

Agilent Station de travail SM

Mise en route



Agilent Technologies

Notes

© Agilent Technologies, Inc. 2011

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

G1431-93002

Edition

Première édition, mars 2011

Imprimé aux Etats-Unis

Agilent Technologies, Inc.
5301 Stevens Creek Boulevard
Santa Clara, CA 95051 Etats-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 qu'il contient, notamment, mais sans s'y restreindre, toute garantie de qualité marchande et d'adaptabilité à une utilisation particulière. Agilent ne saurait en aucun cas être tenue pour responsable des erreurs ou des dommages incidents ou consécutifs, liés à la fourniture, à l'utilisation ou à l'exactitude de ce document ou aux performances de tout produit Agilent auquel il se rapporte. Si Agilent et l'utilisateur ont signé 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 détaillées dans le contrat prévalent.

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

Limitations des droits du Gouvernement des Etats-Unis Les droits s'appliquant au logiciel et aux informations techniques concédées au gouvernement fédéral incluent seulement les droits concédés habituellement aux clients utilisateurs. Agilent concède la licence commerciale habituelle sur le logiciel et les informations techniques suivant les

directives FAR 12.211 (informations techniques) et 12.212 (logiciel informatique) et, pour le ministère de la Défense, selon les directives DFARS 252.227-7015 (informations techniques – articles commerciaux) et DFARS 227.7202-3 (droits s'appliquant aux logiciels informatiques commerciaux ou à la documentation des logiciels informatiques commerciaux).

Signalisation de la sécurité

ATTENTION

La 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 perdues. En présence d'une mention **ATTENTION**, vous ne devez continuer que si vous avez totalement assimilé et respecté les conditions indiquées.

AVERTISSEMENT

Une mention AVERTISSEMENT signale un danger. Si la procédure, le procédé ou les consignes ne sont pas exécutés correctement, les personnes encourent des risques de blessures ou de décès. En présence d'une mention AVERTISSEMENT, vous ne devez continuer que si vous avez totalement assimilé et respecté les conditions indiquées.

Sommaire

1 Introduction

- Contenu de ce manuel 6
- Où trouver de l'aide 7
- Nouveautés de cette version 10
- Matériel 11
- Avertissements de sécurité 13

2 MS Workstation Views and Toolbars.fm

- Icône de démarrage de la station de travail SM 16
- Barre d'outils principale de la station de travail SM 16
- Affichage des commandes du système 18
- Barres d'outils des commandes du système 19
- Fenêtres des modules de commande du système 21
- Barres d'outils de révision des données SM 24

3 Tâches courantes

- Avant d'analyser des échantillons avec le piège à ions CPG/SM Agilent 220 32
- Avant d'analyser des échantillons avec le piège à ions CPG/SM Agilent 240 34
- Arrêt du système CPG/SM 36
- Démarrage du système CPG/SM 36
- Acquisition de données dans la Commande du système 38

Traitement des données du SM 41

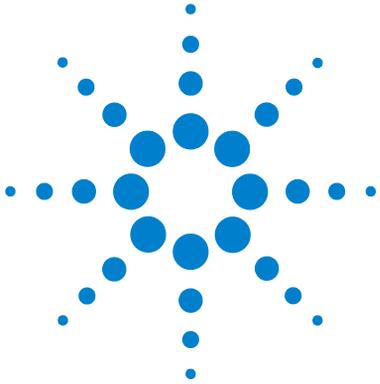
Conseils d'utilisation 42

4 Dépannage de base

Dépannage de base 44

5 Maintenance régulière

Maintenance régulière 48



Agilent Station de travail SM
Mise en route

1 Introduction

Contenu de ce manuel	6
Où trouver de l'aide	7
Nouveautés de cette version	10
Matériel	11
Avertissements de sécurité	13

Contenu de ce manuel

Ce manuel donne un aperçu des éléments fournis avec votre système. Il est conçu pour vous aider à vous familiariser avec le système CPG/Piège à ions.

Dans les pages suivantes, vous trouverez :

- des informations sur les aides complémentaires dont vous disposez ;
- des photos de votre matériel
- chaque barre d'outils trouvée dans le logiciel de la station de travail SM
- les procédures opérationnelles courantes de la station de travail SM
- une brève section traitant des procédures de dépannage de base
- un résumé du calendrier de maintenance ;

Pour plus d'informations, reportez-vous à l'aide en ligne ainsi qu'aux manuels électroniques et aux clips vidéo contenus sur votre disque.

Où trouver de l'aide

DVD d'informations utilisateur



Votre système vous a été livré avec une bibliothèque étendue de documents de référence comprenant des fichiers d'aide en ligne, des manuels électroniques et des vidéos sur des DVD distincts fournis avec chaque instrument.



Les **DVD Agilent Technologies GC & GC/MS Hardware User Information and Utilities** (Informations utilisateur du matériel CPG & CPG/SM Agilent Technologies et utilitaires) sont joints à chaque instrument, et fournissent des documents de référence et de maintenance approfondies pour les chromatogrammes en phase gazeuse actuels Agilent, les détecteurs sélectifs de masse, les pièges à ions et les échantillonneurs de CPG, ainsi qu'une copie du présent document (Mise en route de la station de travail SM).

Ces DVD contiennent des versions traduites des documents dont vous aurez le plus besoin comme :

- Se familiariser avec le CPG
- Guides de sécurité et de réglementation
- Listes de vérification de la préparation du site
- Le document d'installation
- Les guides d'utilisation
- Le manuel de maintenance du CPG
- Le manuel de dépannage

Aide en ligne (F1)

Pour chaque instrument installé, les fichiers d'aide associés comprennent des instructions détaillées concernant la station de travail SM comme :

- Nouveautés
- Les diagnostics
- Les procédures de démarrage et d'arrêt
- L'exécution des analyses
- La configuration des paramètres opérationnels SM

Pour accéder à l'aide en ligne, appuyez sur **F1**, ou sélectionnez les rubriques **Help** dans le menu **Help**.

Icônes de l'Aide



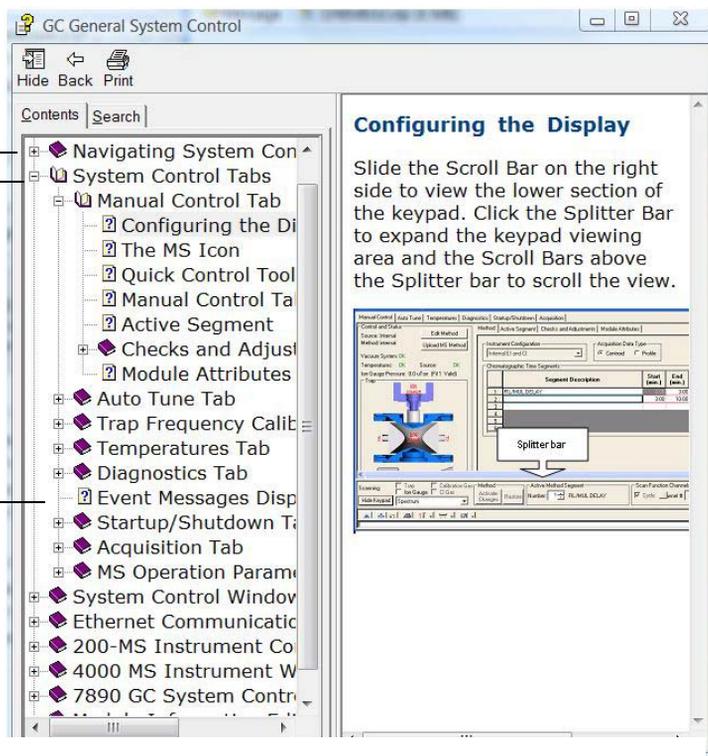
Désigne un manuel contenant d'autres rubriques d'aide. Pour l'ouvrir, cliquez deux fois dessus.



