

Agilent 5977 Série MSD

Manuel d'utilisation



Agilent Technologies

Notices

© Agilent Technologies, Inc. 2012

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

G3870-93003

Edition

Deuxième édition, mai 2013

Première édition, février 2013

Imprimé aux États-Unis

Agilent Technologies, Inc.
5301 Stevens Creek Boulevard
Santa Clara, CA 95051

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, concernant ce manuel et les informations qu'il contient, y compris, mais non exclusivement, les garanties de qualité marchande et d'adéquation à un usage particulier. Agilent ne saurait en aucun cas être tenu 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 passé un contrat écrit distinct, stipulant, pour le produit couvert par ce document, des conditions de garantie qui entrent en conflit avec les présentes conditions, les conditions de garantie du contrat distinct remplacent les conditions énoncées dans le présent document.

Signalisation de la sécurité

ATTENTION

La mention **ATTENTION** signale un danger pour le matériel. Si la manœuvre ou la procédure correspondante n'est pas exécutée correctement, il peut y avoir un risque d'endommagement de l'appareil ou de perte de données importantes. En présence de la mention **ATTENTION**, il convient de s'interrompre tant que les conditions indiquées n'ont pas été parfaitement comprises et satisfaites.

AVERTISSEMENT

La mention **AVERTISSEMENT** signale un danger pour la sécurité de l'opérateur. Si la manœuvre ou la procédure correspondante n'est pas exécutée correctement, il peut y avoir un risque grave, voire mortel pour les personnes. En présence d'une mention **AVERTISSEMENT**, il convient de s'interrompre tant que les conditions indiquées n'ont pas été parfaitement comprises et satisfaites.

À propos de ce manuel

Le présent manuel contient des informations permettant de faire fonctionner, d'exploiter et de maintenir les détecteurs de masse (MSD) Agilent série 5977.

1 « Introduction »

Le chapitre 1 fournit des informations générales sur les MSD de la série 5977, dont une présentation de l'instrument, des avertissements généraux relatifs à la sécurité et les consignes de sécurité spécifiques à l'utilisation de l'hydrogène.

2 « Installation des colonnes CPG »

Le chapitre 2 décrit la préparation d'une colonne capillaire avant son utilisation sur le MSD, son installation dans le four CPG et son raccordement au MSD au moyen de l'interface CPG/MSD.

3 « Fonctionnement en mode ionisation électronique (EI) »

Le chapitre 3 décrit les opérations de base comme le réglage des températures, la surveillance des pressions, le réglage, la mise à l'air (ou mise à la pression atmosphérique) et la mise sous vide (ou évacuation). Une grande partie de ce chapitre est consacrée au fonctionnement en mode ionisation chimique (CI).

4 « Utilisation en mode ionisation chimique (CI) »

Le chapitre 4 décrit des opérations complémentaires nécessaires au fonctionnement en mode CI.

5 « Maintenance courante »

Le chapitre 5 décrit les procédures de maintenance communes aux instruments EI et CI.

6 « Maintenance CI »

Le chapitre 6 décrit les procédures spécifiques des MSD fonctionnant en mode CI.

Documentation utilisateur en ligne

Désormais, la documentation de votre appareil Agilent est réunie sur un seul support, à portée de main.



Le DVD du logiciel livré avec votre appareil fournit une aide en ligne, ainsi que diverses autres informations telles que vidéos et documents concernant les produits Agilent **7890BGC**, **7820GC**, **MSD série 5977** et **7693BALS**. Vous y découvrirez également des versions traduites des documents dont vous aurez le plus besoin :

- Se familiariser avec le CPG
- Les guides de sécurité et de réglementation
- Le document d'installation
- Les guides d'utilisation
- Le manuel de maintenance du CPG
- Le manuel de dépannage

Table des matières

1 Introduction

Version du MSD série 5977	10
Abréviations utilisées	11
Le MSD série 5977	13
Description des composants matériels du MSD	15
Avertissements importants relatifs à la sécurité	17
Précautions relatives à l'hydrogène	20
Précautions d'utilisation du CPG	21
Homologations de sécurité et conformité à la réglementation	25
Nettoyage et recyclage du produit	28
Éclaboussures	28
Déplacement et entreposage du MSD	28
Remplacement des fusibles primaires	29

2 Installation des colonnes CPG

Colonnes	32
Installer une colonne capillaire sur l'injecteur avec ou sans division	34
Pour conditionner une colonne capillaire	38
Installation d'une colonne capillaire dans l'interface CPG/SM	39
42	

3 Fonctionnement en mode ionisation électronique (EI)

Exploitation du MSD depuis le système d'acquisition de données	44
--	----

Exploitation du MSD depuis le tableau de commande local (LCP)	44
Modes de fonctionnement	44
Messages d'état du LCP	46
Affichage de l'état du système pendant le démarrage	47
Menus LCP	48
Interface CPG/MSDEI	51
Avant de mettre le MSD en marche	53
Mise sous vide	54
Commande des températures	54
Commande du débit de la colonne	55
Mise à l'air du MSD	55
Pour afficher la température et de l'état du vide du MSD en mode de réglage manuel	56
Configuration des fenêtres de surveillance des températures et de l'état du vide du MSD	58
Pour définir les températures de l'analyseur dans la vue de commande « Instrument Control »	61
Pour configurer la température de l'interface CPG/MSD depuis le logiciel MassHunter	63
Pour surveiller la pression du vide secondaire	64
Étalonnage de la vitesse linéaire du gaz vecteur dans la colonne	66
Pour régler le MSD en mode EI	69
Pour vérifier les performances du système	71
Pour effectuer un test aux masses élevées (MSD série 5977)	72
Pour ouvrir les capots du MSD	75
Mise à la pression atmosphérique du MSD	76

Ouverture de l'enceinte de l'analyseur	78
Pour fermer l'enceinte de l'analyseur	81
Pour mettre le MSD sous vide en mode EI	85
Transport et entreposage du MSD	87

4 Utilisation en mode ionisation chimique (CI)

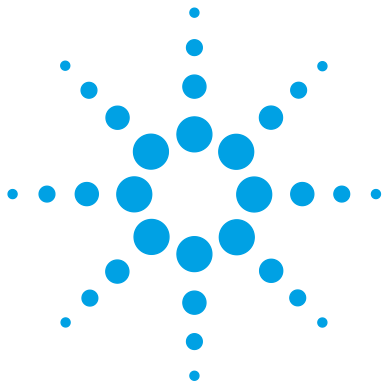
Instructions générales	90
L'interface CPG/MSDCI	91
Réglage automatique en mode CI	93
Fonctionnement du MSD CI	95
Pour passer de la source EI standard ou inerte à la source CI	96
Pour passer de la source EI de l'extracteur à la source CI	97
Pour mettre le MSD sous vide en mode CI	98
Pour configurer le logiciel pour un fonctionnement en mode CI	99
Pour utiliser le module de régulation de débit de gaz réactif	101
Pour régler le débit du gaz réactif méthane	104
Utilisation d'autres gaz réactifs	107
Pour passer de la source CI de l'extracteur à la source EI standard ou inerte	110
Procédure de passage de la source CI à la source EI de l'extracteur	111
Pour exécuter un autoréglage en PCI (méthane seulement)	112
Pour exécuter un autoréglage en NCI (gaz réactif méthane)	114
Pour vérifier les performances en mode PCI	116
Pour vérifier les performances en mode NCI	117
Pour surveiller la pression du vide secondaire	118

5 Maintenance courante

- Avant de commencer 122
- Maintenance du système de vide 127
- Maintenance de l'analyseur 128
- Pour déposer la source EI 130
- Pour démonter la source EI standard ou inerte 133
- Pour démonter la source EI de l'extracteur 136
- Pour nettoyer la source EI 139
- Pour assembler une source EI standard ou inerte 144
- Pour assembler la source EI de l'extracteur 147
- Pour remplacer un filament dans une source EI 150
- Pour installer la source EI 152
- Pour remplacer l'avertisseur du multiplicateur d'électrons 153

6 Maintenance CI

- Informations générales 156
 - Pour configurer le MSD pour un fonctionnement en mode CI 156
- Pour installer le cône d'étanchéité de l'interface CI/Xtr 157
- Pour déposer la source CI 159
- Pour démonter la source CI 161
- Pour nettoyer la source CI 164
- Pour assembler la source CI 166
- Pour installer la source CI 169
- Pour remplacer un filament dans une source CI 170



1 Introduction

Version du MSD série 5977	10
Abréviations utilisées	11
Le MSD série 5977	13
Description des composants matériels du MSD	15
Avertissements importants relatifs à la sécurité	17
Précautions relatives à l'hydrogène	20
Homologations de sécurité et conformité à la réglementation	25
Nettoyage et recyclage du produit	28
Éclaboussures	28
Déplacement et entreposage du MSD	28

Ce chapitre fournit des informations générales sur les détecteurs de masse MSD de la série 5977, dont une présentation de l'appareil, des avertissements généraux relatifs à la sécurité et des consignes de sécurité spécifiques à l'utilisation de l'hydrogène.



Version du MSD série 5977

Les MSD série 5977 sont équipés, soit d'une pompe turbomoléculaire (turbo) hautes performances, soit d'une pompe à diffusion, et proposent un choix de trois pompes primaires. En outre, il existe deux types d'analyseurs (en acier inoxydable ou inerte) et quatre types de sources d'ions. L'étiquette portant le numéro de série indique la référence de produit, ([Tableau 1](#)) qui indique de quel type de détecteur de masse MSD il s'agit exactement.

Tableau 1 Pompes secondaires disponibles

Dénomination du modèle	Référence produit	Description	Mode d'ionisation
Pompe à diffusion du MSD5977E pour CPG7820	G7035A	Pompe à diffusion	Ionisation par impact électronique (EI)/acier inoxydable
Pompe turbo du MSD5977E pour CPG7820	G7036A	Pompe turbo « performance »	Ionisation par impact électronique (EI)/acier inoxydable
MSDVL5977A inerte Pompe à diffusion EI pour CPG7890	G7037A	MSD à pompe à diffusion	Ionisation par impact électronique (EI)/inerte
Turbo EI du MSD5977A inerte pour CPG7890	G7038A	MSD à pompe turbo « performance »	Ionisation par impact électronique (EI)/inerte
Turbo « performance » de l'extracteur du MSDEI5977A pour CPG7890	G7039A	MSD à pompe turbo « performance »	Ionisation par impact électronique (EI)/extracteur
MSDEI5977A pour CPG7890	G7040A	MSD à pompe turbo « performance »	Ionisation par impact électronique (EI)/extracteur Ionisation chimique/PCI, NCI

Abréviations utilisées

Les abréviations figurant dans le [Tableau 2](#) sont utilisées dans le présent manuel. Elles sont répertoriées ici pour être consultées facilement.

Tableau 2 Abréviations

Abréviation	Définition
CA	Courant alternatif
ALS	Échantillonneur automatique de liquide (Automatic liquid sampler)
BFB	Bromofluorobenzène (composé de référence)
CI	Ionisation chimique
CC	Courant continu
DFTFP	Difluorotriphénylphosphine (composé de référence)
DIP	Sonde d'introduction directe (acronyme de Direct Insertion Probe)
DP	Pompe à diffusion
EI	Ionisation par impact électronique (acronyme de Electron Impact)
EM	Multiplicateur d'électrons (détecteur, acronyme de Electron Multiplier)
EMV	Tension du multiplicateur d'électrons (acronyme de Electron Multiplier Voltage)
EPC	Régulation électronique des gaz (acronyme de Electronic Pneumatic Control)
eV	Électron-volt
CPG	Chromatographe en phase gazeuse
HED	Dynode à haute énergie (acronyme de High-Energy Dynode), qualifie le détecteur et son alimentation
DI	Diamètre intérieur
LAN	Réseau local (acronyme de Local Area Network)
LCP	Tableau de commande local (acronyme de Local Control Panel), à l'avant du MSD
<i>m/z</i>	Rapport masse/charge

Tableau 2 Abréviations (suite)

Abréviation	Définition
Mass flow controller	Contrôleur de débit massique
MSD	Détecteur de masse (DDM ou MSD, acronyme de Mass Selective Detector, également souvent utilisé en français)
NCI	Négative, CI
OFN	Octafluoronaphthalène (composé de référence)
PCI	Ionisation chimique positive (Positive CI)
PFDTD	Perfluoro-5, 8-diméthyl-3, 6, 9-trioxydodécane (composé de référence)
PFHT	2, 4, 6-tris (perfluoroheptyl)-1, 3, 5-triazine (composé de référence)
PFTBA	Perfluorotributylamine (composé de référence)
Quad	Filtre de masse à quadripôle
RF	Radiofréquence
RFPA	Amplificateur de puissance de la radiofréquence (acronyme de Radio Frequency Power Amplifier)
Torr	Unité de pression, 1 mm Hg
Turbo/ Turbopompe	Turbomoléculaire, pompe turbomoléculaire

Le MSD série 5977

Le MSD série 5977 est un détecteur autonome pour la CPG capillaire qui peut être couplé à un chromatographe en phase gazeuse Agilent ([Tableau 3](#)).

Caractéristiques principales du MSD :

- Tableau de commande local (LCP) permettant de suivre et commander son fonctionnement localement
- Une pompe secondaire (2 modèles différents selon la version du MSD)
- Une pompe primaire, parmi les quatre proposées
- Trois types différents de sources à impact électronique (EI), à chauffage indépendant et commandées par le MSD sont disponibles : standard (inoxydable), inerte et extraction
- Filtre de masse quadripolaire hyperbolique à chauffage indépendant commandé par le MSD
- Détecteur à multiplicateur d'électrons à dynode à haute énergie (HED)
- Interface CPG/MSD à chauffage indépendant commandé par le CPG
- Modes d'ionisation chimique (PCI/NCI) disponibles en option, pour l'ajout de source d'ionisation chimique (CI), module de régulation des conduites et du débit de gaz réactif et de l'étalonnage du réglage CI

Description physique

Le MSD série 5977 est constitué d'un boîtier d'environ 41 cm de haut, 30 cm de large, et 54 cm de profondeur. Il pèse 39 kg en version pompe à diffusion, 44 kg en version pompe turbo EI « performance » standard et 49 kg en version pompe turbo EI/CI « performance ». La pompe primaire (vide grossier) pèse quant à elle 11 kg (pompe standard) et est généralement placée au sol, derrière le MSD.

Les principaux sous-ensembles de l'instrument sont : le châssis et les capots, le tableau de commande local, le système de vide, l'interface CPG, les composants électroniques et l'analyseur.

Tableau de commande local

Le tableau de commande local (LCP) sert à suivre et commander localement le fonctionnement du MSD. Il permet de faire les réglages du MSD, de lancer l'exécution d'une méthode ou d'une séquence et de suivre l'état de l'instrument.

Jauge à vide

Le MSD série 5977 peut être équipé d'une jauge à ionisation. Le logiciel d'acquisition de données MassHunter permet de lire la pression (vide secondaire) qui règne dans l'enceinte de l'analyseur. Le fonctionnement du contrôleur de jauge est décrit dans ce manuel.

La jauge est **indispensable** pour le fonctionnement en mode Ionisation chimique (CI).

Tableau 3 Modèles et caractéristiques des MSD série 5977

Caractéristique/Fonction	Modèle					
	G7035A	G7036A	G7037A	G7038A	G7039A	G7040A
Pompe secondaire	À diffusion	Turbo « performance »	À diffusion	Turbo « performance »	Turbo « performance »	Turbo « performance »
Débit de colonne optimal, He, ml/min	1	1 à2	1	1 à2	1 à2	1 à2
Débit gazeux max. recommandé, ml/min*	1.5	4	1.5	4	4	4
Débit gazeux max., ml/min†	2	6.5	2	6.5	6.5	6.5
DI max. de colonne	0.25 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)	0.25 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)
Capacité CI	Non	Non	Non	Non	Non	Oui
Matériaux inertes	Non	Non	Oui	Oui	Non	Non
Compatibilité CPG	7820	7820	7890	7890	7890	7890
Cône d'étanchéité distinct de l'interface	Non	Non	Non	Non	Oui	Oui
Pompes de refoulement disponibles	DS42, MVP55	DS42, MVP55	DS42, MVP55	DS42, DS42i, MVP55, IDP3-C	DS42i, MVP55 IDP3-C	DS42i, MVP55 IDP3-C
DIP‡ (sonde non Agilent)	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui	Oui

* Débit gazeux total entrant dans le MSD : débit de colonne + éventuel débit de gaz réactif.

† Dégradation certaine de la qualité des spectres et de la sensibilité.

‡ Sonde d'introduction directe (DIP = Direct insertion probe).

Description des composants matériels du MSD

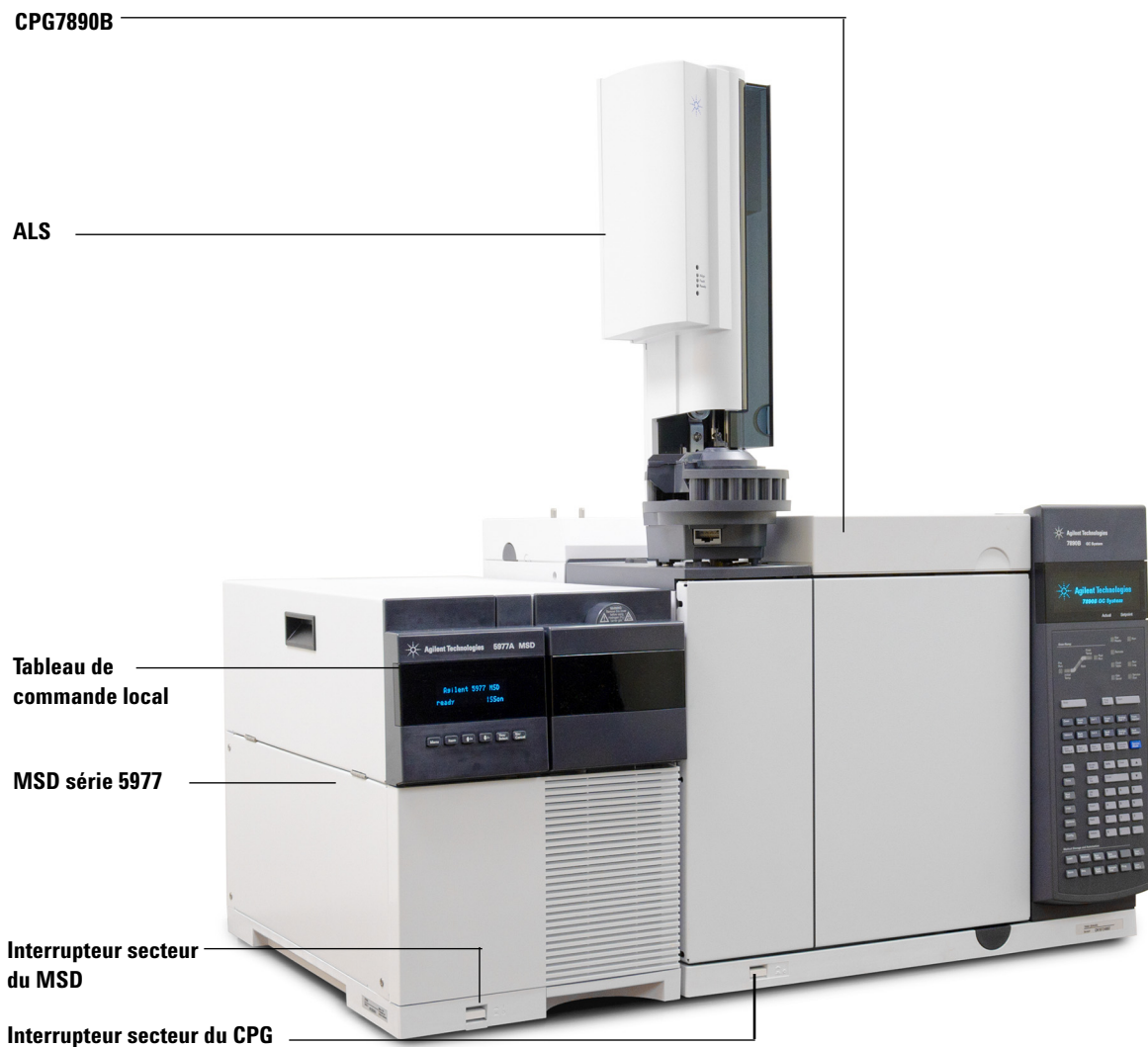


Figure 1 Système CPG/MSD série 5977, ici avec le CPG 7890B Agilent

Le spectromètre est conçu pour que le MSD série 5977 fournisse des spectres d'ionisation chimique classique de haute qualité comportant des ions « moléculaires » d'adduction. Plusieurs gaz réactifs peuvent être utilisés.

Dans ce manuel, le terme « MSD CI » désigne le MSDG7038A et les MSDG7039A mis à niveau pour le mode CI. Sauf indication contraire, ceci est également valable pour le module de régulation des gaz de ces instruments.

Caractéristiques supplémentaires des systèmes CI de la série 5977 :

- Interface CPG/MSD EI/CI,
- Source d'ions CI avec cône d'étanchéité de l'interface, également utilisables avec l'extracteur de la source EI
- Module de régulation de débit des gaz réactifs
- Alimentation HED bipolaire pour fonctionner en modes PCI et NCI.

Une cartouche de purification du méthane/isobutane (fournie) est **indispensable**. Cette cartouche élimine l'oxygène, l'eau, les hydrocarbures et les composés soufrés.

Un contrôleur de jauge (G3397B) est **indispensable** pour afficher le vide secondaire en CI et est également recommandé en EI.

Le système MSD CI a été conçu pour obtenir une pression de source CI relativement élevée pour pouvoir fonctionner en mode CI, tout en maintenant un vide secondaire suffisant dans la région du quadripôle et du détecteur. Les joints spéciaux du circuit gazeux du gaz réactif et les très petits orifices de la source maintiennent le gaz dans le volume d'ionisation suffisamment longtemps pour que les réactions chimiques appropriées puissent se produire.

L'interface CI est équipée d'un circuit gazeux spécial d'introduction du gaz réactif. Un cône d'étanchéité isolant et à ressort s'adapte à l'extrémité de l'interface CPG/MSD.

Passer du mode CI au mode EI, et vice versa, prend moins d'une heure, mais une à deux heures sont nécessaires pour purger le circuit de gaz réactif et éliminer l'eau et d'autres contaminants. Pour passer de la PCI à la NCI il faut environ 2 heures, car la source doit refroidir.

Avertissements importants relatifs à la sécurité

Il y a plusieurs précautions de sécurité qu'il ne faut jamais perdre de vue lors de l'utilisation des MSD.

Des tensions dangereuses sont présentes sur de nombreuses pièces internes du MSD

Lorsque le MSD est branché au secteur, même avec l'interrupteur en position arrêt, les points suivants sont portés à des tensions potentiellement dangereuses :

- câblage entre le cordon d'alimentation du MSD et l'alimentation CA, l'alimentation CA elle-même et le câblage entre l'alimentation CA et l'interrupteur.

Lorsque l'appareil est sous tension (interrupteur en position marche), il existe aussi des tensions dangereuses sur :

- toutes les cartes électroniques de l'instrument,
- les fils et câbles internes connectés à ces cartes,
- les fils d'alimentation de tous les chauffages (four, détecteur, injecteur, compartiment de vannes).

AVERTISSEMENT

Toutes ces parties sont protégées par des capots. Si les capots sont bien en place, il est peu probable que l'on entre accidentellement en contact avec ces tensions dangereuses. Sauf instruction contraire, il ne faut jamais retirer un capot à moins que le détecteur, l'injecteur et le four ne soient hors tension.

AVERTISSEMENT

Si l'isolant du câble d'alimentation présente des signes de faiblesse ou d'usure, il faut le remplacer. Contactez un représentant du service après-vente Agilent.

Les décharges électrostatiques constituent une menace pour les circuits électroniques du MSD.

Les décharges électrostatiques peuvent endommager les cartes à circuit imprimé du MSD. Ne les touchez pas, sauf en cas de nécessité absolue. Pour manipuler une carte, portez un bracelet antistatique mis à la terre et tenez la carte par les bords uniquement.

De nombreuses parties de l'appareil présentent une température élevée dangereuse

De nombreuses pièces du CPG/MSD fonctionnent à des températures suffisamment élevées pour provoquer de graves brûlures. En voici une liste non exhaustive :

- Injecteurs du CPG
- Four CPG et son contenu, y compris les écrous de fixation de colonne sur l'injecteur du CPG, interface CPG/SM ou détecteur du CPG
- Détecteur du CPG
- Compartiment à vannes du CPG
- Pompe primaire
- Source d'ions chauffée du MSD, interface et quadripôle

Avant toute intervention dans ces zones, il faut toujours les laisser refroidir à la température ambiante. Pour qu'une zone chauffée refroidisse plus vite, commencez par la régler sur la température ambiante. Une fois la température de consigne atteinte, coupez l'alimentation de la zone. Dès qu'il s'avère nécessaire d'intervenir sur ces parties à haute température, utiliser une clé et porter des gants. Dans la mesure du possible, refroidissez la pièce concernée avant de commencer l'intervention.

AVERTISSEMENT

Prenez des précautions lorsque vous travaillez derrière l'instrument. Pendant les cycles de refroidissement, le CPG évacue des gaz chauds susceptibles d'occasionner des brûlures.

AVERTISSEMENT

L'isolant qui protège les injecteurs du CPG, les détecteurs, le compartiment des vannes et les coupelles d'isolation est fait de fibres réfractaires. Pour éviter l'inhalation de particules de fibres, il est conseillé de respecter les consignes de sécurité suivantes : ventilez la zone de travail ; portez des manches longues, des gants, des lunettes de sécurité et un respirateur jetable pour filtrer les poussières et les vapeurs ; jetez les isolants dans un sac plastique fermé hermétiquement ; après avoir manipulé les isolants, lavez-vous les mains avec un savon doux et à l'eau froide.

Le bac à huile placé sous la pompe primaire standard présente un risque d'incendie

Les chiffons ou papiers absorbants huileux qui s'y trouveraient pourraient s'enflammer et endommager la pompe ou d'autres parties du MSD.

AVERTISSEMENT

Les matériaux combustibles (ou mèches absorbantes inflammables ou non) placées sous, sur ou autour de la pompe primaire font naître un risque d'incendie. Il faut conserver le bac propre et ne pas y laisser de matériaux absorbants comme du papier essuie-tout.

Précautions relatives à l'hydrogène

AVERTISSEMENT

L'utilisation de l'hydrogène comme gaz vecteur CPG présente un risque potentiel.

AVERTISSEMENT

L'utilisation de l'hydrogène (H₂) comme gaz vecteur ou combustible engendre un risque d'explosion en cas de fuite dans le four du CPG. Lorsque l'instrument est alimenté en hydrogène, il faut donc maintenir l'alimentation fermée jusqu'à ce que tous les raccordements aient été effectués et s'assurer que les raccords de colonne côtés injecteur et détecteur sont soit reliés à une colonne, soit obturés.

L'hydrogène est hautement inflammable. Toute fuite d'hydrogène confinée dans un espace fermé peut entraîner des risques d'incendie ou d'explosion. À chaque utilisation d'hydrogène, vérifiez l'étanchéité des raccords, des canalisations et des vannes avant de vous servir de l'instrument. Avant toute intervention sur l'instrument, coupez toujours l'alimentation en hydrogène à la source.

L'hydrogène est couramment utilisé comme gaz vecteur dans les CPG. Il présente un risque d'explosion et possède d'autres caractéristiques dangereuses :

- L'hydrogène est combustible sur une large plage de concentrations. À la pression atmosphérique, il est combustible pour une concentration volumique comprise entre 4 et 74,2%.
- De tous les gaz, l'hydrogène est celui qui présente la plus grande vitesse de combustion.
- L'hydrogène possède une très faible énergie d'inflammation.
- En cas de détente brutale, l'hydrogène peut s'enflammer spontanément.
- La flamme de l'hydrogène est peu lumineuse et peut passer inaperçue sous un bon éclairage ambiant.

Précautions d'utilisation du CPG

Lorsque le gaz vecteur utilisé est l'hydrogène, enlevez le grand couvercle en plastique de la ligne de transfert du MSD située sur le panneau gauche du CPG. Dans l'éventualité peu probable d'une explosion, ce couvercle risquerait de se déplacer.

