

Agilent G1978B
Source multimodale
pour LC/MS quadripôle
à temps de vol Agilent
série 6500

Guide de configuration



Agilent Technologies

Avertissements

© Agilent Technologies, Inc. 2008

Conformément aux lois internationales relatives à la propriété intellectuelle, toute reproduction, tout stockage électronique et toute traduction de ce manuel, totaux ou partiels, sous quelque forme et par quelque moyen que ce soit, sont interdits sauf consentement écrit préalable de la société Agilent Technologies, Inc.

Référence du manuel

G1978-93100

Édition

Première édition, décembre 2008

Imprimé aux États-Unis

Agilent Technologies, Inc.
5301 Stevens Creek Blvd.
Santa Clara, CA 95051, États-Unis

Windows® et MS Windows® sont des marques déposées de Microsoft Corporation aux États-Unis.

Windows NT® est une marque déposée de Microsoft Corporation aux États-Unis.

Garantie

Les informations contenues dans ce document sont fournies « en l'état » et pourront faire l'objet de modifications sans préavis dans les éditions ultérieures. Dans les limites de la législation en vigueur, Agilent exclut en outre toute garantie, expresse ou implicite, quant à ce manuel et aux informations contenues dans ce dernier, notamment, mais sans s'y restreindre, toute garantie marchande et aptitude à un but particulier. En aucun cas, Agilent ne peut être tenu responsable des éventuelles erreurs contenues dans ce document, ni des dommages directs ou indirects pouvant découler des informations contenues dans ce document, de la fourniture, de l'usage ou de la qualité de ce document. Si Agilent et l'utilisateur ont souscrit un contrat écrit distinct dont les conditions de garantie relatives au produit couvert par ce document entrent en conflit avec les présentes conditions, les conditions de garantie du contrat distinct se substituent aux conditions stipulées dans le présent document.

Licences technologiques

Le matériel et le logiciel décrits dans ce document sont protégés par un accord de licence et leur utilisation ou reproduction sont soumises aux termes et conditions de ladite licence

Limitation des droits

L'utilisation du logiciel dans le cadre d'un contrat principal ou de sous-traitance avec le Gouvernement américain est soumise à la réglementation fédérale des États-Unis régissant les logiciels informatiques commerciaux (DFAR 252.227-7014, juin 1995) ou les produits commerciaux (FAR 2.101(a)) ou les logiciels informatiques sous licences (FAR 52.227-19, juin 1987) ou toute réglementation ou clause de contrat équivalente. L'utilisation, la duplication

ou la publication de ce logiciel est soumise aux termes de la licence commerciale standard délivrée par Agilent Technologies. Conformément à la directive FAR 52.227-19(c)(1-2) (juin 1987), les droits d'utilisation accordés aux départements et agences rattachés au Gouvernement américain sont limités aux termes de la présente limitation des droits. Les droits d'utilisation accordés au Gouvernement américain dans le cadre des données techniques sont limités conformément aux directives FAR 52.227-14 (juin 1987) ou DFAR 252.227-7015 (b)(2) (novembre 1995).

Mentions de sécurité

ATTENTION

Une mention **ATTENTION** signale un danger. Si la procédure, le procédé ou les consignes ne sont pas exécutés correctement, le produit risque d'être endommagé ou les données d'être perdues. En présence d'une mention **ATTENTION**, vous devez continuer votre opération uniquement si vous avez totalement assimilé et respecté les conditions mentionnées.

AVERTISSEMENT

Une mention **AVERTISSEMENT** signale un danger. Si la procédure, le procédé ou les consignes ne sont pas exécutés correctement, les personnes risquent de s'exposer à des lésions graves. En présence d'une mention **AVERTISSEMENT**, vous devez continuer votre opération uniquement si vous avez totalement assimilé et respecté les conditions mentionnées.

Contenu de ce guide

Ce guide contient les instructions d'installation, d'utilisation, de maintenance et de dépannage correspondant à votre source d'ionisation multimodale.

1 Installation

Ce chapitre explique comment installer la source d'ionisation multimodale.

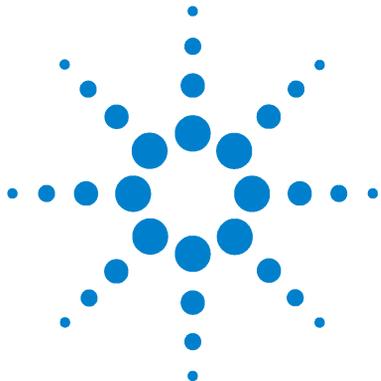
2 Configuration

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

Table des matières

1	Installation	7
	Étape 1. Préparation de l'installation	8
	Étape 2. Installation des câbles et de la carte PCA de contrôle HT	9
	Retrait de la source multimodale	13
	Conversion d'une source multimodale en source ESI ou APCI	14
	Conversion d'une source ESI ou APCI en source multimodale	15
2	Configuration	21
	Configuration d'une méthode pour qu'elle utilise la source multimodale	22
	Ouverture de la source multimodale	24
	Vérification du réglage de la source multimodale	25
3	Vérification de l'installation	27
	Étape 1. Autoréglage	28
	Étape 2. Configuration des noms et des paramètres de méthode	29
	Étape 3. Création de la méthode MMCHECKTOF_EI_POS.m	32
	Étape 4. Création de la méthode MMCHECKTOF_EI_NEG.m	34
	Étape 5. Création de la méthode MMCHECKTOF_CI_POS.m	36
	Étape 6. Création de la méthode MMCHECKTOF_CI_NEG.m	38
	Étape 7. Création de la méthode MMCHECKTOF_MX_EI POS_CI POS.m	40
	Étape 8. Création de la méthode MMCHECKTOF_MX_EI NEG_CI NEG.m	42
	Étape 9. Exécution des méthodes créées	44
	Étape 10. Calcul de la réponse de la démo multimodale	52
	Étape 11. Remplissage du rapport d'analyse de la source multimodale pour le calcul des hauteurs de pic	53

Table des matières



1 Installation

Étape 1. Préparation de l'installation	8
Étape 2. Installation des câbles et de la carte PCA de contrôle HT	9
Retrait de la source multimodale	13
Conversion d'une source multimodale en source ESI ou APCI	14
Conversion d'une source ESI ou APCI en source multimodale	15

Ce chapitre explique comment installer la source multimodale sur un LC/MS quadripôle à temps de vol Agilent série 6510, puis comment la retirer et la remplacer.



1 Installation

Étape 1. Préparation de l'installation

Étape 1. Préparation de l'installation

La source multimodale est accompagnée du kit de transformation de source multimodale (référence G1978-60451). Vous devez installer ce kit avant d'utiliser la source multimodale.

L'installation de la source multimodale et de ses accessoires ne doit être réalisée que par des ingénieurs clients Agilent qualifiés.

1 Vérifiez que le kit de transformation de source multimodale contient les éléments suivants :

- câble HT pour la carte de la source multimodale (référence G1960-60858) ;
- câble PCA HT pour la source multimodale (référence G1960-61015) ;
- câble d'alimentation/de transmission pour la carte de la source multimodale (référence G1960-60873).



Figure 1 De gauche à droite : G1960-60858, G1960-61015 et G1960-60873

2 Installez le kit de transformation APCI (référence G1947-60451) que vous avez reçu avec la source multimodale.

Le kit de transformation APCI contient les éléments suivants :

- alimentation HT APCI rapide (référence G1946-80058) ;
- câble de connexion alimentation APCI-carte de la vanne (référence G1960-60802) ;
- câble de connexion aiguille APCI-carte de la vanne BD (référence G1960-60856).

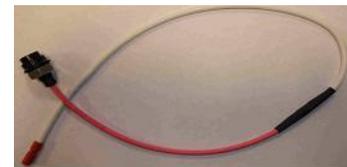


Figure 2 De gauche à droite : G1946-80058, G1960-60802 et G1960-60856

Étape 2. Installation des câbles et de la carte PCA de contrôle HT

- 1 Éteignez l'instrument, puis débranchez le cordon d'alimentation.

Ne touchez pas au cordon d'alimentation si le boîtier de commande sous vide est utilisé. Le boîtier de commande ne doit être utilisé que pour la mise sous vide lorsqu'un ingénieur client Agilent intervient sur les circuits électroniques. Il est destiné à l'usage exclusif des ingénieurs clients Agilent qualifiés.