Signale un manuel de rubriques d'aide ouvert. Pour fermer un livre ouvert, cliquez deux fois dessus.



Signale une rubrique d'aide simple. Pour ouvrir la rubrique, cliquez dessus.

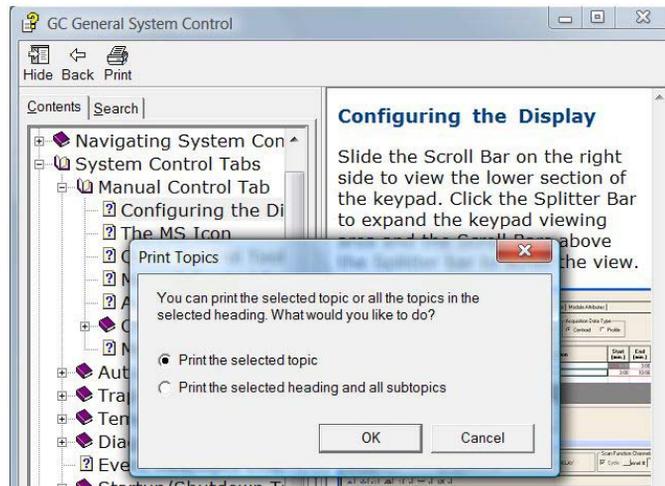


Fonctions

- Hide/Show (Masquer/Afficher) - Masque ou affiche la liste des rubriques d'aide.
- Back (En arrière) - Permet de revenir à la rubrique d'aide précédente.
- Print (Imprimer) - Imprime le livre ou la rubrique d'aide en cours.
- Contents (Sommaire) - Affiche la liste des rubriques d'aide (illustrée ci-contre).
- Search (Rechercher) - Permet de saisir un mot ou un groupe de mots, puis affiche une liste de toutes les rubriques d'aide contenant le ou les mots spécifiés.

Impression d'une rubrique d'aide

- 1 Sélectionnez la rubrique à imprimer (par exemple, **Configuring the display**).
- 2 Cliquez avec le bouton droit de la souris et sélectionnez **Print...**
- 3 Sélectionnez **Print the selected topic**, puis cliquez sur **OK**.
- 4 Vérifiez l'imprimante sélectionnée et cliquez sur **Print**.
- 5 Les informations figurant dans cette rubrique s'impriment. Les rubriques qui lui sont associées ne seront pas imprimées.



Impression simultanée de toutes les sous-rubriques d'un titre

- 1 Sélectionnez la rubrique à imprimer (par exemple, **Configuring the display**).
- 2 Cliquez avec le bouton droit de la souris et sélectionnez **Print...**
- 3 Sélectionnez **Print the selected heading and all subtopics**, puis cliquez sur **OK**.
- 4 Vérifiez l'imprimante sélectionnée et cliquez sur **Print**.
- 5 Les informations de TOUTES les rubriques du titre sélectionné s'impriment. Dans notre exemple, toutes les rubriques figurant dans le livre **Manual Control Tab** s'imprimeraient (soit environ 8 pages de texte).

Nouveautés de cette version

La station de travail MS prend en charge à présent les CPG Agilent 7890A et ALS Agilent 7693A. Cette révision est considérée comme une pré-version de la station de travail SM 7.0.0. Les clients utilisant cette pré-version du logiciel recevront une mise à jour vers la version finale 7.0.0 dès que celle-ci sera disponible.

Veillez vous reporter aux **Notes de pré-version** pour toutes les informations spécifiques aux fonctionnalités du logiciel et du matériel livrés.

Matériel

Le piège à ions SM Agilent 240 avec le CPG Agilent 7890 et l'échantillonneur automatique 7693



Clavier du CPG 7890

Le logiciel de la station de travail SM permet de commander le CPG 7890. Vous pouvez ainsi l'utiliser à la place du clavier du CPG pour programmer l'instrument. Toutefois, il peut y avoir des cas où vous pouvez souhaiter utiliser le clavier pour accéder plus rapidement à certaines fonctions.

Les touches d'analyse

Les touches composant du CPG

Les touches de prise en charge

Les touches d'enregistrement et d'automatisation des méthodes



Les touches générales d'entrée de données

Avertissements de sécurité

AVERTISSEMENT

Ne procédez pas aux opérations de maintenance lorsque le piège à ions est sous tension ou connecté à sa source d'alimentation, sauf mention contraire dans la documentation fournie avec le piège à ions.

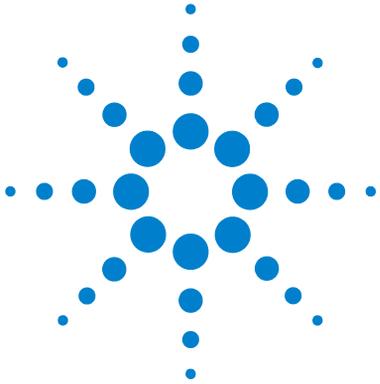
L'interface du piège à ions peut être sous tension et à une température dangereusement élevée, même lorsqu'il est hors tension. Une fois éteinte, l'interface du piège à ions se refroidit très lentement. Vérifiez que toutes les pièces ont refroidi avant de les manipuler.

Soyez vigilant lorsque vous travaillez à l'arrière du CPG. Pendant les cycles de refroidissement du four, le CPG évacue des gaz chauds susceptibles d'occasionner des brûlures.

Si vous analysez des produits chimiques toxiques ou utilisez des solvants toxiques, utilisez un tuyau pour évacuer les gaz émis par la pompe primaire hors du laboratoire. Remarquez que le piège fourni avec les pompes primaires standard ne retient que l'huile de pompe primaire, il ne piège ni ne filtre les produits toxiques.

Lorsque vous remplacez le liquide de la pompe, mettez des gants résistant aux substances chimiques et des lunettes de protection. Éviter d'entrer en contact direct avec le fluide.

L'isolation des injecteurs, des détecteurs, du boîtier de vanne et des buses est faite de fibres céramiques réfractaires (RCF). Évitez d'inhaler les particules de RCF. Aérez votre espace de travail, portez des manches longues, des gants, des lunettes de protection et un respirateur jetable. Jetez les isolants dans un sac en plastique hermétiquement fermé. Après avoir manipulé des RCF, lavez-vous les mains à l'eau froide et au savon.



Agilent Station de travail SM
Mise en route

2

MS Workstation Views and Toolbars.fm

Icône de démarrage de la station de travail SM	16
Barre d'outils principale de la station de travail SM	16
Affichage des commandes du système	18
Barres d'outils des commandes du système	19
Fenêtres des modules de commande du système	21
Barres d'outils de révision des données SM	24



Icône de démarrage de la station de travail SM



Lors de l'installation, le raccourci **Workstation Toolbar** (Barre d'outils de la station de travail) est placé sur le bureau. Cliquez sur l'icône pour afficher la barre d'outils de la station de travail SM.

Barre d'outils principale de la station de travail SM

La barre d'outils principale de la station de travail SM comporte :

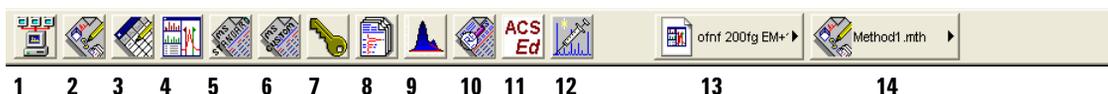
- des boutons **Application** (boutons **1 à 12** ci-dessous) et
- des boutons **Liens rapides** (boutons **13 et 14** ci-dessous).