Risques spécifiques de l'utilisation du chromatographe en phase gazeuse/détecteur de masse (MSD)

L'hydrogène présente de nombreux risques. Certains sont généraux, d'autres sont spécifiques de l'utilisation avec un CPG ou un système CPG/MSD. Voici une liste non exhaustive des risques potentiels :

- Inflammation de l'hydrogène qui s'échapperait suite à une fuite
- Inflammation consécutive à une détente rapide de l'hydrogène qui s'échapperait d'une bouteille à haute pression
- Combustion ou explosion de l'hydrogène qui se serait accumulé dans le four du CPG (consulter la documentation du CPG et l'étiquette apposée sur le bord supérieur de la porte du four du CPG)
- Combustion ou explosion de l'hydrogène qui se serait accumulé dans le MSD

Accumulation d'hydrogène dans un MSD

AVERTISSEMENT

Le MSD ne peut pas détecter les fuites qui pourraient se produire au niveau de l'injecteur ni du détecteur. C'est la raison pour laquelle il est crucial de connecter une colonne sur les raccords de colonne ou bien d'obturer ces derniers.

Tous les utilisateurs doivent connaître les circonstances conduisant à l'accumulation de l'hydrogène (voir le [Tableau 4](#)) ainsi que les précautions à prendre en cas de suspicion ou de découverte d'une telle accumulation. On notera que toutes ces circonstances sont valables sur *tous* les spectromètres de masse, MSD compris.

Tableau 4 Circonstances permettant l'accumulation de l'hydrogène

Circonstances	Résultats
Arrêt du spectromètre de masse	Il est possible d'arrêter volontairement un spectromètre de masse. Celui-ci peut aussi s'arrêter fortuitement en raison d'une défaillance interne ou externe. Une fonction de sécurité qui permet d'arrêter le débit de gaz vecteur en cas d'arrêt d'une pompe primaire du MSD. En revanche, en l'absence d'intervention de cette fonction, de l'hydrogène peut s'accumuler lentement dans le spectromètre de masse.
Fermeture des vannes automatiques d'arrêt du spectromètre de masse	Certains spectromètres de masse sont équipés de vannes automatiques d'arrêt des pompes à diffusion. Dans ces instruments, une action volontaire ou des défaillances diverses entraînent la fermeture des vannes d'arrêt. La fermeture des vannes d'arrêt ne coupe pas le débit de gaz vecteur. En conséquence, de l'hydrogène peut s'accumuler lentement dans le spectromètre de masse.
Fermeture de la vanne d'arrêt manuel du spectromètre de masse	Certains spectromètres de masse sont équipés de vannes manuelles d'arrêt des pompes à diffusion. L'opérateur peut fermer les vannes d'arrêt de ces instruments. La fermeture des vannes d'arrêt ne coupe pas le débit de gaz vecteur. En conséquence, de l'hydrogène peut s'accumuler lentement dans le spectromètre de masse.
Arrêt du CPG	Il est possible d'arrêter volontairement un CPG. Celui-ci peut aussi s'arrêter fortuitement en raison d'une défaillance interne ou externe. La façon dont le CPG réagit dépend du modèle. Si un CPG7890 équipé d'un système de régulation électronique de pression (EPC) est arrêté, l'EPC coupe le débit du gaz vecteur. Si le débit du gaz vecteur d'un CPG n'est pas asservi par l'EPC, le débit augmente jusqu'à atteindre son maximum. Ce débit peut dépasser la capacité d'évacuation du spectromètre de masse et entraîner l'accumulation d'hydrogène dans l'instrument. Si le spectromètre de masse est arrêté en même temps, l'accumulation peut être relativement rapide.
Panne de secteur	En cas de panne de secteur, le CPG et le spectromètre de masse s'arrêtent tous deux. Toutefois, l'alimentation en gaz vecteur n'est pas nécessairement coupée. Comme décrit précédemment, dans certains CPG, la coupure de l'alimentation électrique peut entraîner l'augmentation du débit de gaz vecteur jusqu'à sa valeur maximale. En conséquence, de l'hydrogène peut s'accumuler dans le spectromètre de masse.

AVERTISSEMENT

Une fois que de l'hydrogène s'est accumulé dans le spectromètre de masse, il faut prendre d'extrêmes précautions pour l'éliminer. Une procédure erronée de démarrage d'un spectromètre de masse rempli d'hydrogène comporte un risque d'explosion.

AVERTISSEMENT

Après une panne secteur, un spectromètre de masse peut redémarrer et commencer la procédure d'évacuation de façon automatique. Cela ne garantit pas que tout l'hydrogène présent dans le système a été éliminé ni que tout risque d'explosion est écarté.

Précautions à prendre

Lors du travail sur un système CPG/MSD utilisant l'hydrogène comme gaz vecteur, prenez les précautions décrites ci-dessous.

Précautions relatives à l'équipement

Il est **IMPÉRATIF** de s'assurer que la vis moletée avant de la plaque latérale est serrée à la main. Évitez de serrer exagérément la vis moletée car cela peut provoquer des fuites.

AVERTISSEMENT

Le non-respect de la procédure décrite ci-dessus pour le MSD augmente considérablement le risque de blessures corporelles en cas d'explosion.

Vous devez également retirer le couvercle en plastique de la fenêtre en verre située à l'avant du MSD série 5977. Dans l'éventualité peu probable d'une explosion, ce couvercle risquerait de se déplacer.

Précautions générales relatives au laboratoire

- Veillez à éliminer toute fuite sur les lignes de gaz vecteur. Assurez-vous périodiquement de l'absence de fuite d'hydrogène avec un détecteur de fuites.
- Éliminez le plus grand nombre possible de sources potentielles d'inflammation dans le laboratoire (flammes nues, appareils susceptibles de produire des étincelles, sources d'électricité statique, etc.).
- Ne laissez jamais l'hydrogène provenant d'une bouteille à haute pression s'échapper à l'air libre (risque d'inflammation spontanée).
- Préférez l'utilisation d'un générateur à celle d'une bouteille d'hydrogène.

Précautions d'exploitation

- Fermez l'hydrogène à sa source chaque fois que le CPG ou le MSD sont arrêtés.
- Fermez l'hydrogène à sa source chaque fois que le MSD est mis à la pression atmosphérique ; toutefois, veillez à ne pas chauffer la colonne capillaire sans gaz vecteur.
- Fermez l'hydrogène à sa source chaque fois que les vannes d'arrêt du MSD sont fermées ; toutefois, veillez à ne pas chauffer la colonne capillaire sans gaz vecteur.
- Fermez l'hydrogène à sa source en cas de panne secteur.
- Si une panne secteur est survenue alors que le système CPG/MSD n'était soumis à aucune surveillance, et même s'il a redémarré automatiquement, effectuez la procédure suivante :
 - 1 Coupez immédiatement l'hydrogène à sa source.
 - 2 Mettez le CPG hors tension.
 - 3 Mettez le MSD hors tension et laissez-le refroidir pendant 1 heure.
 - 4 Éliminez **toutes** les sources potentielles d'inflammation présentes dans la salle.
 - 5 Mettez l'enceinte à vide du MSD à la pression atmosphérique.
 - 6 Patientez au moins 10 minutes pour que l'hydrogène se dissipe.
 - 7 Remettez le CPG et le MSD en marche, suivant la procédure normale.


Lors de l'utilisation d'hydrogène, contrôlez l'absence de fuite pour éviter le risque d'incendie ou d'explosion, conformément à la réglementation locale en matière d'hygiène, de sécurité et de protection de l'environnement. Après avoir remplacé une bouteille d'hydrogène ou travaillé sur les lignes d'alimentation, vérifiez toujours que le système ne comporte pas de fuite. Assurez-vous systématiquement que la ligne de sortie est reprise par une hotte aspirante.

Homologations de sécurité et conformité à la réglementation

Le MSD série 5977 respecte les normes de sécurité suivantes :

- CSA (Canadian Standards Association, Association canadienne de normalisation) : CAN/CSA-C222 n° 61010-1-04
- CSA/NRTL (Nationally Recognized Test Laboratory, Laboratoire d'essai certifié au Canada) : UL 61010-1
- CEI (Commission électrotechnique internationale) : 61010-1
- EN (norme européenne) : 61010-1

Le MSD5977 respecte la réglementation suivante concernant la compatibilité électromagnétique (EMC) et les interférences en radiofréquences (RFI) :

- CISPR 11/EN 55011 : groupe 1, classe A
- CEI/EN 61326
- AUS/NZ 

Cet appareil ISM est conforme à la Norme sur le Matériel Brouilleur NMB-001 (Canada).



Le MSD série 5977 est conçu et fabriqué selon un système d'assurance qualité certifié ISO9001.

Informations

Le MSD série 5977 d'Agilent Technologies est conforme aux classifications CEI suivantes : équipement de classe I, équipement de laboratoire, catégorie d'installation II, degré de pollution 2.

Cet appareil a été conçu et testé selon des normes de sécurité reconnues ; il est conçu pour un usage en intérieur. Si l'appareil est utilisé d'une manière non spécifiée par le fabricant, la protection fournie par l'instrument peut en être diminuée. Si, pour une raison quelconque, le MSD ne présente plus la sécurité d'origine, déconnectez-le de toutes les sources d'énergie et veillez à ce qu'il ne puisse plus être utilisé.

Ne confiez les interventions qu'à des techniciens qualifiés. Un échange de pièces ou une modification non autorisée sur l'instrument peuvent compromettre la sécurité.

Symboles

Les avertissements figurant dans le manuel ou inscrits sur l'instrument doivent être respectés pendant toutes les phases d'utilisation, d'entretien et de réparation de celui-ci. Le non-respect de ces précautions constitue un manquement aux normes de sécurité et à l'utilisation prévue de l'instrument. La société Agilent Technologies décline toute responsabilité en cas d'observation de ces consignes.

Consulter les documents annexes pour plus d'informations.



Surface chaude.



Risque d'électrocution.



Borne de terre.



Risque d'explosion.



Risque de radioactivité.



Risque de décharge électrostatique.



Indique que ce produit électronique ne peut être éliminé comme déchet ménager.



Compatibilité électromagnétique

Cet appareil est conforme aux exigences de la norme CISPR 11. Son utilisation est soumise aux deux conditions suivantes :

- L'appareil ne peut pas produire d'interférences dangereuses.
- L'appareil supporte les interférences, y compris celles pouvant engendrer un mauvais fonctionnement.

Si cet équipement produit une interférence avec la réception de la radio ou de la télévision, ce qui se démontre facilement en éteignant puis en rallumant l'instrument, essayez d'y remédier de la manière suivante :

- 1 Déplacez le récepteur ou son antenne.
- 2 Éloignez l'instrument du récepteur radio ou du téléviseur.
- 3 Branchez l'instrument sur une prise de courant différente, afin de séparer ses circuits électriques et ceux du récepteur radio ou du téléviseur.
- 4 Vérifiez que tous les périphériques sont également certifiés.
- 5 Vérifiez que des câbles de raccordement appropriés sont utilisés pour connecter l'instrument et les périphériques.
- 6 Consultez le distributeur, Agilent Technologies ou un technicien qualifié pour obtenir de l'aide.
- 7 Des modifications non expressément approuvées par Agilent Technologies pourraient rendre l'utilisation de l'instrument non conforme à la législation.

Déclaration sur les émissions sonores

Pression acoustique

Pression acoustique $L_p < 70$ dB selon EN27779 :1991.

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel $LP < 70$ dB am nach EN 27779/1991.

Nettoyage et recyclage du produit

Pour nettoyer l'appareil, débranchez-le de son alimentation électrique et essuyez-le au moyen d'un tissu humide, non pelucheux. Pour recycler l'instrument, contactez l'agence commerciale Agilent la plus proche.

Éclaboussures

Ne pas éclabousser le MSD.

Déplacement et entreposage du MSD

La meilleure façon de maintenir le MSD en bon état de marche est de le laisser sous vide à température de service avec un débit de gaz vecteur. Pour le déplacer ou l'entreposer, quelques précautions supplémentaires sont nécessaires. Le MSD ne doit jamais être couché ni retourné ; cela nécessite de prendre des précautions particulières de transport. Le MSD doit rester à la pression atmosphérique le strict minimum de temps.

Remplacement des fusibles primaires

Fournitures nécessaires

- Fusible, T12,5A, 250 V (2110-1398) – 2 requis
- Tournevis, tête plate (8730-0002)

La cause la plus probable de panne des fusibles primaires est un problème de la pompe de refoulement. Si les fusibles primaires tombent en panne dans votre DDM, veuillez vérifier la pompe de refoulement.

Procédure

- 1 Purgez le DDM et débranchez le câble d'alimentation de la prise secteur.

Si l'un des fusibles primaires tombe en panne, le DDM est hors tension, mais nous vous conseillons de malgré tout débrancher le DDM pour des raisons de sécurité et de déconnecter le câble d'alimentation. Il n'est pas nécessaire de faire pénétrer de l'air dans la chambre de l'analyseur.

AVERTISSEMENT

Ne remplacez jamais les fusibles primaires si le DDM est relié à une source de tension.

AVERTISSEMENT

Si vous utilisez de l'hydrogène comme gaz vecteur du CPG, une panne de l'alimentation électrique peut causer son accumulation dans la chambre de l'analyseur. Dans ce cas, des mesures de sécurité supplémentaires sont nécessaires. Voir la section « Précautions relatives à l'hydrogène », page 20.

- 2 Tournez l'un des disjoncteurs ([Figure 2](#), page 30) dans le sens antihoraire jusqu'à ce qu'il déclenche. Les disjoncteurs fonctionnent avec des ressorts.
- 3 Retirez l'ancien fusible du disjoncteur.
- 4 Installez un nouveau fusible dans le disjoncteur.
- 5 Réinstallez le disjoncteur.

Fusibles primaires
dans disjoncteurs

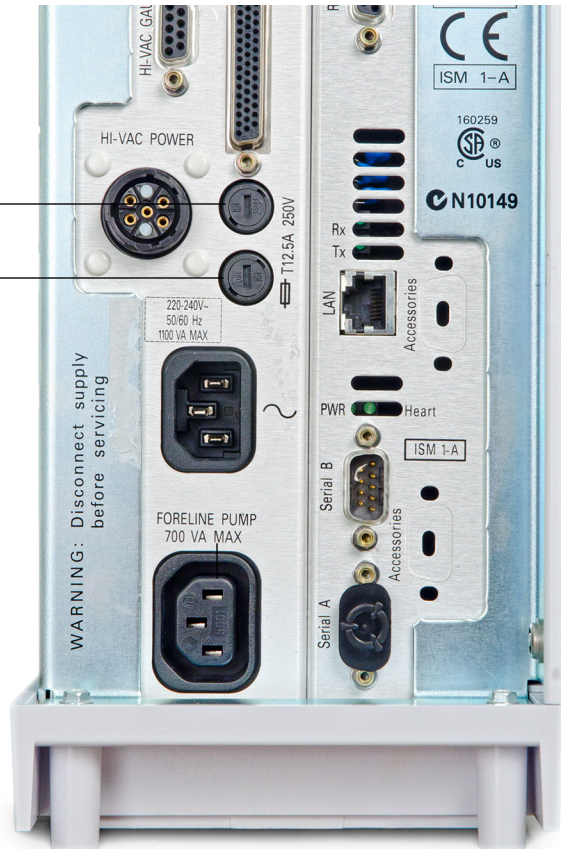
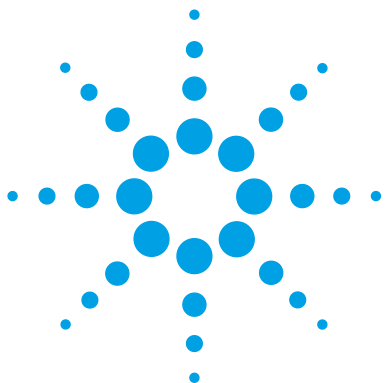


Figure 2 Fusibles primaires

- 6 Répétez les étapes 3 à 5 pour l'autre fusible. Remplacez toujours les deux fusibles.
- 7 Rebranchez le câble secteur du DDM dans la prise murale.
- 8 Évacuer le DDM.



2 Installation des colonnes CPG

Colonnes 32

Installer une colonne capillaire sur l'injecteur avec ou sans division 34

Pour conditionner une colonne capillaire 38

Installation d'une colonne capillaire dans l'interface CPG/SM 39

Pour pouvoir exploiter le système CPG/MSD, il faut d'abord choisir, installer et conditionner une colonne de CPG. Le présent chapitre décrit comment installer et conditionner une colonne. Pour choisir une colonne convenable et son débit, il faut connaître la version du système de vide du MSD. L'étiquette portant le numéro de série et le numéro de modèle est située sur la partie inférieure avant du panneau latéral gauche.



Colonnes

On peut utiliser de nombreux types de colonnes sur le MSD, avec toutefois quelques restrictions.

Pendant le réglage ou l'acquisition des données, le débit de la colonne ne doit pas dépasser la valeur maximale recommandée. C'est pourquoi la longueur et le débit de la colonne sont soumis à certaines limites. Le dépassement du débit recommandé entraîne la dégradation des données spectrales et de la sensibilité de l'instrument.

Garder toujours présent à l'esprit que le débit de la colonne dépend fortement de la température du four. Voir la section « [Étalonnage de la vitesse linéaire du gaz vecteur dans la colonne](#) », page 66 pour savoir comment mesurer le débit instantané de la colonne. Utiliser le logiciel de calcul de débit et le [Tableau 5](#) pour déterminer si une colonne donnée aura un débit acceptable avec une pression d'injecteur réaliste.

Tableau 5 Débits gazeux

Caractéristique/Fonction	Modèle					
	G7035A	G7036A	G7037A	G7038A	G7039A	G7040A
Pompe secondaire	À diffusion	Turbo « performance »	À diffusion	Turbo « performance »	Turbo « performance »	Turbo « performance »
Débit de colonne optimal, He, ml/min	1	1 à 2	1	1 à 2	1 à 2	1 à 2
Débit gazeux max. recommandé, ml/min*	1.5	4	1.5	4	4	4
Débit gazeux max., ml/min†	2	6.5	2	6.5	6.5	6.5
DI max. de colonne	0.25 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)	0.25 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)	0.53 mm (30 m)
CI	Non	Non	Non	Non	Non	Oui
Compatibilité CPG	7820	7820	7890	7890	7890	7890

* Débit gazeux total entrant dans le MSD : débit de colonne + éventuel débit de gaz réactif.

† Dégradation certaine de la qualité des spectres et de la sensibilité.

Conditionnement des colonnes

Il est très important de conditionner une colonne avant de la connecter à l'interface CPG/MSD. Voir la section « [Pour conditionner une colonne capillaire](#) », page 38.

Le gaz vecteur entraîne fréquemment une faible quantité de phase stationnaire de la colonne. C'est ce qu'on appelle le ressuage de la colonne. Le ressuage de colonne dépose des traces de phase stationnaire dans la source du MSD. Cela diminue la sensibilité du MSD et rend le nettoyage de la source nécessaire.

Le ressuage des colonnes neuves ou faiblement réticulées est très commun. Il s'aggrave lorsque le gaz vecteur renferme des traces d'oxygène ou que l'on chauffe la colonne. Pour réduire la perte de phase stationnaire, toutes les colonnes capillaires doivent être conditionnées *avant* d'être installées dans l'interface CPG/MSD.

Conditionnement des ferrules

Chauffer à plusieurs reprises les ferrules à leur température maximale d'utilisation avant de les installer peut réduire leur ressuage (désorption de composés chimiques).

Conseils et astuces

- La procédure d'installation des colonnes dans le MSD série 5977 peut être différente de celle des MSD précédents. L'utilisation de la procédure d'un autre instrument peut *ne pas* fonctionner et endommager la colonne ou le MSD
- On peut retirer les anciennes ferrules des colonnes avec un chasse goupille ordinaire.
- Toujours utiliser un gaz vecteur d'une pureté minimale de 99,9995%.
- En raison de la dilatation thermique, les ferrules peuvent se desserrer après quelques cycles de chauffage-refroidissement. Contrôler le serrage après deux ou trois cycles.
- Toujours porter des gants de nylon pour manipuler les colonnes, en particulier au niveau de l'extrémité qui doit être insérée dans l'interface CPG/MSD.

AVERTISSEMENT

Si le gaz vecteur utilisé est l'hydrogène, ne l'ouvrir que lorsque la colonne est installée dans le MSD et que ce dernier est sous vide. Si les pompes à vide sont arrêtées, l'hydrogène s'accumule dans le MSD et fait naître un risque d'explosion. Voir la section « [Précautions relatives à l'hydrogène](#) ».

AVERTISSEMENT

Toujours porter des lunettes de sécurité pour manipuler les colonnes capillaires. Agir avec précaution pour éviter de se perforer la peau avec l'extrémité d'une colonne.

Installer une colonne capillaire sur l'injecteur avec ou sans division

Fournitures nécessaires

- Gants, propres
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Règle métrique
- Clé plate, 1/4 et 5/16 de pouce (8710-0510)
- Colonne capillaire
- Coupe-colonne, céramique (5181-8836) ou diamant (5183-4620)
- Ferrules
 - 0,27 mm de DI, pour colonnes de 0,10 mm de DI (5062-3518)
 - 0,37 mm de DI, pour colonnes de 0,20 mm de DI (5062-3516)
 - 0,40 mm de DI, pour colonnes de 0,25 mm de DI (5181-3323)
 - 0,5 mm de DI, pour colonnes de 0,32 mm de DI (5062-3514)
 - 0,8 mm de DI, pour colonnes de 0,53 mm de DI (5062-3512)
- Écrou de colonne côté injecteur (5181-8830 pour Agilent série 7890 et série 7820)
- Loupe
- Septum (p. ex. septum usagé d'injecteur)

Pour l'installation de colonne dans d'autres types d'injecteurs, consulter le manuel d'utilisation du chromatographe correspondant.

AVERTISSEMENT

Le CPG fonctionne à haute température. Pour éviter les brûlures, ne toucher aucun composant du CPG avant d'être certain qu'il a suffisamment refroidi.

AVERTISSEMENT

Toujours porter des lunettes de sécurité pour manipuler les colonnes capillaires. Agir avec précaution pour éviter de se perforer la peau avec l'extrémité d'une colonne.

ATTENTION

Toujours porter des gants propres pour manipuler l'analyseur ou toute autre pièce normalement placée à l'intérieur du CPG ou de l'enceinte de l'analyseur.

Procédure

- 1 Laissez le four refroidir à température ambiante.
- 2 Mettez des gants propres, enfitez l'extrémité libre de la colonne à travers un septum, un écrou de colonne et une ferrule conditionnée (Figure 3). Le côté conique de la ferrule doit être orienté vers l'extérieur de l'écrou de colonne.

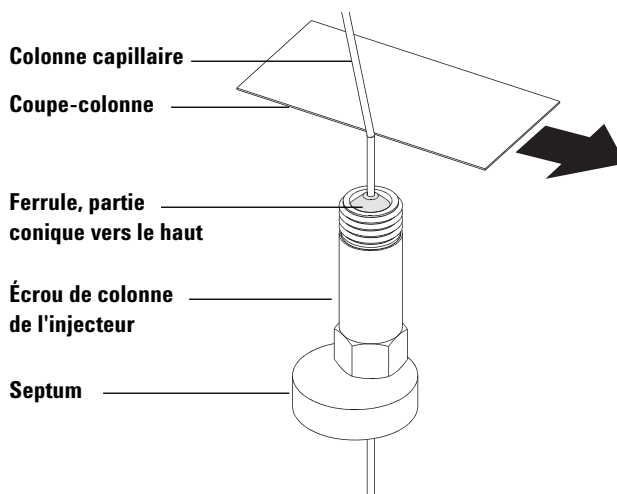


Figure 3 Préparation d'une colonne capillaire pour son installation

2 Installation des colonnes CPG

- 3 Utiliser le coupe-colonne pour rayer la colonne à 2 cm de l'extrémité.
- 4 Tout en maintenant la colonne contre le coupe-colonne avec le pouce, casser la colonne sur l'arête du coupe-colonne.
- 5 Vérifier la netteté de la cassure et l'absence de bavures. Si la cassure n'est pas franche ou si elle est inégale, recommencer les étapes 3 et 4.
- 6 Essuyer l'extérieur de l'extrémité libre de la colonne avec un chiffon non pelucheux imbibé de méthanol.
- 7 Positionner la colonne pour qu'elle dépasse de 4 à 6 mm de l'extrémité de la ferrule (Figure 4).

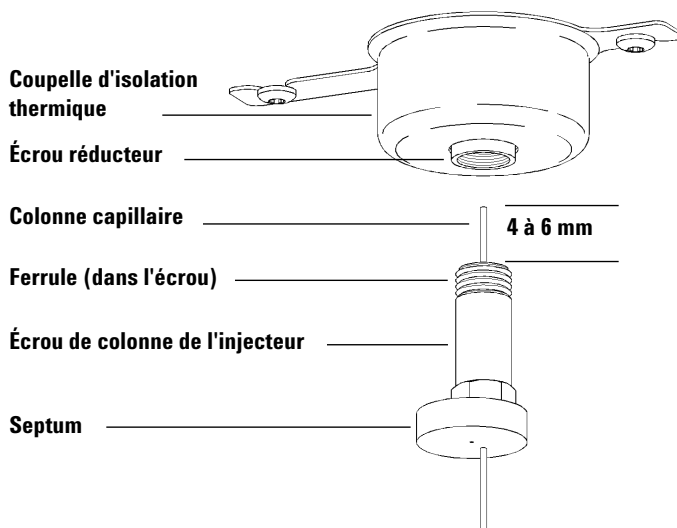


Figure 4 Installation d'une colonne capillaire dans un injecteur avec/sans division

- 8 Faire glisser le septum de sorte que l'écrou et la ferrule soient à la bonne position.
- 9 Insérer la colonne dans l'injecteur.
- 10 Remonter l'écrou le long de la colonne vers la base de l'injecteur et le serrer à la main.
- 11 Rectifier la position de la colonne de sorte que le septum vienne toucher le bas de l'écrou de colonne.

12 Avec une clé, serrer l'écrou de 1/4 à 1/2 tour supplémentaire'. Une traction modérée sur la colonne ne doit pas la faire glisser.

13 Ouvrir le gaz vecteur.

14 Contrôler la présence d'un débit en plongeant l'extrémité libre de la colonne dans de l'isopropanol. Des bulles doivent apparaître.

Voir aussi

Pour plus d'informations sur l'installation d'une colonne capillaire, consulter la publication numéro 5988-9944EN, intitulée « *Optimizing Splitless Injections on Your GC for High Performance MS Analysis* » (*Optimisation des injections sans division sur CPG pour des analyses SM à haute performance*).

Pour conditionner une colonne capillaire

Fournitures nécessaires

- Gaz vecteur, (pureté minimale de 99,9995%)
- Clé plate, 1/4 et 5/16 de pouce (8710-0510)

AVERTISSEMENT

Ne pas conditionner la colonne capillaire sous hydrogène. L'accumulation d'hydrogène dans le four du CPG entraîne un risque d'explosion. Si l'hydrogène doit être utilisé comme gaz vecteur, commencer par conditionner la colonne sous gaz inerte ultrapur (99,999% ou mieux) comme l'hélium, l'azote, ou l'argon.

AVERTISSEMENT

Le CPG fonctionne à haute température. Pour éviter les brûlures, ne toucher aucun composant du CPG avant d'être certain qu'il a suffisamment refroidi.

Procédure

- 1 Insérer la colonne dans l'injecteur du CPG. (voir la section « [Installer une colonne capillaire sur l'injecteur avec ou sans division](#) », page 34).
- 2 Régler la vitesse minimale sur 30 cm/s, ou suivre les recommandations du fabricant. Laisser le gaz s'écouler dans la colonne à température ambiante pendant 15 à 30 minutes pour évacuer l'air.
- 3 Programmer le four de façon à passer de la température ambiante à la température maximale supportée par la colonne.
- 4 Augmenter la température à une vitesse de 10 à 15 °C/min.
- 5 Maintenir la température maximale pendant 30 minutes.

ATTENTION

Ne jamais dépasser la température maximale autorisée pour la colonne dans l'interface CPG/MSD, le four du CPG et l'injecteur.

