

# Agilent G1978B Source multimodale pour LC/MS Triple Quadripôle Agilent série 6410

# 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**

G1978-93090

#### Édition

Première édition, décembre 2008

Imprimé aux États-Unis

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

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

Windows NT<sup>®</sup> est une marque déposée de Microsoft Corporation aux États-Unis.

#### Garantie

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

#### **Licences technologiques**

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

#### **Limitation des droits**

L'utilisation du logiciel dans le cadre d'un contrat principal ou de sous-traitance avec le Gouvernement américain est soumise à la réglementation fédérale des Etats-Unis régissant les logiciels informatiques commerciaux (DFAR 252.227-7014, juin 1995) ou les produits commerciaux (FAR 2.101(a)) ou les logiciels informatiques sous licences (FAR 52.227-19, juin 1987) ou toute réglementation ou clause de contrat équivalente. L'utilisation, la duplication ou la publication de ce logiciel est soumise aux termes de la licence commerciale standard délivrée par Agilent Technologies. Conformément à la directive FAR 52.227-19(c)(1-2) (juin 1987), les droits d'utilisation accordés aux départements et agences rattachés au Gouvernement américain sont limités aux termes de la présente limitation des droits. Les droits d'utilisation accordés au Gouvernement américain dans le cadre des données techniques sont limités conformément aux directives FAR 52.227-14 (juin 1987) ou DFAR 252.227-7015 (b)(2) (novembre 1995).

#### Mentions de sécurité

### ATTENTION

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

## AVERTISSEMENT

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

# Contenu de ce guide

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

#### **1** Installation

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

#### 2 Vérification des performances

Ce chapitre explique comment configurer les méthodes et effectuer l'autoréglage de la source d'ionisation multimodale.

# Table des matières

1

2

Installation 7
Installation 8
Étape 1. Préparation de l'installation 8
Étape 2. Installation des câbles et de la carte PCA de contrôle HT 9
Changement de source 13
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
Vérification des performances 21
Consultation des méthodes et exécution de la liste de travail 22
Vérification de la sensibilité 24
Autoréglage de la source multimodale 28

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

Multimode Source for 6400 Series Triple Quad LC/MS Set-Up Guide

29

Table des matières



Agilent G1978B Source multimodale pour LC/MS Triple Quadripôle Agilent série 6410 Guide de configuration

# Installation

Installation 8

Étape 1. Préparation de l'installation 8

Étape 2. Installation des câbles et de la carte PCA de contrôle HT 9 Changement de source 13

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 Triple Quadripôle Agilent série 6400, puis comment la retirer et la remplacer.



# 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).

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



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.

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

**5** Branchez le petit câble gris entre la carte PCA de la vanne et l'alimentation HT de la source multimodale.



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

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.

# **Changement de source**

# 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 QQQ**.
  - c Dans l'onglet Source, interrompez toutes les tensions et températures.

### **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

# **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 QQQ**.
  - c Dans l'onglet Source, interrompez toutes les tensions et températures.
- **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

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)..



Capuchon de la colonne capillaire

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.

Conversion d'une source ESI ou APCI en 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. Si vous ne les placez dans la position appropriée, le temps de réponse de la source multimodale sera réduit de manière considérable. Desserrez les deux vis latérales pour régler la position des électrodes de charge électrostatique.

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.

Conversion d'une source ESI ou APCI en 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).



**Figure 18** Tube à gaz relié au nébuliseur

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.



Agilent G1978B Source multimodale pour LC/MS Triple Quadripôle Agilent série 6410 Guide de configuration

# 2 Vérification des performances

Consultation des méthodes et exécution de la liste de travail 22 Vérification de la sensibilité 24 Autoréglage de la source multimodale 28 Configuration d'une méthode pour qu'elle utilise la source multimodale 29

Ce chapitre explique comment réaliser la configuration matérielle et vérifier les spécifications de performance du système installé.



Consultation des méthodes et exécution de la liste de travail

# Consultation des méthodes et exécution de la liste de travail

Vous utilisez la source multimodale en mode MRM (Multiple Reaction Monitoring) positif.