Maintenez le pointeur sur un bouton d'application quelconque pour voir :

- le nom de l'application, sous forme d'une info bulle sous le bouton.
- une brève description de l'application à droite du bouton.

Cliquez avec le bouton droit de la souris sur le bouton d'Application pour afficher un menu à partir duquel vous pouvez obtenir une aide pour cet élément ou pour exécuter l'application.

Cliquez sur un bouton de Liens rapides, semblables aux **boutons 13 et 14** ci-dessous, pour afficher un menu de tâches que vous pouvez effectuer sur le fichier de la liste.

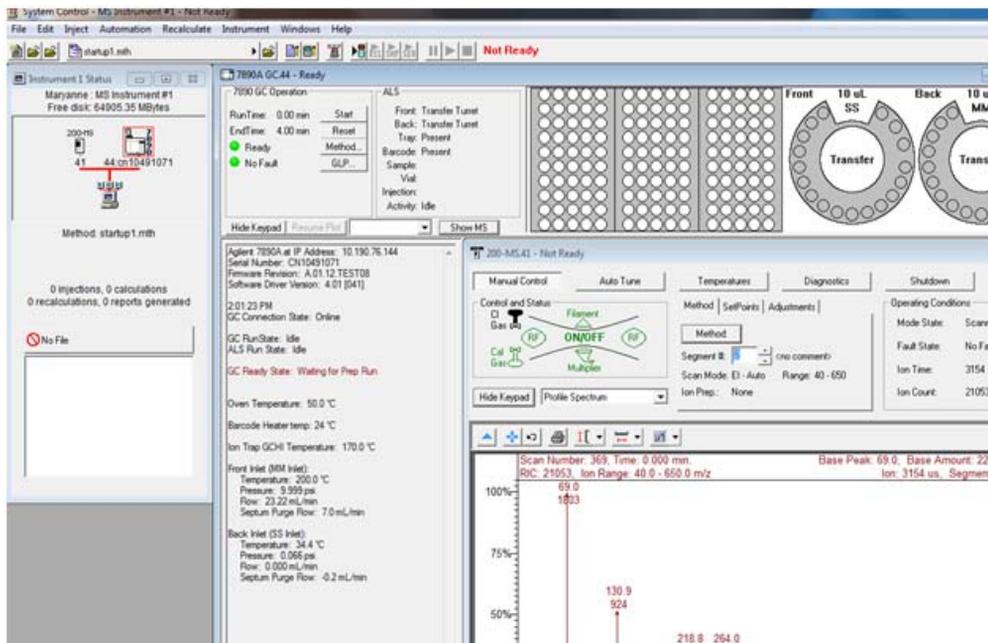


- 1  **System Control/Automation**
Surveille l'état de l'instrument, effectue des injections automatisées et des calculs par lots.
- 2  **View/Edit Methods**
Vous permet de voir et de modifier une opération de l'instrument, l'acquisition de données et les méthodes de traitement des données.

- 3  **Edit Automation Files**
Vous permet de modifier les SampleLists (listes d'échantillons), RecalcLists (listes de rappels) et les séquences hors lignes.
- 4  **Review/Process MS Data**
Vous permet de réviser des chromatogrammes et des spectres, d'effectuer des recherches dans la bibliothèque et de réviser et de traiter les résultats de quantification.
- 5  **Standard MS Reports**
Vous permet de créer, modifier et afficher des comptes-rendus SM standard.
- 6  **Custom MS Reports**
Vous permet de créer, modifier et afficher des comptes-rendus SM personnalisés.
- 7  **Security Administration**
Vous permet de définir les options de sécurité de la station de travail SM et les mots de passe.
- 8  **Batch Reporting**
Vous permet de créer des comptes-rendus standard pour un groupe de fichiers de données en les glissant et en les lâchant dans la fenêtre **Batch Report**.
- 9  **View/Edit Chromatograms**
Vous permet de réviser des chromatogrammes standard du CPG, de modifier des paramètres de traitement de données de manière interactive et de recalculer des résultats.
- 10  **Standard Chrom Reports**
Vous permet de prévisualiser des chromatogrammes standard et des comptes-rendus de mesure.
- 11  **ACSEd**
Editeur de jeux de composés actifs. Active un ensemble de composés.
- 12  **Quick Start!**
Vous permet d'analyser un échantillon sans liste d'échantillons.
- 13  Permet d'accéder rapidement au fichier le plus récemment utilisé.
- 14  Permet d'accéder rapidement à la méthode la plus récemment utilisée.

Affichage des commandes du système

L'affichage des commandes du système est présenté lors que vous démarrez la station de travail SM. Cette fenêtre affiche les instruments configurés et leurs paramètres.



La fenêtre Instrument Status (Etat d'instrument) présente un aperçu des modules installés, la méthode active et les informations d'automatisation comme le nombre d'injections et les calculs.

Barres d'outils des commandes du système

La barre d'outils des commandes du système contient les actions courantes nécessaires pour l'automatiser les analyses et pour modifier les méthodes.



- | | | |
|---|---|---|
| 1 |  | Crée un nouveau fichier d'automatisation (RecalcList, SampleList ou Séquence). Vous êtes invité à choisir le nouveau fichier. |
| 2 |  | Ouvre un fichier d'automatisation existant. Affiche la boîte de dialogue d'ouverture d'automatisation. |
| 3 |  | Ouvre le journal des messages |
| 4 |  | Bouton de lien rapide vers la méthode active Vous permet d'afficher les opérations pouvant être effectuées dans la méthodes active, y compris la réactivation (qui télécharge méthode vers tous les modules reliés à l'instrument). |
| 5 |  | Active une méthode. Affiche la boîte de dialogue Active method (Méthode active). |
| 6 |  | Affiche la boîte de dialogue Edit Notes (Modifier les notes). Les notes sont affichées dans la boîte de dialogue Open File (Ouverture de fichier) et sont jointes à l'impression du fichier d'automatisation. |
| 7 |  | Affiche la boîte de dialogue Module Information Editor (Editeur d'information modules). Les informations des modules sont consignées dans des fichiers de données créés par l'instrument et peuvent être jointes aux compte-rendu. |