- 6 Définissez la température du four du CPG sur 30 °C et attendez qu'il soit prêt.
- 7 Fixez la colonne à l'interface CPG. (voir la section « [Installation d'une colonne capillaire dans l'interface CPG/SM](#) », page 39).

Installation d'une colonne capillaire dans l'interface CPG/SM



Cette procédure présente l'installation directe d'une colonne capillaire sur une ligne de transfert, à l'aide d'un écrou de colonne.

CPG Agilent série 7890

Fournitures nécessaires

- Coupe-colonne, céramique (5181-8836) ou diamant (5183-4620)
- Ferrules
 - 0,3 mm de DI, pour colonnes de 0,10 mm de DI (5062-3507)
 - 0,4 mm de DI, pour colonnes de 0,20 et 0,25 mm de DI (5062-3508)
 - 0,5 mm de DI, pour colonnes de 0,32 mm de DI (5062-3506)
 - 0,8 mm de DI, pour colonnes de 0,53 mm de DI (5062-3512)
- Torche électrique
- Loupe
- Gants, propres
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Écrou de colonne d'interface (05988-20066)
- Lunettes de sécurité
- Clé plate, 1/4 et 5/16 de pouce (8710-0510)
- Instrument de mesure pour colonne

ATTENTION

Toujours porter des gants propres pour manipuler l'analyseur ou toute autre pièce normalement placée à l'intérieur du CPG ou de l'enceinte de l'analyseur.

Procédure

- 1 Conditionnement de la colonne. (voir la section « [Pour conditionner une colonne capillaire](#) », page 38).

AVERTISSEMENT

L'analyseur, l'interface CPG/SM et d'autres parties de l'enceinte de l'analyseur fonctionnent à haute température. Ne pas y toucher sans être certain qu'il a suffisamment refroidi.

AVERTISSEMENT

Il existe aussi des tensions dangereuses à l'intérieur de l'enceinte de l'analyseur, pouvant entraîner des blessures mortelles. N'ouvrez pas la porte d'enceinte de l'analyseur, pour quelque raison que ce soit. Si l'accès est obligatoire, un personnel de maintenance qualifié doit d'abord déconnecter l'appareil instrument à la source d'alimentation générale du bâtiment.

- 2 Si vous n'utilisez pas Quick Swap, mettez le SM à l'air. Pour ce faire, consulter la section « [Mise à la pression atmosphérique du MSD](#) », page 76.

AVERTISSEMENT

Le CPG fonctionne à haute température. Pour éviter les brûlures, ne toucher aucun composant du CPG sans être certain qu'il a suffisamment refroidi.

- 3 Enfiler l'extrémité libre de la colonne à travers un écrou d'interface et une ferrule conditionnée. Le côté conique de la ferrule doit être orienté vers l'intérieur de l'écrou.
- 4 Utiliser le coupe-colonne pour rayer la colonne à 2 cm de la fin.
- 5 Tout en maintenant la colonne contre le coupe-colonne avec le pouce, casser la colonne sur l'arête du coupe-colonne.
- 6 Vérifier la netteté de la cassure et l'absence de bavures. Si la cassure n'est pas franche ou si elle est inégale, recommencer les étapes 4 et 5.
- 7 Essuyer l'extrémité à l'alcool.
- 8 Insérer la colonne dans l'outil de mesure de colonne.

- 9** Faites glisser la colonne de sorte que son extrémité dépasse de 1 à 2 mm de l'extrémité de l'appareil.
- 10** Serrez le raccord à la main.
- 11** Serrer de 1/4 à 1/2 tour pour fixer la ferrule à la colonne.
- 12** Faire glisser la colonne sur l'interface CPG/SM.
- 13** Serrer l'écrou de colonne à la main. S'assurer que le serrage de l'écrou ne modifie pas la position de la colonne.
- 14** Vérifier que la colonne CPG ne touche pas les parois du four.
- 15** Resserrer l'écrou d'1/4 à 1/2 tour supplémentaire.
- 16** Contrôler le serrage de l'écrou après un ou deux cycles de chauffage ; resserrer l'écrou si nécessaire.

2 Installation des colonnes CPG



3 Fonctionnement en mode ionisation électronique (EI)

Exploitation du MSD depuis le système d'acquisition de données	44
Exploitation du MSD depuis le tableau de commande local (LCP)	44
Interface CPG/MSDEI	51
Avant de mettre le MSD en marche	53
Mise sous vide	54
Commande des températures	54
Commande du débit de la colonne	55
Mise à l'air du MSD	55
Pour afficher la température et de l'état du vide du MSD en mode de réglage manuel	56
Configuration des fenêtres de surveillance des températures et de l'état du vide du MSD	58
Pour définir les températures de l'analyseur dans la vue de commande « Instrument Control »	61
Pour configurer la température de l'interface CPG/MSD depuis le logiciel MassHunter	63
Pour surveiller la pression du vide secondaire	64
Étalonnage de la vitesse linéaire du gaz vecteur dans la colonne	66
Pour régler le MSD en mode EI	69
Pour vérifier les performances du système	71
Pour effectuer un test aux masses élevées (MSD série 5977)	72
Pour ouvrir les capots du MSD	75
Mise à la pression atmosphérique du MSD	76
Ouverture de l'enceinte de l'analyseur	78
Pour fermer l'enceinte de l'analyseur	81
Pour mettre le MSD sous vide en mode EI	85
Transport et entreposage du MSD	87

Ce chapitre présente quelques-unes des procédures d'exploitation de base du système CPG/MSD Agilent 5977 utilisant l'ionisation par impact électronique.



Exploitation du MSD depuis le système d'acquisition de données

Le logiciel d'acquisition de données MassHunter Workstation Agilent permet d'automatiser des tâches telles que la mise sous vide, la dépose de la source, la surveillance des paramètres, le réglage des températures et la ventilation du MSD. Ces tâches sont décrites dans le présent chapitre. Des informations supplémentaires sont présentées en détail dans les manuels et dans l'aide en ligne du logiciel MassHunter Workstation Agilent.

ATTENTION

Le logiciel et les microprogrammes sont régulièrement révisés. Si les étapes des procédures décrites ici ne sont pas en accord avec le logiciel MassHunter Workstation, consulter les manuels et l'aide en ligne fournis avec le logiciel pour obtenir des informations à jour et détaillées.

Exploitation du MSD depuis le tableau de commande local (LCP)

Le tableau de commande local (LCP) affiche l'état du MSD ou démarre une tâche sur le MSD sans passer par le logiciel d'acquisition de données MassHunter Workstation Agilent.

Le logiciel d'acquisition de données MassHunter Workstation Agilent peut être situé n'importe où sur le réseau local (LAN) du site et par conséquent, il se peut que le logiciel d'acquisition de données soit très éloigné de l'instrument. Étant donné que le LCP communique avec le logiciel d'acquisition de données via le LAN, l'utilisateur peut accéder aux fonctions du logiciel d'acquisition de données, par exemple le réglage ou le démarrage d'une analyse depuis le MSD. Il n'existe que certaines fonctionnalités disponibles depuis le tableau de commande local (LCP). Le logiciel d'acquisition de données constitue un véritable centre de contrôle de la plupart des fonctions de l'instrument.

Modes de fonctionnement

Le LCP possède deux modes de fonctionnement : Status et Menu.

Le mode statique *Status* ne nécessite aucune action particulière et affiche simplement l'état de l'appareil MSD ou ses diverses connexions de communication. Sélectionner [**Menu**], puis [**No/Cancel**], permet de revenir au mode Status.

Le mode *Menu* permet d'émettre des requêtes sur diverses fonctions du CPG/MSD et de lancer certaines actions telles que l'exécution d'une méthode ou d'une séquence ou de préparer le système à la mise à l'air.

Pour accéder à une option de menu spécifique :

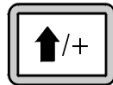


Appuyer sur [**Menu**] jusqu'à l'apparition du menu souhaité.

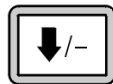


Appuyer sur [**Item**] jusqu'à l'apparition de la rubrique de menu souhaitée.

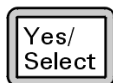
Utiliser ensuite une ou plusieurs des touches suivantes, en réponse aux diverses invites de l'appareil ou choisir une option :



Utiliser la flèche vers le haut pour augmenter la valeur affichée ou défiler vers le haut (comme dans une liste de messages).



Utiliser la flèche vers le bas pour diminuer la valeur affichée ou défiler vers le bas (comme dans une liste de messages).



Utiliser [**Yes/Select**] pour accepter la valeur en cours.



Utiliser [**No/Cancel**] pour retourner au mode Status.

Une fois la sélection effectuée, ou si tous les menus disponibles ont été parcourus, l'affichage revient automatiquement au mode Status.

Appuyer sur [**Menu**], puis sur [**No/Cancel**], permet de revenir au mode Status.

En appuyant sur [**No/Cancel**] deux fois, on retourne toujours au mode Status.

Messages d'état du LCP

Les messages suivants peuvent s'afficher sur l'écran du LCP pour informer l'utilisateur de l'état du système MSD. Si le LCP est à cet instant en mode Menu, parcourir les menus disponibles pour retourner au mode Status. Aucun message ne s'affiche si aucune session d'instrument en ligne n'est ouverte dans le logiciel d'acquisition de données MassHunter.

ChemStation Loading <timestamp>

Le logiciel d'acquisition de données MassHunter Workstation Agilent est en cours de démarrage.

Executing <type>tune

Une procédure de réglage est en cours (type = QuickTune ou Autotune).

Instrument Available <timestamp>

Le logiciel d'acquisition de données MassHunter Workstation Agilent n'est pas en cours d'exécution.

Loading Method <method name>

Les paramètres de la méthode sont en cours de téléchargement sur le MSD.

Loading MSD Firmware (Chargement microprogramme MSD)

Chargement microprogramme MSD - Le microprogramme du MSD est en cours d'initialisation.

Si le MSD *N'A PAS* terminé correctement sa séquence de démarrage, les messages ci-après apparaissent en remplacement sur le LCP :

Server not Found (Serveur introuvable)

Check LAN Connection (Vérifier les connexions LAN)

Seeking Server (Recherche de serveur en cours)

Bootp Query xxx (Requête Bootp xxx)

Ces messages indiquent que le MSD n'a pas reçu son adresse IP unique du service Windows. Si ces messages persistent après que l'utilisateur a ouvert une session sous son nom de compte dans le programme d'acquisition de données MassHunter, voir la section consacrée aux diagnostics de pannes « Troubleshooting » du manuel d'installation du logiciel.

Loading OS (Chargement OS en cours)

Le système d'exploitation est en cours de chargement sur le contrôleur de l'instrument.

<method> Complete <timestamp>

Méthode exécutée - Les analyses et le traitement des données recueillies sont terminés. Ce même message apparaît même si l'analyse s'est terminée prématurément.

Method Loaded <method name>

Méthode chargée - Les paramètres de la méthode sont téléchargés dans le MSD.

MS locked by <computer name>

Les paramètres SM ne peuvent être modifiés que depuis le logiciel d'acquisition de données MassHunter.

Press Sideplate

Appuyer sur la plaque latérale - Rappel pendant le démarrage : il faut appuyer sur la plaque latérale du MSD pour assurer l'étanchéité initiale pour l'évacuation du système.

Run : <method> Acquiring <datafile>

Une analyse est en cours ; les données sont en cours d'acquisition selon la méthode stipulée et sont enregistrées dans le fichier indiqué.

Affichage de l'état du système pendant le démarrage

- 1 Les messages ci-après s'affichent sur l'écran du LCP pendant le démarrage :
 - **Press sideplate (Appuyer sur la plaque latérale)**
 - **Loading OS (Chargement OS en cours)**
 - **Press sideplate (Appuyer sur la plaque latérale)**
 - **Loading MSD Firmware (Chargement microprogramme MSD)**
- 2 Continuer à appuyer sur la plaque latérale du MSD jusqu'à l'affichage du message de disponibilité du MSD **MSD Ready**. L'instrument évacue ainsi plus rapidement l'enceinte de l'analyseur.

Menus LCP

Pour accéder à une option donnée d'un menu, appuyer sur [**Menu**] jusqu'à faire apparaître le menu souhaité, puis appuyer sur [**Item**] jusqu'à faire apparaître la rubrique de menu souhaitée. Les [Tableau 6](#) à [Tableau 11](#) répertorient les menus et rubriques disponibles.

REMARQUE

De nombreuses rubriques de menu, en particulier sur la ChemStation, les paramètres du spectromètre de masse MS Parameters et les menus de maintenance n'ont aucun effet pendant que le système est en train d'acquérir des données.

Tableau 6 Menu ChemStation

Action	Description
Run Method	Exécuter la méthode - Affiche le nom de la méthode en cours et démarre l'analyse.
Run Sequence	Exécuter la séquence - Affiche la séquence en cours et démarre l'exécution.
Run Current Tune	Exécuter le réglage en cours - Affiche le nom du fichier de réglage en cours et démarre un autoréglage (seulement en mode EI- Le réglage CI doit être démarré à partir du logiciel d'acquisition de données MassHunter).
# of Messages	Nombre de messages - Affiche le nombre de messages en attente et le texte du plus récent. Les flèches de direction permettent de parcourir les différents messages (20 max.).
Release ChemStation	Met fin à l'association entre le logiciel d'acquisition de données MassHunter et le MSD.
Connection Status	État de la connexion - Indique l'état de la connexion du MSD sur le réseau local. « Remote » (Commande à distance) signifie qu'une session en ligne du MSD est ouverte dans le logiciel d'acquisition de données MassHunter. « Local » signifie qu'aucune connexion n'est établie avec une session en ligne du logiciel d'acquisition de données MassHunter.

Tableau 6 Menu ChemStation (suite)

Action	Description
Name of Instrument	Affiche la dénomination de l'appareil et indique s'il est connecté à une session en ligne du logiciel d'acquisition de données MassHunter. Le nom de l'instrument est celui attribué au MSD dans la boîte de dialogue de configuration du logiciel d'acquisition de données MassHunter.

Tableau 7 Menu Maintenance

Action	Description
Prepare to vent	Préparer la mise à l'air - Rappelle à l'utilisateur d'arrêter le CPG puis de préparer l'appareil pour le mettre à la pression atmosphérique lorsqu'on appuie sur [Yes/Select] .
Mise sous vide	Mise sous vide - Initialise la séquence d'évacuation du MSD.
Hi Vac Soft Start	

Tableau 8 Menu des paramètres SM « MS Parameters »

Action	Description
High Vacuum Pressure	Pression secondaire - Seulement si la micro-jauge à vide à ionisation est installée.
Turbo Pump Speed	Vitesse de la pompe turbo - Affiche le régime de rotation de la pompe en % du régime nominal.
MSD Fault Status	État des défauts MSD - Affiche en format décimal « dec » et hexadécimal « hex » un nombre récapitulatif des codes de défaut qui rassemble toutes les combinaisons de défaillances possibles.
Ion Source Temp, °C	Temp. de la source en °C - Permet d'afficher la température de la source et de saisir la consigne.
Quadripôle Temp, °C	Permet d'afficher la température du quadripôle.
CI Reagent	Gaz réactif CI - S'il est installé, affiche le nom du gaz réactif et son débit.

REMARQUE

Il n'est pas possible de modifier les paramètres SM depuis le LCP si le MSD a ouvert une session du logiciel d'acquisition de données MassHunter.

3 Fonctionnement en mode ionisation électronique (EI)

Tableau 9 Menu réseau « Network »

Action	Description
MSD IP via le clavier	Affiche l'adresse IP du MSD, programmé via le logiciel d'acquisition de données MassHunter.
Gateway IP Address	Affiche l'adresse IP de la passerelle MSD.
Masque de sous-réseau	Affiche le masque de sous-réseau du MSD.
GD Comm IP Address	Affiche l'adresse IP
ChemStation IP	Affiche l'adresse de l'acquisition des données MassHunter
GC IP Address	Affiche l'adresse IP du CPG.
Ping gateway	Contrôle la communication avec la passerelle.
Ping ChemStation	Contrôle la communication avec le logiciel d'acquisition de données MassHunter.
Ping GC	Contrôle la communication avec le CPG.
MAC IP Address	Affiche l'adresse MAC de la « SmartCard » du MSD.
Reboot with new network settings	Redémarrer avec les nouveaux paramètres réseau - Redémarre le système et enregistre les nouveaux paramètres réseau.

Tableau 10 Menu « Version »

Action	Description
Control firmware	Contrôler le microprogramme - Affiche la version du microprogramme du MSD.
Système d'exploitation	Affiche la version du système d'exploitation du logiciel d'acquisition de données MassHunter.
Front panel	Panneau avant - Affiche la version du LCP.
Log amplifieur	Amplificateur logarithmique - Affiche la version de l'amplificateur.
Sideboard	Carte latérale - Affiche le type de la carte latérale.
Mainboard	Carte mère - Affiche le type de la carte mère.
Serial number	Attribué au MSD dans la boîte de dialogue de configuration du logiciel d'acquisition de données MassHunter.

Tableau 11 Menu de la carte réseau « Controller »

Action	Description
Reboot controller	Réinitialiser le contrôleur - Redémarre la carte réseau LAN/MS.
Test LCP?	Tester le LCP? - Permet de lancer un test de diagnostic de l'affichage à deux lignes.
Test HTTP link to GC/MSD ChemStation?	Tester la liaison HTTP vers la ChemStation CPG/MSD? - Permet de lancer un test de l'état du serveur HTTP.

Interface CPG/MSDEI

L'interface CPG/MSD (Figure 5, page 52) est un guide chauffé, emprunté par la colonne capillaire et qui rejoint la source du MSD. Elle est boulonnée sur le côté droit de l'enceinte de l'analyseur, un joint torique assure l'étanchéité. Elle est recouverte par une protection qui doit rester en place.

Une extrémité de l'interface CPG/SM passe à travers la paroi latérale du CPG et pénètre jusque dans le four. Cette extrémité est filetée afin de pouvoir y raccorder la colonne capillaire au moyen d'un écrou et d'une ferrule. L'autre extrémité de l'interface s'adapte sur la source d'ions. Les deux derniers 1 à 2 millimètres de colonne capillaire dépassent de l'extrémité du tube de guidage et émergent à l'intérieur de la source.

Une cartouche électrique chauffe l'interface CPG/MSD. Normalement, le chauffage de l'interface CPG/MSD est alimenté et régulé par la zone chauffée Auxn°2 du CPG. La température de l'interface est réglable depuis le logiciel d'acquisition de données MassHunter. Une sonde (thermocouple) permet de suivre la température de l'interface.

La plage de température recommandée de l'interface CPG/MSD est de 250 ° à 350 °C. Restriction : la température devrait toujours être légèrement plus élevée que la température maximale du four, mais ne doit **jamais** être plus élevée que la température maximale de la colonne.

L'interface CPG/MSD EI est utilisable uniquement avec une source d'ions EI. Il existe deux types de cône d'étanchéité, utilisables avec les sources EI. Les sources EI standard/inert ne nécessitent pas de cône d'étanchéité. La source EI de l'extracteur et la source CI dans un système EI/CI utilisent le cône d'étanchéité (G1999-60412).

3 Fonctionnement en mode ionisation électronique (EI)

Voir aussi

« Installation d'une colonne capillaire dans l'interface CPG/SM », page 39.

AVERTISSEMENT

L'interface CPG/MSD fonctionne à haute température. Tout contact avec l'interface chaude entraîne une brûlure.

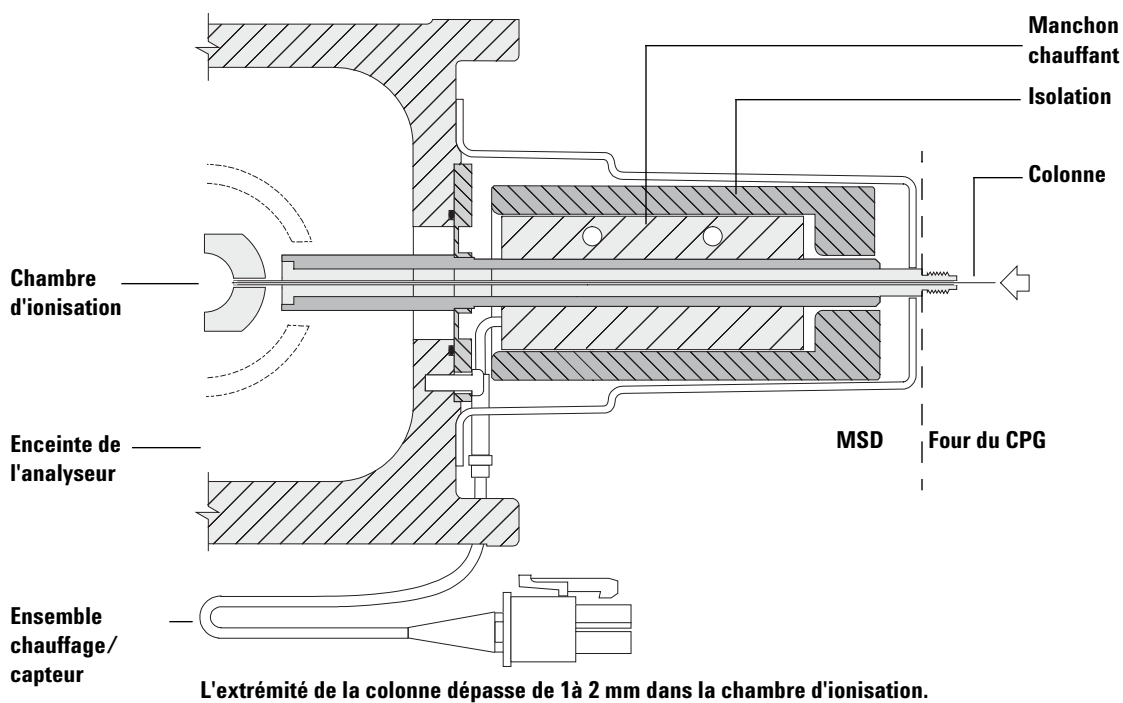


Figure 5 Interface CPG/MSDEI

Avant de mettre le MSD en marche

Vérifier les points ci-dessous **avant** de mettre le MSD en marche et d'essayer de l'utiliser.

- La vanne de mise à l'air doit être fermée (bouton tourné complètement dans le sens des aiguilles d'une montre).
- Toutes les autres surfaces d'étanchéité et les raccords doivent être positionnés et serrés correctement. (La vis avant du panneau latéral ne doit pas être serrée sauf si un gaz vecteur ou réactif dangereux est utilisé.)
- Le MSD doit être raccordé sur une alimentation avec prise de terre câblée.
- L'interface CPG/MSD pénètre dans le four du CPG.
- Une colonne capillaire conditionnée est installée dans l'injecteur du CPG et dans l'interface CPG/MSD.
- Le CPG est en marche, mais les zones chauffées de l'interface CPG/MSD, de l'injecteur et du four CPG sont coupées.
- Un gaz vecteur d'une pureté minimale de 99,9995% est raccordé au CPG avec les pièges recommandés.
- Si l'hydrogène est utilisé comme gaz vecteur, le débit de gaz doit être coupé et la vis moletée avant de la plaque latérale doit être serrée légèrement.
- Les rejets de la pompe primaire sont évacués correctement.

AVERTISSEMENT

Les rejets de la pompe primaire contiennent des solvants et les produits chimiques qui sont analysés. Si la pompe primaire standard est utilisée, les rejets contiennent également des traces d'huile de pompe. Si des solvants toxiques sont utilisés ou si des composés toxiques sont analysés, il faut retirer le piège à huile (pompe standard) et installer un tuyau (11-mm de DI) pour évacuer les rejets de la pompe primaire à l'extérieur dans une hotte aspirante. Contrôler que l'installation est conforme à la réglementation locale. Le piège fourni avec la pompe primaire standard ne retient que l'huile de pompe primaire. Il ne piège ni ne filtre les produits chimiques toxiques.

AVERTISSEMENT

Si le gaz vecteur utilisé est l'hydrogène, ne l'ouvrir que lorsque la colonne est installée dans le MSD et que ce dernier est sous vide. Si les pompes à vide sont arrêtées, l'hydrogène s'accumule dans le MSD et fait naître un risque d'explosion. Lire la section « Précautions relatives à l'hydrogène » avant de faire fonctionner le MSD avec de l'hydrogène comme gaz vecteur.

Mise sous vide

Le système d'acquisition de données et le tableau de commande local (LCP) facilitent la séquence d'évacuation du MSD. La séquence est en grande partie automatisée. Une fois la vanne de mise à l'air fermée, mettre l'interrupteur principal en position marche (tout en appuyant sur la plaque latérale avant), le MSD poursuit alors seul la séquence. Le logiciel du système de données surveille la séquence et affiche l'état du système pendant la phase d'évacuation. Une fois la pression suffisamment basse, le programme met les chauffages de la source et du filtre de masse en marche et invite l'utilisateur à mettre le chauffage de l'interface CPG/SM en marche. Le MSD s'arrête de lui-même s'il ne peut pas effectuer la séquence d'évacuation correctement.

À l'aide des menus ou de la surveillance SM, le système informatique peut afficher :

- le régime des pompes turbomoléculaires du MSD (vitesse de rotation en pourcentage),
- la pression primaire de la pompe à diffusion du MSD,
- la pression de l'enceinte de l'analyseur (le vide) sur les MSD équipés du contrôleur de micro-jauge à ionisation G3397B (en option).

Le LCP est également capable d'afficher ces données.

Commande des températures

Les températures des zones chauffées du MSD sont commandées par le système informatique. Le MSD est équipé de systèmes de chauffage et de sondes de température indépendants pour la source et le filtre de masse à quadripôle. Il est possible de modifier les consignes et d'afficher les températures à partir du système de données, ou depuis le tableau de commande local (LCP).

Normalement, le chauffage de l'interface CPG/MSD est alimenté et régulé par la zone chauffée Aux #2 du CPG. Pour les CPG de la série 7820, le chauffage est connecté à la zone chauffée de l'injecteur arrière (modèles à un seul injecteur) ou à la zone chauffée de la valve manuelle (modèles à deux injecteurs). La température de l'interface CPG/SM est réglable depuis le système de données ou depuis le CPG.

Commande du débit de la colonne

Le débit de gaz vecteur est commandé par la pression d'injecteur du CPG. Pour une pression d'injecteur déterminée, le débit décroît lorsque la température du CPG augmente. Avec la régulation électronique des gaz (EPC) et le mode de la colonne réglé sur débit constant **Constant Flow**, le débit de la colonne reste identique quelle que soit la température.

Le MSD peut être utilisé pour mesurer le débit instantané de la colonne. En injectant une *petite* quantité d'air ou d'un composé chimique non retenu et en chronométrant le temps nécessaire pour que ce produit parvienne au MSD. Cette mesure de temps permet de calculer le débit de la colonne. Voir la section « [Étalonnage de la vitesse linéaire du gaz vecteur dans la colonne](#) », page 66.

Mise à l'air du MSD

Un programme du système de données guide l'utilisateur pendant la séquence de mise à l'air. Il coupe les chauffages du CPG et du MSD ainsi que le chauffage de la pompe à diffusion ou la pompe turbo au moment voulu. Il permet également à l'utilisateur de surveiller les températures du MSD et indique à quel moment on peut ouvrir la vanne de mise à l'air.

Le MSD *sera* endommagé si la séquence n'est pas observée. Si le système est mis à l'air avant que la pompe à diffusion ne soit complètement refroidie, il se produit une remontée de vapeur d'huile de la pompe dans l'enceinte d'analyse du MSD. Une pompe turbo sera endommagée si elle est mise à l'air tandis que sa vitesse est de plus de 50% de sa vitesse nominale de fonctionnement.

AVERTISSEMENT

Vérifier que les zones de l'interface CPG/MSD et de l'analyseur sont refroidies (au dessous de 100 °C) avant de mettre le MSD à l'air. Une température de plus de 100 °C est suffisante pour brûler la peau. Toujours porter des gants pour manipuler les pièces de l'analyseur.

AVERTISSEMENT

Si le gaz vecteur utilisé est l'hydrogène, le couper avant de couper l'alimentation du MSD. Si la pompe primaire est arrêtée, l'hydrogène s'accumule dans le MSD et fait naître un risque d'explosion. Lire la section « [Précautions relatives à l'hydrogène](#) » avant de faire fonctionner le MSD avec de l'hydrogène comme gaz vecteur.