- 2 Retirez les panneaux du système de données chromatographiques (avant, supérieur et latéraux), ainsi que le capot du module auxiliaire.
- 3 Débranchez le câble-ruban qui relie la carte PCA de la vanne à l'alimentation colonne capillaire/chambre de nébulisation. Débranchez les câbles de la colonne capillaire/chambre de nébulisation de l'alimentation.

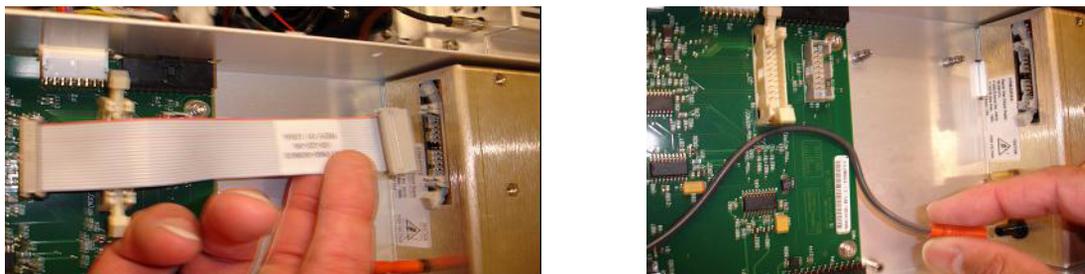


Figure 3 Débranchement de l'alimentation colonne capillaire/chambre de nébulisation de la carte PCA de la vanne (à g.) et du câble de la colonne capillaire/chambre de nébulisation (à d.)

- 4 Positionnez la carte PCA d'alimentation HT de la source multimodale entre la carte PCA de la vanne et l'alimentation de la colonne capillaire/chambre de nébulisation. Une fois correctement positionnée, appuyez sur la carte pour l'emboîter dans son logement et serrez les deux vis de fixation.
- 5 Branchez le petit câble gris entre la carte PCA de la vanne et l'alimentation HT de la source multimodale.

1 Installation

Étape 2. Installation des câbles et de la carte PCA de contrôle HT



Figure 4 Connexion de la carte PCA de la vanne et de l'alimentation HT de la source multimodale

- 6 Installez l'alimentation HT APCI. L'alimentation HT APCI se trouve à l'extrémité du module auxiliaire.
- 7 Reliez la carte PCA de la vanne et l'alimentation colonne capillaire/chambre de nébulisation à l'aide du câble-ruban.



Figure 5 Connexion de la carte PCA de la vanne et de l'alimentation colonne capillaire/chambre de nébulisation

- 8 Branchez les câbles de la colonne capillaire/chambre de nébulisation à l'alimentation colonne capillaire/chambre de nébulisation.

Étape 2. Installation des câbles et de la carte PCA de contrôle HT



Figure 6 Branchement des câbles de la colonne capillaire/chambre de nébulisation à l'alimentation

- 9 Reliez l'alimentation HT APCI et la carte PCA de la vanne à l'aide du câble-ruban long (référence G1960-60802).



Figure 7 Connexion de l'alimentation HT APCI à la carte PCA de la vanne.

- 10 Branchez une extrémité du câble de connexion aiguille APCI (référence G1960-60856) au connecteur HT APCI en le faisant passer à travers le logement situé à l'avant du système. Reliez l'autre extrémité au boîtier, puis fixez le joint torique et l'écrou (voir [Figure 8](#)).

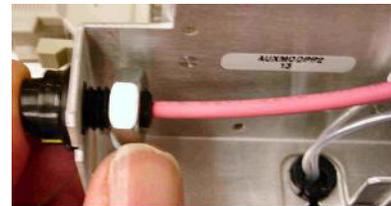


Figure 8 Connexion du câble HT APCI au boîtier

1 Installation

Étape 2. Installation des câbles et de la carte PCA de contrôle HT

- 11 Branchez le câble (référence G1960-60858) au châssis en le faisant passer à travers le logement supérieur. Branchez les deux autres extrémités à la carte PCA HT pour la source multimodale.

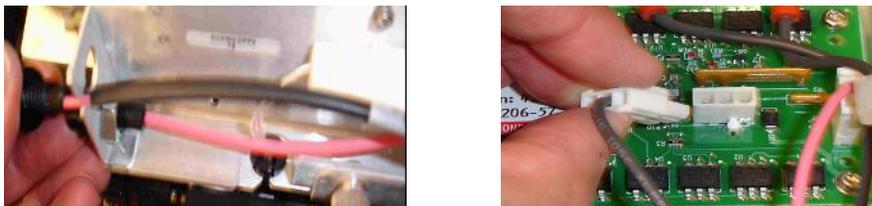


Figure 9 Connexion de la carte PCA HT au boîtier

- 12 Refermez le capot du module auxiliaire, rebranchez les câbles.
- 13 Installez la source multimodale sur le système, puis raccordez tous les connecteurs.

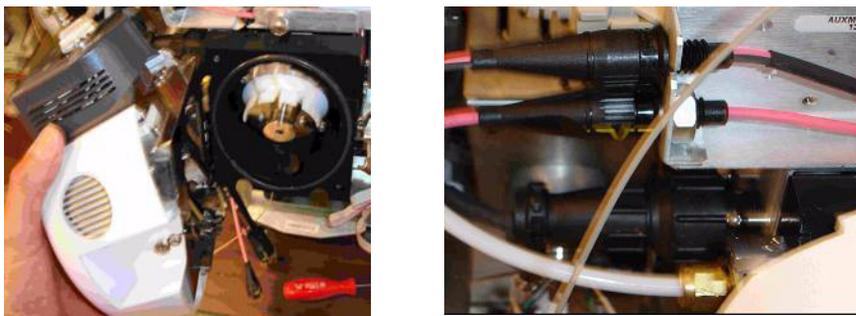


Figure 10 Installation de la source multimodale (à g.) et raccordement des connecteurs (à d.)

- 14 Réinstallez les panneaux du système de données chromatographiques (avant, supérieur et latéraux).
- 15 Rebranchez le cordon d'alimentation, puis appuyez sur l'interrupteur d'alimentation à l'avant.

La mise sous vide commence.

- 16 Lancez le logiciel d'acquisition MassHunter, puis vérifiez que le logiciel reconnaît la source.
- 17 Réglez le champ **Context** sur **Tune**, puis vérifiez dans **Manual Tune** que le système peut générer les pics de réglage appropriés.

Retrait de la source multimodale

Pour retirer la source multimodale, procédez comme suit.

- 1 Interrompez le flux et la température de la source multimodale :
 - a Réglez le champ **Context** sur **Acquisition**.
 - b Cliquez sur l'onglet **MS Q-TOF**.
 - c Dans l'onglet **Source**, interrompez toutes les tensions et températures.
 - d Attendez environ 20 minutes, le temps que la source refroidisse.

AVERTISSEMENT

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

AVERTISSEMENT

Ne touchez jamais les surfaces de la source, en particulier lorsque vous analysez des substances toxiques ou que vous manipulez des solvants toxiques. La source comporte de nombreuses pièces pointues (aiguille de l'électrode corona APCI, capteur de l'évaporateur et contre-électrode) qui peuvent engendrer des blessures corporelles sévères.

AVERTISSEMENT

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

- 2 Attendez environ 20 minutes, le temps que la source refroidisse.
- 3 Ouvrez la porte du système de données chromatographiques située à l'avant du MS pour accéder aux câbles.
- 4 Débranchez le câble de l'électrode de charge HT ESI.
- 5 Débranchez le câble de connexion aiguille APCI ainsi que le câble HT de la source multimodale.
- 6 Dévissez la ligne de gaz du nébuliseur.
- 7 Dévissez le tube échantillon du CPL pour le retirer du nébuliseur.
- 8 Ouvrez le taquet situé sur la source, puis ouvrez la source.
- 9 Retirez la source multimodale du support de la chambre de nébulisation.
- 10 Placez le cache de protection sur la source.

Conversion d'une source multimodale en source ESI ou APCI

AVERTISSEMENT

Ne touchez jamais les surfaces de la source, en particulier lorsque vous analysez des substances toxiques ou que vous manipulez des solvants toxiques. La source comporte de nombreuses pièces pointues (aiguille de l'électrode corona APCI, capteur de l'évaporateur et contre-électrode) qui peuvent engendrer des blessures corporelles sévères.