1 Vérifiez que le débit du gaz de la cellule de collision entraîne un niveau de vide dans la gamme 2,7 à 3,3 x 10e-5 torrs au niveau de la jauge à vide secondaire.

Pour afficher la valeur de la jauge à vide secondaire, cliquez sur l'onglet **Cell** dans la vue « Context: Tune" et vérifiez que la valeur est dans la plage définie. Si ce n'est pas le cas, reportez-vous à la section « To reset the Collision Cell gas flow rate » du document *Installation Guide* du LC/MS Triple Quadripôle.

2 À partir du logiciel d'acquisition de données, réglez le champ **Context** sur **Acquisition** et lancez un autoréglage (**Autotune**).

Une fois l'autoréglage effectué, vous devez attendre environ 30 minutes (le temps que le système pompe la solution étalon et que l'instrument Triple Quadripôle soit vide). Cette mesure permet de diminuer les signaux de fonds attribuables à la solution étalon. Sinon, vous pouvez également soumettre le nébuliseur aux ultrasons pendant dix minutes dans un petit cylindre gradué rempli d'acétonitrile.

- **3** Réglez le champ « Context » sur **Acquisition**, cliquez sur **File > Load** et chargez la méthode **MMI-ES Pos MRM Reserpine Checkout.m**. La méthode de contrôle utilise les paramètres d'acquisition suivants :
  - Volume d'injection : 2 μL
  - Analyse isocratique à partir de la voie A à 0,4 mL/min
  - Durée d'analyse : 2,5 minutes
  - Température du gaz de séchage : 250 °C
  - Débit du gaz de séchage : 5 L/min (peut être optimisé, généralement entre 10 et 13 L/min)
  - Pression du nébuliseur : 60 psi (peut être optimisée, généralement entre 35 et 40 psi)
  - Tension de la colonne capillaire : 2 000 V
  - Température de l'évaporateur : 250 °C
  - Tension de charge : 2 000 V

Consultation des méthodes et exécution de la liste de travail

- Tension de la cellule de collision : 37 V (peut être optimisée, généralement entre 37 et 41 V)
- Tension du fragmenteur : 240 V (peut être optimisée, généralement entre 140 et 250 V)
- Tension EMV delta : 700 V (peut être optimisée, généralement entre 400 et 800 V)
- Résolution : SM1 sur Wide et SM2 sur Unit
- 4 Dans la méthode, sélectionnez la voie A et utilisez le mélange méthanol/eau (75:25) avec 5 mM de formiate d'ammonium comme solvant de CPL.
- 5 Cliquez sur File > Load, puis chargez la méthode MMI-ES Pos MS2 Scan.m.
- 6 Dans la méthode, sélectionnez la voie A et utilisez le mélange méthanol/eau (75:25) avec 5 mM de formiate d'ammonium comme solvant de CPL.
- 7 Placez les flacons dans le passeur automatique d'échantillons du CPL.
  - Position 1 : flacon vide, sans bouchon
  - Position 2 : flacon rempli de solvant utilisé pour la dilution (blanc de solvant)
  - Position 3 : flacon rempli d'échantillon de réserpine (500 fg/μL)
- 8 Dans le menu File, cliquez sur Load et chargez la liste de travail : MMI-ES Pos Reserpine Checkout.wkl.

La liste de travail réalise une injection du blanc de solvant pour collecter les données relatives aux ions de fond (méthode **ESI Pos MS2 Scan.m**), puis réalise une injection du flacon vide, cinq injections du blanc de solvant et cinq injections de l'échantillon de réserpine (en utilisant la méthode **ESI Pos MRM Reserpine Checkout.m** pour chacune de ces analyses).