3 Fonctionnement en mode ionisation électronique (EI)

ATTENTION

Ne jamais mettre le MSD à l'air en laissant entrer de l'air par l'une des extrémités du tuyau de pompe primaire. Utiliser la vanne de mise à l'air ou dévisser l'écrou de colonne et débrancher la colonne.

Ne pas mettre à l'air lorsque la pompe turbo tourne à plus de 50% de sa vitesse nominale.

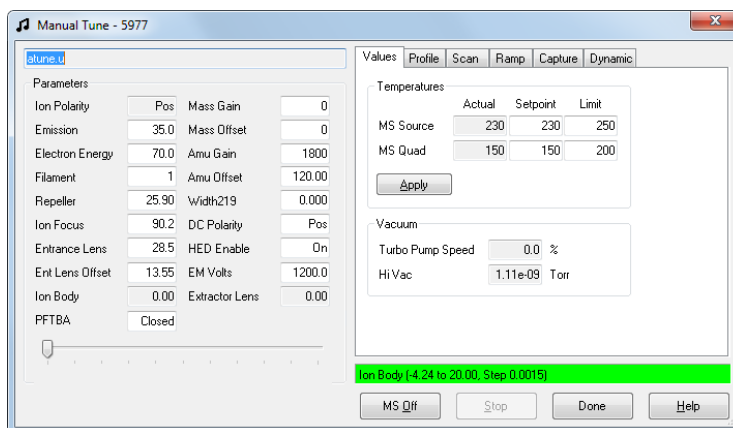
Ne pas dépasser le débit gazeux total maximal recommandé. Voir la section « [Modèles et caractéristiques des MSD série 5977](#) ».

Pour afficher la température et de l'état du vide du MSD en mode de réglage manuel

Pour effectuer cette tâche, il est également possible d'utiliser le tableau de commande local. Voir la section « [Exploitation du MSD depuis le tableau de commande local \(LCP\)](#) », page 44.

Procédure

- 1 Dans la vue de commande de l'appareil, sélectionner l'édition des paramètres de réglage **Edit Tune Parameters** pour afficher la boîte de dialogue de réglage manuel **Manual Tune** dans le menu Instrument.
- 2 Cliquez sur l'onglet **Values** (Valeurs) pour afficher les températures et l'état du vide du MSD.



- 3 Pour modifier une **consigne** ou une **limite** de température, entrez les nouveaux paramètres et cliquez sur **Apply** (Appliquer).

À moins que la séquence de mise sous vide soit à peine commencée, selon le modèle de MSD, la pression primaire doit être inférieure à 300 mtorr ou la vitesse de la pompe turbo doit atteindre au moins 80% de sa vitesse nominale. Les chauffages du MSD restent coupés aussi longtemps que selon le modèle, la pompe à diffusion est froide ou la pompe turbo fonctionne à une vitesse relative de moins de 80%. Normalement et selon le modèle, la pression primaire descend au-dessous de 100 mtorr ou la vitesse de la pompe turbo atteint 100%.

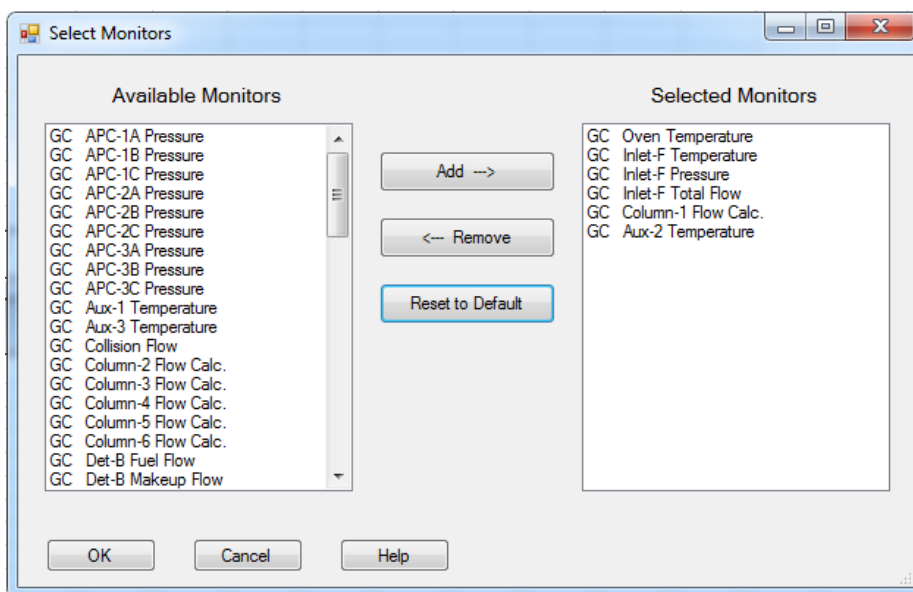
Les chauffages du MSD sont mis en marche à la fin du cycle de mise sous vide et sont coupés au début du cycle de mise à la pression atmosphérique. Les points de consigne affichés restent inchangés pendant les séquences d'évacuation de l'enceinte et de mise à la pression atmosphérique en dépit de la coupure des zones chauffées.

Configuration des fenêtres de surveillance des températures et de l'état du vide du MSD

Une fenêtre de surveillance affiche la valeur en cours d'un paramètre donné de l'instrument. On peut les ajouter à la fenêtre de commande standard de l'instrument. Les fenêtres de surveillance peuvent être programmées pour changer de couleur lorsque le paramètre instantané s'écarte de la consigne d'une quantité déterminée par l'utilisateur.

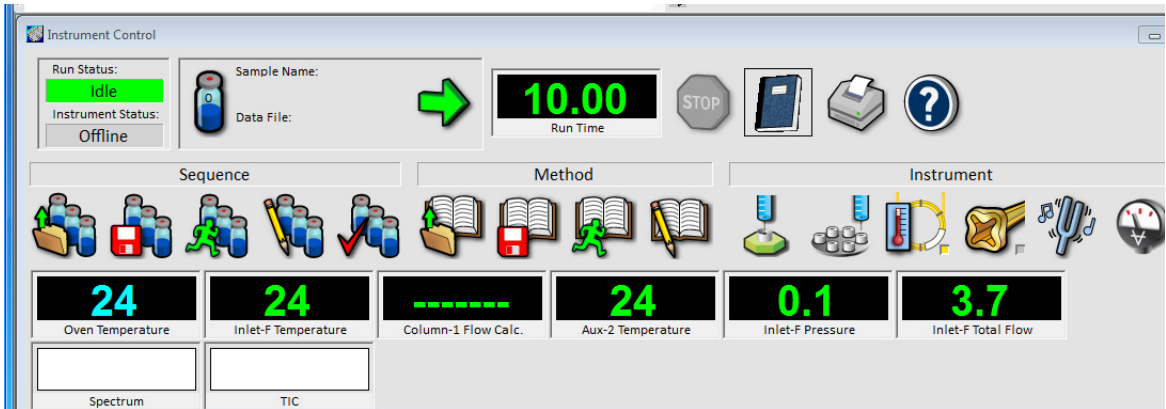
Procédure

- 4 Dans la vue de commande **Instrument Control**, sélectionner l'édition des fenêtres de surveillance **Edit Monitors** pour afficher la boîte de dialogue de sélection des fenêtres **Select Monitors** dans le menu **Instrument**.



- 5 Dans la colonne **Available Monitors** (Fenêtres de surveillance disponibles), sélectionner une fenêtre et cliquer sur le bouton **Add** (Ajouter) pour déplacer la sélection dans la colonne **Selected Monitors** (Fenêtres sélectionnées). Répéter l'opération pour les autres moniteurs.

- 6 Cliquez sur **OK**. Les nouvelles fenêtres de surveillance s'empilent les unes au-dessus des autres, en bas à droite de la fenêtre de commande **Instrument Control**.
- 7 Sélectionner **Window > Arrange Monitors** (Réorganiser les moniteurs), ou cliquez et faites glisser chaque fenêtre de surveillance sur la position souhaitée.



3 Fonctionnement en mode ionisation électronique (EI)

- 8 Pour définir l'alarme d'une fenêtre de surveillance, double-cliquez sur une fenêtre de surveillance affichée dans la vue de commande « Instrument Control » pour accéder à la boîte de dialogue de définition des alarmes des fenêtres de surveillance.

Aux-2 Temperature

Alarm

Set Alarm

Alarm Level: 100.00 (Red)

Warning Level: 100.00 (Yellow)

Below Minimum: 0.00 (Blue)

Monitor Label: Aux-2 Temperature

CP Variable: GCAUX2TEMP

OK Cancel Help

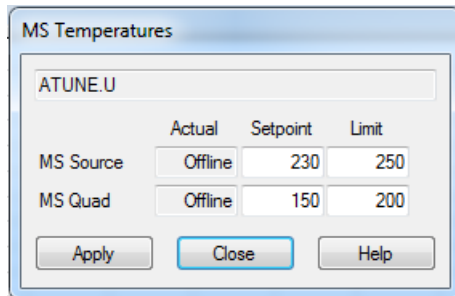
- a Activez la case à cocher **Set Alarm** (Définition de l'alarme).
- b Définissez les valeurs des options **Warning Level** (Niveau d'avertissement), **Alarm Level** (Niveau d'alarme) et **Below Minimum** (Seuil minimal).
- c Entrez une description dans le champ **Monitor Label** (Étiquette du moniteur), si l'étiquette par défaut n'est pas correcte.
- d Cliquez sur **OK** pour terminer la configuration de l'alarme du moniteur.
- 9 Pour intégrer ces nouveaux réglages dans la méthode, enregistrer la méthode.

Pour définir les températures de l'analyseur dans la vue de commande « Instrument Control »

Les consignes de température de la source et du filtre de masse (quad) du MSD sont enregistrées dans le fichier de réglage en cours (*.u). Lorsqu'une méthode est chargée, les consignes du fichier de réglage associé à la méthode sont récupérées automatiquement.

Procédure

- 1 Dans la vue de commande « Instrument Control », sélectionner **MS Temperatures** dans le menu **Instrument**.



- 2 Saisir les températures de **source** et de **quad** (filtre de masse) du spectomètre dans les champs de consigne et de limite **Setpoint** et **Limit**.

Tableau 12 Consignes de températures recommandées

	Mode EI	Mode PCI	Mode NCI
Source SM	230	250	150
Quad SM	150	150	150

Les températures des zones de chauffage de l'interface CPG/MSD, de la source et du quadripôle influent les unes sur les autres. La régulation des températures de l'analyseur peut manquer de précision si la consigne d'une zone est très différente de celle de la zone voisine.

3 Fonctionnement en mode ionisation électronique (EI)

ATTENTION

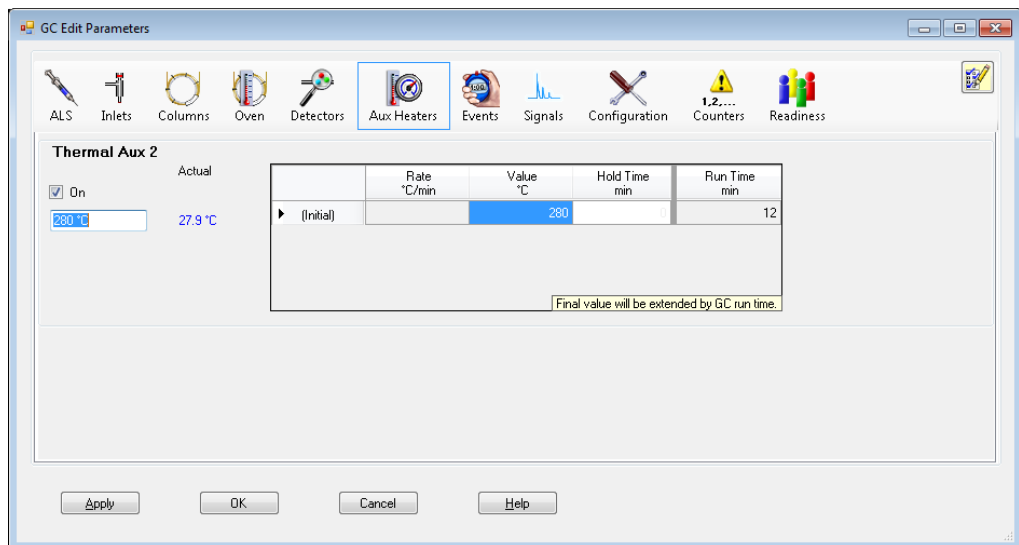
Il ne faut pas dépasser 200 °C pour le quadripôle et 350 °C pour la source.

- 3 Pour transmettre les nouveaux paramètres de température au fichier de réglage en cours et télécharger ces paramètres dans le MSD, cliquez sur **Apply**.
- 4 Cliquez sur **Close** (Fermer) pour fermer la boîte de dialogue. Si des modifications ont été apportées à l'un ou plusieurs paramètres, la boîte de dialogue d'enregistrement du fichier de réglage **Save MS Tune File** s'affiche. Cliquez **OK** pour enregistrer vos modifications dans le même fichier, ou tapez un nouveau nom de fichier et cliquez sur **OK**. Cliquez sur **Cancel** (Annuler) pour annuler les modifications apportées aux paramètres.

Pour configurer la température de l'interface CPG/MSD depuis le logiciel MassHunter

Procédure

- 1 Dans la vue de commande **Instrument Control**, sélectionner **Instrument>GC Edit Parameters**. (Modification des paramètres CPG de l'instrument).
- 2 Cliquer sur l'icône **Aux Heater** pour modifier la température de l'interface.



- 3 Cocher la case d'activation du chauffage « **On** » et entrer la consigne dans la colonne **Value °C**.

La consigne type est de 280 °C. Les valeurs extrêmes permises sont 0 °C et 350 °C. Une consigne inférieure à la température ambiante coupe le chauffage de l'interface.

ATTENTION

S'assurer que le gaz vecteur est ouvert et que la colonne a été purgée de l'air qu'elle contenait avant de chauffer l'interface CPG/SM et le four du CPG.

Lors de la définition de la température de l'interface CPG/SM, veillez à ne pas dépasser la valeur maximale autorisée pour votre colonne.

3 Fonctionnement en mode ionisation électronique (EI)

- 4 Cliquer sur **Apply** pour transférer les consignes ou cliquer sur **OK** pour les transférer et refermer la fenêtre.
- 5 Pour intégrer ces nouveaux réglages dans la méthode, l'enregistrer en sélectionnant **Save** dans le menu de méthode.

Pour surveiller la pression du vide secondaire

L'affichage et le suivi de la pression nécessite une micro-jauge à vide à ionisation G3397B (en option).

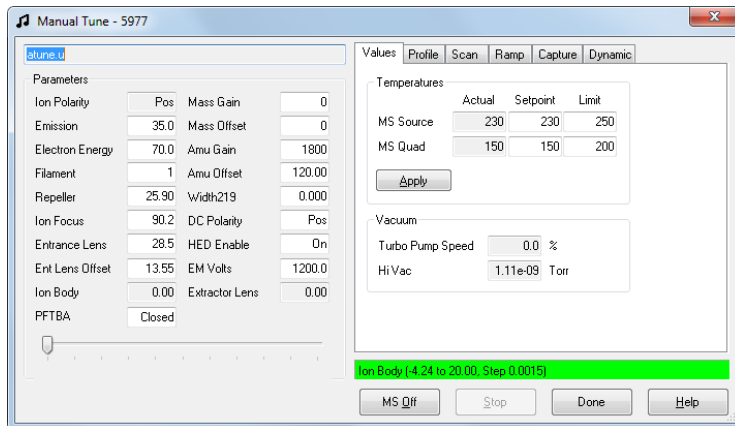
AVERTISSEMENT

Si le gaz vecteur utilisé est l'hydrogène et qu'il existe une possibilité que de l'hydrogène se soit accumulé dans l'enceinte de l'analyseur, ne pas allumer la micro-jauge à ionisation. Lire la section « Précautions relatives à l'hydrogène » avant de faire fonctionner le MSD avec de l'hydrogène comme gaz vecteur.

Procédure

- 1 Démarrer et mettre le MSD sous vide (« Pour mettre le MSD sous vide en mode EI », page 85).
- 2 Depuis la vue de réglage « Tune and Vacuum Control », sélectionner la rubrique de fermeture de la vanne à vide **Turn Vacuum Gauge on/off** dans le menu du système de vide **Vacuum**.
- 3 Sélectionner le réglage manuel **Manual Tune** dans le menu **Parameters** pour afficher la boîte de dialogue de réglage manuel.

- 4 Cliquez sur l'onglet **Values** (Valeurs) pour afficher les températures et l'état du vide du HiVac.



C'est le débit de gaz vecteur (colonne) qui a la plus grande influence sur la pression de travail en mode EI. Le [Tableau 13](#) indique les pressions-types pour différentes valeurs du débit. La valeur de ces pressions est approximative et varie d'un instrument à l'autre (jusqu'à 30% de différence).

Tableau 13 Relevé de la jauge à vide à ionisation

Débit de colonne, ml/min	Relevé de la jauge (en option), torr <i>Pompe turbo</i> « performance »	Lecture de la jauge, torr <i>Pompe à diffusion</i>	Lecture de la jauge primaire, torr <i>Pompe à diffusion</i>
0.5	3,18E-06	2,18E-05	34.7
0.7	4,42E-06	2,59E-05	39.4
1	6,26E-06	3,66E-05	52.86
1.2	7,33E-06	4,46E-05	60.866
2	1,24E-05	7,33E-05	91.784
3	1,86E-05	1,13E-04	125.76
4	2,48E-05		
6	3,75E-05		

Si la pression est notablement plus élevée que les pressions indiquées ici, consulter l'aide en ligne du logiciel d'acquisition de données MassHunter Workstation pour y rechercher les informations concernant le diagnostic des fuites d'air et des autres problèmes du système de vide.

La vue de commande « Instrument Control », permet de surveiller la pression en configurant une fenêtre de surveillance « MS Monitor » pour afficher le relevé de cette mesure de vide. Il est également possible de lire la pression sur le LCP ou l'écran de réglage manuel « Manual Tune ».

Étalonnage de la vitesse linéaire du gaz vecteur dans la colonne

Les colonnes capillaires doivent être étalonnées pour être utilisées dans l'interface SM.

Procédure

- 1 Configurer l'acquisition des données pour une injection manuelle sans division et définir un tracé de surveillance en tant réel du m/z 28.
- 2 Préparer l'analyse en appuyant sur [**Prep Run**] du clavier du CPG.
- 3 Injecter 1 μ l d'air dans l'injecteur CPG et démarrer l'analyse en appuyant sur [**Start Run**].
- 4 Attendre jusqu'à l'édition d'un pic à m/z 28. Noter le temps de rétention.
- 5 Dans la vue de commande **Instrument Control**, sélectionner **GC Parameters** dans le menu **Instrument**.
- 6 Cliquer sur l'onglet **Configuration**, puis sur l'onglet **Columns**.
- 7 Sélectionner votre colonne installée dans le tableau.
- 8 Cliquer sur le bouton d'étalonnage **Calibrate** pour accéder à la boîte de dialogue d'étalonnage de la colonne **Calibrate Column**.

- 9 Cliquer sur le bouton de calcul de la longueur **Calc Length** dans la section **If unretained peak holdup time is known** pour accéder à la boîte de dialogue de calcul de longueur de colonne, **Calculate Column Length**.

Calculate Column Length

GC Conditions

If measurement was made under conditions different from loaded method, please enter them below.

Temperature: 75 °C

Pressure into column: 22.034 psi

Pressure out of column: 0 psi

Vacuum

Gas type: He

Holdup Time of an Unretained Peak: 0.49185 min

	Current	Calculated
► Length	25 m	25 m
Diameter	320 µm	320 µm
Holdup	0.49185 min	0.49185 min

OK Cancel

- 10 Vérifier si les paramètres répertoriés (température, pressions d'entrée et de sortie et type de gaz) sont les mêmes que ceux utilisés dans la méthode définissant le temps de maintien. Modifier tous les paramètres différents de ceux utilisés dans votre méthode.
- 11 Entrer le temps de rétention enregistré dans le champ **Holdup Time**. Déplacer le curseur dans le champ d'un autre paramètre pour afficher la longueur de la colonne étalonnée.
- 12 Cliquer sur **OK** pour enregistrer les modifications et quitter la boîte de dialogue.
- 13 Cliquer sur **OK** dans la boîte de dialogue d'étalonnage des colonnes, **Calibrate Columns**, pour enregistrer l'étalonnage.

Avec des colonnes capillaires du genre de celle utilisée sur le MSD, on préfère souvent mesurer la vitesse linéaire de progression et non le débit proprement dit.

3 Fonctionnement en mode ionisation électronique (EI)

Calcul de la vitesse linéaire moyenne

$$\text{Vitesse linéaire (cm/s)} = \frac{100 L}{t}$$

où :

L = longueur de la colonne en mètres

t = temps de rétention en secondes

Calcul du débit-volume

$$\text{Débit (ml/min)} = \frac{0.785 D^2 L}{t}$$

où :

D = diamètre interne de la colonne en millimètres

L = longueur de la colonne en mètres

t = temps de rétention en minutes

Pour régler le MSD en mode EI

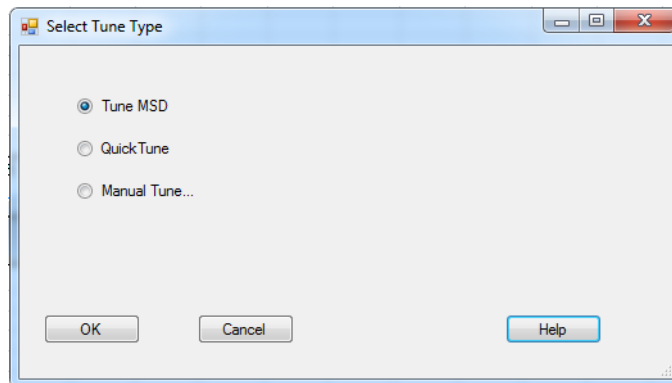
Il est également possible d'utiliser le tableau de commande local pour exécuter l'autoréglage actuellement utilisé dans le logiciel MassHunter. Voir la section « [Exploitation du MSD depuis le tableau de commande local \(LCP\)](#) », page 44.

Procédure

- 1 Chargez la méthode à utiliser pour l'acquisition de données.
- 2 Dans la vue de commande « Instrument Control », vérifier que le fichier de réglage correct est affiché dans la barre de titre. Pour la plupart des applications, le fichier d'autoréglage ATUNE.U (**Autotune**) donne les meilleurs résultats. Le fichier STUNE.U (**Standard Tune**) n'est pas recommandé car il peut réduire la sensibilité.
- 3 Pour sélectionner un autre fichier de réglage, sélectionner **MS Tune File** dans le menu **Instrument** pour afficher la boîte de dialogue **Select Tune File**. La zone de réglage **Settings** affiche les paramètres importants d'un fichier de réglage sélectionné.

Le fichier de réglage doit correspondre au type de source d'ions dans l'analyseur. Si vous utilisez une source EI, sélectionnez un fichier de réglage créé pour ce type de source.

- 4 Cliquer sur l'icône **MS Tune** pour afficher la boîte de dialogue **Select Tune Type**.



- 5 Sélectionner **Tune MSD** (Régler le MSD) pour réaliser un autoréglage complet ou sélectionner **Quick Tune** (Réglage rapide) pour régler uniquement la largeur de pic, l'attribution de masse et l'abondance, sans modification des rapports ioniques.

3 Fonctionnement en mode ionisation électronique (EI)

- 6 Cliquer sur **OK** pour fermer cette boîte de dialogue et lancer le réglage. Si les températures du MSD ne sont pas stables, un message s'affiche pour vous demander d'attendre ou de passer cette étape en cliquant sur **Override**.
- 7 Attendre que le réglage soit terminé et que le rapport correspondant soit envoyé.
- 8 Pour évaluer les résultats du réglage, sélectionner **Evaluate Tune** dans le menu de vérification **Checkout**.

Pour afficher l'historique des résultats de réglage, dans la vue de commande « Instrument Control », sélectionner **Checkout>View Previous Tunes**.

Pour effectuer un réglage manuel du MSD ou pour effectuer des autoréglages spécifiques, dans le menu **View**, sélectionner la vue **Tune and Vacuum Control**.
Pour des informations complémentaires sur le réglage, consulter les manuels et l'aide en ligne fournis avec le logiciel d'acquisition de données MassHunter.

Pour vérifier les performances du système

Fournitures nécessaires

- Octafluoronaphtalène (OFN) à 1 pg/μl (0,001 ppm), référence 5188-5348

Vérification de la performance du réglage

- 1 Vérifier que le système est sous vide secondaire depuis au moins 60 minutes.
- 2 Entrer une température de four CPG de 150 °C et un débit de colonne de 1 ml/min.
- 3 Dans la vue de commande « Instrument Control », sélectionner la vérification des paramètres de réglage **Checkout Tune** dans le menu de vérification « Checkout ». Le logiciel exécute alors un autoréglage et imprime le rapport.
- 4 Quand l'autoréglage est terminé, enregistrer la méthode et sélectionner l'évaluation du réglage **Evaluate Tune** dans le menu de vérification **Checkout**.

Le logiciel évalue alors le dernier autoréglage et imprime un rapport de réglage et de vérification du système.

Vérification de la performance de sensibilité

- 1 Préparer une injection d'1 μl d'OFN, soit automatique (ALS), soit manuelle.
- 2 Dans la vue de commande « Instrument Control », sélectionner la vérification de sensibilité **Sensitivity Check** dans le menu de vérification **Checkout**. La boîte de dialogue d'avertissement **Alert**, s'affiche pour rappeler de résoudre la méthode OFN_SN et de placer l'échantillon OFN dans le flacon 1 lors de la configuration d'un ALS.
- 3 Le cas échéant, résoudre le problème matériel avec cette méthode et placer l'échantillon dans la position 1 du flacon.
- 4 Cliquer sur **OK** pour exécuter la méthode.

Une fois la méthode exécutée, un rapport d'évaluation est imprimé.

Contrôler que la valeur efficace du rapport signal sur bruit est conforme aux spécifications publiées. Les spécifications sont disponibles sur le site Web Agilent à l'adresse www.agilent.com/chem.

Pour effectuer un test aux masses élevées (MSD série 5977)

Fournitures nécessaires

- Échantillon d'étalonnage FHT (5188-5357)

Procédure

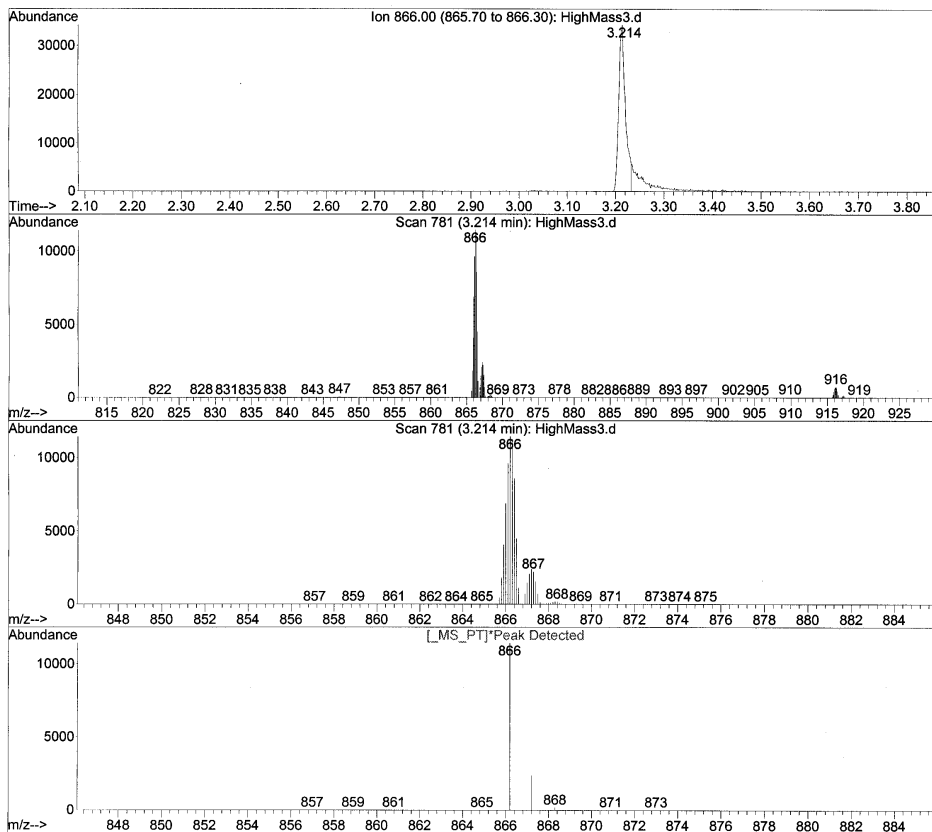
- 1 Charger le fichier de réglage ATUNE.U, puis appliquer l'autoréglage au MSD. Voir la section « [Pour régler le MSD en mode EI](#) », page 69.
- 2 Résoudre la méthode PFHT.M enregistrée sous x\5977\PFHT.M, x représentant le numéro d'instrument utilisé.
- 3 Mettre à jour et enregistrer la méthode.
- 4 Mettre l'échantillon d'étalonnage dans un flacon et le placer en position 2.
- 5 Dans la vue de commande « Instrument Control », sélectionner le test à masse élevée **High Mass Check** dans le menu de vérification **Checkout**.
- 6 Suivre les indications s'affichant à l'écran.
- 7 L'analyse ne prend que cinq minutes, impression du rapport comprise. Voir la section « [Rapport masses élevées du PFHT](#) », page 73.