- 1 Dévissez et retirez le couvercle de la chambre de nébulisation muni d'électrodes de charge électrostatique.
- 2 Installez la nouvelle source et le couvercle standard de la chambre en vérifiant que le trou du couvercle de la chambre est en position 12h.
- 3 Dans le cas d'une source d'ionisation APCI, branchez le câble du chauffage de l'évaporateur et le câble HT APCI.
- 4 Pour toutes les sources, rebranchez la ligne de gaz du nébuliseur et le tube échantillon LC/MS.

Conversion d'une source ESI ou APCI en source multimodale

ATTENTION

Si vous installez la source sur cet instrument pour la première fois, exécutez la procédure « [Installation](#) », page 7.

- 1 Interrompez le flux et la température de la source multimodale :
 - a Réglez le champ **Context** sur **Acquisition**.
 - b Cliquez sur l'onglet **MS Q-TOF**.
 - c Dans l'onglet **Source**, interrompez toutes les tensions et températures.
 - d Attendez environ 20 minutes, le temps que la source refroidisse.
- 2 Attendez que la source refroidisse (ne pas intervenir tant que les températures ne sont pas descendues à 100 °C minimum).
- 3 Débranchez le tube du nébuliseur de la source.
- 4 Débranchez le tube injecteur d'échantillon LC/MS.
- 5 Si la source installée est une source APCI, débranchez le câble du chauffage de l'évaporateur APCI et le câble HT APCI.
- 6 Retirez la source.
- 7 Dévissez et retirez le couvercle de la chambre de nébulisation. Voir [Figure 11](#).

AVERTISSEMENT

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

AVERTISSEMENT

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

1 Installation

Conversion d'une source ESI ou APCI en source multimodale

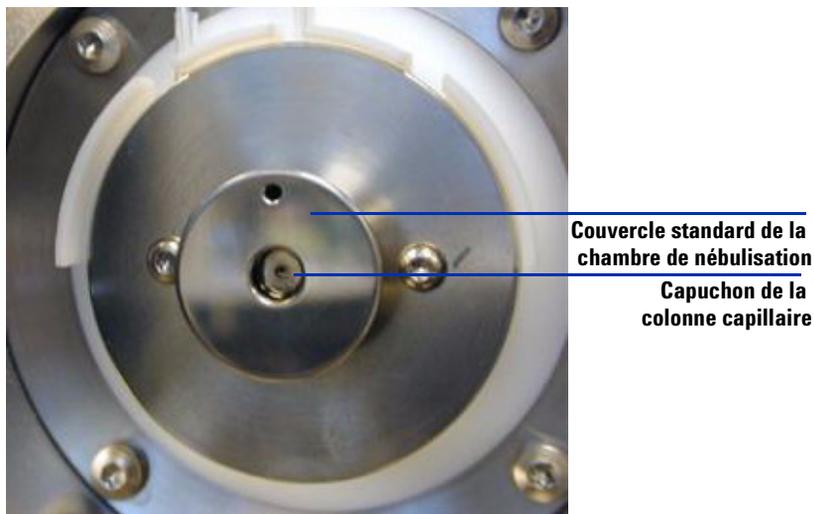


Figure 11 Capuchon de la colonne capillaire et couvercle standard de la chambre de nébulisation pour source ESI ou APCI

- 8 Retirez le capuchon de la colonne capillaire. Si nécessaire, passez un chiffon propre légèrement humidifié avec de l'alcool isopropylique dessus (voir [Figure 12](#)).

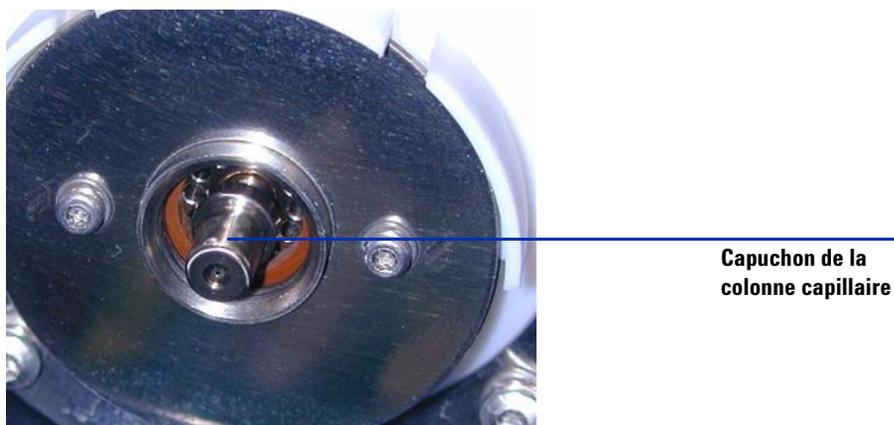


Figure 12 Couvercle de la chambre de nébulisation retiré

- 9 Réinstallez le capuchon sur la colonne capillaire.

- 10 Installez le nouveau couvercle de la chambre de nébulisation muni d'électrodes de charge électrostatique. Voir [Figure 13](#).

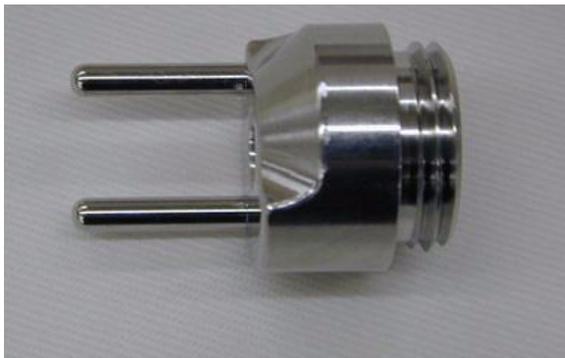


Figure 13 Couvercle standard de la chambre de nébulisation de la source multimodale

- 11 Vissez le couvercle standard de la chambre de nébulisation de la source multimodale au support (voir [Figure 14](#)).

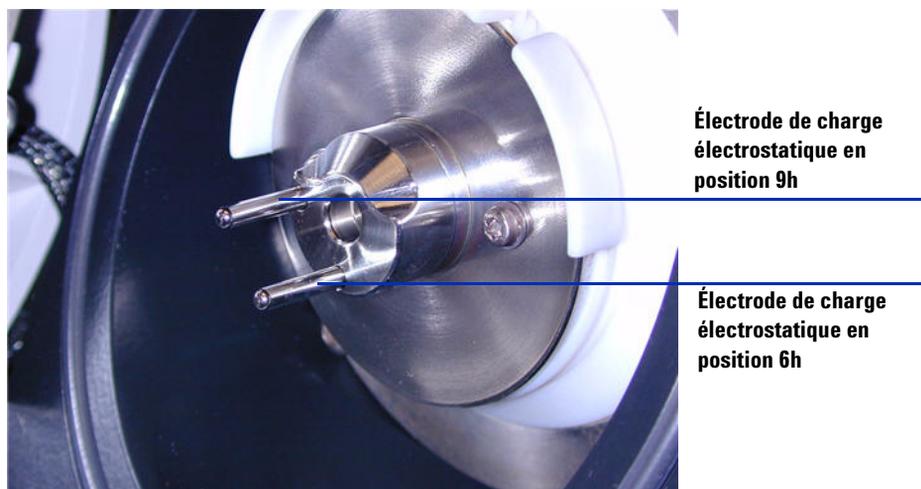


Figure 14 Couvercle standard de la chambre de nébulisation de la source multimodale installé

REMARQUE

Les électrodes de charge électrostatique doivent être placées en position 6 et 9h. Desserrez les deux vis latérales pour régler la position des électrodes de charge électrostatique.