Vérification de la sensibilité

# Vérification de la sensibilité

Agilent MassHunter Workstation Data Acquisition								
Eile Edit View Iools Worklist Run Help								
Context: Acquisition 💌 Layout: Worklist Creation 💌 🔛	Method: ESI Pos MRM	I Reserpine Checkout.m		▼ Worklist: ESI Pos Reser	oine Checkout.wkl			-
🎯 💹 🧭 🔛 🙏 🛍 🛍 🗙 💼 S R M W T 🚡 🍙 🗍 결비	📸 STOP 🔵 💷							
QQQ Spectrum MS 377.31			000	Spectrum MS 377.31				
0.000006M = 195.10		397.00	448 0.00	0005M- 195.10			397.00	44
<u>₩</u> 0.000004M								
<u><u></u> <u></u> <u></u> <u></u> <u></u> <u></u> <u></u> <u></u> <u></u> <u></u> <u></u> <u></u> <u></u> </u>			0.00	000484				
₹ 1								
	350	400	450 800	000344				
rv v m/z(amu	)		e co					
TIC			and a contract of the second s	-MC000				
3								
8000000				0000114				
400000 -			0.00					
2000000 -				2000000				
		<b>_</b>		200 250	300	350	400	450
330 340 350	360	370	380 min		m/z(amu	)		
Sample Properties ALS Bin Pump Column MS QQQ								-
Sample	Run					A	aalu	
Name: Beservice 500fg Position: Vial 1	Run Type:	Standard Start	•					
Zanna Indespine coolig - right India	Dest of moth adds and		_			B	eset	
	matt or method to run:	Acquisition Only	<u>*</u>					
Custom1: Custom2:	Operator Name:		-					
Data File	Wait Time for Ready:	10	(min)					
Auto-increment	Injection Volume:	Ja	(µl)					
Name: D		1.						
Heserpinecheckoutuul.d								
Pathr Data Land Data	Lomment							
Laur DrwassHuntersData View Data	1							
								-
Sample Name Sample Position Acq Metho	d	DA Method	Data File	Sample Type	Level Name	lnj Vol (μl)	Comment	
1   Background Scan Vial 2  D:\MassHunter\methods\ESI Pos MS2  Ar Air Plank  Vial 1  D\M assHunter\methods\ESI Pas MP	Scan.m	D	:\MassHunter\Data\Background9	can001.d Sample		1		
3	A Reserpine Checkout.m		. vmassnunter\Data\AirbiankUUT. :\MassHunter\Data\SolventBlank	001.d Sample		1		
4 ✔ Solvent Blank Vial 2 D:\MassHunter\methods\ESI Pos MR	4 Reserpine Checkout.m	C	MassHunter\Data\SolventBlank	002.d Sample		1		
5  V Solvent Blank Vial 2 D:\MassHunter\methods\ESI Pos MRI	4 Reservine Checkout m	C	:\MassHunter\Data\SolventBlank	003.d Sample		1		
7 y Solvent Blank Vial 2 D:\MassHunter\methods\ESI Pos MRH	4 Reserpine Checkout.m		:\MassHunter\Data\SolventBlank	005.d Sample		1		
8 v Reserpine 500 fg Vial 3 D:\MassHunter\methods\ESI Pos MRH	4 Reserpine Checkout.m	C	\MassHunter\Data\ReserpineCh	eckout001.d Sample	•	1		
9 V Reserpine 500 fg   Vial 3 D:\MassHunter\methods\ESI Pos MRI	4 Reserpine Checkout.m	C	:\MassHunter\Data\ReserpineChi :\MassHunter\Data\ReserpineChi	eckout002.d Sample		1		
	4 Receiping Check out multiple			amused U DOMING	1			
Preserpine 500 rg Vial 3     D.\MassHunter\methods\ESI Pos MRY     Preserpine 500 rg Vial 3     D.\MassHunter\methods\ESI Pos MRY	4 Reserpine Checkout.m 4 Reserpine Checkout.m	C	:\MassHunter\Data\ReserpineCh	eckout004.d Sample		1		
Preserpine 300 fg: Vial 3     D. WrassHunder/Miendous/ESI Pos/MR     Reserpine 500 fg: Vial 3     D. WrassHunder/methods/ESI Pos/MR     Preserpine 500 fg: Vial 3     D. WrassHunder/methods/ESI Pos/MR	4 Reserpine Checkout.m 4 Reserpine Checkout.m 4 Reserpine Checkout.m		MassHunter\Data\ReserpineCh MassHunter\Data\ReserpineCh	eckout004.d Sample eckout005.d Sample		1		
Preseptine 2001 gi Vial 3 D: Waashunder Winefrods 2:51 Pos MRP     Preserpine 5001 gi Vial 3 D: Waashunder wethods 2:51 Pos MRP     Preserpine 5001 gi Vial 3 D: Waashunder wethods 2:51 Pos MRP	4 Reserpine Checkout.m 4 Reserpine Checkout.m 4 Reserpine Checkout.m	C	MassHunter\Data\ReserpineCh \MassHunter\Data\ReserpineCh	eckout004.d Sample eckout005.d Sample		1		
10         P         Pesspire 2003 g         Ve3 3         D         Understructure tutertoad VE3 in 70% mini           11         P         Reservice 500 fg         Ve3 3         D         Understructure tutertoad VE3 in 70% mini           12         P         Reservice 500 fg         Ve3 3         D         Understructure tutertoad VE3 in 70% mini	4 Reserpine Checkout.m 4 Reserpine Checkout.m 4 Reserpine Checkout.m	C	MassHunter/Data/ReserpineCh MassHunter/Data/ReserpineCh	sckout004.d Sample sckout005.d Sample		1		
10         P         Perseptite: 500 (g)         Vel 3         D)         Understructure unlendud: SE1 708 mini           11         P         Reservice 500 (g)         Vel 3         D)         Vel assifturate framework SE1 708 mini           12         P         Reservice 500 (g)         Vel 3         D)         NessHurtlet/methods/SE1 708 mini	4 Reserpine Checkout.m 4 Reserpine Checkout.m 4 Reserpine Checkout.m	U C C C C C C C C C C C C C C C C C C C	MassHunter\Data\ReserpineCh \MassHunter\Data\ReserpineCh	eckout004.d Sample eckout005.d Sample		1		
ID Presepter 500 (g Via 3 D Mestfurter Interflack SI Po MR     Presepter 500 (g Via 3 D Mestfurter Interflack SI Po MR     Presepter 500 (g Via 3 D Mestfurter Interflack SI Po MR	4 Reserpine Checkout.m 4 Reserpine Checkout.m 4 Reserpine Checkout.m	Worklist	MassHunter/Data/ReserpineCh	eckout004.d Sample eckout005.d Sample				