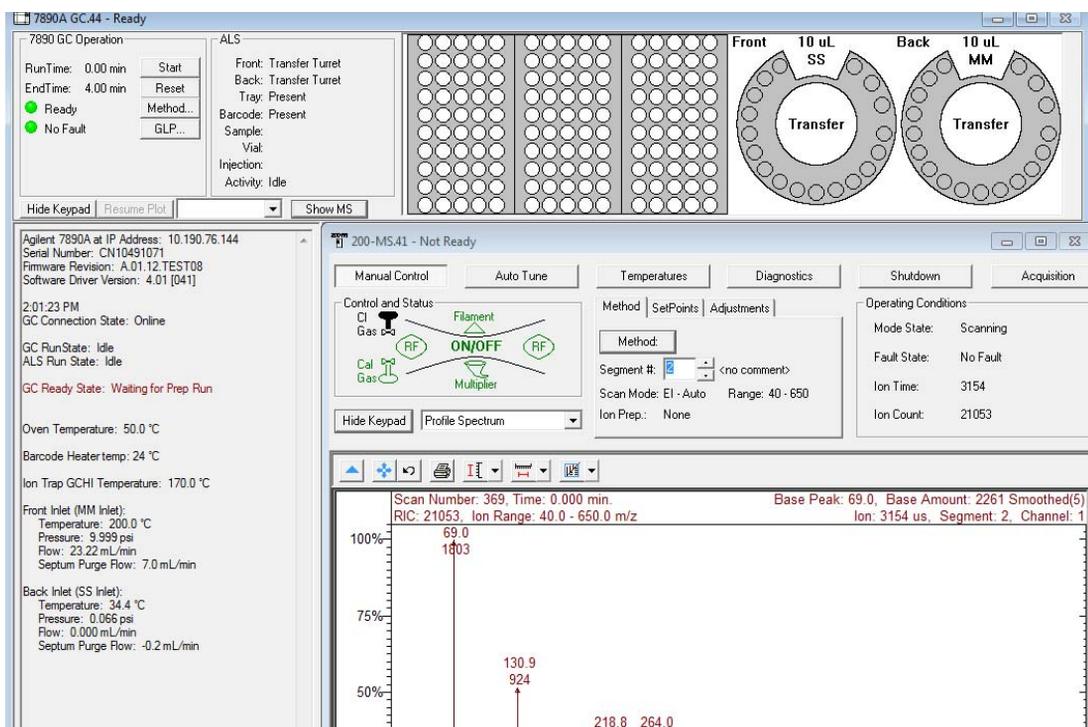
- 8  Affiche la fenêtre Instrument Status (Etat d'instrument).
- 9  Affiche la boîte de dialogue Inject Single Sample et vous permet d'injecter un échantillon simple.
- 10  Commence la RecalcList ouverte actuellement dans l'instrument. Ce bouton est désactivé sauf si une RecalcList a été ouverte.
- 11  Commence la SampleList ouverte actuellement dans l'instrument. Ce bouton est désactivé sauf si une SampleList a été ouverte.
- 12  Commence la Séquence ouverte actuellement dans l'instrument. Ce bouton est désactivé sauf si une Séquence est ouverte.
- 13  Interrompt l'automatisation. L'analyse en cours sera interrompue et l'automatisation sera ensuite suspendue.
- 14  Reprend l'automatisation après une interruption. L'automatisation reprendra à l'endroit où elle a été interrompue.
- 15  Arrête l'automatisation. Arrête l'analyse en cours, réinitialise tous les modules simultanément et interrompt la séquence.
- 16  Indicateur d'état de l'instrument affiche l'état de l'instrument :
Not Ready (Non prêt) - Running (Analyse en cours) - Computing (Calcul en cours) - Printing (Impression en cours).
Lorsque l'instrument est prêt mais n'analyse pas (et est donc au repos), aucun état n'est affiché.

Fenêtres des modules de commande du système

Chaque module de l'instrument aura une fenêtre distincte visible dans la Commande du système. Voici ci-dessous une brève présentation de la fenêtre du module 7890A/7693, de la fenêtre du module piège à ions CPF/SM 220 et de la fenêtre du moule piège à ions CPG/SM 240.

Fenêtre du module 7890

Si un CPG 7890A est configuré, la fenêtre suivante sera affichée dans la commande du système.

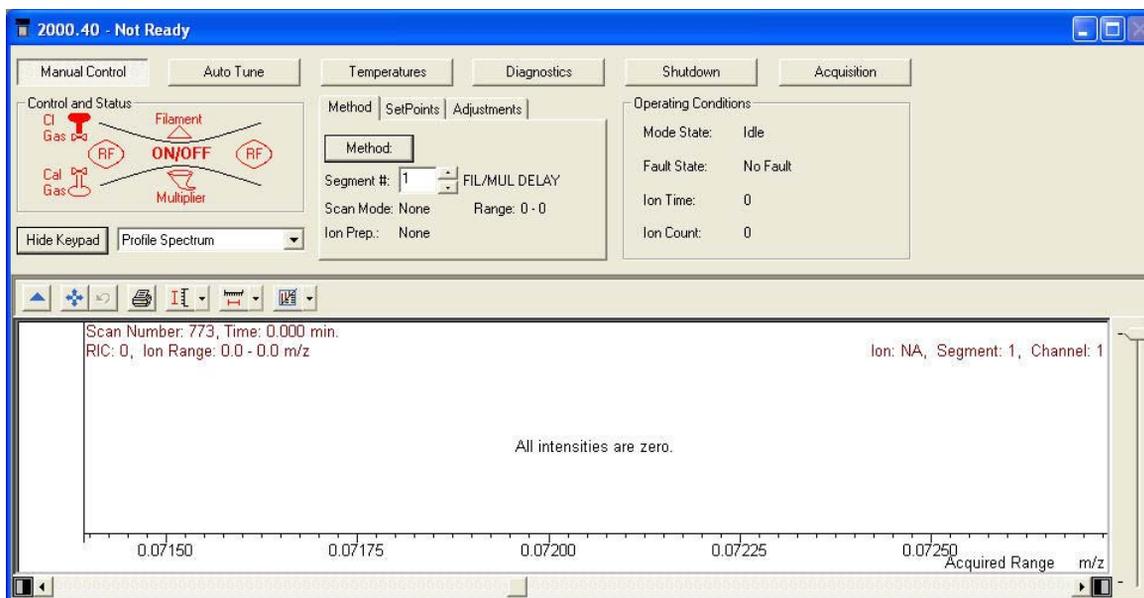


Cette fenêtre de module affiche l'état du CPG (colonne de gauche) et l'état et la configuration de l'ALS (en haut).

La section 7890 GC Operation (en haut à gauche) affiche la durée et l'heure de la méthode ainsi que l'état prêt et d'erreur. A partir de cette section, vous pouvez :

- démarrer le CPG seulement (bouton **Start**)
- réinitialiser le module CPG (bouton **Reset**)
- modifier la section CPG de la méthode active (bouton **Method**)
- afficher les informations GLP (bouton **GLP**)

Fenêtre du module piège à ions CPG/SM 220



La fenêtre du module piège à ions CPG/SM 220 affiche l'état général de l'instrument. A partir de cet endroit, vous pouvez accéder aux fonctions Auto Tune (Accord automatique) , Temperatures, Diagnostics, Shutdown (Arrêt) et Acquisition.

Fenêtre du module piège à ions CPG/SM 240

The screenshot displays the MS Workstation interface for the CPG/SM 240 ion trap module. The interface is organized into several sections:

