.
- **17** Impostare la visualizzazione **Context** (Contesto) su **Tune** (Ottimizzazione), quindi verificare che il sistema sia in grado di generare picchi di ottimizzazione corretti in **Manual Tune** (Ottimizzazione manuale).

# **Cambio della sorgente**

## Rimozione di una sorgente multimode Per rimuovere una sorgente multimode, eseguire le seguenti operazioni: **1** Disattivare le temperature e i flussi della sorgente multimode: a Nella visualizzazione Context (Contesto), passare ad Acquisition (Acquisizione). **b** Fare clic sulla scheda **MS QQQ**. **c** Disattivare tutte le tensioni e le temperature nella scheda **Source** (Sorgente). Non toccare la sorgente multimode o il tappo capillare. Questi possono essere ATTENZIONE estremamente caldi. Lasciare raffreddare le parti prima di maneggiarle. Non toccare mai le superfici della sorgente, specialmente durante l'analisi di ATTENZIONE sostanze tossiche o quando si utilizzano solventi tossici. La sorgente presenta numerose parti affilate che possono causare lesioni cutanee, tra cui l'ago della corona APCI, il sensore del vaporizzatore e gli elettrodi del contatore. Non inserire dita o strumenti attraverso le aperture presenti sulla camera ATTENZIONE multimode. Durante l'uso, capillari e relativo tappo sono sottoposti a tensioni che possono arrivare fino 4 kV. 2 Attenere circa 20 minuti o fino a quando la sorgente è fredda. **3** Per accedere ai cavi, aprire lo sportello del CDS sulla parte anteriore del MS. 4 Scollegare il cavo dell'elettrodo di carica ad alto voltaggio ESI. **5** Scollegare il dispositivo di sicurezza ad ago APCI e il cavo HV multimode. **6** Svitare la tubazione del gas del nebulizzatore. 7 Svitare la tubazione dei campioni LC dal nebulizzatore. 8 Aprire il blocco sulla sorgente e aprirla. 9 Rimuovere la sorgente multimode dal supporto della camera di nebulizzazione. **10** Posizionare il coperchio di spedizione sulla sorgente.

Conversione da multimode a ESI o APCI

# **Conversione da multimode a ESI o APCI**

## ATTENZIONE

Non toccare mai le superfici della sorgente, specialmente durante l'analisi di sostanze tossiche o quando si utilizzano solventi tossici. La sorgente presenta numerose parti affilate che possono causare lesioni cutanee, tra cui l'ago della corona APCI, il sensore del vaporizzatore e gli elettrodi del contatore.

- **1** Svitare e rimuovere lo schermo di nebulizzazione multimode con gli elettrodi modificatori del campo.
- **2** Installare la nuova sorgente e lo schermo di nebulizzazione standard, assicurandosi che il foro nello schermo di nebulizzazione si trovi in posizione a ore 12.
- **3** Per una sorgente ionica APCI, collegare il cavo del riscaldatore del vaporizzatore e il cavo ad alta tensione APCI.
- **4** Per tutte le sorgenti, ricollegare il tubo del gas del nebulizzatore e il tubo dei campioni LC/MS.

# **Conversione da ESI o APCI a sorgente multimode**

### **AVVERTENZA**

Durante la prima installazione della sorgente su questo strumento, eseguire le operazioni indicate in "Installazione" a pagina 7.

- **1** Disattivare le temperature e i flussi della sorgente multimode:
  - **a** Nella visualizzazione **Context** (Contesto), passare ad **Acquisition** (Acquisizione).
  - **b** Fare clic sulla scheda **MS QQQ**.
  - **c** Disattivare tutte le tensioni e le temperature nella scheda **Source** (Sorgente).
- 2 Attendere che la sorgente si raffreddi fino a temperature inferiori a 100°C.
- **3** Scollegare il tubo del gas del nebulizzatore dalla sorgente ionica attualmente installata.
- 4 Scollegare il tubo in entrata dei campioni LC/MS.
- **5** Se è installata la sorgente APCI, rimuovere il cavo del riscaldatore del vaporizzatore APCI e il cavo dell'alta tensione APCI.
- 6 Rimuovere la sorgente ionica attualmente installata.
- 7 Svitare e rimuovere lo schermo di nebulizzazione. Vedere la Figura 11

### **ATTENZIONE**

Non toccare la sorgente multimode o il tappo capillare. Questi possono essere estremamente caldi. Lasciare raffreddare le parti prima di maneggiarle.