Figure 19 Liste de travail pour la vérification par réserpine

- 1 Consultez la liste de travail pour vérifier que la méthode et les chemins des fichiers de données sont corrects mais aussi que les noms des fichiers de données listés sont uniques et n'ont pas déjà fait l'objet d'une acquisition.
- 2 Exécutez la liste de travail.

- **3** Une fois la liste de travail exécutée, calculez le rapport signal sur bruit pour chaque injection :
  - **a** Chargez le fichier de données correspondant à chaque injection de blanc de solvant et d'échantillon de réserpine dans le programme Qualitative Analysis.
  - **b** Générez les chromatogrammes d'ions extraits (EIC) pour l'ion 195.1.

Extract Chromatograms		X
List of opened data files WorklistData1+003.d	Type:       EIC       Integrate when extracted         MS Chromatogram       Advanced       Excluded Masses         MS level:       MS/MS       AScans:       Multiple reaction monitor       A         Polarity:       Positive       APrecursor ion m/z:       609.3       A         m/z value(s):       195.1       A         Merge multiple masses       More chromatogram	
	OK Cancel	

Figure 20 Boîte de dialogue "Extract Chromatograms"

- c Intégrez chaque pic de réserpine, puis cliquez sur Calculate Signal to Noise.
- d Calculez le rapport signal sur bruit en utilisant le paramètre Height.
- e Sous « Noise Measurement », réglez Noise definition sur RMS et sélectionnez X 3. Dans le champ Noise regions, tapez 1.00 1.45. Assurez-vous que la région du bruit de fond ne comporte pas de pic de réserpine. Si le pic de réserpine entre en élution dans la région par défaut, déplacez la région du bruit de fond de telle sorte qu'elle soit dans la plage 0,45-0,90 minutes après la durée de rétention du pic de réserpine.