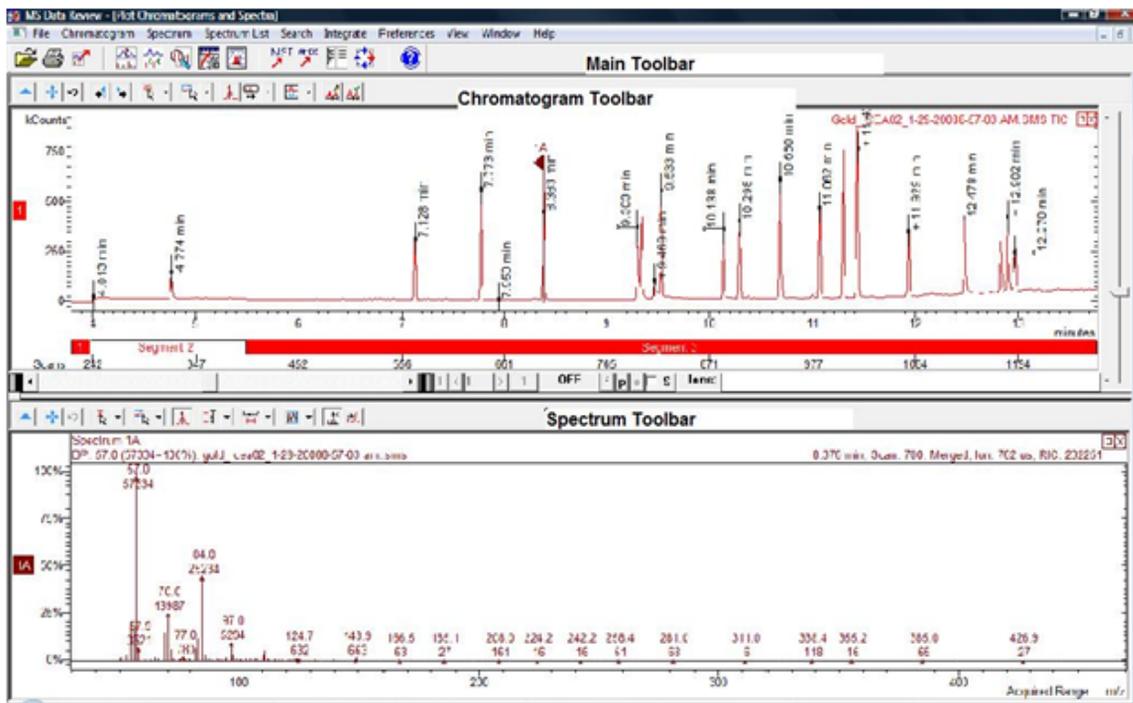
- Top Menu:** Manual Control | Auto Tune | Temperatures | Diagnostics | Startup/Shutdown | Acquisition
- Control and Status:** Source: Internal, Method: Internal, Vacuum System: OK, Temperatures: OK, Source: OK, Ion Gauge Pressure: 0.0 uTorr (Fil 1 Valid).
- 3D Schematic:** A 3D model of the ion trap assembly with labels: ion source, trap, multiplier, and if.
- Instrument Configuration:** Internal EI and CI, Acquisition Data Type: Centroid (selected), Profile.
- Chromatographic Time Segments Table:**

Segment	Segment Description	Start (min.)	End (min.)	Scan Description
1	FIL/MUL DELAY	0.00	3.00	Ionization Off
2		3.00	10.00	EI Auto - Full
3				
4				
5				
6				
- Scanning Controls:** Trap, Ion Gauge, Calibration Gas, CI Gas, Method, Active Method Segment (Number: 1, FIL/MUL DELAY), Scan Function Channels (Cycle, Inlet #).
- Mass Spectrum Plot:** A plot showing relative intensity (0% to 1000%) versus mass-to-charge ratio (m/z) from 0 to 1000. The x-axis is labeled "Acquired Range m/z".

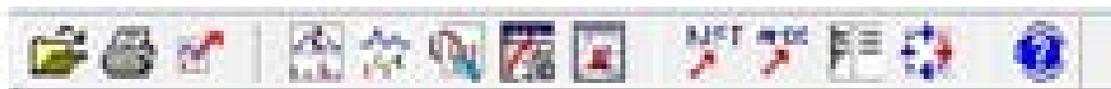
La fenêtre du module piège à ions CPG/SM 240 affiche l'état général de l'instrument. A partir de cet endroit, vous pouvez modifier la méthode en ligne ou accéder aux fonctions Auto Tune (Accord automatique), Temperatures, Diagnostics, Shutdown (Arrêt) et Acquisition.

Barres d'outils de révision des données SM

La section suivante décrit les icônes des barres d'outils de révision des données SM. Reportez-vous à l'aide en ligne pour de plus amples informations.



Barre d'outils principale



Sélectionne le fichier de données à imprimer et vous permet de sélectionner une masse ou une plage de masse.



Ouvre la fenêtre Make Reports pour diverses options d'impression pour des chromatogrammes, des spectres, etc.



Ouvre un menu pour exporter des chromatogrammes, des spectre et divers affichages vers des applications pertinentes telles qu'ASCII, le presse-papiers et les listes de spectres à spectres.



Ouvre l'affichage du tracé de chromatogrammes et de spectres.



La recherche permet de chercher :

- le spectre actif dans une bibliothèque
- le spectre actif dans une liste cible
- le chromatogramme actif dans une liste cible



Ouvre l'affichage de traitement de données



Ouvre l'affichage des résultats.

2 MS Workstation Views and Toolbars.fm



Ouvre l'application de recherche SM NIST et initialise la déclenche une recherche dans la bibliothèque NIST du spectre actif.



Ouvre l'application AMDIS pour le chromatogramme actif.



Affiche en plein écran le panneau du chromatogramme et du spectre situé à droite de l'affichage du tracé. Un deuxième clic sur cette icône restitue l'affichage d'origine.



Fait pivoter les tracés et les spectres (de droite à gauche et de bas en haut).



Ouvre le menu Help.

Barre d'outils de chromatogramme



Masque la barre d'outils



Agrandit le chromatogramme en pleine échelle selon les axes X et Y.



Retourne à l'échelle précédente du chromatogramme.



Déplace le marqueur vers l'arrière, balayage par balayage, pour afficher le spectre à chaque point.



Déplace le marqueur vers l'avant, balayage par balayage, pour afficher le spectre à chaque point.



Ouvre le menu définissant l'action d'un clic simple de la souris dans la fenêtre du chromatogramme.



Ouvre le menu définissant l'action d'un clic et d'un glissement de la souris dans la fenêtre du chromatogramme.



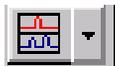
Affiche alternativement les vues suivantes lors d'un clic sur un pic :

- Spectre du pic au point du clic de la souris
- Spectre au sommet du pic

2 MS Workstation Views and Toolbars.fm



Affiche le spectre au point sélectionné sur un pic ou sur un spectre moyen. Peut représenter jusqu'à 7 balayages (point sélectionné plus trois balayages de chaque côté de la sélection).



Ouvre le menu pour que les tracés soient entassés, recouverts ou recouverts avec tous les pics normalisés par rapport au pic le plus élevé pour chaque tracé.



Modifie la correction d'arrière plan : ouvre un menu de sorte que la ligne de base puisse être isolée des pics selon les préférences de l'utilisateur, soustrayant ainsi les composants de la ligne de base du spectre de l'analyte.



Marqueurs de correction d'arrière plan : affiche ou masque les marqueurs séparant la ligne de base des pics.



Le tracé HiRes affiche le chromatogramme et le spectre en haute résolution. Les données sont affichées en haute résolution par défaut.



Mode non DDS : l'icône de pic de base (BP) ne fonctionne que pour le tracé TIC. Cliquez sur l'icône de pic de base pour afficher l'intensité du pic de base. Si des ions extraits ou d'autres descripteurs de balayages sont affichés lorsque l'on clique sur l'icône de pic de base, ces tracés demeurent inchangés.

Mode DDS : cliquez sur l'icône de pic de base pour modifier le tracé RIC de tous les descripteurs de balayage par l'intensité du pic de base et inversement. Si le balayage d'examen ou tous les autres niveaux SM sont affichés, le balayage d'examen est également affiché avec le tracé de tous les descripteurs de balayage (RIC ou Intensité du pic de base) dans le même mode.

Barre d'outils de spectre



Masque la barre d'outils



Agrandit le spectre en pleine échelle selon les axes X et Y.



Retourne à l'échelle précédente du spectre.



Ouvre le menu définissant l'action d'un clic simple de la souris dans la fenêtre du spectre. Voir la barre d'outils de chromatogramme.



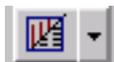
Ouvre le menu définissant l'action d'un clic et d'un glissement de la souris dans la fenêtre du spectre. Voir la barre d'outils de chromatogramme.



Règle l'échelle de l'axe Y du spectre en automatique de sorte que l'ion de base soit à la pleine échelle ou fixe selon votre préférence (avec la sélection fixe, l'axe Y doit être inférieur à la pleine échelle pour l'ion de base).