# ATTENZIONE

Non inserire dita o strumenti attraverso le aperture presenti sulla camera multimode. Durante l'uso, capillari e relativo tappo sono sottoposti a tensioni che possono arrivare fino 4 kV.

Conversione da ESI o APCI a sorgente multimode



Figura 11 Schermo di nebulizzazione standard e tappo capillare per ESI o APCI

8 Rimuovere il tappo capillare. Se necessario, inumidire un panno pulito con alcool isopropilico e pulire il tappo capillare. Vedere la Figura 12



**Figura 12** Schermo di nebulizzazione rimosso.

- **9** Riposizionare il tappo capillare sul capillare.
- 10 Installare il nuovo schermo di nebulizzazione con gli elettrodi modificatori del campo. Vedere la Figura 13

Conversione da ESI o APCI a sorgente multimode



Figura 13 Schermo di nebulizzazione multimode

**11** Avvitare lo schermo di nebulizzazione multimode sull'apposito supporto. Vedere la Figura 14





## NOTA

Gli elettrodi modificatori del campo dovrebbero trovarsi nelle posizioni a ore 6 e a ore 9. Il mancato posizionamento degli elettrodi modificatori del campo nelle ubicazioni corrette può causare una risposta notevolmente ridotta da parte della sorgente multimode. Allentare le viti della placca terminale su entrambi i lati per regolare la posizione degli elettrodi modificatori del campo.

Conversione da ESI o APCI a sorgente multimode



**12** Rimuovere il coperchio di spedizione dalla camera di nebulizzazione della sorgente multimode.

Figura 15 Camera di nebulizzazione multimode

**13** Installare la camera di nebulizzazione sull'apposito supporto.



Figura 16 Sorgente multimode con tasto-l

**14** Installare il nebulizzatore sulla camera di nebulizzazione della sorgente multimode.

Conversione da ESI o APCI a sorgente multimode



Figura 17 Sorgente multimode senza nebulizzatore

**15** Collegare il tubo del gas del nebulizzatore da 1/8 di pollice dalla struttura principale LC/MS al raccordo del gas del nebulizzatore. Vedere la Figura 18



Figura 18 Nebulizzatore con tubo del gas collegato

Conversione da ESI o APCI a sorgente multimode

**16** Collegare il tubo dei campioni LC/MS al filtro di ingresso della valvola deviatrice LC/MS.

### ATTENZIONE

La valvola deviatrice del cromatografo liquido LC/MS è parte integrante del sistema di sicurezza G1978B. Il flusso della fase mobile LC deve essere sempre collegato al filtro di ingresso della valvola deviatrice. Non bypassare mai la valvola deviatrice con una connessione diretta al nebulizzatore. Qualora la valvola deviatrice venga utilizzata diversamente da come specificato da Agilent Technologies, le protezioni fornite dalla valvola deviatrice possono subire danni.

**17** Durante la prima installazione della sorgente, eseguire le operazioni indicate in "Fase 2. Installazione del PCA e dei cavi di controllo HV" a pagina 9.



2

Agilent G1978B Sorgente multimode per Triple Quad LC/MS serie 6410 Guida alla configurazione

# Verifica della sensibilità

Revisione dei metodi e worklist di esame 22 Esecuzione della verifica di sensibilità 24 Ottimizzazione automatica con la sorgente multimode 28 Impostazione di un metodo per utilizzare la sorgente multimode 29

Questo capitolo contiene le procedure necessarie per completare la configurazione dell'hardware e verificare le specifiche relative alla sensibilità del sistema installato.



# Revisione dei metodi e worklist di esame

La sorgente multimode viene usata in modalità MRM positiva.