Résultats

*PFHT HIGH MASS REPORT

```

Data File : C:\msdchem\1\5975\HighMass3.d           Vial: 2
Acq On    : 28 Apr 2005 15:07                     Operator:
Sample    : *HIGH MASS TEST                       Inst   : Instrument #1
Misc     : _[]                                     Multipl: 1.00
Barcode   : *EXPECTED=* <NONE>  ACTUAL=* <NONE>   Sample Amount:0.00
MS Integration Params: NA
    
```



* MASS	ACTUAL	ISOTOPE	ABUND	ISOTOPE	RATIO	RELATIVE	WIDTH
866.00	866.20	867.20	11439	2402	21.00	100.00	0.512
867.00	867.20	868.30	2402	171	7.12	21.00	0.512
916.00	916.20	917.20	742	155	20.89	6.49	0.553

Figure 6 Rapport masses élevées du PFHT

Les résultats indiquent une valeur recommandée pour le paramètre de décalage « AMU offset » pour les masses élevées. Si les résultats sont égaux aux quantités cibles à cinq unités près, il n'y a aucune raison de procéder à un réglage.

Réglages

- 1 Vérifier que le fichier ATUNE.U a été chargé.
- 2 Dans la vue de commande « Instrument Control », sélectionner l'édition des paramètres de réglage **Edit Tune Parameters** pour afficher la boîte de dialogue de réglage manuel **Manual Tune** dans le menu **Instrument**.
- 3 Cliquer sur l'onglet **Dynamic**, puis sur le sous-onglet **Amu Offset**.
- 4 Activer la case à cocher **Enable This Lens**.
- 5 Entrer la tension de décalage dynamique recommandée dans la zone **Voltage (V)** et cliquer sur **OK**.
- 6 Cliquer sur **Enregistrer** pour enregistrer le paramètre de décalage dynamique **Amu Offset** pour les masses élevées.

Il est possible de remplacer le fichier ATUNE.U pour y inclure le réglage à masse élevée ou l'enregistrer sous un nouveau nom, par exemple : ATUNEHIGH.U.

À chaque fois qu'un autoréglage ATUNE.U est exécuté, il remplace la valeur dynamique **Amu Offset** par la donnée entrée. C'est pourquoi le nom du réglage doit parfois être modifié.

- 7 Cliquer sur **Done** pour fermer la boîte de dialogue de réglage manuel Manual Tune.
- 8 Charger la méthode PFHT.M, puis charger le fichier de réglage sauvegardé, puis sauvegarder la méthode.
- 9 Réanalyser le mélange test (réitérer la vérification à masse élevée). Si la correction ne dépasse pas 5 unités, il n'est pas nécessaire de procéder à un autre réglage.

Pour ouvrir les capots du MSD

S'il s'avère nécessaire de retirer l'un des capots du MSD, suivre, selon le cas, l'une des deux procédures suivantes :

Dépose du capot à hublot de l'analyseur



Appuyer sur la zone arrondie au sommet du hublot, puis dégager le hublot hors du MSD par l'avant et en le soulevant.

ATTENTION

Ne pas appliquer un effort excessif car les pattes de plastique qui maintiennent les capots pourraient se briser.

Capot à hublot de l'analyseur

Levier

Capot de l'analyseur



Pour ouvrir le couvercle de l'analyseur



Tirer sur la poignée située sur le côté du MSD, en exerçant une pression en bas à gauche pour dégager le loquet magnétique et ouvrir le capot. Le couvercle est maintenu en place par ses poignées.

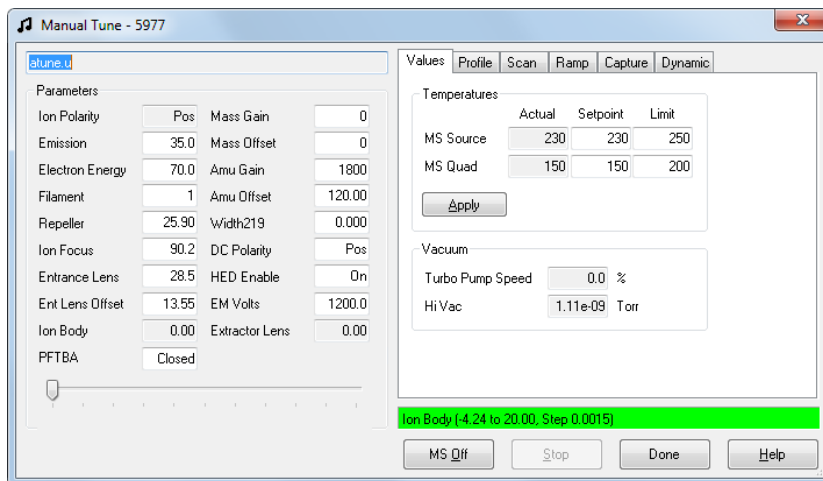
AVERTISSEMENT

Ne pas déposer les autres capots, couvercles ou panneaux. Des tensions dangereuses sont présentes derrière ceux-ci.

Mise à la pression atmosphérique du MSD

Procédure

- 1 Dans la vue de commande « Instrument Control », sélectionner GC Parameters pour afficher la boîte de dialogue de réglage manuel **Manual Tune** dans le menu **Instrument** Sélectionner **Oven (Four)** et définissez la température du four sur la température ambiante. Sélectionner ensuite les éléments **Oven, Thermal Aux (MSD) Transfer line et Inlet** et définissez ces températures sur la température ambiante. Cliquer sur **OK** pour fermer cette boîte de dialogue et transmettre cette température au CPG.
- 2 Dans la vue de commande « Instrument Control », sélectionner l'édition des paramètres de réglage **Edit Tune Parameters** pour afficher la boîte de dialogue de réglage manuel **Manual Tune** dans le menu **Instrument**.
- 3 Cliquer sur l'onglet **Values** et définissez les températures de la source et du quadripôle du spectromètre sur la température ambiante (température de la pièce), puis cliquez sur **Apply** pour appliquer ces paramètres au MSD.



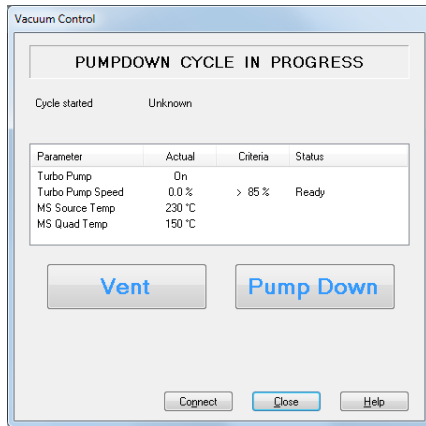
AVERTISSEMENT

Si le gaz vecteur utilisé est l'hydrogène, le couper avant de couper l'alimentation du MSD. Si la pompe primaire est arrêtée, l'hydrogène s'accumule dans le MSD et fait naître un risque d'explosion. Lire la section « Précautions relatives à l'hydrogène » avant de faire fonctionner le MSD avec de l'hydrogène comme gaz vecteur.

ATTENTION

Pour éviter d'endommager la colonne, vérifier que le four du CPG et l'interface CPG/MSD ont refroidi avant de couper le gaz vecteur.

- 4 Dans la boîte de dialogue de réglage manuel **Manual Tune**, cliquer sur l'onglet **Vacuum Control**.



- 5 Retrait du capot du hublot de l'analyseur (voir la section « Pour ouvrir les capots du MSD », page 75)
- 6 Cliquez sur **Vent** pour lancer la fermeture automatique du MSD. Suivre les instructions qui s'affichent.



- 7 À l'invite, tourner le bouton de la vanne de mise à l'air dans le sens inverse des aiguilles d'une montre de *seulement* 3/4 de tour ou jusqu'à ce que le sifflement de l'air qui pénètre dans l'enceinte de l'analyseur se fasse entendre.

Vanne de mise à l'air



Ne pas trop tourner le bouton car le joint torique sortirait de sa gorge. Ne pas oublier de revisser le bouton avant de remettre l'enceinte sous vide.

Ouverture de l'enceinte de l'analyseur



Fournitures nécessaires

- Gants, propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Bracelet antistatique
 - Petite taille (9300-0969)
 - Taille moyenne (9300-1257)
 - Grande taille (9300-0970)

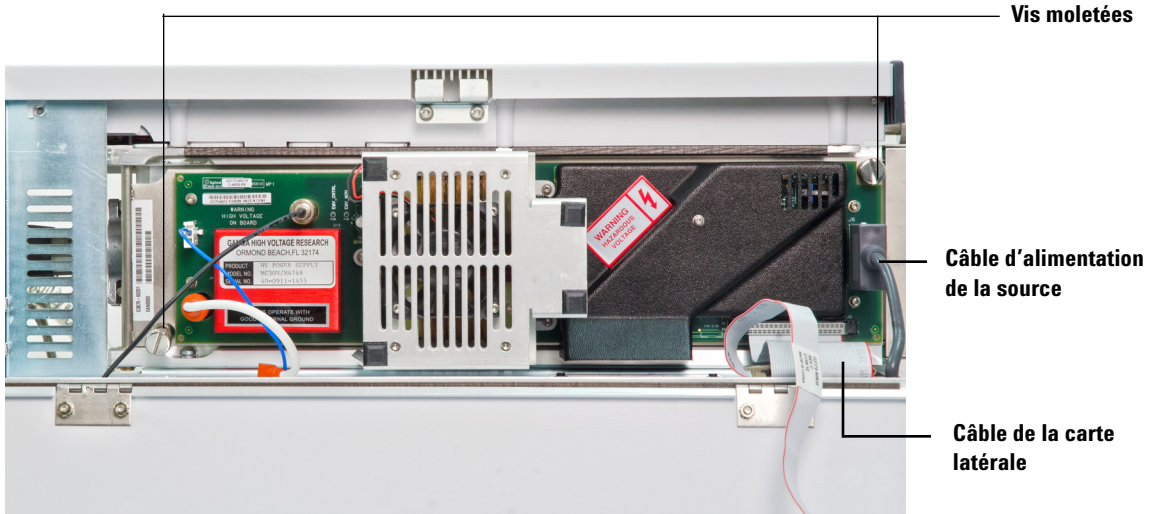
ATTENTION

Toute décharge statique sur les composants de l'analyseur est transmise à la carte latérale où elle peut endommager des composants sensibles. Porter un bracelet antistatique relié à la terre et prendre les précautions anti-ESD recommandées ([page 126](#)) avant de toucher les composants de l'analyseur.

Procédure

- 1 Mettre le MSD à la pression atmosphérique (voir la section « [Mise à la pression atmosphérique du MSD](#) », page 76).

- 2 Débrancher de la carte latérale, son câble de commande ainsi que le câble d'alimentation de la source.



- 3 Si elles sont serrées, desserrer les vis moletées de la plaque latérale.

La vis moletée arrière de la plaque latérale ne doit pas être serrée en utilisation normale. Cette vis est serrée uniquement pour le transport. La vis moletée avant ne devrait être serrée que pour l'utilisation de la CI ou si de l'hydrogène ou d'autres substances inflammables toxiques sont utilisés pour le gaz vecteur.

ATTENTION

Au cours de l'étape suivante, **arrêter** à la moindre résistance. Ne jamais forcer sur la plaque latérale pour l'ouvrir. Vérifier que le MSD est à la pression atmosphérique. Vérifier que les vis moletées avant et arrière sont toutes deux complètement desserrées.

AVERTISSEMENT

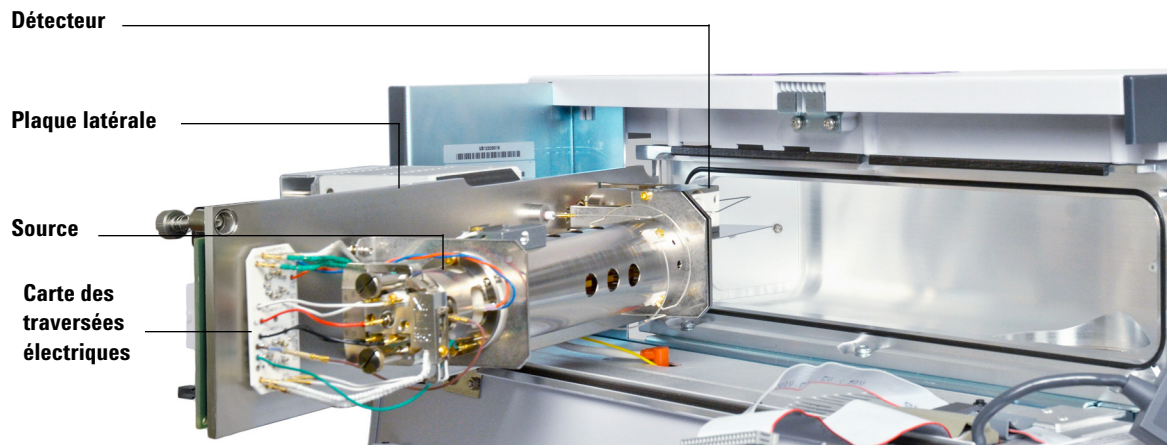
L'analyseur, l'interface CPG/MSD et d'autres parties de l'enceinte de l'analyseur fonctionnent à haute température. Ne pas y toucher tant qu'il n'est pas certain qu'il a suffisamment refroidi.

ATTENTION

Afin d'éviter toute pollution, toujours porter des gants propres pour travailler dans l'enceinte de l'analyseur.

3 Fonctionnement en mode ionisation électronique (EI)

4 Faire pivoter *doucement* la plaque latérale vers l'extérieur.



Pour fermer l'enceinte de l'analyseur

Fournitures nécessaires



- Gants, propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)

Procédure

- 1 Vérifier que toutes les connexions internes de l'analyseur sont bien fixées. Le câblage est identique pour les sources EI et CI standard. La source EI de l'extracteur est équipée d'un fil supplémentaire de branchement à la lentille de l'extracteur.

Le [Tableau 14](#) décrit le brochage complet du câblage illustré par les [Figure 7](#), page 82 et [Figure 8](#), page 83. Dans le tableau, « CT » désigne la carte des traversées électriques placée à proximité de la source.

Tableau 14 Câblage de l'analyseur

Description du fil	Fixé sur	Connecté à
Isolant en perles vertes (2)	Chauffage du quadripôle	CT, en haut à gauche (HTR)
Blanc avec gaine tressée (2)	Sonde temp. quadripôle	CT, en haut (RTD)
Blanc (2)	CT, centre (FILAMENT-1)	Filament 1 (haut)
Rouge (1)	CT, centre gauche (REP)	Repoussoir
Noir (2)	CT, centre (FILAMENT-2)	Filament 2 (bas)
Orange (1)	CT, en haut à gauche (ION FOC)	Lentille de focalisation des ions
Bleu (1)	CT, en haut à droite (ENT LENS)	Lentille d'entrée
Isolant en perles vertes (2)	Chauffage source	CT, en bas à gauche (HTR)
Blanc (2)	Sonde temp. source	CT, en bas (RTD)
Marron (1)	Lentille d'extracteur (source EI Xtr uniquement)	CT, en bas à gauche

3 Fonctionnement en mode ionisation électronique (EI)

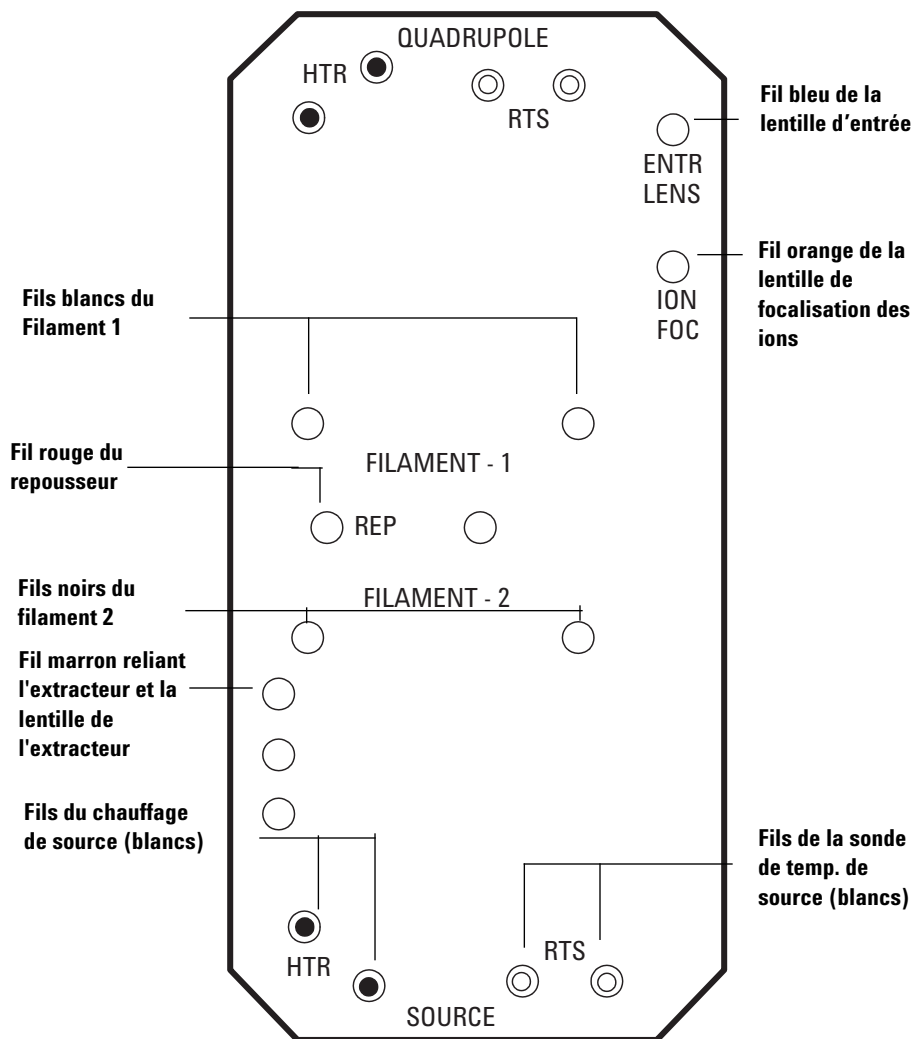


Figure 7 Câblage de la carte des traversées électriques

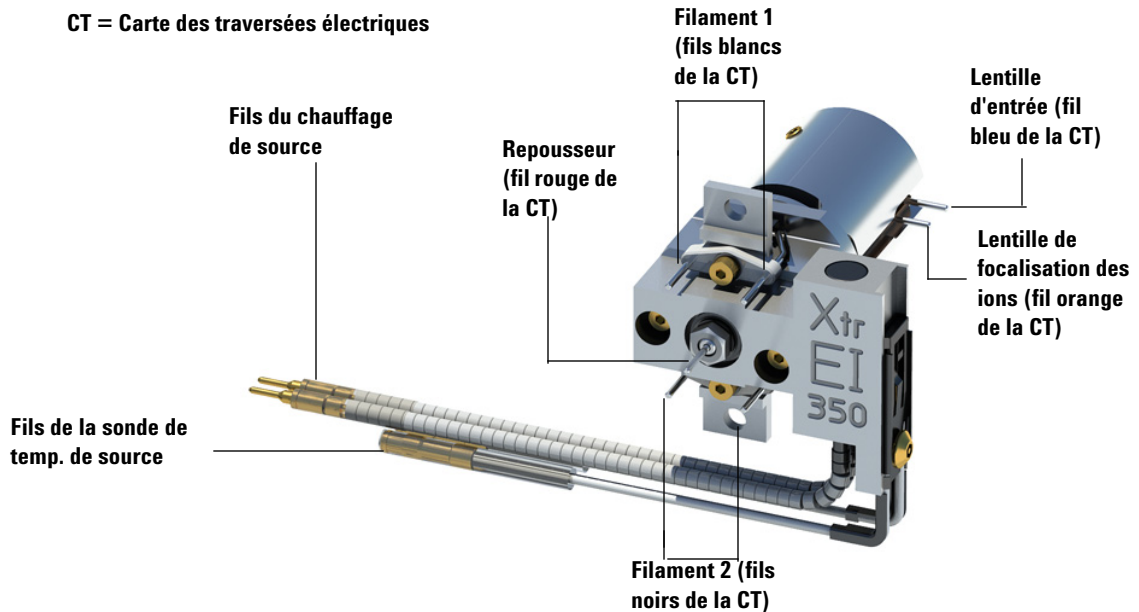


Figure 8 Câblage de la source

Contrôler le joint torique de la plaque latérale. Vérifier que le joint torique est **très légèrement** lubrifié avec de la graisse à vide Apiezon L. Si ce joint est très sec, l'étanchéité peut être difficile à obtenir. Si ce joint est trop brillant, il est lubrifié surabondamment. Pour les instructions de lubrification, consulter le Manuel de maintenance préventive et corrective du MSD série 5977, intitulé « 5975 Series MSD Troubleshooting and Maintenance Manual ».

- 2 Refermer la plaque latérale.
- 3 Reconnecter les câbles de commande de la carte latérale.
- 4 Vérifier que la vanne de mise à l'air est bien fermée.
- 5 Mettre le MSD sous vide. Voir la section « [Pour mettre le MSD sous vide en mode EI](#) », page 85.

3 Fonctionnement en mode ionisation électronique (EI)

- 6 Pour l'utilisation de la CI ou si de l'hydrogène ou d'autres substances inflammables toxiques sont utilisées pour le gaz vecteur, serrer *légèrement* à la main la vis moletée avant de la plaque latérale.

AVERTISSEMENT

La vis moletée avant doit être serrée pour l'utilisation de la CI ou si de l'hydrogène (ou un autre gaz dangereux) est utilisé comme gaz vecteur. Dans l'éventualité peu probable d'une explosion, elle pourrait ainsi empêcher la plaque de s'ouvrir.

ATTENTION

Ne pas serrer exagérément la vis moletée cela peut faire apparaître des fuites ou empêcher la mise sous vide. Ne pas utiliser de tournevis pour serrer la vis moletée.

- 7 Une fois le MSD sous vide, refermer le couvercle.

Pour mettre le MSD sous vide en mode EI

Pour effectuer cette tâche, il est également possible d'utiliser le tableau de commande local. Voir la section « [Exploitation du MSD depuis le tableau de commande local \(LCP\)](#) », page 44.

AVERTISSEMENT

S'assurer que toutes les conditions indiquées dans l'introduction du présent chapitre (page 51) sont vérifiées avant de commencer la procédure d'évacuation du MSD. Le non-respect de cette consigne peut être à l'origine de blessures corporelles.

AVERTISSEMENT

Si le gaz vecteur utilisé est l'hydrogène, ne l'ouvrir que lorsque la colonne est installée dans le MSD et que ce dernier est sous vide. Si les pompes à vide sont arrêtées, l'hydrogène s'accumule dans le MSD et fait naître un risque d'explosion. Lire la section « [Précautions relatives à l'hydrogène](#) » avant de faire fonctionner le MSD avec de l'hydrogène comme gaz vecteur.

Procédure

- 1 Déposer le capot à hublot de l'analyseur (voir la section « [Pour ouvrir les capots du MSD](#) », page 75)
- 2 Remettre la vanne de mise à l'air en place en tournant le bouton dans le sens horaire.

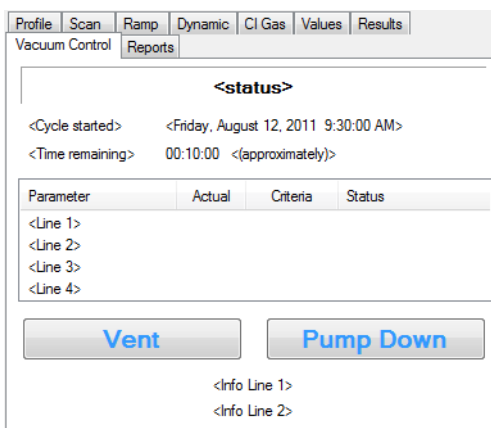


3 Fonctionnement en mode ionisation électronique (EI)

- 3 Rebrancher le cordon secteur du MSD.
- 4 Appuyer sur le bouton de mise sous tension « Power on » situé sur la face avant du MSD.
- 5 Appuyer légèrement sur la plaque latérale du MSD pour favoriser la bonne étanchéité initiale du joint. Appuyer sur le boîtier métallique de la carte latérale.

La pompe primaire émet un gargouillis. Ce bruit doit cesser dans la minute qui suit. Si ce bruit persiste, il y a une fuite d'air *importante* dans le système probablement au niveau de la plaque latérale, de l'écrou de colonne de l'interface ou de la vanne de mise à l'air.

- 6 Lancer le programme d'analyse de données MassHunter.
- 7 Dans la vue de commande « Instrument Control », sélectionner l'édition des paramètres de réglage **Edit Tune Parameters** pour afficher la boîte de dialogue de réglage manuel **Manual Tune** dans le menu **Instrument**.
- 8 Dans la boîte de dialogue de réglage manuel **Manual Tune**, cliquer sur l'onglet **Vacuum Control**.



- 9 Sélectionner l'option de mise sous vide, **Pump Down**, sous l'onglet **Vacuum** et suivre les instructions affichées par le système.

ATTENTION

Ne pas allumer de zone chauffée du CPG avant d'avoir établi un débit de gaz vecteur. Faire chauffer une colonne sans débit de gaz vecteur la détériore.

- 10** À l'invite du logiciel, mettre le chauffage de l'interface CPG/MSD et le four du CPG en marche. Cliquer ensuite sur **OK**.

Le logiciel se charge de mettre les chauffages de la source et du filtre de masse (quad) en marche. Les consignes de température sont enregistrées dans le fichier d'autoréglage (*.u) en cours.

- 11** Lorsque le message **Ok to run** s'affiche, attendez deux heures que le MSD atteigne l'équilibre thermique. Les données acquises avant que le MSD n'ait atteint son équilibre thermique peuvent ne pas être reproductibles.

Transport et entreposage du MSD

Fournitures nécessaires

- Ferrule, aveugle (5181-3308)
- Écrou de colonne d'interface (05988-20066)
- Clé plate, 1/4×5/16 de pouce (8710-0510)

Procédure

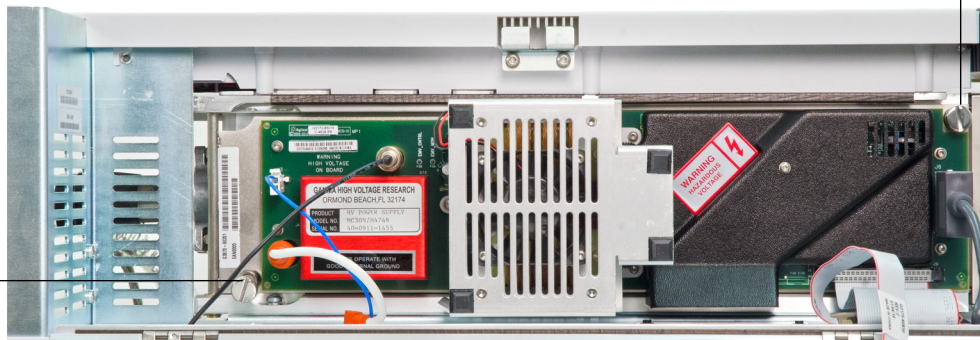
- 1** Mettre le MSD à la pression atmosphérique (« [Mise à la pression atmosphérique du MSD](#) », page 76).
- 2** Sortir la colonne de l'interface (on obturera cette dernière avec un écrou d'interface muni d'une ferrule aveugle).
- 3** Fermer la vanne de mise à l'air.
- 4** Séparer le MSD du CPG (consulter le Manuel de maintenance préventive et corrective du MSD série 5977 intitulé « 5975 Series MSD Troubleshooting and Maintenance Manual »).
- 5** Débrancher le câble du chauffage de l'interface CPG/MSD (côté CPG).
- 6** Ouvrir le capot de l'analyseur (« [Pour ouvrir les capots du MSD](#) », page 75).