1 Installation

Conversion d'une source ESI ou APCI en source multimodale

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



Figure 15 Chambre de nébulisation de la source multimodale

13 Installez la chambre de nébulisation sur son support.

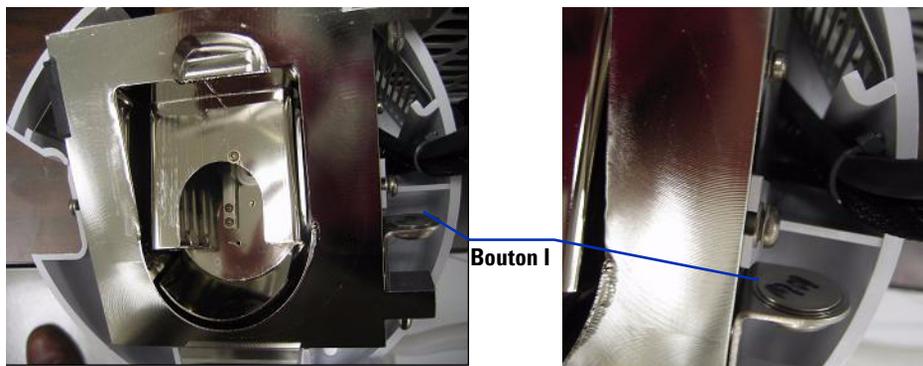


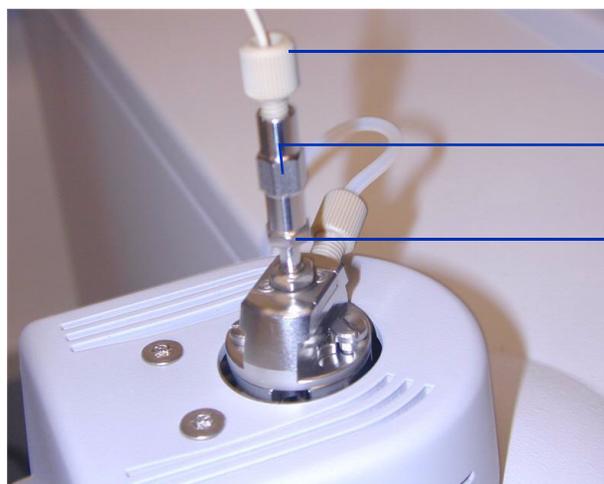
Figure 16 Source multimodale avec bouton I

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



Figure 17 Source multimodale sans nébuliseur

15 Connectez le tube 1/8" du nébuliseur entre l'instrument LC/MS et le raccord à gaz du nébuliseur (voir [Figure 18](#)).



Tube échantillon

Volume mort du nébuliseur

Raccord à gaz du nébuliseur

Figure 18 Tube à gaz relié au nébuliseur

1 Installation

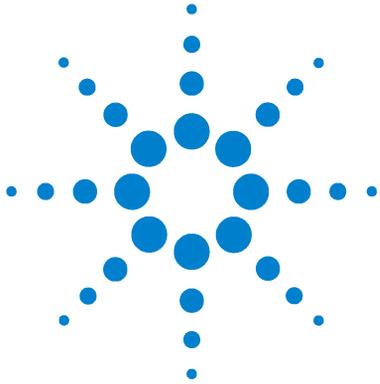
Conversion d'une source ESI ou APCI en source multimodale

- 16 Raccordez le tube échantillon LC/MS au filtre d'entrée de la vanne de dérivation LC/MS.

AVERTISSEMENT

La vanne de dérivation du chromatographe liquide des instruments LC/MS est un composant majeur du système de sécurité G1978B. Le débit de phase mobile du CPL doit toujours être raccordé au filtre d'entrée de la vanne de dérivation. La vanne de dérivation doit être toujours raccordée au nébuliseur en direct (jamais en dérivation). Si la vanne de dérivation n'est pas utilisée conformément aux recommandations d'Agilent Technologies, la vanne n'assurera pas ses fonctions de sécurité.

- 17 Si vous installez la source multimodale pour la première fois, exécutez la procédure « [Étape 2. Installation des câbles et de la carte PCA de contrôle HT](#) », page 9.



2 Configuration

Configuration d'une méthode pour qu'elle utilise la source multimodale [22](#)

Vérification du réglage de la source multimodale [25](#)

Ce chapitre contient les instructions nécessaires pour utiliser la source multimodale et assurer sa maintenance.



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

AVERTISSEMENT

La vanne de dérivation des instruments LC/MS est un composant majeur du système de sécurité G1978B. Le débit de phase mobile du CPL doit toujours être raccordé au filtre d'entrée de la vanne de dérivation. La vanne de dérivation doit être toujours raccordée au nébuliseur en direct (jamais en dérivation). Si la vanne de dérivation n'est pas utilisée conformément aux recommandations d'Agilent Technologies, la vanne n'assurera pas ses fonctions de sécurité et le système risque de prendre feu.

- 1 À partir du logiciel d'acquisition MassHunter, réglez le champ **Context** sur **Acquisition**.
- 2 Dans l'onglet « MS Q-TOF », réglez le paramètre **Ion source** sur **Multimode** (voir [Figure 19](#), page 23).
- 3 Dans l'onglet **Sources**, sélectionnez un mode d'ionisation dans la liste **Ion Modes (Seg)**. Vous pouvez choisir parmi les modes d'ionisation suivants :
 - ESI
 - APCI
 - Mixte

Si vous sélectionnez le mode d'ionisation mixte, vous devez préciser une méthode pour une ionisation ESI/APCI simultanée.

Notez que la sélection des modes d'ionisation n'est visible que si le paramètre **Ion source** est réglé sur **Multimode**.

- 4 Dans l'onglet **Source**, paramétrez les conditions de la source. Pour obtenir des suggestions de méthodes pour les différents modes d'ionisation, reportez-vous à la section « Guidelines » du document *Agilent G1978A/B Multimode Source Maintenance Guide*.
- 5 Modifiez les paramètres dont vous avez besoin pour la méthode.
- 6 Enregistrez la méthode.

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

Multimode (Seg)		MS TOF (Expt)	
Gas Temp	325 °C	324 °C	
Vaporizer	200 °C	198 °C	
Drying Gas	5 l/min	5.0 l/min	
Nebulizer	30 psig	30 psig	
Multimode (Expt)		Ionization Modes (seg)	
VCap	2000 V	Capillary	0.141 uA
Corona+	4 uA	Corona	110 V
		Chamber	3.61 uA
		Charging Voltage	2000 V
		Fragmentor	175 V
		Skimmer	65 V
		OCT 1 RF Vpp	750 V
		Ionization Modes	Mixed

Figure 19 Paramètres d'acquisition pour la source multimodale

Ouverture de la source multimodale

Ouvrez la source multimodale pour accéder au capuchon et à la colonne capillaire dans le cadre des opérations de nettoyage et d'inspection.

AVERTISSEMENT

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

AVERTISSEMENT

Ne touchez jamais les surfaces de la source, en particulier lorsque vous analysez des substances toxiques ou que vous manipulez des solvants toxiques. La source comporte de nombreuses pièces pointues (aiguille de l'électrode corona APCI, capteur de l'évaporateur et contre-électrode) qui peuvent engendrer des blessures corporelles sévères.

AVERTISSEMENT

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

- 1 Interrompez le flux et la température de la source multimodale :
 - a Réglez le champ **Context** sur **Acquisition**.
 - b Cliquez sur l'onglet **MS Q-TOF**.
 - c Placez l'instrument en veille.
 - d Attendez environ 20 minutes, le temps que la source refroidisse.
- 2 Ouvrez le couvercle de la chambre de nébulisation en tirant sur le taquet.

Pour éviter la présence de tensions dangereuses dans la chambre, le courant haute tension se coupe automatiquement dès que la porte de la chambre est ouverte.
- 3 Vérifiez que la tige du capteur de température de l'évaporateur est bien droite et dépasse de 15 mm à l'arrière de la chambre.
- 4 Vérifiez que le séparateur est aligné verticalement.
- 5 Vérifiez que l'électrode corona APCI est bien insérée et dépasse de 3 mm environ de son guide.
- 6 Vérifiez que la source est propre.

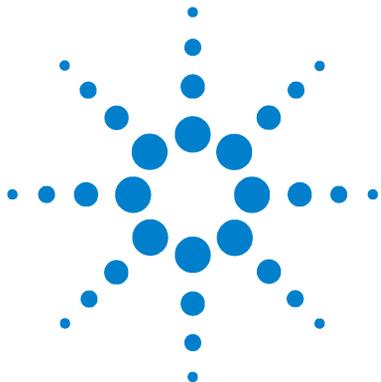
Vérification du réglage de la source multimodale

À ce jour, l'autoréglage n'est disponible que pour la source d'ionisation électrospray double G3251B. Néanmoins, vous pouvez procéder à des étalonnages de masse et optimiser manuellement la résolution de masse avec la source G1978B. Pour étalonner la précision de masse, procédez comme suit :

- 1 Exécutez un autoréglage avec la source d'ionisation électrospray double G3251B installée.
- 2 Retirez la source d'ionisation électrospray double G3251B et installez la source multimodale G1978B à la place.
- 3 Retirez la bouteille B de solution étalon électrospray de l'instrument. Fermez la bouteille de solution étalon avec l'un des bouchons fournis (référence 9300-2575).
- 4 Avec de l'acétonitrile de qualité supérieure, rincez l'une des autres bouteilles de solution étalon (référence 9300-2576) que vous avez reçues avec le kit du LC/MS quadripôle à temps de vol (référence G2581-60170). Versez le mélange de mise au point MMI-L à faible concentration (référence G1969-85020) dans la bouteille de solution étalon que vous venez de rincer. Placez la bouteille de solution étalon sur le LC/MS quadripôle à temps de vol dans la position B.
- 5 À partir du logiciel d'acquisition MassHunter, réglez le champ **Context** sur **Tune**.
 - a Chargez le dernier fichier d'autoréglage utilisé. Réglez le type de source sur « Multimode ».
 - b Cliquez sur l'onglet **Mass TOF Calibration**, puis effectuez un étalonnage de masse.
 - c Réglez la tension de la lentille et les autres paramètres nécessaires pour optimiser la résolution de masse de l'instrument. Si des changements ont été apportés au miroir intermédiaire, un étalonnage de masse doit être effectué.
 - d Vérifiez que l'abondance est suffisante pour les pics de réglage, que le pic de réglage à 2122 a une résolution supérieure à 10 000 et que toutes les attributions de masse sont dans la limite de 2 ppm à l'issue de l'étalonnage de masse.
- 6 Enregistrez le fichier de réglage, puis fermez le contexte de réglage.