 Verificare che il valore del flusso di gas della Collision Cell (cella di collisione) indicato sul manometro dell'alto vuoto risulti compreso tra 2,7 e 3,3 x 10e-5 torr.

Per visualizzare la lettura del manometro dell'alto vuoto, fare clic sulla scheda **Cell** (Cella) in Tune Context (Contesto ottimizzazione), quindi verificare che il valore indicato rientri nell'intervallo previsto. In caso contrario, vedere "To reset the Collision Cell gas flow rate" (Reimpostazione del flusso di gas della cella di collisione) nella *Guida all'installazione* del sistema Triple Quad.

 Avviare il programma Data Acquisition (Acquisizione dati), modificare il Context (Contesto) in Tune (Ottimizzazione) e avviare una procedura di Autotune (Ottimizzazione automatica).

Al termine della procedura, può essere necessario attendere fino a 30 minuti per consentire l'eliminazione della soluzione calibrante dallo strumento Triple Quad. Ciò riduce al minimo eventuali segnali di fondo causati dalla soluzione calibrante. Inoltre, è possibile sottoporre il nebulizzatore a ultrasuoni per 10 minuti in un piccolo cilindro graduato riempito di acetonitrile.

- Cambiare il Context (Contesto) in Acquisition (Acquisizione), fare clic su
   File > Load (File > Carica) e caricare il metodo MMI-ES Pos MRM Reserpine
   Checkout.m. Il metodo di controllo includi i seguenti parametri di acquisizione:
  - iniezione di 2 μL
  - isocratica dal canale A a 0,4 mL/min.
  - tempo di analisi 2,5 minuti
  - temperatura del gas di essiccatura di 250°C
  - flusso del gas di essic<br/>catura di 5 L/minuto; può essere ottimizzato, generalmente tra 10 e 13 L/min
  - pressione di nebulizzazione di 60 psi; può essere ottimizzata, generalmente tra 35 e 40 psi
  - voltaggio capillare di 2000 V
  - temperatura vaporizzatore di 250°C
  - voltaggio di ricarica di 2000 V

Revisione dei metodi e worklist di esame

- energia cella di collisione di 37 V; può essere ottimizzata, generalmente tra 37 e 41 V
- voltaggio del frammentatore di 240 V; può essere ottimizzata, generalmente tra 140 e 250 V
- EMV delta di 700 V; può essere ottimizzata, generalmente tra 400 e 800 V
- risoluzione MS1 impostata su Wide (Ampia) e risoluzione MS2 impostata su Unit (Unità)
- **4** Nel metodo, selezionare il canale A, la soluzione al 75:25 di metanolo/acqua con 5 mM di formiato di ammonio come solvente LC.
- 5 Fare clic su File > Load (File > Carica) e caricare il metodo MMI-ES Pos MS2 Scan.m.
- **6** Nel metodo, selezionare il canale A, la soluzione al 75:25 di metanolo/acqua con 5 mM di formiato di ammonio come solvente LC.
- 7 Posizionare i vial nel campionatore automatico LC.
  - Posizione n. 1: vial vuoto senza tappo
  - Posizione n. 2: vial contenente il solvente utilizzato per la diluizione (solvente in bianco)
  - Posizione n. 3: vial contenente il campione di reserpina (500 fg/µl)
- 8 Nel menu File, fare clic su Load (Carica) e caricare la worklist: MMI-ES Pos Reserpine Checkout.wkl.