Définit la plage de masse : le spectre présentera la plage d'acquisition ou une plage fixe que vous aurez sélectionnée. Si le maximum de la plage actuelle ou précédente est sélectionné, la plage d'acquisition sera affichée mais ne sera plus normalisée par rapport au pic de base



Définit l'affichage du spectre : vous présente un choix de tracé de masse ou d'ions en fonction de l'intensité, un tableau d'ions et d'intensité en pourcentage du pic de base, ou un résumé des informations concernant le spectre (nom du fichier de données, heure d'analyse, plage d'acquisition, etc.).

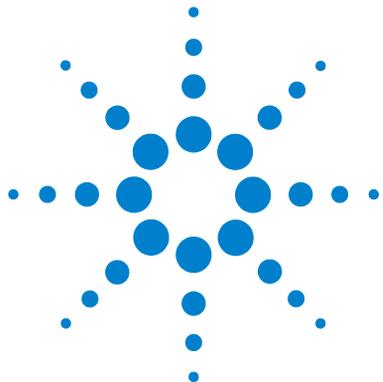
2 MS Workstation Views and Toolbars.fm



Correction de l'arrière plan du spectre : peut être activée ou désactivée. L'activation signifie que les ions extérieurs à la ligne de base ont été retirés de l'affichage du spectre de l'analyte.



Ouvre un menu pour entrer un ion simple ou une plage d'ions. Une plage d'ions peut également être entrée en sélectionnant une portion du spectre avec la souris. Après avoir entré les ions, cliquez sur le bouton **Plot** pour créer un chromatogramme qui ne contient que les ions sélectionnés.



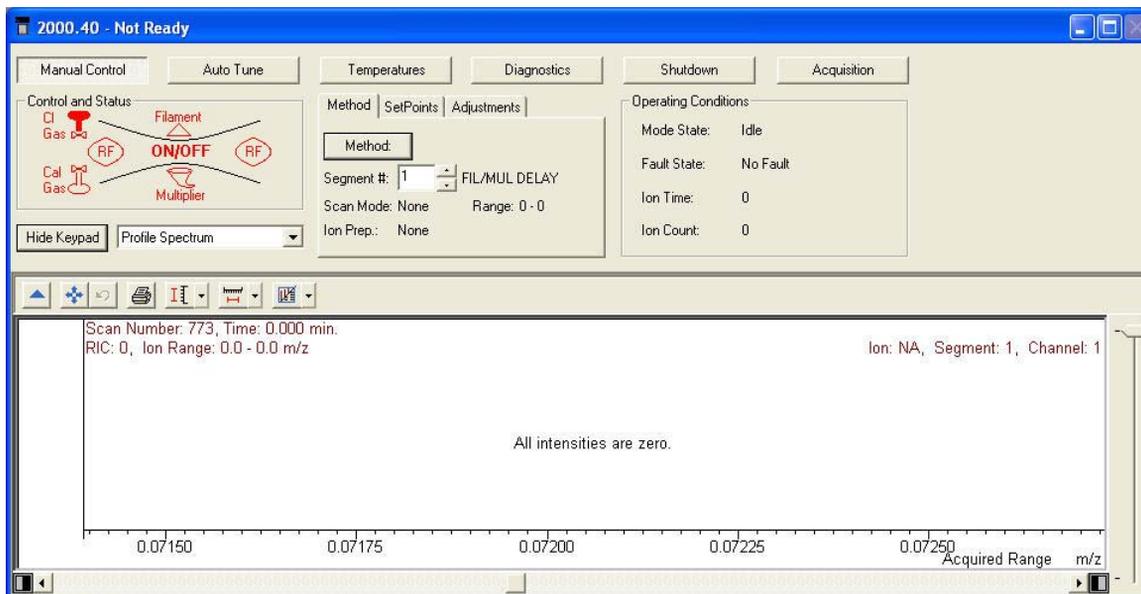
3 Tâches courantes

Avant d'analyser des échantillons avec le piège à ions CPG/SM Agilent 220	32
Avant d'analyser des échantillons avec le piège à ions CPG/SM Agilent 240	34
Arrêt du système CPG/SM	36
Démarrage du système CPG/SM	36
Acquisition de données dans la Commande du système	38
Traitement des données du SM	41
Conseils d'utilisation	42



Avant d'analyser des échantillons avec le piège à ions CPG/SM Agilent 220

Avant d'analyser des échantillons à l'aide du piège à ions CPG/SM Agilent 220, ouvrez la fenêtre du module Piège à ions et effectuez les étapes de la liste ci-dessous.



1 Vérification des températures

- a Cliquez sur l'onglet **Temperatures**.
- b Vérifiez que les températures du piège, de la tubulure et de la ligne de transfert SM sont réglées pour analyser les échantillons. (L'interface de chauffage du CPG [GCHI] sera réglée automatiquement à la même valeur.)
- c Rappelez-vous qu'il faut au moins 2 heures pour atteindre l'équilibre thermique des électrodes du piège. Le réglage du système et l'analyse des échantillons ne peut intervenir qu'après cette période.

- 2 Réglez manuellement l'instrument.
 - a Cliquez sur l'onglet **Manual Control**.
 - b Sélectionnez **Adjustments>RF Adjustments**.
 - c Tournez la vis située en bas du panneau avant de l'instrument pour le régler, et cliquez sur **Save Results**.
 - d Cliquez sur **Adjust Cal Gas**, réglez la vanne jusqu'à ce que la concentration soit **OK** et cliquez ensuite sur **Save Results**.
- 3 Vérifiez l'état et les erreurs du système.
 - a Cliquez sur l'onglet **Diagnostics**.
 - b Exécutez les diagnostics pour vérifier l'état et les erreurs du système.
 - c Vérifiez que tout va bien, ou effectuez les corrections nécessaires des anomalies.
- 4 Réglez automatiquement l'instrument.
 - a Cliquez sur **Auto Tune**.
 - b Sélectionnez **All** et réglez l'instrument, y compris la vérification air/eau, le réglage du multiplicateur, l'étalonnage de la masse et de la fonction de piégeage.
 - c Vérifiez que le réglage automatique est réussi ou l'acquisition des échantillons ne sera pas admise.

Après avoir réalisé les étapes ci-dessus, le système est prêt à analyser des échantillons.

Avant d'analyser des échantillons avec le piège à ions CPG/SM Agilent 240

Avant d'analyser des échantillons à l'aide du piège à ions CPG/SM Agilent 240, ouvrez la fenêtre du module Piège à ions et effectuez les étapes de la liste ci-dessous.

The screenshot displays the Agilent 240 ion trap control software interface. The 'Temperatures' tab is selected, showing a 3D schematic of the ion trap components (ion source, trap, multiplier) and a table of chromatographic time segments. The table lists two segments: 'FIL/MUL DELAY' (0.00 to 3.00 min, Ionization Off) and 'EI Auto - Full' (3.00 to 10.00 min). The interface also includes a 'Scanning' section with checkboxes for 'Trap', 'Ion Gauge', 'Calibration Gas', and 'CI Gas', and a 'Method' section with 'Active Method Segment' set to 'FIL/MUL DELAY'.

1 Vérification des températures

- a Cliquez sur l'onglet **Temperatures**.
- b Vérifiez que les températures du piège, de la source (mode externe seulement), de la tubulure et de la ligne de transfert SM sont réglées pour analyser les échantillons.