2 Configuration

Vérification du réglage de la source multimodale



3 Vérification de l'installation

- Étape 1. Autoréglage 28
- Étape 2. Configuration des noms et des paramètres de méthode 29
- Étape 3. Création de la méthode MMCHECKTOF_EI_POS.m 32
- Étape 4. Création de la méthode MMCHECKTOF_EI_NEG.m 34
- Étape 5. Création de la méthode MMCHECKTOF_CI_POS.m 36
- Étape 6. Création de la méthode MMCHECKTOF_CI_NEG.m 38
- Étape 7. Création de la méthode MMCHECKTOF_MX_EI POS_CI POS.m 40
- Étape 8. Création de la méthode MMCHECKTOF_MX_EI NEG_CI NEG.m 42
- Étape 9. Exécution des méthodes créées 44
- Étape 10. Calcul de la réponse de la démo multimodale 52
- Étape 11. Remplissage du rapport d'analyse de la source multimodale pour le calcul des hauteurs de pic 53

Ce chapitre explique comment créer et exécuter des méthodes pour vérifier le fonctionnement du système.



Étape 1. Autoréglage

Cette étape ne concerne que le logiciel d'acquisition MassHunter pour la version TOF/Q-TOF B.01.03 ou supérieure.

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

Étape 2. Configuration des noms et des paramètres de méthode

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

Tableau 1

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

3 Vérification de l'installation

Étape 2. Configuration des noms et des paramètres de méthode

Tableau 1

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

Étape 2. Configuration des noms et des paramètres de méthode

3 Vérification de l'installation

Étape 3. Création de la méthode MMCKECKTOF_EI_POS.m

Étape 3. Création de la méthode MMCKECKTOF_EI_POS.m

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

- Utilisez les paramètres suivants pour la méthode MMCKECKTOF_EI_POS.m :

The screenshot shows the 'MS TOF' tab in the software interface. The 'Ion Source' section is set to 'MMI'. Under 'Ion Polarity (Seg.)', 'Positive' is selected. The 'Time and Scan Segments' section shows a time of 0.00 minutes and 1 scan. The 'MMI (Seg.)' section includes parameters for Gas Temp (350 C), Vaporizer (200 C), Drying Gas (5.0 l/min), Nebulizer (60 psig), and MS TOF (Scan) parameters (Fragmentor 225 V, Skimmer 60 V, OCT RF V 250 V). The 'MMI (Scan)' section includes VCap (1000 V), Corona+ (4.0 µA), and other scan parameters.

Figure 20 Paramètres d'acquisition

The screenshot shows the 'Chromatogram' tab. The 'Chromatogram Details' section shows 'Type' as 'EIC', 'Label' as 'Crystal Violet', 'Extracted Masses' as '372-372.3', 'Offset' as '15 %', and 'Y-axis range' as '1000000 counts'. The 'Segments' list shows 'All' and 'Scan 1'. The 'Chromatograms' list shows '1 Crystal Violet', '2 1-Hexanesulfonic acid', '3 Carbazole', and '4 9-Phenanthrol'. The 'Scan 1' segment is selected.

Figure 21 Chromatogramme

Étape 3. Création de la méthode MMCHECKTOF_EI_POS.m

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

3 Vérification de l'installation

Étape 4. Création de la méthode MMCHECKTOF_EI_NEG.m

Étape 4. Création de la méthode MMCHECKTOF_EI_NEG.m

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

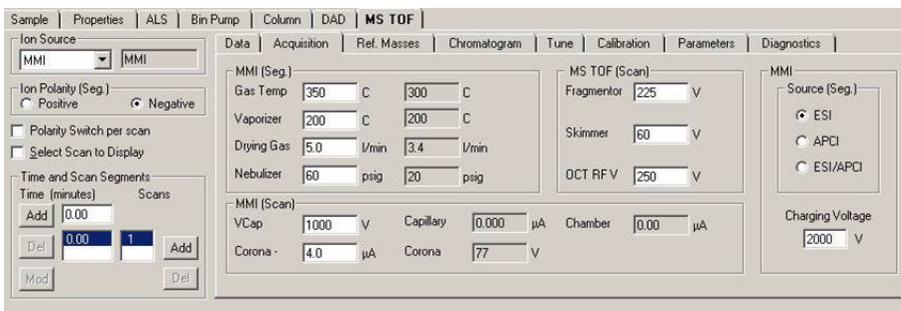


Figure 22 Acquisition

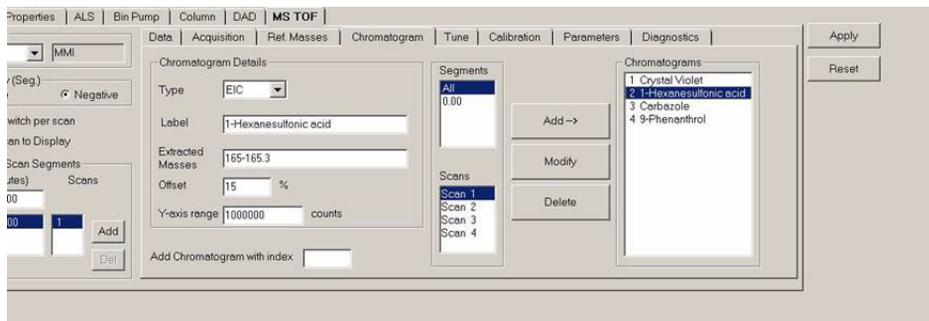


Figure 23 Chromatogramme

Étape 4. Création de la méthode MMCHECKTOF_EI_NEG.m

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

3 Vérification de l'installation

Étape 5. Création de la méthode MMCKECKTOF_CI_POS.m

Étape 5. Création de la méthode MMCKECKTOF_CI_POS.m

- Utilisez les paramètres suivants pour la méthode MMCKECKTOF_CI_POS.m :

The screenshot shows the 'MS TOF' acquisition parameters window. The 'Ion Source' is set to 'MMI'. The 'Ion Polarity (Seg.)' is set to 'Positive'. The 'Time and Scan Segments' section shows 'Time (minutes)' at 0.00 and 'Scans' at 1. The 'MMI (Seg.)' section includes parameters for Gas Temp (350 C), Vaporizer (200 C), Drying Gas (5.0 l/min), Nebulizer (20 psig), MS TOF (Scan) parameters (Fragmentor: 225 V, Skimmer: 60 V, OCT RFV: 250 V), and MMI (Scan) parameters (VCap: 1000 V, Capillary: 0.008 µA, Chamber: 0.78 µA, Corona +: 6.0 µA, Corona: 4923 V).

Figure 24 Acquisition

The screenshot shows the 'Chromatogram' window. The 'Chromatogram Details' section shows 'Type' as 'EIC', 'Label' as 'Carbozole', 'Extracted Masses' as '168-168.3', and 'Offset' as '15 %'. The 'Segments' list shows 'Scan 1' selected. The 'Chromatograms' list shows four entries: '1 Crystal Violet', '2 1-Hexenesulfonic acid', '3 Carbozole', and '4 9-Phenanthrol'. The 'Y-axis range' is set to '1000000 counts'.