Questa worklist è impostata in modo da eseguire un'iniezione del solvente in bianco utilizzando il metodo **ESI Pos MS2 Scan.m** per raccogliere dati sugli ioni di fondo, quindi per utilizzare il metodo **ESI Pos MRM Reserpine Checkout.m** per gli esami rimanenti, una iniezione di vial vuoto, cinque iniezioni del solvente in bianco e cinque iniezioni del campione di reserpina. Esecuzione della verifica di sensibilità

# Esecuzione della verifica di sensibilità

🗮 Agilent MassHunter	Workstation Data Ac	quisition									
Eile Edit View Iools V	orklist <u>R</u> un <u>H</u> elp										
Context: Acquisition	▼ Layout:	Worklist Creation 💌 🔛	Method: ESI Pos MP	RM Reserpine Checkout.	m	▼ Wo	rklist ESI Pos Reserp	ine Checkout.wkl			-
j 🏟 🔛 🞯 🔛 🐰 E	b 🛍 🗙 💼 s 🛛	х м w т Ъ Ъ 👖 Ъ	👔 STOP 💭 💷								
QQQ Spectrum MS	377.31					QQQ Spectrum	MS 377.31				
8 0.000006M 195.10				397.00	448	0.000005M-	95.10			397.00	44
토 0.000004M =											
5 0.000002M						0.000004M-					
200	250	300	350	400	450	ё 0.00003м-					
		m/z(am	u)								
		TIC				₹ 0.000002M-					
8000000											
6000000						0.000001M-					
2000000 -											
					L	0.000000 + 20	0 250	300	350	400	450
	330	340 300	360	370	380 mii	মম্		m/z(amu	1		
Sample Properties	ALS Bin Pump Co	lumn   MSQQQ									<b>_</b>
Sample			Run						A	pply	
Name: Reserpine 5	Dofg Pogiti	on: Vial 1	Run Type:	Standard Start	•						
· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·		,	Part of method to run:	Acquisition Oplu					R	eset	
				Lindauroni							
Custom <u>1</u> :	Custo	m <u>2</u> :	Operator Name:								
- Dista Filo			Wait Time for Ready:	10	(min)						
Jaca rile											
			Injection volume:	-1	(m)						
Name: Reserpinech	eckout001.d										
Date:			Comment								
Earr D:MassHu	iter\Data	View Data	1								
											<u> </u>
Sample Name	Sample Position	Acq Metho	d	DA Method	Data	File	Sample Type	Level Name	lnj Vol (μl)	Comment	
2 V Air Blank	Vial 2	D:\MassHunter\methods\ESI Pos MS D:\MassHunter\methods\ESI Pos MR	∠ scan.m MResencine Checkout.m		D:\MassHunter\Data\Ba D:\MassHunter\Data\Air	ckgroundscanUUI.d Blank001.d	Sample	<b></b>			
3 🖌 Solvent Blank	Vial 2	D:\MassHunter\methods\ESI Pos MR	M Reserpine Checkout.m		D:\MassHunter\Data\So	lventBlank001.d	Sample	1			
4 v Solvent Blank	Vial 2	D:\MassHunter\methods\ESI Pos MR	M Reserpine Checkout m		D:\MassHunter\Data\So	IventBlank002.d	Sample	1			
5 ¥ Solvent Blank	Vial 2	D:\MassHunter\methods\ESI Pos MR	M Reserpine Uneckout m		D:\MassHunter\Data\So D:\MassHunter\Data\So	iventBlank003.d	Sample	1			
7 V Solvent Blank	Vial 2	D:\MassHunter\methods\ESI Pos MB	M Resemble Checkout m		D:\MassHunter\Data\So	IventBlank004.0	Sample	1		+	
8 v Reserpine 500 fo	Vial 3	D:\MassHunter\methods\ESI Pos MR	M Reserpine Checkout.m		D:\MassHunter\Data\Re	serpineCheckout001.d	Sample	i			
9 v Reserpine 500 fg	Vial 3	D:\MassHunter\methods\ESI Pos MR	M Reserpine Checkout.m		D:\MassHunter\Data\Re	serpineCheckout002.d	Sample	1			
10 ¥ Reserpine 500 fg	Vial 3	D:\MassHunter\methods\ESI Pos MR	M Reserpine Checkout.m		D:\MassHunter\Data\Re	serpineCheckout003.d	Sample	1			
11 ¥ Reserpine 500 fg	Vial 3	D:\MassHunter\methods\ESI Pos MR	M Reserpine Checkout.m		D:\MassHunter\Data\Re	serpineCheckout004.d	Sample	1			
12 Y Heserpine 500 kg	I Viai J	U: massHunter/methods/ESI Pos MH	Minieserpine Uneckoutim	1	D: vmassHunter\Data\He	serpineLheckoutUU5.d	Joample	1			
				Worklist							
For Help, press F1				D:\MassHunt	er\methods\ESI Pos MRM	Reserpine Checkout.m	D:\MassHunter\work	lists\ESI Pos Reserp	ine Checkout.wkl	NUM	