Arrêt du système CPG/SM

- 1 Dans le dossier AgilentWS/Service, activez la méthode d'arrêt du CPG. Cela réglerà la zone du CPG à une température basse avant d'effectuer les opérations de maintenance.
- 2 Cliquez sur l'onglet **Shutdown**, puis sur l'onglet **Shutdown** pour arrêter le système de vide et les zones chauffées de manière ordonnée. Lorsque l'on appuie sur le bouton **Shutdown** des SM 220 et 240, la GCHI est réglée à 35 °C par défaut.
- 3 Attendez que toutes les zones soient refroidies avant de mettre hors tension.

ATTENTION

L'exposition des électrodes du piège à l'air libre au dessus de 100 °C peut les endommager.

- 4 Ouvrez la mise à l'air libre et attendez 10 minutes avant de commencer les opérations de maintenance.
- 5 Vérifiez que les zones chauffées du CPG sont froides et mettez hors tension avant de commencer les opérations de maintenance.

Démarrage du système CPG/SM

- 1 Vérifiez que la mise à l'air libre est fermée et que tous les branchements du SM sont serrés. Mettez le SM et le CPG sous tension.
- 2 Ouvrez la Commande du système dans la barre d'outils de la Station de travail SM pour activer la communication entre le PC et tous les modules qui y sont connectés.
- 3 Vérifiez les affichages des écrans d'état du CPG et du SM. L'onglet **Startup/Shutdown** apparaîtra lorsque la turbo-pompe à vide accélèrera. La vitesse de la turbo-pompe doit atteindre 100 + 1 % en 1 à 2 minutes. Le courant de la turbo-pompe doit être inférieur à 350 mA lorsque sa vitesse atteint 100 %.

- 4 Cliquez sur l'onglet **Diagnostic**. Vérifiez les pressions de la pompe principale (<100 mm) et de la jauge à ions (< 200 uTorr après quelques minutes).
- 5 Cliquez sur l'onglet **Manual Control**. Mettez le piège en route et vérifiez le bruit de masse élevé du système.
- 6 Cliquez sur l'onglet **Temperature**. Le système doit être purgé pour expulser l'eau en excès et en arrière plan pour un réglage correct et avant d'analyser des échantillons.
- 7 Cliquez sur **Start Bake-out**.
- 8 Après une purge nocturne, effectuez les tâches courantes décrites précédemment avant d'analyser des échantillons avec le SM.

Acquisition de données dans la Commande du système

- 1 Cliquez sur **Instrument>Setup Ethernet Communications** et vérifiez que le CPG est configuré dans System Control.
- 2 Si l'ALS est connecté au CPG, cliquez sur **Instrument>Configuration** et placez le module CPG dans la case AutoStart si ce n'est déjà fait.

Injection d'un échantillon simple

- 1 Dans la barre d'outils de Commande du système, cliquez sur



l'icône Injection d'un échantillon simple pour afficher la boîte de dialogue d'Injection d'un échantillon simple, illustrée ci-dessous.

Sample Name	Sample Type	Cal. level	Inj.	Injection Notes	AutoLink	Vial	Injection Volume	Position	Read Barcode	Barcode Mismatch	Sample Prep Program
Default Sample	Analysis		1	none	none	1	1.00	Front	No		none

Inject the Sample using the Method:

C:\Agilent\WS\startup1.mth

Clear Coefficients before Calibrating

- 2 Saisissez les informations Sample (Echantillon) et Vial (Flacon).
Dans cette boîte de dialogue, vous pouvez changer la méthode d'injection, l'endroit et la manière de sauvegarde des fichiers de données (bouton **Data Files**) et les options de RecalcList (bouton **RecalcList**).

- 3 Si un traitement préalable est nécessaire, cliquez sur **Sample Prep Program** (illustré ci dessous avec none (aucun)), et une nouvelle boîte de dialogue s'affichera. Saisissez les étapes du programme dans la boîte de dialogue affichée et sauvegardez.
- 4 Après avoir réglé tous les paramètres, cliquez sur **Inject** pour analyser l'échantillon.

Création d'une liste d'échantillons

- 1 Dans la barre d'outils de Station de travail SM, cliquez sur **Edit Automation Files**.
- 2 Cliquez sur **File > New > SampleList**. Sélectionnez le type de liste d'échantillons approprié. Saisissez les informations Sample et Vial.
- 3 Si un traitement préalable est nécessaire, cliquez sur **Sample Prep Program** (illustré ci dessous avec none (aucun)), et une nouvelle boîte de dialogue s'affichera. Saisissez les étapes du programme dans cette boîte de dialogue et sauvegardez.
- 4 Cliquez sur **Data Files** pour placer les fichiers dans le dossier correct.
- 5 Cliquez sur **RecalcList** pour créer un liste de rappels.
- 6 Enregistrez la liste d'échantillons. La liste d'échantillons est à présent configurée pour réaliser les injection et recueillir les résultats.

Analyse d'une liste d'échantillons

- 1 Dans les Commandes du système, sélectionnez **File > Open Sample List**, et sélectionnez la liste d'échantillons que vous souhaitez analyser.
- 2 Dans les Commandes du système, cliquez sur  pour ouvrir la boîte de dialogue Liste d'échantillons.
- 3 Dans cette boîte de dialogue, sélectionnez **Begin** pour démarrer l'automatisation.

Modification de la méthode complète

- 1 Avant de réaliser tout type de modification de méthode hors ligne, vérifiez que le CPG a été configuré dans les Commandes du système. Cela permettra d'enregistrer correctement la configuration du CPG pour un usage dans l'éditeur de méthode.
- 2 Dans la barre d'outils Commandes du système, cliquez sur l'icône Méthode  startup1.mth pour ouvrir l'éditeur de méthode. Il est également possible d'accéder à l'éditeur de méthode depuis l'icône Editeur de méthode de la barre d'outils Station de travail SM.
- 3 Modifiez les sections de la méthode comme vous le souhaitez. L'éditeur de méthode vous permet de configurer les paramètres de l'instrument et de traiter après analyse pour tous les modules configurés.
- 4 Sauvegardez toutes les modifications apportées à la méthode.

Traitement des données du SM

L'analyse des données du SM s'effectue dans l'application Révision des données du SM (MSDR).

- 1 Dans la barre d'outils principale de la station de travail SM,



cliquez sur  pour accéder à l' application Révision des données du SM.

- 2 Dans la barre d'outils Révision des données du SM, cliquez



sur  pour ouvrir un fichier de données.

- 3 Avec le fichier de données ouvert, cliquez sur  pour accéder à la vue du processus.

- 4 Cliquez sur **Process** pour effectuer le calcul.

- 5 Une fois que le fichier a été traité, cliquez sur l'icône

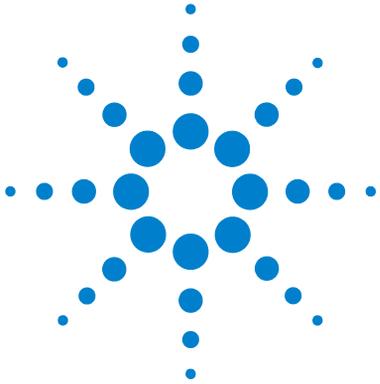


Voir les résultats, .

- 6 Dans la vue des résultats, vous pouvez voir la courbe d'étalonnage, la liste des résultats et des compte-rendu.