3 Fonctionnement en mode ionisation électronique (EI)

7 Serrer à la main les vis moletées de la plaque latérale.

Vis moletée avant

Vis moletée
arrière



ATTENTION

Ne pas serrer pas les vis moletées trop fort. Un serrage exagéré endommage les filets des taraudages de l'enceinte de l'analyseur. Il risque aussi de voiler la plaque latérale et de provoquer des fuites.

- 8 Rebrancher le cordon secteur du MSD.
- 9 Mettre le MSD en marche (interrupteur secteur) pour le mettre sous vide primaire. Selon le modèle de MSD, vérifier que la vitesse de la pompe turbo dépasse 50% ou que la pression primaire est descendue à environ ~1 torr.
- 10 Éteindre le MSD.
- 11 Refermer le capot de l'enceinte de l'analyseur.
- 12 Débrancher les câbles réseau local, de commande à distance et secteur.

Il est maintenant possible d'entreposer le MSD ou de le transporter. La pompe primaire ne peut pas être débranchée du MSD. Elle doit être déplacée avec le MSD. S'assurer que le MSD reste en position verticale et ne sera jamais couché sur le côté ni retourné.

ATTENTION

Le MSD ne doit en aucun cas être couché ou retourné. Si le MSD doit être transporté d'un site à un autre, il faut contacter le service de maintenance Agilent Technologies pour obtenir des conseils sur l'emballage et l'expédition.



4 Utilisation en mode ionisation chimique (CI)

Instructions générales	90
L'interface CPG/MSDCI	91
Réglage automatique en mode CI	93
Fonctionnement du MSD CI	95
Pour passer de la source EI standard ou inerte à la source CI	96
Pour passer de la source EI de l'extracteur à la source CI	97
Pour mettre le MSD sous vide en mode CI	98
Pour configurer le logiciel pour un fonctionnement en mode CI	99
Pour utiliser le module de régulation de débit de gaz réactif	101
Pour régler le débit du gaz réactif méthane	104
Utilisation d'autres gaz réactifs	107
Pour passer de la source CI de l'extracteur à la source EI standard ou inerte	110
Procédure de passage de la source CI à la source EI de l'extracteur	111
Pour exécuter un autoréglage en PCI (méthane seulement)	112
Pour exécuter un autoréglage en NCI (gaz réactif méthane)	114
Pour vérifier les performances en mode PCI	116
Pour vérifier les performances en mode NCI	117
Pour surveiller la pression du vide secondaire	118

Ce chapitre donne les informations et instructions nécessaires pour utiliser le MSD CI série 5977 en mode ionisation chimique (CI). La plupart des informations données dans le chapitre précédent restent valables.

Ce chapitre traite essentiellement de l'ionisation chimique avec le méthane, mais une partie est consacrée aux autres gaz réactifs.

Le logiciel contient les instructions pour régler le débit du gaz réactif et effectuer les autoréglages en CI. Le programme d'autoréglage fourni est capable d'effectuer le réglage de l'instrument en CI positive (PCI) avec le méthane comme gaz réactif et en CI négative (NCI) avec tous les types de gaz réactifs.



Instructions générales

- Toujours utiliser du méthane de la plus grande pureté (ceci est valable aussi pour les autres gaz réactifs éventuellement utilisés). La pureté minimale du méthane est de 99,9995%.
- Avant de mettre le système CPG/MSD en configuration CI, toujours vérifier qu'il fonctionne correctement en EI. Voir la section « [Pour vérifier les performances du système](#) », page 71.
- Vérifier que la source CI et le cône d'étanchéité de l'interface CPG/MSD sont installés.
- Contrôler l'absence de fuite d'air sur le circuit du gaz réactif. Le contrôle est effectué en mode PCI en observant le signal à m/z 32, après le pré réglage du méthane.
- S'assurer que la ligne d'alimentation en gaz réactif est équipée d'un purificateur de gaz (excepté pour l'ammoniac).

L'interface CPG/MSDCI

L'interface CPG/MSD CI (Figure 9) est un guide chauffé, emprunté par la colonne capillaire et qui rejoint la source du MSD. Elle est boulonnée sur le côté droit de l'enceinte de l'analyseur, un joint torique assure l'étanchéité et elle est recouverte par une protection qui doit rester en place.

Une extrémité de l'interface passe à travers la paroi latérale du CPG et pénètre jusque dans le four. Elle est filetée afin de pouvoir y raccorder la colonne capillaire au moyen d'un écrou et d'une ferrule. L'autre extrémité de l'interface s'adapte sur la source d'ions. Les deux derniers 1 à 2 millimètres de colonne capillaire dépassent de l'extrémité du tube de guidage et émergent à l'intérieur de la source.

Le circuit du gaz réactif passe également par l'interface. L'extrémité de l'interface pénètre à l'intérieur de la chambre d'ionisation. Un cône d'étanchéité à ressort empêche le gaz réactif de fuir autour de l'extrémité de la source CI. Le gaz réactif traverse le corps de l'interface et se mélange avec le gaz vecteur et l'échantillon à l'intérieur de la source.

Une cartouche électrique chauffe l'interface CPG/MSD. Normalement, le chauffage de l'interface CPG/MSD est alimenté et régulé par la zone chauffée Aux#2 du CPG. La température de l'interface est réglable depuis le logiciel d'acquisition de données MassHunter. Une sonde (thermocouple) permet de suivre la température de l'interface.

Cette interface est également utilisée pour le fonctionnement en EI des MSD CI. Le cône d'étanchéité de l'interface CI, nécessaire au fonctionnement en mode CI, peut rester en place lorsque la source EI de l'extracteur est en cours d'utilisation. Il est facilement remplacé pour la source EI standard ou inerte.

La plage de température recommandée de l'interface est de 250 ° to 350 °C. Restriction : la température devrait toujours être légèrement plus élevée que la température maximale du four, mais ne doit **jamais** être plus élevée que la température maximale de la colonne.

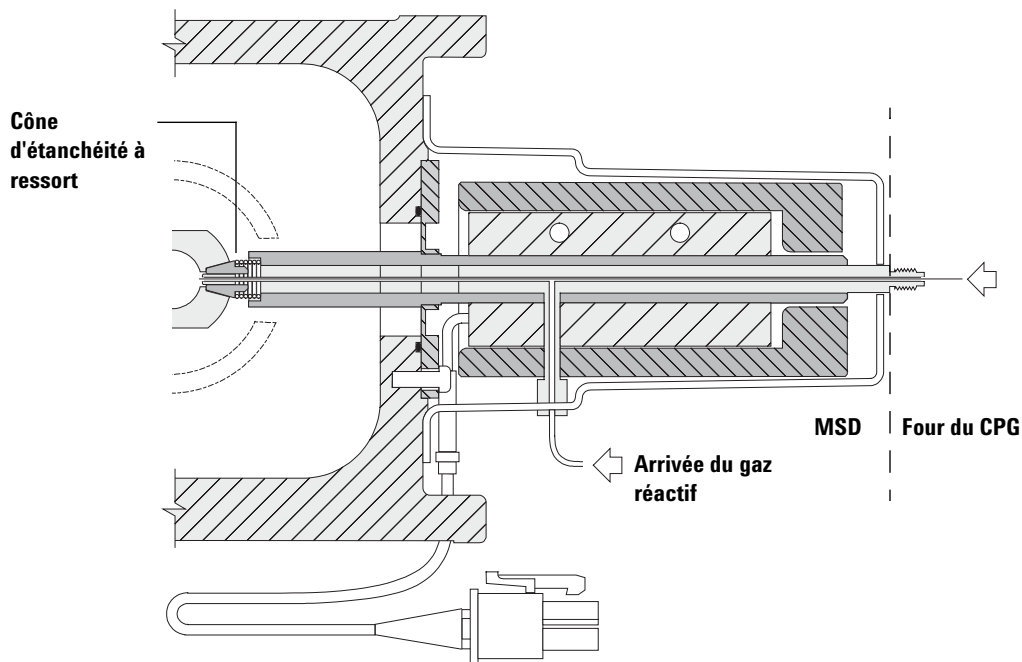
ATTENTION

Ne jamais dépasser la température maximale autorisée pour la colonne dans l'interface CPG/MSD, le four du CPG et l'injecteur.

4 Utilisation en mode ionisation chimique (CI)

AVERTISSEMENT

L'interface CPG/MSD fonctionne à haute température. Tout contact avec l'interface chaude entraîne une brûlure.



L'extrémité de la colonne dépasse de 1 à 2 mm dans la chambre d'ionisation.

Figure 9 L'interface CPG/MSDCI

Voir aussi

« Installation d'une colonne capillaire dans l'interface CPG/SM », page 39.

Réglage automatique en mode CI

Après avoir réglé le débit de gaz réactif, les lentilles et les composants électroniques du MSD doivent être réglés. Voir la section « [Réglages du gaz réactif](#) », page 94. Le Perfluoro-5,8-diméthyl-3,6,9-trioxidodécane (PFDTD) est utilisé comme composé de référence. Au lieu d'envoyer du PFDTD dans l'ensemble de l'enceinte, on l'introduit correctement dans la chambre d'ionisation par l'interface CPG/MSD au moyen du module de régulation des débits.

ATTENTION

Lorsque la source EI est remplacée par la source CI ou que le système est mis à la pression atmosphérique pour toute autre raison, il faut étuver le MSD pendant au moins deux heures avant d'effectuer tout réglage. Un étuvage prolongé est recommandé avant d'analyser des échantillons demandant une optimisation de la sensibilité.

L'autoréglage en PCI est disponible uniquement avec le méthane car, avec les autres gaz, le PFDTD ne produit pas d'ions en mode PCI. Les ions PFDTD sont visibles en NCI avec tous les gaz réactifs. Quel que soit le gaz réactif que l'on souhaite utiliser pour l'analyse, il faut toujours effectuer un réglage préalable en PCI avec le méthane.

Il n'y a pas de critères de performance du réglage. Si le programme d'autoréglage se termine, il est réputé réussi.

Si la tension du multiplicateur « EMVolts » est au-dessus de 2600 V, il y a néanmoins un problème. Si la méthode nécessite de régler le multiplicateur d'électrons à une tension « EMVolts » de « +400 » la sensibilité de l'acquisition peut s'avérer insuffisante.

ATTENTION

Avant de passer le système en mode CI, toujours vérifier qu'il fonctionne correctement en EI. Voir la section « [Pour vérifier les performances du système](#) », page 71. Commencer par régler le MSD en PCI, même si la NCI doit être utilisée ensuite.

4 Utilisation en mode ionisation chimique (CI)

Tableau 15 Réglages du gaz réactif

Gaz réactif	Méthane		Isobutane		Ammoniac		EI
	Positive	Négative	Positive	Négative	Positive	Négative	
Polarité des ions	Positive	Négative	Positive	Négative	Positive	Négative	N/A
Émission	150 µA	50 µA	150 µA	50 µA	150 µA	50 µA	35 µA
Énergie des électrons	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	70 eV
Filament	1	1	1	1	1	1	1 ou 2
Repousseur	3 V	3 V	3 V	3 V	3 V	3 V	30 V
Lentille de focalisation des ions	130 V	130 V	130 V	130 V	130 V	130 V	90 V
Décalage de la lentille d'entrée	20 V	20 V	20 V	20 V	20 V	20 V	25 V
Volts EM	1200	1400	1200	1400	1200	1400	1300
Vanne d'arrêt	Ouverte	Ouverte	Ouverte	Ouverte	Ouverte	Ouverte	Fermée
Gaz sélectionné	A	A	B	B	B	B	Aucun
Débit conseillé	20%	40%	20%	40%	20%	40%	N/A
Temp source	250 °C	150 °C	250 °C	150 °C	250 °C	150 °C	230 °C
Temp Quad	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C
Temp interface	280 °C	280 °C	280 °C	280 °C	280 °C	280 °C	280 °C
Autoréglage	Oui	Oui	Non	Oui	Non	Oui	Oui

N/A Non Applicable

Fonctionnement du MSD CI

Il est un peu plus compliqué de faire fonctionner le MSD en mode CI qu'en mode EI. Après le réglage, le débit de gaz, la température de source (Tableau 16) et l'énergie des électrons peuvent nécessiter une optimisation en fonction de l'analyte.

Tableau 16 Températures pour le fonctionnement en CI

	Source	Quadripôle	Interface CPG/MSD
PCI	250 °C	150 °C	280 °C
NCI	150 °C	150 °C	280 °C

Démarrage du système en mode PCI

Le démarrage en PCI permet d'effectuer des tâches suivantes :

- Commencer par préparer le MSD pour le méthane, même si un autre gaz réactif doit être utilisé ensuite.
- Contrôler le cône d'étanchéité de l'extrémité de l'interface en suivant le rapport m/z 28 / 27 (dans le panneau de réglage du débit de méthane).
- Contrôler l'absence d'une fuite importante en suivant les ions à m/z 19 (eau protonée) et 32.
- Confirmer que le SM produit de «véritables» ions et non pas un simple bruit de fond.

Il est pratiquement impossible d'effectuer un quelconque diagnostic du système en NCI. En NCI, on ne peut observer aucun ion réactif. Il est difficile de diagnostiquer une fuite et difficile de vérifier que l'étanchéité entre l'interface et la chambre d'ionisation est correcte.

Selon l'application, utiliser les débits de flux de gaz réactifs suivants pendant le démarrage du système :

- En mode PCI, débit de gaz réactif défini sur 20 (1 mL/min)
- En mode NCI, débit de gaz réactif défini sur 40 (2 mL/min)

Pour passer de la source EI standard ou inerte à la source CI

ATTENTION

Avant de passer le système en mode CI, toujours vérifier qu'il fonctionne correctement en EI.

Commencer par régler le MSD en PCI, même si la NCI doit être utilisée ensuite.

Procédure

- 1 Mettre le MSD à l'air. Voir la section « [Mise à la pression atmosphérique du MSD](#) », page 76.
- 2 Ouvrir l'enceinte de l'analyseur. Voir la section « [Ouverture de l'enceinte de l'analyseur](#) », page 78.
- 3 Déposer la source EI. Voir la section « [Pour déposer la source EI](#) », page 130.

ATTENTION

Toute décharge statique sur les composants de l'analyseur est transmise à la carte latérale où elle peut endommager des composants sensibles. Porter un bracelet antistatique mis à la terre. Voir la section « [Décharge électrostatique](#) ». Prendre toutes les précautions anti-ESD **avant** d'ouvrir l'enceinte de l'analyseur.

- 4 Installer la source CI. Voir la section « [Pour installer la source CI](#) », page 169.
- 5 Installer le cône d'étanchéité de l'interface CI/Xtr (p/n G1999-60412). Voir la section « [Pour installer le cône d'étanchéité de l'interface CI/Xtr](#) », page 157.
- 6 Refermer l'enceinte de l'analyseur. Voir la section « [Pour fermer l'enceinte de l'analyseur](#) », page 81.
- 7 Évacuer le MSD. Voir la section « [Pour mettre le MSD sous vide en mode CI](#) », page 98.

Pour passer de la source EI de l'extracteur à la source CI

ATTENTION

Avant de passer le système en mode CI, toujours vérifier qu'il fonctionne correctement en EI.

Commencer par régler le MSD en PCI, même si la NCI doit être utilisée ensuite.

ATTENTION

Toute décharge statique sur les composants de l'analyseur est transmise à la carte latérale où elle peut endommager des composants sensibles. Porter un bracelet antistatique mis à la terre. Voir la section « [Décharge électrostatique](#) », page 126. Prendre toutes les précautions anti-ESD **avant** d'ouvrir l'enceinte de l'analyseur.

Procédure

- 1 Mettre le MSD à l'air. Voir la section « [Mise à la pression atmosphérique du MSD](#) », page 76.
- 2 Ouvrir l'enceinte de l'analyseur. Voir la section « [Ouverture de l'enceinte de l'analyseur](#) », page 78
- 3 Retrait de la source EI de l'extracteur. Voir la section « [Pour déposer la source EI](#) », page 130.
- 4 Retirer le fil marron de l'extracteur de la carte des traversées et placez-le sur la source de l'extracteur EI. Voir la section [Figure 7](#), page 82
- 5 Installer la source CI. Voir la section « [Pour installer la source CI](#) », page 169.
- 6 Refermer l'enceinte de l'analyseur. Voir la section « [Pour fermer l'enceinte de l'analyseur](#) », page 81
- 7 Évacuer le MSD. Voir la section « [Pour mettre le MSD sous vide en mode CI](#) », page 98.

Pour mettre le MSD sous vide en mode CI

Cette procédure suppose que l'appareil pourra être réglé en mode PCI/méthane après la stabilisation du système.

Procédure

- 1 Suivre les instructions du MSD EI Voir « [Pour mettre le MSD sous vide en mode EI](#) », page 85.

Lorsque le logiciel invite l'utilisateur à mettre le chauffage de l'interface et le four du CPG en marche, effectuer les étapes ci-dessous.

- 2 Dans la boîte de dialogue de réglage manuel **Manual Tune**, cliquez sur l'onglet **Values** pour vérifier si la pression est descendante (option Jauge Hi-Vac installée).
- 3 Dans la boîte de dialogue de réglage manuel **Manual Tune**, cliquez sur l'onglet **CI Gas**, puis, dans la zone **Valve Settings**, désactivez les cases **Gas Valve A**, **Gas Valve B** et **ShutOff Valve**.
- 4 Vérifier si **PCICH4.U** est activé (dans la partie supérieure gauche de la boîte de dialogue de réglage manuel **Manual Tune**), puis cliquez sur l'onglet **Values** pour accepter les consignes de température.

Avant de passer en NCI, toujours contrôler les performances du système en mode PCI.

- 5 Régler la température de l'interface CPG/MSD à 280 °C.
- 6 Régler le débit **Gas A (méthane)** sur 20%.
- 7 Laisser le système étuver avec ce balayage gazeux pendant au moins 2 heures. Pour travailler en mode NCI et obtenir la meilleure sensibilité, il vaut mieux laisser le système étuver pendant la nuit.

Pour configurer le logiciel pour un fonctionnement en mode CI

ATTENTION

Avant de faire passer le système en mode CI, toujours vérifier qu'il fonctionne correctement en mode EI.

Procédure

- 1 Dans la vue **Tune and Vacuum Control**, sélectionnez **Load Tune Parameters** dans le menu **File** et chargez le fichier de réglage **PCICH4.U**.
- 2 Si un Autotune CI n'a jamais été exécuté pour ce fichier, le logiciel invite l'utilisateur à répondre à une série de boîtes de dialogue. *À moins d'avoir de bonnes raisons de les changer, accepter les valeurs par défaut.*

Les valeurs de réglage ont un effet très important sur les performances du MSD. Toujours démarrer avec les valeurs par défaut pour le réglage de la CI et effectuer ensuite les réglages spécifiques de l'application. Consulter le [Tableau 17](#) pour connaître les valeurs par défaut de la boîte des limites des réglages. Ces limites ne sont utilisées que par l'Autotune. Il ne faut *pas* les confondre avec les paramètres saisis dans la boîte de dialogue d'édition des paramètres SM « Edit MS Parameters » ni avec ceux figurant sur le rapport de réglage.

Tableau 17 Valeurs par défaut des limites des réglages, utilisées par l'autoréglage CI seulement

Gaz réactif	Méthane		Isobutane		Ammoniac	
	Positive	Négative	Positive	Négative	Positive	Négative
Polarité des ions	Positive	Négative	Positive	Négative	Positive	Négative
Abondance cible	1x10 ⁶	1x10 ⁶	N/A	1x10 ⁶	N/A	1x10 ⁶
Largeur cible	0.6	0.6	N/A	0.6	N/A	0.6
Maximum repousseur	4	4	N/A	4	N/A	4
Courant d'émission max., µA	240	50	N/A	50	N/A	50
Énergie des électrons max., eV	240	240	N/A	240	N/A	240

Remarques sur le Tableau 17 :

- **N/A** - Non Applicable. En PCI, il ne se forme pas d'ions de PFDTD sauf avec le méthane, c'est pourquoi l'autoréglage CI n'est pas applicable à ces configurations.
- **Polarité des ions** - Toujours commencer par la PCI/méthane, puis basculer sur la polarité d'ions et le gaz réactif souhaités.
- **Abondance cible** - Régler plus ou moins fort pour obtenir la hauteur de signal souhaitée. Une hauteur de signal supérieure produit également un bruit de fond plus important. Ce paramètre est réglé pour l'acquisition des données en modifiant la tension EMV dans la méthode.
- **Largeur de pic cible** - La sensibilité augmente avec la largeur de pic tandis que la résolution diminue et vice versa.
- **Courant d'émission max.** - Le courant d'émission maximal optimal pour la NCI dépend énormément du composé à analyser et doit être choisi empiriquement. Pour les pesticides par exemple, le courant d'émission optimal se situe souvent autour de 200 μ A.

Pour utiliser le module de régulation de débit de gaz réactif

ATTENTION

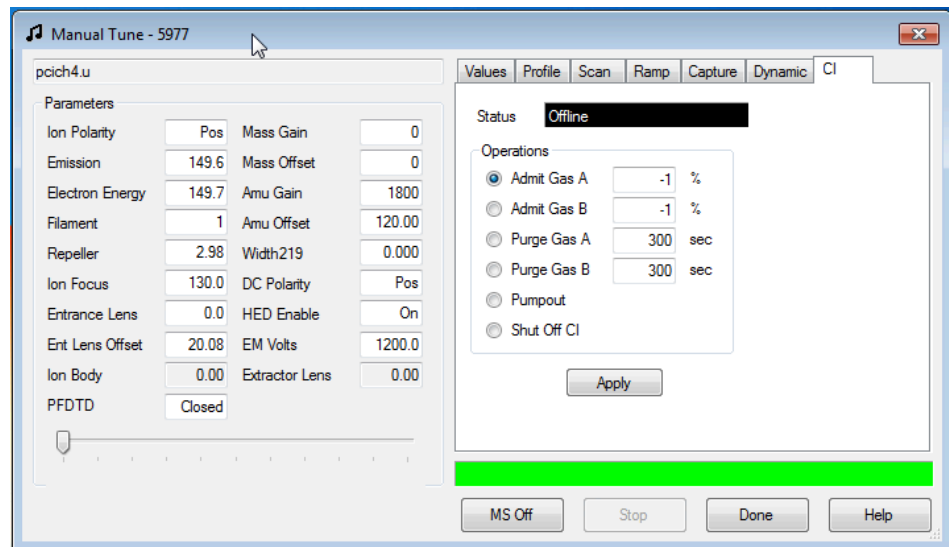
Lorsque la source EI est remplacée par la source CI ou que le système est mis à la pression atmosphérique pour quelque raison que ce soit, il faut étuver le spectomètre pendant au moins deux heures avant d'effectuer tout réglage.

ATTENTION

Poursuivre l'autoréglage CI, en cas de fuite d'air dans le spectomètre ou en présence d'une signalisation d'eau importante, risque d'entraîner une contamination **sévère** de la source. Si cela se produit, il est nécessaire de **mettre le spectomètre à l'air** et de **nettoyer la source d'ions**.

Procédure

- 1 Dans la boîte de dialogue **Manual Tune**, cliquez sur l'onglet **CI Gas** pour définir les paramètres de contrôle du débit de gaz CI.



- 2 Dans la zone **Valve Settings**, sélectionnez un gaz réactif pour le fichier de réglage en cours. Sélectionner **Gas A Valve** ou **Gas B Valve** affiche la vanne de gaz **A** ou **B** dans le champ **Gas** et indique le nom du gaz dans le champ **Gas Name**.

4 Utilisation en mode ionisation chimique (CI)

Le système évacue les lignes de gaz pendant six minutes puis ouvre le gaz sélectionné (A ou B). Cela permet de réduire le mélange des différents gaz dans les lignes.

- 3 Saisir la consigne de pression du gaz réactif dans le champ **Flow**. Cette valeur doit être saisie sous forme d'un pourcentage de débit maximal. Le flux recommandé est de 20% pour une source PCI et de 40% pour une source NCI.

Le régulateur de débit conserve en mémoire la consigne de débit de chacun des gaz. Lorsqu'un gaz est sélectionné, la carte électronique régule automatiquement sur la consigne de débit utilisée la fois précédente.

- 4 Pour appliquer le débit de gaz réactif **Shutoff Valve**.

Le système coupe le débit du gaz qui était ouvert auparavant et laisse la vanne d'arrêt ([Figure 10](#)) ouverte. Cela permet d'évacuer les lignes de tout gaz résiduel. La durée d'évacuation type est de 6 minutes, ensuite la vanne d'arrêt est fermée.

Module de régulation de débit de gaz

Le module de régulation de débit de gaz réactif CI régule le débit du gaz réactif qui s'écoule dans l'interface CPG/MSDCI. Le module de régulation est constitué d'un régulateur de débit massique (MFC), de vannes de sélection du gaz, d'une vanne d'admission du composé de référence CI, d'une vanne d'arrêt, de l'électronique de contrôle et du circuit gazeux. Voir les sections [Figure 10](#) et [Tableau 18](#) à la page [page 106](#).

Le panneau arrière est équipé de deux raccords d'entrée Swagelok, l'un pour le méthane (**CH₄**) et l'autre (**OTHER**) pour un second gaz réactif. Le logiciel y fait respectivement référence sous les noms de **Gas A** et **Gas B**. Si le second gaz n'est pas utilisé, il faut obturer le raccord **OTHER** pour éviter une admission accidentelle d'air dans l'analyseur. Régler la pression d'entrée des gaz à une valeur de 170 à 205 kPa (25 à 30 psi).

La vanne d'arrêt empêche la contamination du module de régulation par l'air atmosphérique quand le MSD est mis à la pression atmosphérique ou par le PFTBA pendant le réglage en EI.

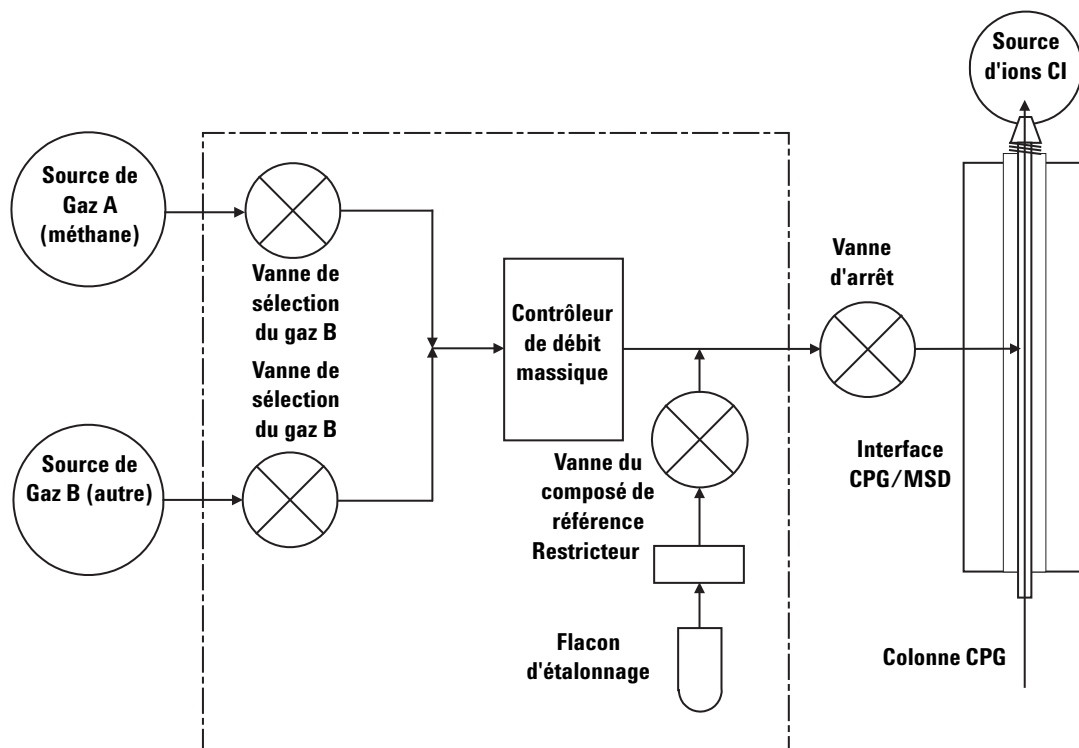


Figure 10 Schéma du module de régulation de débit des gaz de CI

Tableau 18 Tableau d'état du module de régulation de débit de gaz

Résultat	Débit gaz A	Débit gaz B	Balayage avec gaz A	Balayage avec gaz B	Évacuation du module de régulation	Mode Attente, à l'air ou EI
Gaz A	Ouverte	Fermée	Ouverte	Fermée	Fermée	Fermée
Gaz B	Fermée	Ouverte	Fermée	Ouverte	Fermée	Fermée
Mass flow controller	Ouvert → consigne	Ouvert → consigne	Ouvert → 100%	Ouvert → 100%	Ouvert → 100%	Fermé → 0%
Vanne d'arrêt	Ouverte	Ouverte	Ouverte	Ouverte	Ouverte	Fermée

Les états **Ouvert** et **Fermé** sont indiqués sur les moniteurs par **1** et **0** respectivement.