Figure 25 Chromatogramme

Étape 5. Création de la méthode MMCHECKTOF_CI_POS.m

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

3 Vérification de l'installation

Étape 6. Création de la méthode MMCKECKTOF_CI_NEG.m

Étape 6. Création de la méthode MMCKECKTOF_CI_NEG.m

- Utilisez les paramètres suivants pour la méthode MMCKECKTOF_CI_NEG.m :

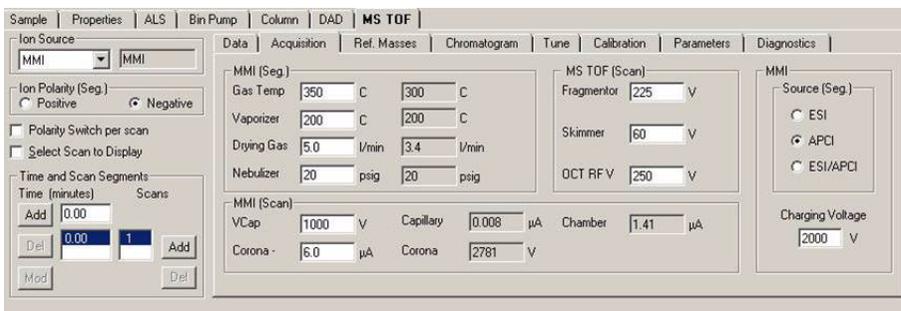


Figure 26 Acquisition

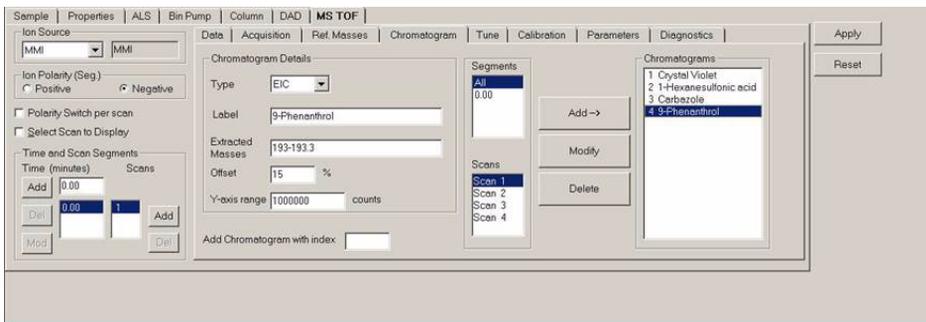


Figure 27 Chromatogramme

Étape 6. Création de la méthode MMCHECKTOF_CI_NEG.m

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

3 Vérification de l'installation

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

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

- Utilisez les paramètres suivants pour la méthode MMCKECKTOF_MX_EI POS_CI POS.m :

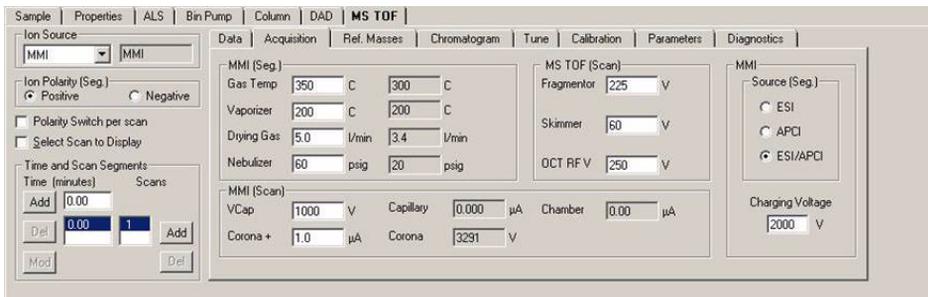


Figure 28 Acquisition

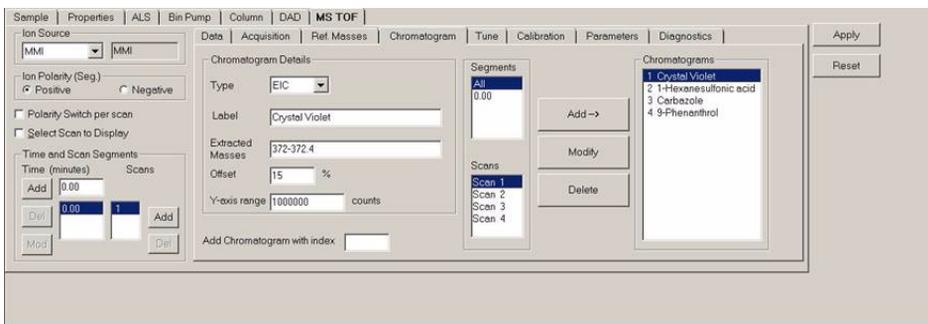


Figure 29 Chromatogramme

Mode d'ionisation MM-ES+APCI

Polarité Positive

Pompe 1 - Pompe binaire série 1100

Contrôle

Débit de la colonne 0,400 mL/min

Heure d'arrêt Aucune limite

Durée postanalyse Aucune

Solvants

Solvant A 100 % (65 % MeOH : 35 % H₂O + acide acétique à 0,2 %)

Solvant B 0 %

Limites de pression

Pression min. 0 bar

Pression max. 400 bars

Chambre de nébulisation

[MSZones]

T° gaz 350 °C 350 °C max.

Évaporateur 200 °C 250 °C max.

Gaz de séchage 5 L/min 13 L/min max.

Pression du nébuliseur 60 psig 60 psig max.

Tension de la colonne capillaire (positive) 1 000 V

Tension de la colonne capillaire (négative) 1 000 V

Tension de charge (positive) 2 000 V

Tension de charge (négative) 2 000 V

Électrode corona (positive) 1 µA

Électrode corona (négative) 1 µA

3 Vérification de l'installation

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

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

- Utilisez les paramètres suivants pour la méthode MMCKECKTOF_MX_EI NEG_CI NEG.m :

The screenshot shows the 'MS TOF' acquisition parameters window. The 'Ion Source' section is set to 'MMI' with 'Negative' polarity. The 'MS TOF (Scan)' section includes parameters for Fragmentor (225 V), Skimmer (60 V), and OCT RF V (250 V). The 'MMI (Scan)' section includes parameters for VCap (1000 V), Capillary (0.000 µA), Chamber (0.00 µA), Corona (1.0 µA), and Corona (2551 V). The 'Charging Voltage' is set to 2000 V.

Figure 30 Acquisition

The screenshot shows the 'MS TOF' chromatogram window. The 'Chromatogram Details' section shows 'Type' as 'EIC', 'Label' as '1-Hexanesulfonic acid', 'Extracted Masses' as '165-165.3', 'Offset' as '15 %', and 'Y-axis range' as '1000000 counts'. The 'Segments' list includes 'All' and 'Scan 1'. The 'Chromatograms' list includes '1 Crystal Violet', '2 1-Hexanesulfonic acid', '3 Carbazole', and '4 9-Phenanthrol'.