Figura 19 Worklist di controllo reserpina

- 1 Rivedere la worklist per accertarsi che il metodo e i percorsi dei dati siano corretti, e per verificare che i nomi dei file di dati assegnati nella worklist siano univoci e non già usati in precedenza.
- **2** Eseguire la worklist.
- **3** Al termine, calcolare il rapporto segnale-rumore per ogni iniezione:
  - **a** Caricare il file di dati di ciascun solvente in bianco e campione di reserpina nel programma Qualitative Analysis.
  - **b** Generare i cromatogrammi degli ioni estratti per lo ione 195.1.

#### Verifica della sensibilità 2

Esecuzione della verifica di sensibilità

Extract Chromatograms		X
List of opened data files		
WorklistData1+r003.d	Type: EIC  Kitacted  Advanced Excluded Masses	
	MS level: MS/MS 🗸 Scans: Multiple reaction monitor 🗸 🔺	
	Polarity: Positive VAPrecursor ion m/z: 609.3 VA	
	m/z value(s): 195.1	
	Merge multiple masses into one chromatogram	
	OK Cance	:

**Figura 20** Finestra di dialogo Extract Chromatogram (Estrai cromatogramma)

- **c** Integrare ciascun picco di reserpina e fare clic su **Calculate Signal to Noise** (Calcola rapporto segnale-rumore).
- d Calcolare il rapporto segnale-rumore tramite Height (Altezza).
- e Sotto Noise Measurement (Misurazione rumore) per Noise definition (Definizione rumore), fare clic su RMS e selezionare X 3. In Noise regions (Regioni di rumore), digitare 1,00 - 1,45. Assicurarsi che la regione di rumore non includa il picco di reserpina. Qualora il picco di reserpina eluisca nella regione di rumore predefinita, spostarla in modo da farla cadere da 45 e 90 minuti dopo il tempo di ritenzione del picco di reserpina.

#### 2 Verifica della sensibilità

Esecuzione della verifica di sensibilità

Method E ditor:	Calculate Signal-to-Noise	×
i 🕼 i 🎝 • (* - i	🕑 🔹 Method Items 🔹 📴 Method Editor	
Signal measurement	ot	
Signal definition:	Height	
Noise measuremen	nt	
Noise definition:	RMS 🛃 🖌 🗛 🕹	
Noise regions:	1-1.45 🛕 min	
	Enter time ranges separated by commas. For example 1-2, 4-5	
Automatically on	me its when shamplarame we integrated	
Automatically co		

Figura 21 Finestra di dialogo Calcola rapporto segnale-rumore

- **4** Stampare i report dei calcoli dei rapporti segnale-rumore per ogni solvente in bianco e iniezione di reserpina. Includere il cromatogramma nella stampa.
- 5 Aprire il foglio elettronico Excel D:\MassHunter\Support\Checkout\Sensitivity Checkout Report.xls. Inserire i valori per calcolare il rapporto segnale-rumore medio e salvare il foglio elettronico.

Il rapporto segnale-rumore medio deve essere maggiore di 50:1.

410 Triple Qua	d LC/MS	Sensitivity Checkout	Report
nstrument Serial Number:	US78810589		
Date:	8-Aug-08		
	Signal-to-Noise		
Blank #1	0		
Blank #2	0		
Blank #3	1.8		
Blank #4	0.8		
Blank #5	1.3		
Blank Ave. S/N =	1		
Resemine #1:	72		
Reservine #2:	55		
Reservine #3:	52		
Reserpine #4:	38		
Reserpine #5:	57		
Reserpine Ave. S/N =	55		
Signal-to-Noise =	54:01:00	PASS	
Reserpine Ave Blank Ave.)			