#### 2 Vérification des performances

Vérification de la sensibilité

🛛 📑 Method Editor	r: Calculate SignaHo-Noise	×
i 🕼 i 🔊 • (% - i	🕟 🔹 Method Items 🔹 🖉 Method Editor	
Signal measureme	enit	
Signal definition:	Height	
Noise measureme	nt	
Noise definition:	RMS 🔽 🗛 🗙 3	
Noise regions:	1-1.45 🛕 min	
	Enter time ranges separated by commas. For example 1-2, 4-5	
Automatically co	ompute when chromatograms are integrated 🛛 🛕	

Figure 21 Boîte de dialogue "Calculate Signal to Noise"

- **4** Imprimez un rapport de calcul du rapport signal sur bruit pour chaque injection de blanc de solvant et d'échantillon de réserpine. Cochez la case pour inclure les chromatogrammes.
- 5 Ouvrez le fichier D:\MassHunter\Support\Checkout\Sensitivity Checkout Report.xls dans Excel. Complétez les valeurs pour calculer le rapport signal sur bruit moyen, puis enregistrez le fichier.

Le rapport signal sur bruit moyen doit être supérieur à 50:1.

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

#### **6** Imprimez le rapport Excel de calcul du rapport signal sur bruit moyen.

# Autoréglage de la source multimodale

- **1** Retirez la source d'ionisation électrospray G1948B et installez la source multimodale G1978B à la place.
- 2 Versez la solution étalon électrospray ou APCI dans sa bouteille d'origine ou dans un récipient adapté, rincez avec de l'acétonitrile la bouteille qui a contenu la solution étalon, versez le mélange de mise au point MMI-L à faible concentration (référence G1969-85020) dans la bouteille de solution étalon nettoyée, puis réinstallez la bouteille de solution étalon sur le système de distribution de solution étalon (CDS).
- **3** À partir du logiciel d'acquisition MassHunter, réglez le champ **Context** sur **Tune**.
- **4** Chargez un fichier d'autoréglage qui a été généré avec la source d'ionisation électrospray G1948B.
- 5 Exécutez un autoréglage avec la source multimodale G1978B.

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

- 1 À partir du logiciel d'acquisition MassHunter, réglez le champ **Context** sur **Acquisition**.
- 2 Dans l'onglet « MS QQQ », réglez le paramètre **Ion source** sur **MMI** (voir Figure 22, page 30).
- **3** Dans le tableau **Time Segments**, sélectionnez un mode d'ionisation dans la liste **Ion Modes**. Vous pouvez choisir parmi les modes d'ionisation suivants :
  - ESI
  - APCI
  - ESI+APCI

Si vous sélectionnez le mode d'ionisation ESI + APCI, 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 **MMi**.

- **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.

2

#### 2 Vérification des performances

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

Sample   Properties   WPS   Bin Pump   Column   VWD   MS QQQ					
Ion source MMI MMI G No limit/As Pump	Acquisition Source Chromatogram Diagnostics Source parameters Copy				
Tune file     Time filetring       Autotune_092806_175408\atun        ✓ Peak width     0.07	Gas Temp: 325 301.5 °C Paste Vaporizer: 200 °C Paste				
Time segments tt Time Scan Tune Ion Mode Ion Polaritu Diverter Valve Delta EMV	Gas Flow: 5 2.99159 I/min				
1 0 MRM ESI-APCI Negative To MS 400	Nebulizer: 40 14.9962 psi				
	Capillary: 2000 V 3.90720 nA				
	Corona Current: μA				
	Charging: 2000 V				
4.91 cycles/s 203.5 ms/cycle	Chamber Current: 9.00219 µA				

Figure 22 Paramètres d'acquisition pour 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.

# Index

### A

autoréglage, 28

### 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

### 

installation, 7

### Μ

méthode configuration de base, 29 multimodale nébuliseur, 19

#### Ρ

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

### www.agilent.com

# Contenu de ce manuel

Ce manuel contient les instructions d'installation, d'utilisation, de maintenance et de dépannage de la Source multimodale pour LC/MS Triple Quadripôle Agilent série 6410.

© Agilent Technologies, Inc. 2008

Imprimé aux États-Unis Première édition, décembre 2008



G1978-93090



**Agilent Technologies**