Figure 31 Chromatogramme

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

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

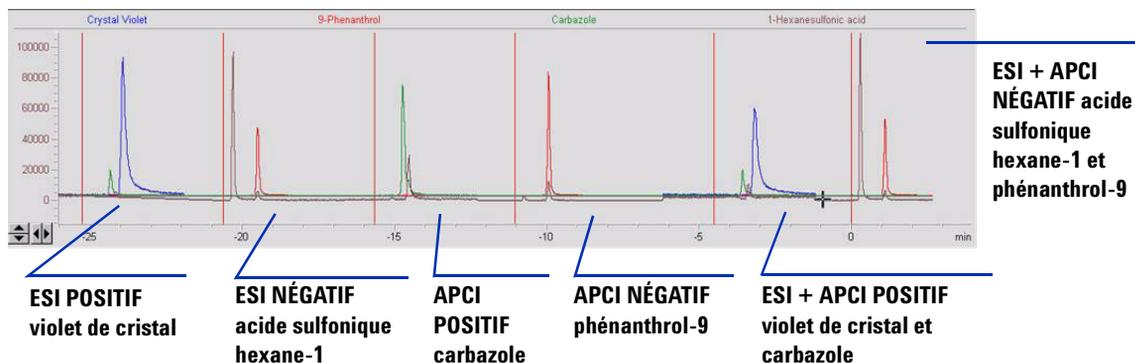
3 Vérification de l'installation

Étape 9. Exécution des méthodes créées

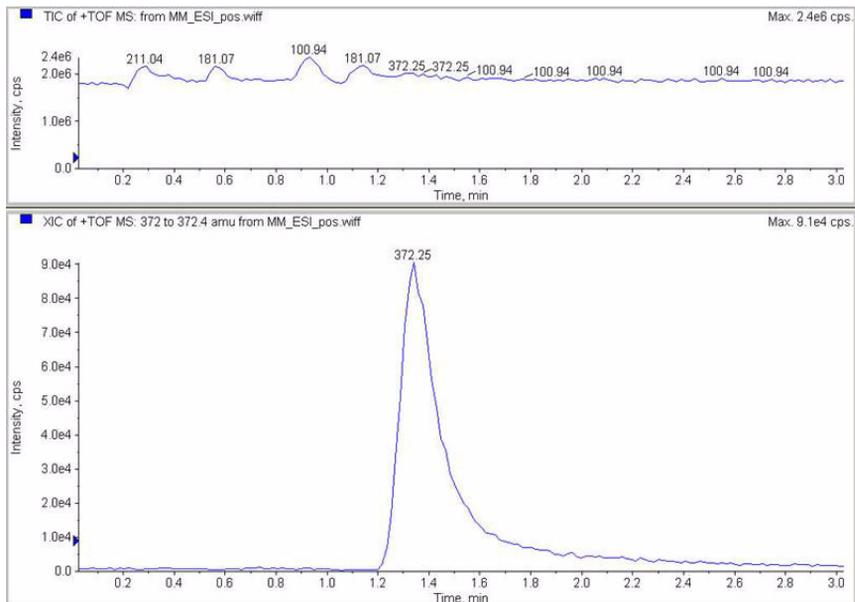
Étape 9. Exécution des méthodes créées

1 Exécutez chacune des méthodes que vous venez de créer.

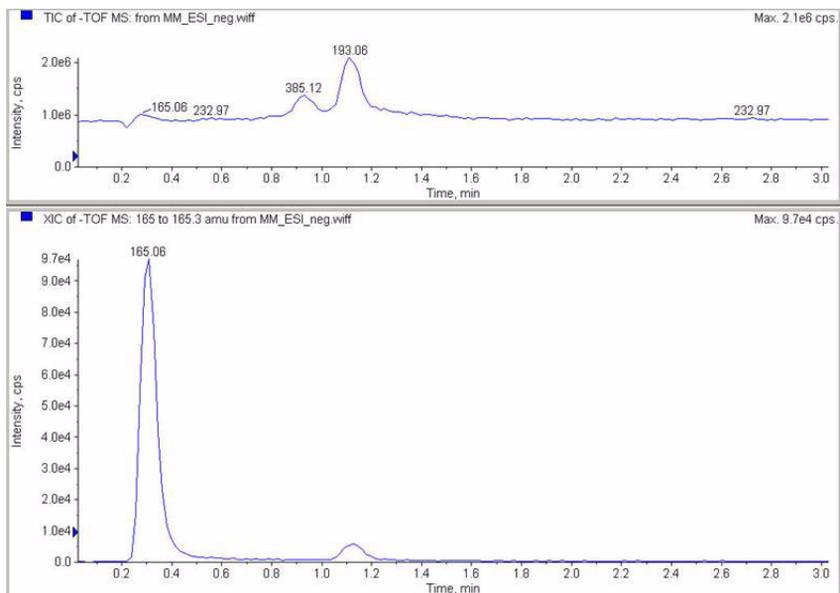
Les graphiques ci-dessous illustrent les six résultats d'analyse.



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



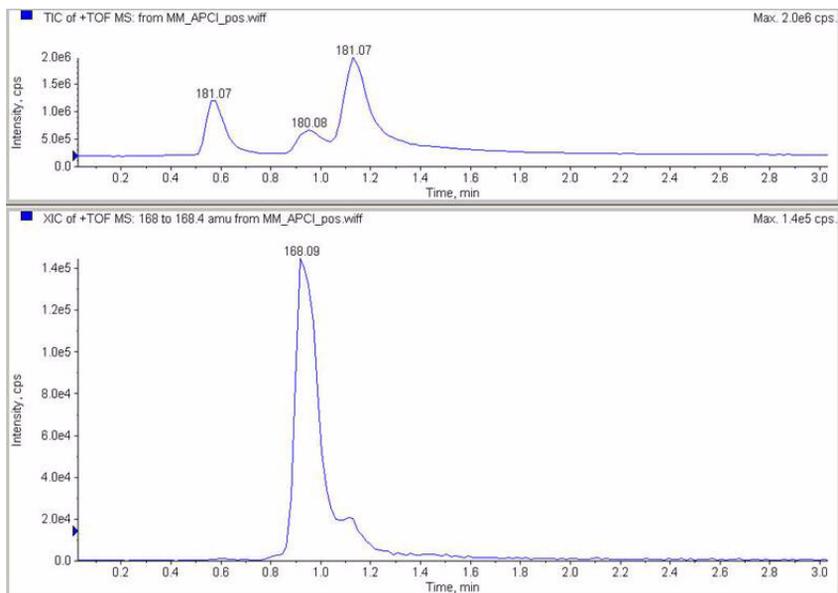
- 3 Étudiez les résultats correspondant à MM_ESI_neg.wif. Faites une extraction de l'ion 165-165.4. Enregistrez la hauteur du pic (97 000, par exemple).



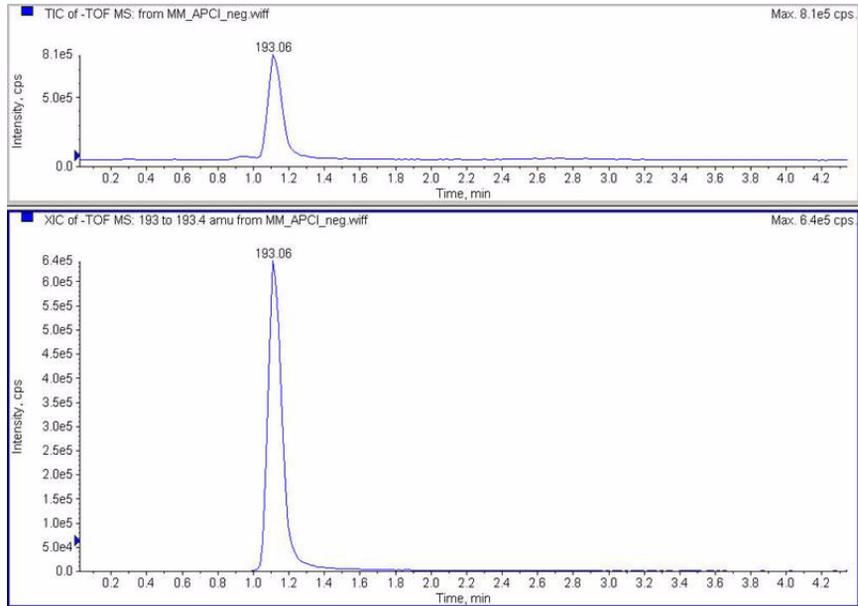
3 Vérification de l'installation

Étape 9. Exécution des méthodes créées

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



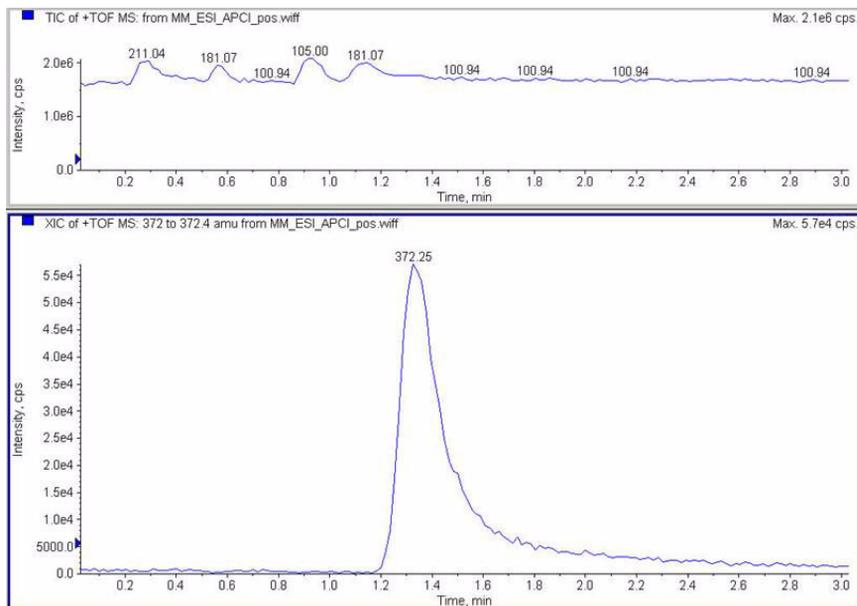
- 5 Étudiez les résultats correspondant à MM_APCI_neg.wif. Faites une extraction de l'ion 193-193.4. Enregistrez la hauteur du pic (640 000, par exemple).