### **6** Stampare il report Excel del rapporto segnale-rumore.

Ottimizzazione automatica con la sorgente multimode

# Ottimizzazione automatica con la sorgente multimode

- **1** Rimuovere la sorgente Electrospray G1948B e installare la sorgente multimode G1978B.
- 2 Versare la soluzione calibrante Electrospray o APCI nel suo contenitore originale o in altro recipiente adatto, asciugare la bottiglia della soluzione calibrante con acetonitrile, versare la soluzione calibrante MMI-L Low Concentration Tuning Mix (miscelazione di ottimizzazione a bassa concentrazione, G1969-85020) nel contenitore della soluzione calibrante, quindi collegare nuovamente il contenitore della soluzione calibrante al CDS.
- **3** Impostare la visualizzazione **Context** (Contesto) su **Tune** (Ottimizzazione) nel programma MassHunter Workstation.
- **4** Caricare un file di ottimizzazione automatica generato con la sorgente Electrospray G1948B.
- **5** Eseguire un'ottimizzazione automatica utilizzando la sorgente multimode G1978B.

# Impostazione di un metodo per utilizzare la sorgente multimode

- 1 Nel software MassHunter, cambiare il **Context** (Contesto) in **Acquisition** (Acquisizione).
- **2** Nella scheda MS QQQ, impostare **Ion source** (Sorgente ionica) su **MMI**; vedere la Figura 22 a pagina 30.
- **3** Nella tabella **Time Segments** (Segmenti temporali), scegliere una modalità di ionizzazione dall'elenco **Ion Mode** (Modalità di ionizzazione). Le modalità di ionizzazione selezionabili sono le seguenti:
  - ESI
  - APCI
  - ESI+APCI

La modalità di ionizzazione ESI+APCI permette di specificare un metodo per il funzionamento ESI e APCI simultaneo.

Notare che la scelta Modalità di ionizzazione è visibile solo se **Ion source** (Sorgente di ionizzazione) è impostata su **MMI**.

- **4** Nella scheda **Source** (Origine), inserire le condizioni di sorgente desiderate. Per informazioni sulle condizioni originali suggerite per la sorgente multimode per le differenti modalità di ionizzazione, vedere "Linee guida" nella *Guida alla manutenzione della sorgente multimode Agilent G1978A/B*.
- **5** Effettuare le eventuali altre modifiche necessarie per il metodo.
- 6 Salvare il metodo.

2

#### 2 Verifica della sensibilità

Impostazione di un metodo per utilizzare la sorgente multimode

Figura 22 Impostazioni di acquisizione multimode

ATTENZIONE

La valvola deviatrice del LC/MS è parte integrante del sistema di sicurezza G1978B. Il flusso della fase mobile LC deve essere sempre collegato al filtro di ingresso della valvola deviatrice. Non bypassare mai la valvola deviatrice con una connessione diretta al nebulizzatore. Qualora la valvola deviatrice venga utilizzata diversamente da come specificato da Agilent Technologies, le protezioni fornite dalla valvola deviatrice possono subire danni, con conseguente pericolo di incendio del sistema.

# **Indice analitico**

### C

conversione a ESI o APCI, 14 conversione da ESI o APCI, 15

### E

ESI

conversione, 14, 15

### F

filtro di ingresso della valvola deviatrice, 20

### 

installazione, 7

### Μ

metodo configurazione base, 29

### Ρ

parti schermo di nebulizzazione multimode, 17 procedura di ottimizzazione automatica, 28

### S

schermo di nebulizzazione per sorgente multimode, 17 sorgente multimode nebulizzatore, 19 **Indice analitico** 

### www.agilent.com

## In questo volume

Questo volume contiene le istruzioni di installazione, impiego, manutenzione e risoluzione dei problemi per la Sorgente multimode per Triple Quad LC/MS serie 6410.

© Agilent Technologies 2008

Stampato negli Stati Uniti d'America Prima edizione, dicembre 2008



G1978-94090



**Agilent Technologies**