Pour régler le débit du gaz réactif méthane

Le débit de gaz réactif doit être réglé pour obtenir une stabilité maximale avant de commencer le réglage du système CI. Effectuer le réglage *initial* avec le méthane en mode ionisation chimique positive (PCI). Aucune procédure de réglage n'est disponible en NCI, car aucun ion de gaz réactif ne se forme.

Le réglage du débit du méthane de réaction se décompose en trois étapes : réglage initial du débit, préréglage sur les ions de gaz réactif, réglage fin du débit pour stabiliser les rapports des ions réactifs, pour le méthane, m/z 28/27.

Le système de données guide l'utilisateur au fil des étapes de la procédure de réglage.

Procédure

- 1 Si vous utilisez une source EI, lancez le réglage automatique standard, enregistrez le rapport et consignez la pression relevée. Voir la section « [Pour régler le MSD en mode EI](#) », page 69.
- 2 Mettre le système à l'air. Voir la section « [Mise à l'air du MSD](#) », page 55.
- 3 Installer la source CI. « [Pour installer la source CI](#) », page 169.
- 4 Procédez au dégazage de l'injecteur. Voir la section « [Pour mettre le MSD sous vide en mode CI](#) », page 98.
- 5 Attendez que la pression atteigne celle précédemment enregistrée pour le réglage automatique en mode EI. Voir la section « [Pour surveiller la pression du vide secondaire](#) », page 118.
- 6 Dans la fenêtre de réglage manuel « Manual Tune », sélectionnez **Bake out MSD** dans le menu **Execute** pour afficher la boîte de dialogue **Specify Bake Out parameters**. Laisser le processus s'exécuter pendant une durée minimale de 2 heures, réglez les autres paramètres et cliquez sur **OK** pour lancer le dégazage.

ATTENTION

Lorsque la source EI est remplacée par la source CI ou que le système est mis à la pression atmosphérique pour toute autre raison, il faut étuver le MSD pendant au moins deux heures avant d'effectuer tout réglage.

Poursuivre l'autoréglage CI en cas de fuite d'air dans le MSD, ou en présence d'une signalisation d'eau importante, risque d'entraîner une contamination **sevère** de la source. Si cela se produit, il est nécessaire de **mettre le MSD à l'air** et de **nettoyer la source**.

- 7 Sélectionner l'option de mise sous vide, **Pump Down**, sous l'onglet **Vacuum** et suivre les instructions affichées par le système. Pour plus d'informations, voir l'aide en ligne du logiciel MassHunter.

Le pré-réglage méthane règle l'instrument pour obtenir un rapport optimal des ions réactifs m/z 28/27 provenant du méthane.

- 8 Observer l'affichage des profils d'ions du gaz réactif.
 - Contrôler qu'il n'y a pas de pic visible à m/z 32. La présence d'un pic indique une fuite d'air. Réparer la fuite avant de poursuivre. Faire fonctionner le MSD en mode CI avec une fuite d'air contamine très rapidement la source.
 - Le pic à m/z 19 (eau protonée) est inférieur à 50% du pic à m/z 17.
- 9 À l'invite, cliquez sur **OK** pour effectuer le réglage de débit du méthane.

4 Utilisation en mode ionisation chimique (CI)

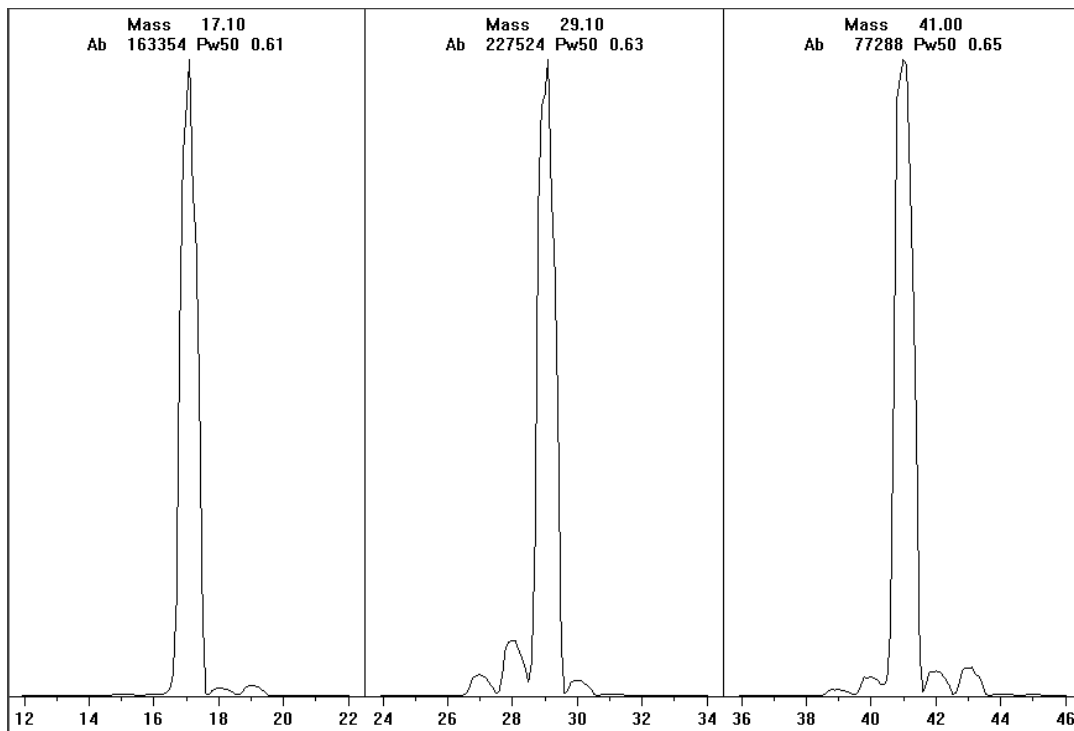


Figure 11 Profils d'ions du gaz réactif après un étuvage de très longue durée

Préréglage du méthane après plus d'une journée d'étuvage

Remarquer la faible abondance à m/z 19 et l'absence de tout pic visible à m/z 32. Au démarrage, un MSD présente plus d'eau que sur cet exemple, mais l'abondance à m/z 19 doit tout de même être inférieure à 50% de l'abondance à m/z 17.

Utilisation d'autres gaz réactifs

Cette rubrique décrit l'utilisation de l'isobutane et de l'ammoniac comme gaz réactif. Il faut être familiarisé avec le fonctionnement des MSD série 5977 équipés de la CI avec le méthane avant de tenter d'utiliser d'autres gaz réactifs.

ATTENTION

Ne pas utiliser de protoxyde d'azote (oxyde nitreux) comme gaz réactif. Ce gaz réduit radicalement la longévité du filament.

En passant du méthane à l'isobutane ou à l'ammoniac, on modifie les processus chimiques d'ionisation et on obtient des ions différents. Les principales réactions d'ionisation chimique sont abordées dans le guide des concepts de la série 5977. Il est conseillé aux utilisateurs peu expérimentés de revoir ce chapitre avant de commencer.

ATTENTION

On ne peut pas faire toutes les tâches de préparation dans tous les modes avec tous les gaz réactifs. Pour plus de détails, consulter le [Tableau 19](#).

Tableau 19 Gaz réactifs

Gaz réactif/mode	Masse des ions réactifs	PFDTD ions de référence	Ions régl. du débit : Rapport EI/PCI/NCI MSD (pompe turbo « performance ») Débit recommandé : 20% PCI 40% NCI
PCI/Méthane	17, 29, 41*	41, 267, 599	28/27 : 1.5 – 5.0
NCI/Méthane	17, 35, 235†	185, 351, 449	N/A
PCI/Isobutane	39, 43, 57	N/A	57/43 : 5.0 – 30.0
NCI/Isobutane	17, 35, 235	185, 351, 449	N/A
PCI/Ammoniac	18, 35, 52	N/A	35/18 : 0.1 – 1.0
NCI/Ammoniac	17, 35, 235	185, 351, 517	N/A

* Il ne se forme pas d'ions de PFDTD sauf avec le méthane. Effectuer le réglage avec le méthane et utiliser les mêmes paramètres pour les autres gaz.

† Il ne se forme pas d'ions réactifs **négatifs**. Pour le pré-réglage en mode négatif, utiliser un ion du bruit de fond. 17 (OH-), 35 (Cl-) et 235 (ReO3-). Ces ions ne peuvent pas être utilisés pour régler le débit du gaz réactif. Régler le débit à 40% en NCI et le retoucher ensuite pour obtenir des résultats convenables dans l'application.

CI/Isobutane

L'isobutane (C_4H_{10}) est utilisé couramment lorsqu'on veut diminuer la fragmentation dans le spectre d'ionisation chimique. L'affinité protonique de l'isobutane, supérieure à celle du méthane en est la cause. Par conséquent, le transfert d'énergie de la réaction d'ionisation est moindre.

L'adduction et le transfert de proton sont les mécanismes d'ionisation les plus souvent invoqués avec l'isobutane. L'échantillon lui-même détermine le mécanisme prédominant.

CI/ammoniac

L'ammoniac (NH_3) est couramment utilisé pour l'ionisation chimique lorsqu'on veut diminuer la fragmentation dans le spectre d'ionisation chimique. L'affinité protonique de l'ammoniac, supérieure à celle du méthane, en est la cause. Par conséquent, le transfert d'énergie de la réaction d'ionisation est moindre.

Étant donné que de nombreux composés analysés ont une affinité protonique insuffisante, les spectres d'ionisation chimique obtenus avec l'ammoniac résultent souvent de l'adduction d'un ion NH_4^+ et dans certains cas d'une perte d'eau consécutive à cette adduction. Les spectres des ions réactifs de l'ammoniac montrent des ions principaux à m/z 18, 35 et 52, correspondant à NH_4^+ , $NH_4(NH_3)^+$ et $NH_4(NH_3)_2^+$.

Pour régler votre MSD pour l'ionisation chimique avec l'isobutane ou l'ammoniac, suivre la procédure ci-dessous :

Procédure

- 1 Effectuer d'abord un réglage automatique standard CI/méthane et PFDTD. Voir la section « [Pour exécuter un autoréglage en PCI \(méthane seulement\)](#) », page 112.
- 2 Dans la vue « Tune and Vacuum Control », dans le menu de réglage **Tune**, cliquez sur l'Assistant de réglage **Tune Wizard** et, à l'invite, sélectionnez **Isobutane** ou **Ammonia**. Cela adapte les menus au gaz choisi et sélectionne automatiquement les conditions de réglage par défaut correspondantes.
- 3 À l'invite, sélectionner **Gas B**. (les ports Isobutane et Ammonia sont raccordés). Suivre les instructions et les invites de l'assistant de réglage « Tune Wizard » et régler le débit sur 20%.

Si un fichier existant est utilisé, il faut le sauvegarder sous un autre nom pour ne pas remplacer les valeurs existantes par de nouvelles valeurs. Accepter la température par défaut et les autres réglages.

- 4 Dans le menu de réglage, régler le débit du gaz réactif en cliquant sur **Isobutane** (ou **Ammonia**).

En PCI, il n'y a pas d'autoréglage en CI/isobutane ni CI/ammoniac.

Pour effectuer des analyses en NCI avec l'isobutane ou l'ammoniac, charger le fichier **NCICH4.U** ou un fichier existant de réglage NCI pour le gaz choisi. Pour plus d'informations sur l'utilisation d'ammoniac comme gaz de CI, voir la note applicative Agilent "Implementation of Ammonia Reagent Gas for Chemical Ionization on the Agilent 5977 Series MSDs" (5989-5170EN).

ATTENTION

L'utilisation de l'ammoniac a une influence sur les périodicités de maintenance du MSD. Pour de plus amples informations, reportez-vous à la section « [Maintenance CI](#) ».

ATTENTION

La pression d'alimentation en ammoniac doit être inférieure à 35 kPa (5 psig). Une pression plus élevée pourrait entraîner une condensation de l'ammoniac.

S'assurer que la bouteille d'ammoniac est toujours placée verticalement et au-dessous du niveau du module de régulation. Faire quelques spires verticales avec le tube d'alimentation en ammoniac en l'enroulant autour d'une boîte ronde ou d'une bouteille. Cela évitera que de l'ammoniac liquéfié parvienne jusqu'au module de régulation.

L'ammoniac attaque l'huile de la pompe primaire et les joints. L'utilisation de la CI/Ammoniac nécessite un entretien plus fréquent du système de vide. (Consulter le Manuel de maintenance préventive et corrective du MSD série 5977 intitulé *5977 Series MSD Troubleshooting and Maintenance Manual*.)

On utilise fréquemment un mélange de 5% d'ammoniac et 95% d'hélium ou 5% d'ammoniac et 95% de méthane comme gaz réactif de CI. Il y a alors suffisamment d'ammoniac pour permettre une bonne ionisation chimique tout en réduisant les effets négatifs.

Dioxyde de carbone CI

Le dioxyde de carbone est souvent utilisé comme gaz réactif en CI. Il possède des avantages évidents en termes de disponibilité et de sécurité.

Pour passer de la source CI de l'extracteur à la source EI standard ou inerte

Procédure

ATTENTION

Toujours porter des gants propres pour manipuler l'analyseur ou toute autre pièce normalement placée à l'intérieur de l'enceinte de l'analyseur.

ATTENTION

Toute décharge statique sur les composants de l'analyseur est transmise à la carte latérale où elle peut endommager des composants sensibles. Porter un bracelet antistatique relié à la terre et prendre les précautions anti-ESD recommandées **avant** de toucher les composants de l'analyseur.
Voir « [Décharge électrostatique](#) », page 126.

- 1 Mettre le MSD à la pression atmosphérique depuis la vue de réglage « Tune and Vacuum Control ». Voir la section « [Mise à la pression atmosphérique du MSD](#) », page 76. Le logiciel invite l'utilisateur à effectuer les actions nécessaires.
- 2 Ouvrir l'enceinte de l'analyseur. Voir la section « [Ouverture de l'enceinte de l'analyseur](#) », page 78.
- 3 Sortir le cône d'étanchéitéCI/Xtr de l'interface. Voir la section « [Pour installer le cône d'étanchéité de l'interface CI/Xtr](#) », page 157.
- 4 Installer la source EI. Voir la section « [Pour installer la source EI](#) », page 152.
- 5 Placer la source CI et le cône d'étanchéité dans la boîte de stockage.
- 6 Évacuer le MSD. Voir la section « [Pour mettre le MSD sous vide en mode EI](#) », page 85.
- 7 Charger le fichier de réglage EI.

Procédure de passage de la source CI à la source EI de l'extracteur

ATTENTION

Toujours porter des gants propres pour manipuler l'analyseur ou toute autre pièce normalement placée à l'intérieur de l'enceinte de l'analyseur.

ATTENTION

Toute décharge statique sur les composants de l'analyseur est transmise à la carte latérale où elle peut endommager des composants sensibles. Porter un bracelet antistatique relié à la terre et prendre les précautions anti-ESD recommandées **avant** de toucher les composants de l'analyseur.
Voir « [Décharge électrostatique](#) ».

Procédure

- 1 Mettre le MSD à la pression atmosphérique depuis la vue de réglage « Tune and Vacuum Control ». Voir la section « [Mise à la pression atmosphérique du MSD](#) », page 76. Le logiciel invite l'utilisateur à effectuer les actions nécessaires.
- 2 Ouvrir l'enceinte de l'analyseur. Voir la section « [Ouverture de l'enceinte de l'analyseur](#) », page 78.
- 3 Déposer la source CI. Voir la section « [Pour déposer la source CI](#) », page 159. Il n'est pas nécessaire de retirer le cône d'étanchéité de la source EI standard ou inerte. Le cône d'étanchéité de la source CI l'extracteur CI s'adaptera à la source de l'extracteur EI.
- 4 Installer la source EI Xtr. Voir la section « [Pour installer la source EI](#) », page 152.
- 5 Repérez le fil marron de l'extracteur dans la boîte de stockage et branchez-le à la lentille de l'extracteur et à la carte des connexions de la source.
- 6 Placer la source CI dans la boîte de stockage de la source.
- 7 Évacuer le MSD Voir la section « [Pour mettre le MSD sous vide en mode EI](#) », page 85.
- 8 Charger le fichier de réglage EI.

Pour exécuter un autoréglage en PCI (méthane seulement)

ATTENTION

Avant de passer le système en mode CI, toujours vérifier qu'il fonctionne correctement en EI. Commencer par régler le MSD en PCI, même si la NCI doit être utilisée ensuite.

Éviter de régler l'appareil plus souvent que le strict nécessaire. Cela permet de réduire le bruit de fond de PFDTD et d'éviter une contamination inutile de la source.

Procédure

- 1 Commencer par vérifier que le MSD fonctionne correctement en mode EI. Voir la section « [Pour vérifier les performances du système](#) », page 71.
- 2 Charger le fichier de réglage **PCICH4.U** (ou un autre fichier de réglage existant pour le gaz réactif utilisé).

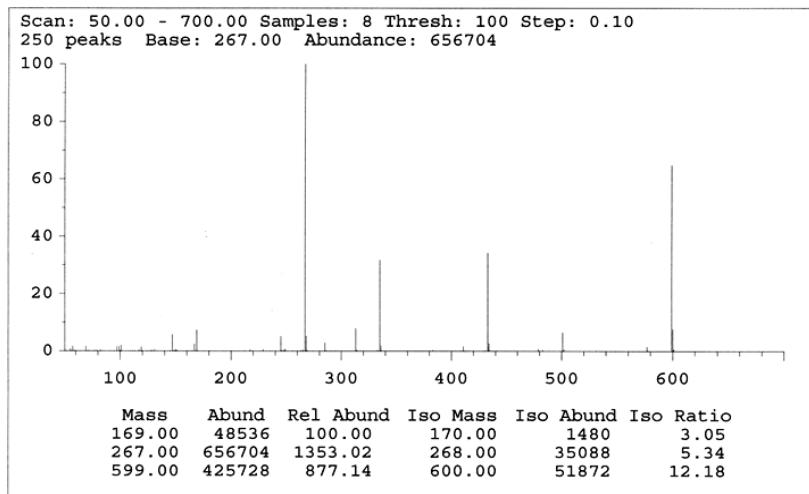
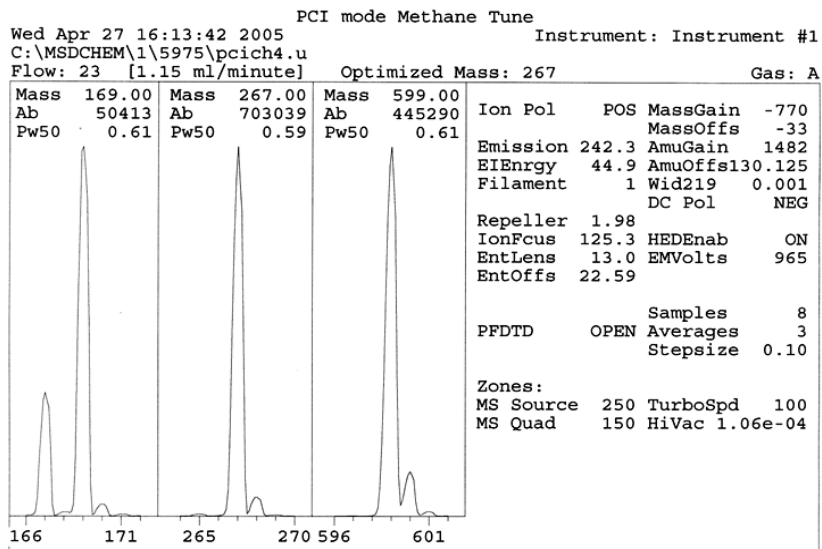
Si un fichier existant est utilisé, il faut le sauvegarder sous un autre nom pour ne pas remplacer les valeurs existantes par de nouvelles valeurs.
- 3 Accepter les valeurs par défaut.
- 4 Effectuer le réglage pour le méthane. Voir la section « [Pour régler le débit du gaz réactif méthane](#) », page 104.
- 5 Dans le menu de réglage **Tune**, cliquer sur **CI Autotune**.

Il n'y a pas de critères de performance du réglage. Si le programme d'autoréglage se termine, il est réputé réussi ([Figure 12](#)). Si le réglage aboutit à une tension de multiplicateur d'électrons (EMVolts) égale ou supérieure à 2 600 V, il est possible que les données ne soient pas acquises correctement si la méthode indique qu'il faut régler le multiplicateur à une tension EMVolts « +400 » ou plus.

Le rapport d'autoréglage donne des informations concernant la présence d'air et d'eau dans le système. Voir la section « [Rapport d'autoréglage PCI](#) », page 113.

Le rapport 19/29 indique l'abondance de l'eau.

Le rapport 32/29 indique l'abondance de l'oxygène.



CI Reagent Ions: 17/29 Ratio: 0.43 19/29 Ratio: 0.09 32/29 Ratio: 0.00
 28/27 Ratio: 4.0 28/29 Ratio: 0.08
 41/29 Ratio: 0.36 29 Abundance: 1223168 counts

Figure 12 Rapport d'autoréglage PCI

Pour exécuter un autoréglage en NCI (gaz réactif méthane)

ATTENTION

Avant de passer le système en mode CI, toujours vérifier qu'il fonctionne correctement en EI. Voir la section « [Pour vérifier les performances du système](#) », page 71. Toujours commencer par configurer le MSDCI en PCI/Méthane, même si un gaz réactif différent ou le mode NCI doivent être utilisés ensuite.

Procédure

- 1 Depuis la vue de réglage « Tune and Vacuum Control », charger le fichier **NCICH4.U** (ou un autre fichier de réglage existant pour le gaz réactif utilisé).
- 2 Dans le menu d'initialisation du réglage « Setup », sélectionner l'assistant de réglage **CI Tune Wizard** et se laisser guider par le programme.

Accepter la température par défaut et les autres réglages.

Si un fichier existant est utilisé, il faut le sauvegarder sous un autre nom pour ne pas remplacer les valeurs existantes par de nouvelles valeurs.

- 3 Dans le menu de réglage « Tune », cliquer sur **CI Autotune**.

ATTENTION

Éviter de régler l'appareil plus souvent que le strict nécessaire. Cela permet de réduire le bruit de fond de PFDTD et d'éviter une contamination inutile de la source.

Il n'y a pas de critères de performance du réglage. Si le programme d'autoréglage se termine, il est réputé réussi ([Figure 13](#)). Si le réglage aboutit à une tension de multiplicateur d'électrons (EMVolts) égale ou supérieure à 2 600 V, il est possible que les données ne soient pas acquises correctement si la méthode indique qu'il faut régler le multiplicateur à une tension EMVolts « +400 » ou plus.

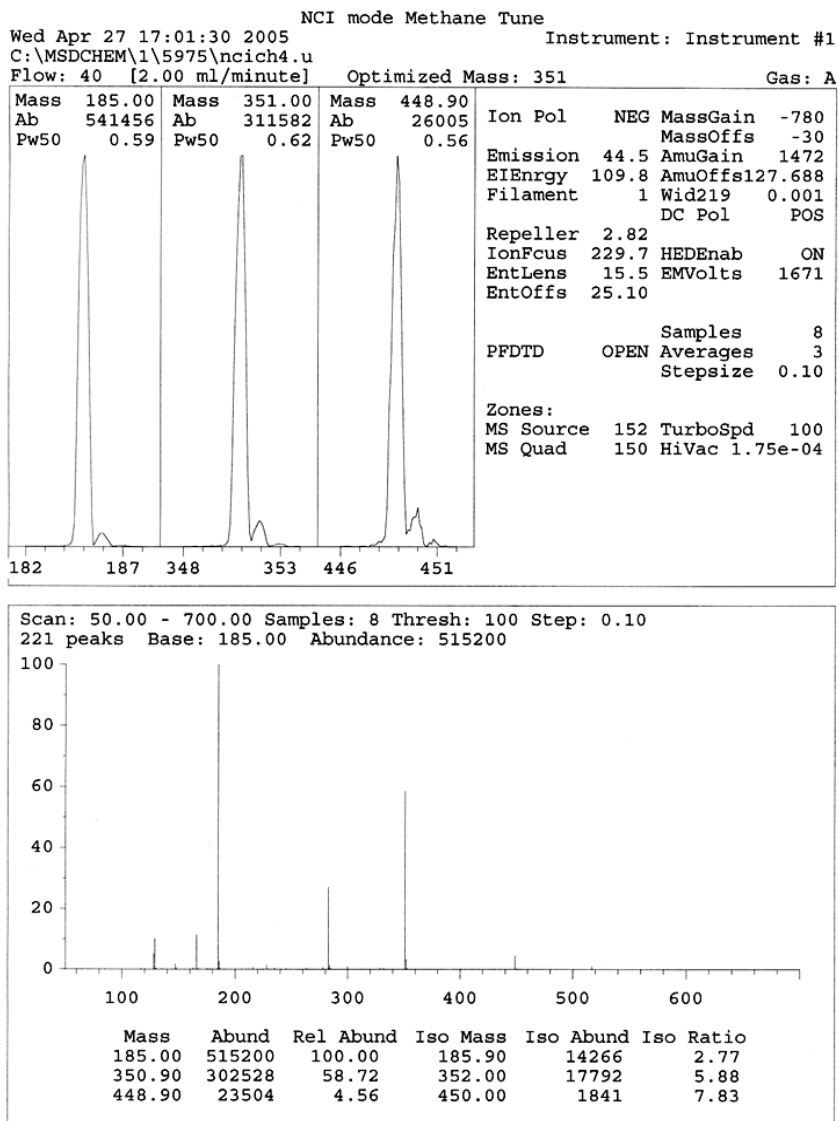


Figure 13 Autoréglage NCI

Pour vérifier les performances en mode PCI

Fournitures nécessaires

- Benzophénone, 100 pg/μl (8500-5440)

ATTENTION

Avant de passer le système en mode CI, toujours vérifier qu'il fonctionne correctement en EI. Voir la section [page 71](#). Commencer par régler le MSD en PCI, même si la NCI doit être utilisée ensuite.

Procédure

- 1 Commencer par vérifier que le MSD fonctionne correctement en mode EI.
- 2 S'assurer que le fichier de réglage **PCICH4.U** est chargé.
- 3 Sélectionner **Gas A** et régler le débit à 20%.
- 4 Configurer le MSD en CI depuis la vue de réglage « Tune and Vacuum Control ». Voir la section « [Procédure de passage de la source CI à la source EI de l'extracteur](#) », page 111.
- 5 Exécuter l'autoréglage CI. Voir la section « [Réglage automatique en mode CI](#) », page 93.
- 6 Exécuter la méthode de mesure de la sensibilité PCI **BENZ_PCI.M** avec 1μl de benzophénone à 100 pg/μl.
- 7 Vérifier que le système est conforme aux spécifications de sensibilité publiées. Les spécifications sont disponibles sur le site Web Agilent à l'adresse www.agilent.com/chem.