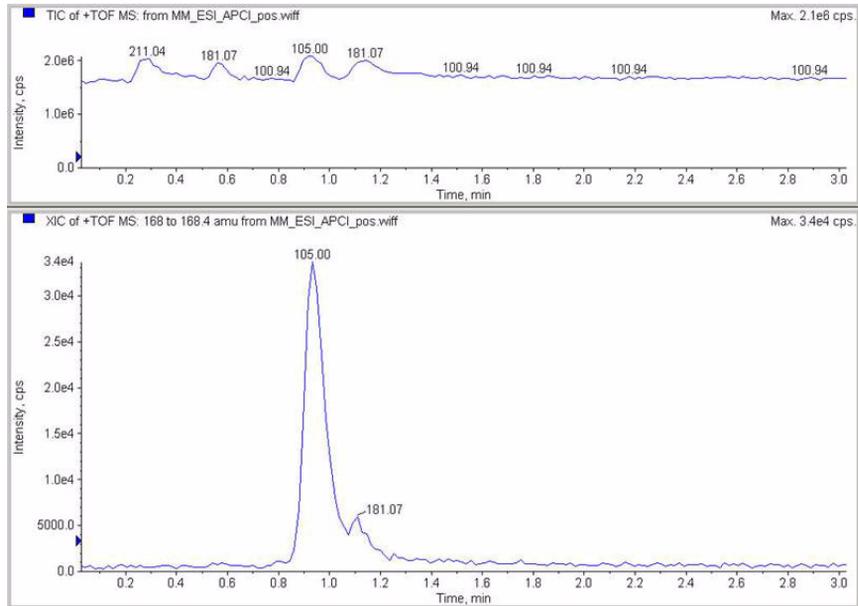
3 Vérification de l'installation

Étape 9. Exécution des méthodes créées

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



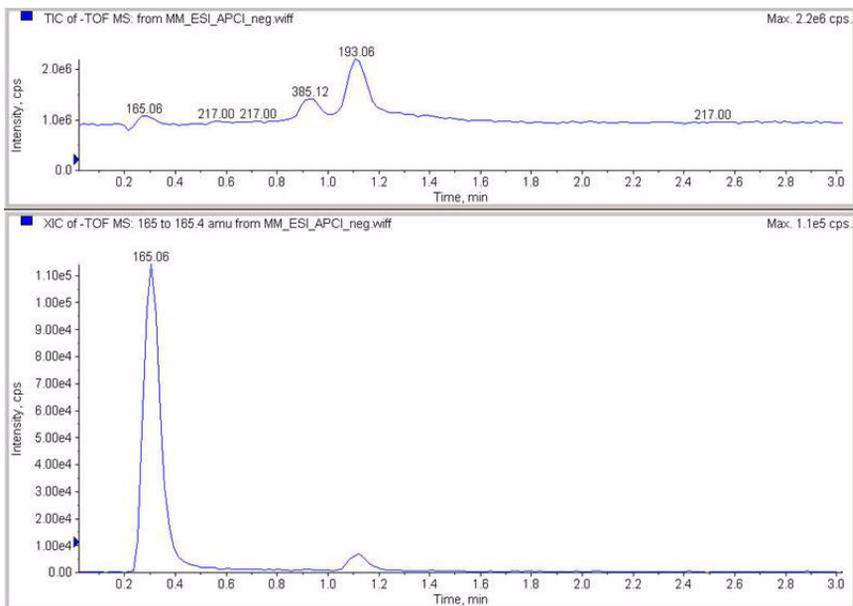
- 7 Étudiez les résultats correspondant à MM_ESI_APCI_pos.wif. Faites une extraction de l'ion 168-168.4. Enregistrez la hauteur du pic (34 000, par exemple).



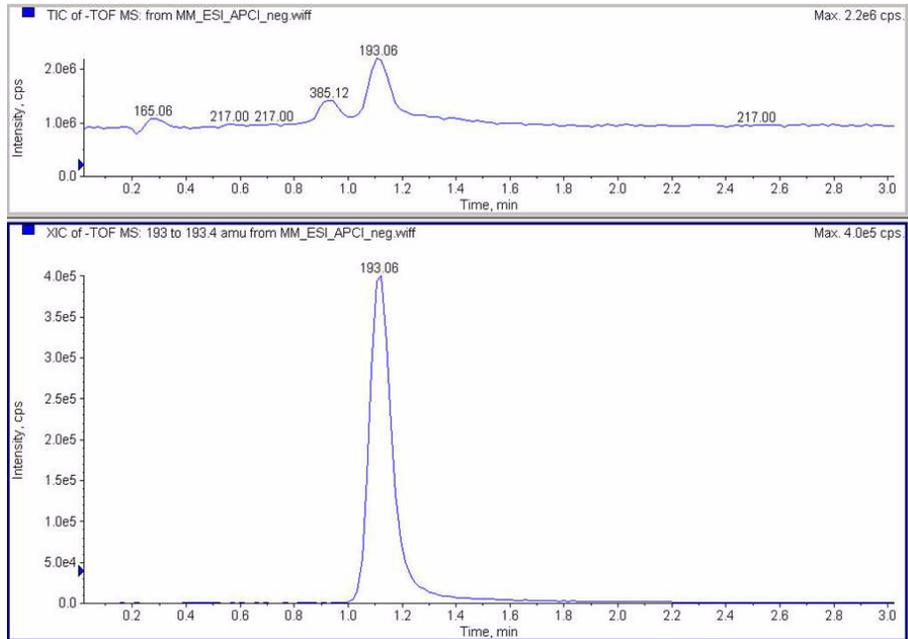
3 Vérification de l'installation

Étape 9. Exécution des méthodes créées

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



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



3 Vérification de l'installation

Étape 10. Calcul de la réponse de la démo multimodale

Étape 10. Calcul de la réponse de la démo multimodale

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

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

Multimode Ion Source Report

MSD type: TOF Instrument name: Operator name:

Acquisition date: 23-Feb-2006

Datafiles:

- MM_ESI_pos.wif
- MM_ESI_Neg.wif
- MM_APCI_POS.wif
- MM_APCI_NEG.wif
- MM_ESI_APCI_POS.wif
- MM_ESI_APCI_NEG.wif

ESI Compound Results						
Compound	m/z	Polarity	ESI mode	Mixed mode	Mixed:ESI ratio	Result
Crystal violet	372.2	Positive	91k	57k	63%	Pass
1-Hexanesulfonic acid	165.1	Negative	97k	110k	113%	Pass

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

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

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

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

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

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

```

Multimode Ion Source Report
MSD type: TOF          Instrument name:          Operator name:
Acquisition date: 23-Feb-2006
Datafiles:
MM_ESI_pos.wif
MM_ESI_Neg.wif
MM_APCI_POS.wif
MM_APCI_NEG.wif
MM_ESI_APCI_POS.wif
MM_ESI_APCI_NEG.wif

```

ESI Compound Results						
Compound	m/z	Polarity	ESI mode	Mixed mode	Mixed:ESI ratio	Result
Crystal violet	372.2	Positive				
1-Hexanesulfonic acid	165.1	Negative				

APCI Compound Results						
Compound	m/z	Polarity	APCI mode	Mixed mode	Mixed:APCI ratio	Result
Carbazole	168.1	Positive				
9-Phenanthrol	193.1	Negative				

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

3 Vérification de l'installation

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

Index

A

autoréglage, 25

C

conversion d'une source ESI ou APCI, 15

conversion en source ESI ou APCI, 14

couvercle standard de la chambre de
nébulisation de la source
multimodale, 17

E

ESI

conversion d'une source, 15

conversion en source, 14

F

filtre d'entrée de la vanne de dérivation, 20

I

installation, 7

M

méthode

configuration de base, 22

multimodale

nébuliseur, 19

photographie de la source, 21

O

ouverture de la source multimodale, 24

P

pièces

couvercle standard de la chambre de
nébulisation de la source
multimodale, 17

www.agilent.com

Contenu de ce manuel

Ce manuel contient les instructions d'installation, d'utilisation, de maintenance et de dépannage de la Source multimodale pour LC/MS quadripôle à temps de vol Agilent série 6500.

© Agilent Technologies, Inc. 2008

Imprimé aux États-Unis
Première édition, décembre 2008



G1978-93100



Agilent Technologies