Conseils d'utilisation

- Sauvegardez régulièrement vos données et vos méthodes.
- Conservez les rapports de réglage dans un classeur afin de pouvoir les consulter ultérieurement.
- Effectuez la maintenance du système comme préconisé dans le calendrier de maintenance situé à la fin de ce manuel ou dans la documentation du CPG et du piège à ions. Conservez une trace de toutes les opérations de maintenance réalisées.
- Lors de la mise à l'air du piège à ions, profitez du fait que le CPG est froid pour effectuer des opérations de maintenance telles que remplacer les inserts de l'injecteur, les septa, etc.
- Après la purge, attendez *au moins 2 heures* que le piège à ions atteigne l'équilibre thermique avant de procéder à un réglage ou à une acquisition de données.
- En général, la sensibilité optimale s'obtient à des débits de colonne de 1,2 ml/min ou moins.
- Lors de l'injection de volumes supérieurs à un microlitre, utilisez le mode pulsé sans division et augmentez la température initiale du four de 10 20à 20 °C.
- Pour les injections sans division, le mode pulsé produit un transfert d'échantillons plus quantitatif dans la colonne. Une pression d'impulsion égale au double de la pression d'entrée initiale est courante.
- Dans la plupart des cas, le mode **Constant Flow** produit la séparation la plus efficace.
- Lorsque votre colonne est neuve, vérifiez que les écrous sont toujours bien étanches après les premiers cycles de températures du four.
- Utilisez les boutons [Config Status] sur le clavier du CPG 7890 pour définir les trois éléments d'affichage auxquels vous accordez le plus d'importance (**time remaining**, **oven temp**, etc.).
- Rincez et remplissez à nouveau des flacons de rinçage de l'ALS. Évitez de remplir excessivement les flacons.



4 Dépannage de base

Dépannage de base 44



Dépannage de base

Exécutez les diagnostics lorsque des pannes de matériel se produisent. Reportez-vous au manuel du matériel pour les procédures détaillées.

La pression de la jauge à ions est de $> 200 \mu\text{Torr}$

- Vérifiez le débit d'hélium du CPG ; il doit être de 1 ml/min (dans l'impulsion de pression).
- Vérifiez le serrage des écrous de colonne sur l'injecteur et sur la ligne de transfert.
- Si l'analyseur a été retiré, vérifiez que le joint torique est dépourvu de particules ou de fibres.
- Vérifiez que le joint torique de la ligne de transfert n'est pas tordu, déformé ou déchiré. Remplacez-le si nécessaire.

Recherche de fuites

Pour détecter la présence de fuites sur le SM ou sur le CPG :

- 1 Allez dans les Commandes du système, activez la méthode de vérification quotidienne (DailyChecks.mth), et voyez la plage de masse de 10-50 m/z dans le mode de commande manuel de la fenêtre du module SM.
- 2 Augmentez le débit de gaz vecteur de 1 ml/min à 2 ml/min.
 - **Si l'ion 28 augmente ou diminue**, la fuite se situe probablement dans le CPG ou dans les filtres de la ligne de gaz.
 - **Si l'abondance d'ions 28 reste stable**, la fuite se situe probablement dans le SM.

Si la fuite se situe dans le CPG ou dans les filtres de la ligne de gaz :

Effectuez les opérations de maintenance de l'injecteur et revérifiez à l'aide de la méthode de vérification quotidienne. Si la fuite est toujours présente, cherchez-la au niveau du CPG.

Si la fuite se situe dans le SM :

- 1 Vérifiez que l'écrou de colonne est serré.
 - Si c'est le cas, réglez la plage de balayage de 10 à 100 amu et utilisez une bombe de nettoyage à base de fréon à vaporiser autour des différents joints : écrou de colonne, joints toriques de la ligne de transfert et de l'analyseur.
 - Si ces vaporisations ne sont pas possibles, utilisez une alimentation en argon.
Vaporisez systématiquement l'argon avec de courtes salves sur les joints et cherchez un ion à 40 amu.
- 2 Si la situation de la fuite n'est toujours pas déterminée, reliez le SM à la ligne de transfert et cherchez de nouveau la fuite sur le SM.
 - Si le SM ainsi relié ne fuit pas, reliez le CPG et recherchez la fuite sur ce dernier.

Pas de signal FC43 (Gaz étalon)

Exécutez les diagnostics pour vérifiez qu'il n'y a pas de problème électrique. La perte du signal peut être provoqué par :

- des filaments brûlés
- l'absence de gaz étalon dans le flacon
- une fuite d'air importante

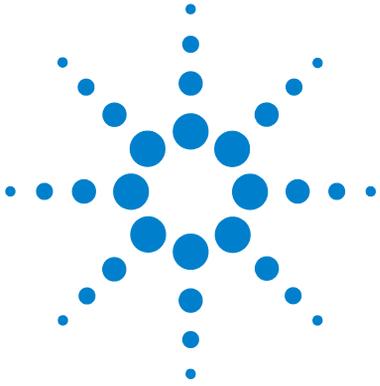
Perte de signal lors des analyses d'échantillons

Les principales causes courantes de perte du signal sur le SM sont :

- les électrodes du piège sales (nettoyez-les)
- conducteur de porte et conducteur de porte de piège sales (nettoyez ou remplacez ces conducteurs)
- dépôts de carbone sur le four du piège près des filaments
- entretoise en quartz fêlées (remplacez-les)

Les principales causes courantes de perte du signal sur le CPG sont :

- aiguille de seringue bouchée
- piston sec ou lâche
- mauvaise méthode d'injection
- composés labiles ou actifs
- mauvaises conditions d'analyse



5 Maintenance régulière

Maintenance régulière 48



Maintenance régulière

La maintenance dépend des exigences de charge d'échantillons, de matrice et de contrôle qualité. Vos applications peuvent exiger des intervalles de maintenance différents de ceux préconisés ci-après. Pour de plus amples informations, reportez-vous au manuel approprié.

Quotidiennement

- Vérifiez et, si nécessaire, remplissez le flacon de solvant de rinçage de l'échantillonneur automatique.
- Vérifiez la seringue et le compteur d'injections de l'échantillonneur automatique. Remplacez-les si nécessaire.
- Cherchez les fuites en exécutant le Segment #1 air/eau de la méthode DailyChecks.mth.
- Vérifiez les filtres de gaz et l'alimentation en gaz vecteur (>250 psi sur l'étage haute pression du régulateur).
- Vérifiez le serrage de l'écrou de colonne sur la ligne de transfert et sur l'injecteur.

Hebdomadaire

- Réglez le gaz étalon et exécutez toutes les fonctions de réglage automatique.
- Utilisez la méthode Daily Checks.mth pour vérifier le bruit de masse élevé.
- Purgez le piège à ions la nuit ou pendant le week-end.

Mensuellement

- Exécutez les diagnostics pour le multiplicateur, la partie RF et les filaments.
- Vérifiez la plage de tension RF et réglez-la si elle n'est pas linéaire.

2 à 3 mois

- Remplacez la colonne si nécessaire.
- SM 210/220 vérifiez la couleur de l'huile de la pompe primaire. Si elle est sombre ou trouble, remplacez-la ainsi que la cartouche de vaporisation d'huile plus fréquemment.
- Nettoyez les électrodes du piège si nécessaire.
- Remplacez le filament s'il est cassé, ne réussit pas les diagnostics ou présente une sensibilité faible.

Annuellement

Remplacez l'huile de la pompe primaire et le filtre de sortie d'huile.

Variable

- Remplissez l'ampoule de gaz étalon lorsqu'elle est vide.
- Vérifiez et remplacez le septum d'injecteur (toutes les 50-200 injections ou lorsque c'est nécessaire).
- Coupez la colonne (8-30 cm, la fréquence dépend de la matrice).
- Exécutez l'étalonnage de masse et l'étalonnage de la fonction de piégeage si les masses ne sont pas attribuées correctement.
- Remplacez le multiplicateur d'électrons lorsque la tension dépasse 2500 V.
- Vérifiez que les filtres de gaz de l'ensemble CPG/SM sont propres. Remplacez-les si nécessaire.

5 Maintenance régulière



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

Imprimé aux Etats-Unis, mars



G1431-93002