Pour vérifier les performances en mode NCI

Cette procédure concerne *uniquement* les MSD EI/PCI/NCI.

Fournitures nécessaires

- Octafluoronaphtalène (OFN), 100 fg/μl (5188-5347)

ATTENTION

Avant de passer le système en mode CI, toujours vérifier qu'il fonctionne correctement en EI. Voir la section « [Pour vérifier les performances du système](#) ». Commencer par régler le MSD en PCI, même si la NCI doit être utilisée ensuite.

Procédure

- 1 Commencer par vérifier que le MSD fonctionne correctement en mode EI.
- 2 Charger le fichier de réglage **PCICH4.U** et accepter les températures de consigne.
- 3 Sélectionner **Gas A** et régler le débit à 40%.
- 4 Lancer un autoréglage CI depuis la vue de réglage « Tune and Vacuum Control ». Voir la section « [Pour exécuter un autoréglage en NCI \(gaz réactif méthane\)](#) ».

Remarquer qu'il n'existe pas de critères de « réussite » de l'autoréglage en CI. Si le programme d'autoréglage se termine, il est réputé réussi.

- 5 Exécuter la méthode de mesure de la sensibilité NCI : OFN_NCI.M avec 2μl d'OFN à 100 fg/μl.
- 6 Vérifier que le système est conforme aux spécifications de sensibilité publiées. Les spécifications sont disponibles sur le site Web Agilent à l'adresse www.agilent.com/chem.

Pour surveiller la pression du vide secondaire

AVERTISSEMENT

Si le gaz vecteur utilisé est l'hydrogène et qu'il existe une possibilité que de l'hydrogène se soit accumulé dans l'enceinte, ne pas allumer la micro-jauge à ionisation. Lire la rubrique « **Précautions relatives à l'hydrogène** » avant de faire fonctionner le MSD avec de l'hydrogène comme gaz vecteur.

Procédure

- 1 Démarrer et évacuer le MSD. Voir la section « **Pour mettre le MSD sous vide en mode CI** », page 98.
- 2 Depuis la vue de réglage « Tune and Vacuum Control », sélectionner la rubrique de fermeture de la vanne à vide **Turn Vacuum Gauge on/off** du menu du système de vide **Vacuum**.
- 3 La vue de commande de l'instrument « Instrument Control » permet de surveiller la pression en configurant une fenêtre de surveillance « MS Monitor ». Il est également possible de lire la pression sur le LCP ou l'écran de réglage manuel « Manual Tune ».

Le contrôleur de jauge ne s'allume pas tant que la pression de l'enceinte MSD est au-dessus d'environ 8×10^{-3} torr. Le contrôleur de jauge est étalonné pour l'hydrogène, cependant toutes les pressions indiquées dans ce manuel sont des pressions d'hélium.

C'est le débit de gaz vecteur (colonne) qui a la plus grande influence sur la pression de travail. Le **Tableau 20**, page 119 donne les pressions-types pour différentes valeurs du débit. La valeur de ces pressions est approximative et varie d'un instrument à l'autre.

Pressions-types observées

Utilisation de la micro-jauge à vide à ionisation G3397B. Remarquer que le régulateur de débit massique est étalonné pour le méthane et que la jauge à vide est étalonnée pour l'azote, ces mesures ne sont donc pas précises, mais sont une indication utile pour apprécier les pressions-types observées (Tableau 20 à la page 119). Elles ont été relevées dans les conditions suivantes. Remarquer qu'il s'agit de températures-types de PCI :

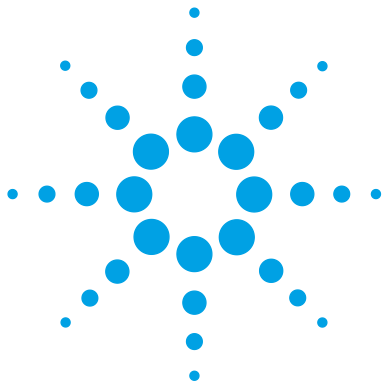
Température de la source 250 °C
 Température du quadripôle 150 °C
 Température d'interface 280 °C
 Débit de gaz vecteur hélium 1 ml/min

Tableau 20 Paramètres du contrôleur de débit massique settings et relevés de pression courants

Contrôleur de débit massique (%)	Pression (torr)	
	Méthane	Ammoniac
	El/PCI/NCI MSD (pompe turbo « performance »)	El/PCI/NCI MSD (pompe turbo « performance »)
10	5.5×10^{-5}	5.0×10^{-5}
15	8.0×10^{-5}	7.0×10^{-5}
20	1.0×10^{-4}	8.5×10^{-5}
25	1.2×10^{-4}	1.0×10^{-4}
30	1.5×10^{-4}	1.2×10^{-4}
35	2.0×10^{-4}	1.5×10^{-4}
40	2.5×10^{-4}	2.0×10^{-4}

Il faut se familiariser avec les mesures de son *propre* système, dans des conditions normales de fonctionnement et surveiller les *modifications* qui peuvent indiquer un problème de vide ou de débit gazeux. Les mesures varient normalement de 30% d'un MSD et contrôleur de jauge à l'autre.

4 Utilisation en mode ionisation chimique (CI)



5 Maintenance courante

- Avant de commencer 122
- Maintenance du système de vide 127
- Maintenance de l'analyseur 128
- Pour déposer la source EI 130
- Pour démonter la source EI standard ou inerte 133
- Pour démonter la source EI de l'extracteur 136
- Pour nettoyer la source EI 139
- Pour assembler une source EI standard ou inerte 144
- Pour assembler la source EI de l'extracteur 147
- Pour remplacer un filament dans une source EI 150
- Pour installer la source EI 152
- Pour remplacer l'avertisseur du multiplicateur d'électrons 153



Avant de commencer

L'utilisateur peut effectuer lui-même une grande partie de la maintenance du MSD. Pour sa sécurité, l'utilisateur doit lire attentivement et complètement cette introduction avant d'entreprendre quelque intervention que ce soit.

Tableau 21 Calendrier de maintenance

Tâche	Hebdomadaire	Semestrielle	Annuelle	Selon besoin
Réglage du MSD				X
Contrôle du niveau d'huile de pompe primaire	X			
Contrôle du ou des flacons de référence		X		
Remplacement de l'huile de pompe primaire *		X		
Remplacement de l'huile de pompe à diffusion			X	
Contrôle de la pompe primaire sèche				X
Changement du cône d'étanchéité de la pompe primaire sèche			X	
Changement du filtre d'évacuation de la pompe primaire				X
Changement du filtre d'évacuation de la pompe primaire				X
Nettoyage de la source				X
Contrôle du ou des pièges du gaz vecteur du CPG et du MSD				X
Remplacement des pièces usées				X
Lubrification de la plaque latérale et des joints toriques de la vanne de mise à l'air †				X
Remplacement de l'alimentation en gaz réactif CI				X
Remplacement des alimentations en gaz CPG				X

* Remplacement trimestriel pour les MSD avec CI/Ammoniac.

† Il ne faut pas lubrifier les joints sauf ceux de la plaque latérale et de la vanne de mise à l'air. La lubrification des autres joints pourrait empêcher un fonctionnement correct.

Maintenance planifiée

Les travaux d'entretien courant sont répertoriés dans le [Tableau 21](#). Le respect du calendrier d'entretien permet d'éviter certains problèmes de fonctionnement, d'allonger la durée de vie du système et d'en réduire le coût d'exploitation.

Conserver un journal des performances du système (rapports de réglage) et des travaux de maintenance exécutés. Cela facilite l'identification des comportements anormaux et la mise en place des actions correctives.

Outillage, pièces de rechange et fournitures

Certains des outils, des pièces détachées et des fournitures nécessaires sont inclus dans les kits d'entretien livrés avec le CPG, le MSD ou les outils du MSD. Les autres sont à la charge de l'utilisateur. Chaque procédure de maintenance comprend la liste des matériels nécessaires à cet effet.

Précautions avec les hautes tensions

Lorsque le MSD est raccordé au secteur, même avec l'interrupteur en position arrêt, les points suivants sont portés à des tensions potentiellement dangereuses (120 VCA ou 200/240 VCA) :

- câblage et fusibles entre le point d'entrée du cordon secteur et l'interrupteur de mise en marche

Lorsque l'interrupteur est en position de marche, il existe aussi des tensions dangereuses sur :

- les cartes électroniques,
- le transformateur torique,
- les fils reliant les cartes entre elles,
- fils de liaisons et câbles entre ces cartes et les connecteurs du panneau arrière du MSD,
- certains connecteurs du panneau arrière (par exemple, la prise femelle de branchement de la pompe primaire).

Normalement, toutes ces parties sont protégées par des capots. Avec les capots en place, il devrait être assez difficile d'entrer en contact accidentellement avec ces tensions dangereuses.

AVERTISSEMENT

Ne pas entreprendre de maintenance une fois le MSD en marche ni lorsque le cordon secteur est branché, sauf dans le cadre des instructions des procédures décrites dans ce chapitre.

Certaines des procédures décrites ici nécessitent d'accéder à l'intérieur du MSD avec l'interrupteur en position marche. Les capots de protection de l'électronique doivent rester en place car aucune de ces procédures ne nécessite de les retirer. Pour réduire les risques d'électrocution, suivre les procédures scrupuleusement.

Températures dangereuses

De nombreuses parties du MSD fonctionnent ou sont portées à des températures suffisamment hautes pour provoquer de graves brûlures. En voici une liste non exhaustive :

- Interface CPG/MSD
- Pièces de l'analyseur
- Pompes à vide

AVERTISSEMENT

Ne jamais toucher les pièces concernées lorsque le MSD est en marche. Une fois le MSD arrêté, attendre que les pièces refroidissent suffisamment longtemps pour pouvoir être manipulées.

AVERTISSEMENT

Le chauffage de l'interface CPG/MSD est alimenté par une zone chauffée du CPG. Le chauffage de l'interface peut être alimenté et atteindre une température dangereuse très élevée, même si le MSD est arrêté. L'interface CPG/MSD est bien isolée. Elle refroidit très lentement après avoir été coupée.

AVERTISSEMENT

En touchant la pompe primaire en fonctionnement, on risque de se brûler. Elle est équipée d'un capot de sécurité qui empêche de l'atteindre.

Les injecteurs et le four du CPG fonctionnent également à des températures très élevées. Agir avec la même circonspection avec ces organes. Pour plus d'informations, consulter la documentation fournie avec le CPG.

Résidus chimiques

Seule une petite partie de l'échantillon est ionisée dans la source. La plus grande partie de tous les échantillons traverse la source sans être ionisée. Ils sont évacués par le système de vide. En conséquence, ce qu'il reste du gaz vecteur et des échantillons se retrouve dans le conduit d'évacuation de la pompe primaire. Un brouillard d'huile de pompe primaire s'échappe également par son conduit d'évacuation.

Un piège à huile est fourni avec la pompe primaire standard. Ce piège récupère **uniquement** les gouttelettes d'huile en suspension. Il **ne peut pas** retenir les autres produits chimiques. Pour l'analyse de solvants et d'échantillons toxiques, il ne faut pas utiliser ce piège à huile. Pour toutes les pompes primaires, il faut installer un tuyau d'évacuation qui relie la pompe à l'extérieur directement ou via une hotte aspirante. Pour la pompe primaire standard, l'installation de ce tuyau nécessite de retirer le piège. Vérifier que l'installation est conforme à la réglementation locale sur la qualité de l'air.

AVERTISSEMENT

Le piège fourni avec la pompe primaire standard ne retient que l'huile de pompe primaire. Il ne piège ni ne filtre les produits chimiques toxiques. Pour l'analyse de solvants et d'échantillons toxiques, il faut retirer ce piège à huile. Ne pas utiliser ce piège avec un MSD fonctionnant en mode CI. Mettre un tuyau d'évacuation en place rejoignant l'extérieur ou une hotte aspirante.

Les fluides que contiennent la pompe à diffusion ou la pompe primaire standard concentrent également des traces des échantillons analysés. Tout fluide de pompe usagé doit être considéré comme potentiellement dangereux et manipulé en conséquence. Se débarrasser des fluides usagés dans le respect de la réglementation locale.

AVERTISSEMENT

Pour remplacer le fluide d'une pompe, mettre des gants résistant aux produits chimiques concernés et des lunettes de sécurité. Éviter d'entrer en contact direct avec le fluide.

Décharge électrostatique

Toutes les cartes électroniques du MSD contiennent des composants qui peuvent être endommagés par suite de décharges électrostatiques (ESD). Ne pas manipuler ni toucher les cartes sauf en cas de nécessité absolue. En outre, les fils, les câbles et autres points de contacts sont susceptibles de véhiculer les décharges électrostatiques jusqu'aux cartes auxquelles ils sont reliés. C'est particulièrement vrai des fils de contact du filtre de masse (quadripôle) qui peuvent conduire les décharges aux composants sensibles de la carte latérale. Les dégâts provoqués par l'ESD n'engendreront pas forcément une panne immédiate, mais une diminution graduelle des performances et de la stabilité du MSD.

Pour travailler sur ou à proximité de cartes électroniques sur des composants avec des fils, des contacts, des câbles reliés à des cartes, toujours porter un bracelet antistatique et prendre toute mesure préventive applicable. Le bracelet électrostatique devrait être relié à une bonne prise de terre. Si ce n'est pas possible, le relier à une partie conductrice (métallique) de l'ensemble sur lequel l'intervention a lieu et **non pas** à des composants électroniques, des fils ou des pistes imprimées nues, ni enfin des broches de connecteur.

Pour travailler sur des composants ou des sous-ensembles ayant été séparés du MSD, prendre des précautions spécifiques comme l'utilisation d'un tapis antistatique mis à la masse. L'analyseur lui-même est l'un de ces sous-ensembles.

ATTENTION

Pour être efficace, un bracelet antistatique doit être exactement ajusté (sans serrer). Un bracelet non ajusté ne fournit qu'une faible protection, voire aucune.

Les précautions ESD ne sont pas toujours 100% efficaces. Limiter au strict minimum les manipulations des cartes électroniques et toujours les prendre par les bords. Ne jamais toucher les composants, les pistes non protégées, ni les broches des connecteurs et des câbles.

Maintenance du système de vide

Entretien périodique

Comme stipulé précédemment, [Tableau 21](#) certaines tâches de maintenance du système de vide doivent être réalisées périodiquement. Parmi elles :

- le contrôle (hebdomadaire) du niveau d'huile de la pompe primaire,
- le contrôle (semestriel) du niveau du/des flacon(s) de composé de référence,
- le dégazage de la pompe primaire (quotidien avec l'utilisation d'ammoniac comme gaz de CI),
- le changement (semestriel, trimestriel avec l'utilisation d'ammoniac comme gaz de CI) de l'huile de pompe primaire,
- le serrage de contrôle des vis du carter à huile de pompe primaire (au premier remplacement suivant l'installation),
- le remplacement (annuel) du fluide de pompe à diffusion,
- le remplacement (annuel) des joints de la pompe de refoulement sèche

Le non-respect du calendrier d'entretien peut entraîner une diminution des performances de l'instrument. Cela peut également endommager l'instrument.

Autres procédures

Les tâches de maintenance comme le remplacement d'une jauge à vide primaire ou de la micro-jauge à ionisation sont effectuées uniquement en cas de besoin. Consulter le Manuel de maintenance préventive et corrective des MSD série 5977, intitulé *5977 Series MSD Troubleshooting and Maintenance*, ainsi que l'aide en ligne du logiciel d'acquisition de données MassHunter pour les symptômes indicatifs de la nécessité de telles maintenances.

Informations complémentaires disponibles

Pour plus d'informations sur l'architecture et le fonctionnement du système de vide et de ses composants, consulter le Manuel de maintenance préventive et corrective des MSD série 5977, intitulé « *5975 Series MSD Maintenance and Troubleshooting* ».

Des clips vidéo illustrant la plupart des procédures décrites dans ce chapitre sont disponibles sur les DVD Agilent intitulés « GC/GCMSD Hardware User Information & Instrument Utilities » et « 5977 Series MSD User Information ».

Maintenance de l'analyseur

Planification

Aucun composant de l'analyseur ne requiert d'entretien périodique. Certaines tâches sont toutefois indispensables lorsque le comportement du MSD les justifient. Ces tâches sont les suivantes :

- Nettoyage de la source
- Remplacement des filaments
- Remplacement de l'avertisseur du multiplicateur d'électrons

Le manuel de maintenance préventive et corrective fournit des informations sur les symptômes indicatifs de la nécessité de telle ou telle maintenance. Pour des informations détaillées, consulter les sections consacrées au dépannage dans l'aide en ligne du logiciel MassHunter.

Précautions à prendre

Propreté

Les composants doivent rester propres lors de l'entretien de l'analyseur. L'entretien de l'analyseur nécessite l'ouverture de l'enceinte et la dépose des pièces de l'analyseur. Lors des procédures de maintenance de l'analyseur, agir avec précaution pour éviter toute contamination de l'intérieur de l'enceinte de l'analyseur. Porter des gants propres lors de toute procédure de maintenance de l'analyseur. Une fois le nettoyage terminé, les pièces doivent être soigneusement étuvées avant d'être réinstallées. Une fois nettoyées, les pièces de l'analyseur doivent être placées sur un tissu propre et non pelucheux.

ATTENTION

Si elle n'est pas effectuée correctement, la maintenance de l'analyseur peut provoquer l'introduction de produits contaminants dans le MSD.

AVERTISSEMENT

L'analyseur fonctionne à haute température. Ne pas y toucher tant qu'il n'est pas certain qu'il a suffisamment refroidi.

Certaines pièces peuvent être endommagées par suite de décharges électrostatiques.

Les fils, câbles et autres points de contacts reliés aux pièces de l'analyseur sont susceptibles de véhiculer des décharges électrostatiques (ESD) jusqu'aux cartes auxquelles ils sont reliés. C'est particulièrement vrai en ce qui concerne les fils de contact du filtre de masse (quadripôle), qui peuvent véhiculer des décharges vers les composants sensibles de la carte latérale. Les dégâts provoqués par l'ESD n'engendreront pas forcément une panne immédiate, mais une diminution graduelle des performances et de la stabilité du MSD. Pour de plus amples informations, reportez-vous à la section [page 126](#).

ATTENTION

Toute décharge statique sur les composants de l'analyseur est transmise à la carte latérale où elle peut endommager des composants sensibles. Porter un bracelet antistatique mis à la terre (voir la section [page 126](#)) et prendre toutes les autres précautions anti-ESD **avant** d'ouvrir l'enceinte de l'analyseur.

Certaines pièces de l'analyseur ne peuvent pas être manipulées.

Le filtre de masse à quadripôle ne requiert pas d'entretien périodique. En règle générale, le filtre de masse ne doit jamais être manipulé. En cas de contamination extrême, il peut être nettoyé, mais cette tâche ne peut être effectuée que par un technicien qualifié du service de maintenance Agilent Technologies. L'isolant en céramique HED ne peut jamais être manipulé.

ATTENTION

La manipulation ou le nettoyage incorrect du filtre de masse peut l'endommager, ce qui peut entraîner de graves conséquences sur les performances de l'appareil. Ne touchez pas l'isolant en céramique HED.

Informations complémentaires disponibles

Pour plus d'informations sur les emplacements ou les fonctions des composants de l'analyseur, consulter le Manuel de maintenance préventive et corrective Agilent série 5977, intitulé *5977 Series MSD Maintenance and Troubleshooting*.

Un grand nombre de procédures de ce chapitre sont illustrées par des clips vidéo.

Pour déposer la source EI

Fournitures nécessaires

- Gants, propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Pince, long-bec (8710-1094)



Procédure

- 1 Mettre le MSD à l'air. Voir la section « Mise à la pression atmosphérique du MSD », page 76.
- 2 Ouvrir l'enceinte de l'analyseur. Voir la section « Ouverture de l'enceinte de l'analyseur », page 78.

Ne pas oublier de porter le bracelet antistatique ni de prendre les précautions anti-ESD recommandées avant de toucher les composants de l'analyseur.

- 3 Si vous utilisez une source EI standard, débranchez les septfils de la source. Ne pas plier les fils plus que nécessaire (Figure 14, page 132 et Tableau 22).

Tableau 22 Fils de connexion standard de la source EI

Couleur de fil	Connecté à	Nombre de conducteurs
Bleu	Lentille d'entrée	1
Orange	Lentille de focalisation des ions	1
Blanc	Filament 1 (filament de dessus)	2
Rouge	Repoussoir	1
Noir	Filament 2 (filament de dessous)	2

ATTENTION

Tirer sur les connecteurs et non sur les fils.

- 4 Si vous utilisez une source EI d'un extracteur, débranchez les huit fils de la source. Ne pas plier les fils plus que nécessaire (Figure 14, page 132 et Tableau 23).

Tableau 23 Fils de connexion standard de la source EI

Couleur de fil	Connecté à	Nombre de conducteurs
Bleu	Lentille d'entrée	1
Orange	Lentille de focalisation des ions	1
Blanc	Filament 1 (filament de dessus)	2
Rouge	Repoussoir	1
Noir	Filament 2 (filament de dessous)	2
Marron	Lentille d'extracteur	1

- 5 Suivre le trajet des fils du chauffage de la source et de la sonde de température jusqu'à la carte des traversées électriques. Les débrancher à cet endroit.
- 6 Déposer les vis moletées de fixation de la source.
- 7 Sortir la source du radiateur.

AVERTISSEMENT

L'analyseur fonctionne à haute température. Ne pas y toucher tant qu'il n'est pas certain qu'il a suffisamment refroidi.

5 Maintenance courante

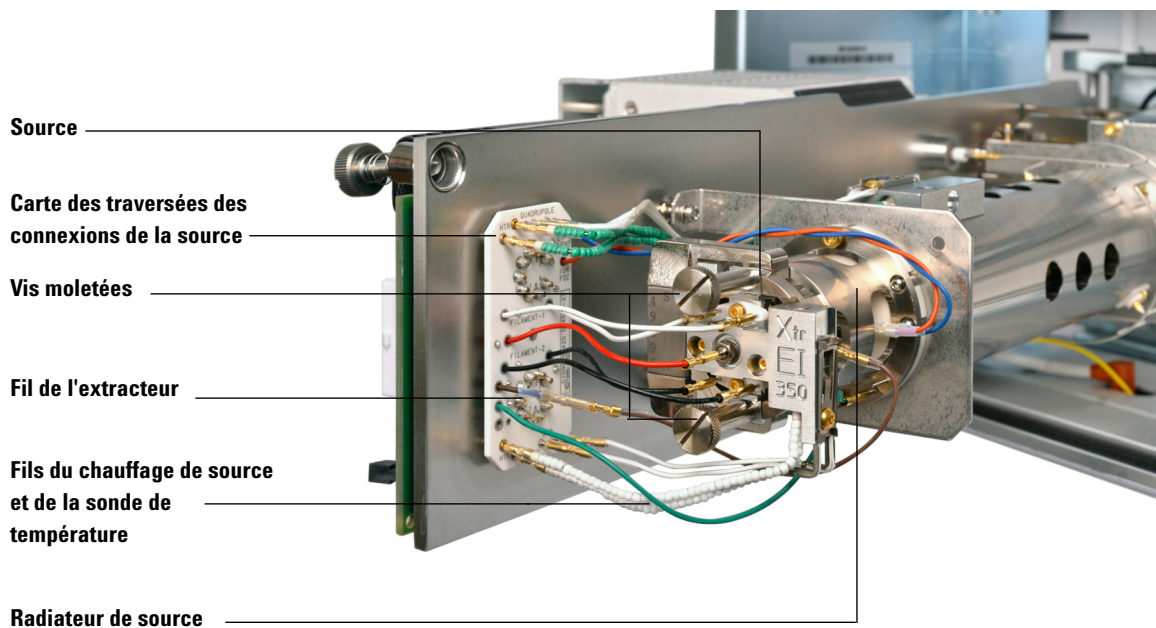


Figure 14 Dépose de la source EI.

Pour démonter la source EI standard ou inerte

Fournitures nécessaires

- Gants, propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Tournevis à six pans, 1,5 mm (8710-1570)
- Tournevis à six pans, 2,0 mm (8710-1804)
- Clé à fourche, 10 mm (8710-2353)

Procédure



- 1 Dépôt de la source ionique. Voir la section « Pour déposer la source EI », page 130.
- 2 Retirer les deux vis dorées des filaments, puis retirer les filaments de la source. Voir la section [Figure 15](#), page 134.
- 3 Serrer les deux vis dorées plates du bloc de chauffage de la source et séparer le repoussoir du corps de la source. Le repoussoir est constitué du bloc de chauffage de la source, du corps du repoussoir et des pièces connexes.
- 4 Retirer l'écrou et les rondelles du repoussoir, puis déposer le repoussoir du bloc de chauffage de la source.
- 5 Retirer les isolants du repoussoir, puis retirer la cartouche du bloc repoussoir du bloc de chauffage de la source
- 6 Dévisser les vis plates dorées situées sur la partie latérale du corps de la source.
- 7 Appuyer sur la plaque-tiroir pour déposer la lentille d'entrée, la lentille de focalisation des ions, le cylindre modulable et la plaque modulable situés à l'autre extrémité du corps de la source.
- 8 Dévisser la prise interface. Une clé plate de 10 mm est adaptée aux parties plates de la prise interface.
- 9 Retirer la lentille à l'entrée et la lentille de focalisation des ions de l'isolant de lentille.

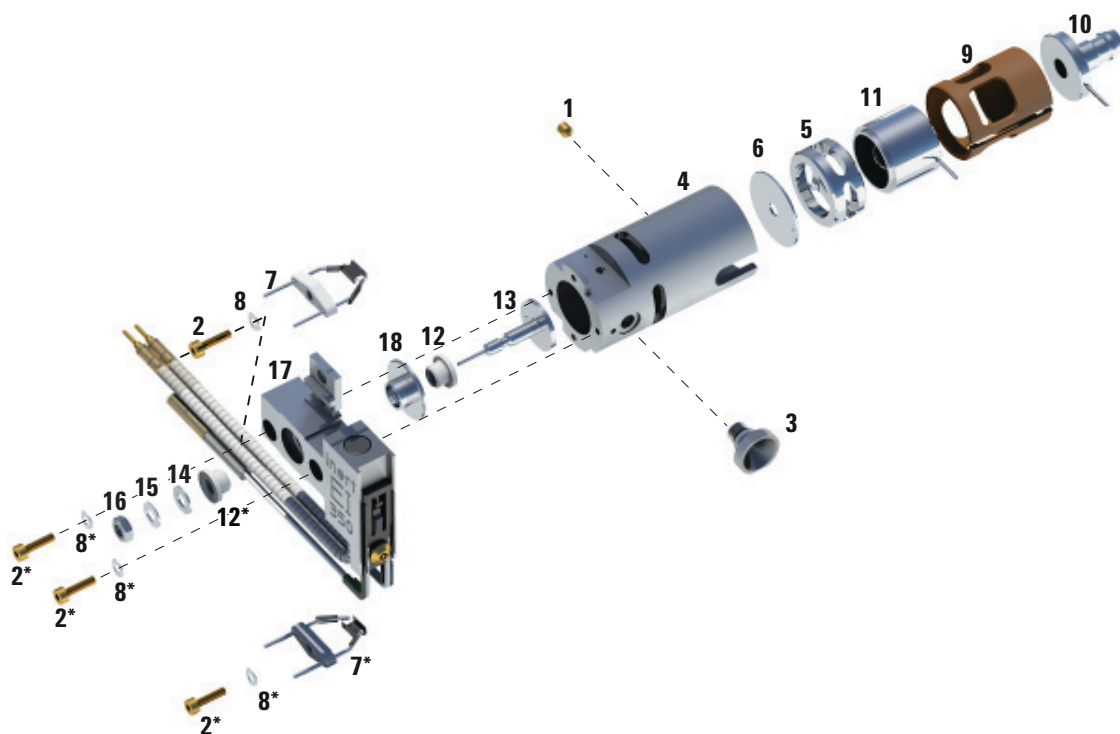


Figure 15 Démontage de la source EI standard ou inerte

Tableau 24 Liste des pièces de la source EI standard ou inerte (Figure 15)

Référence de l'article	Description de l'article
1	Vis plates dorées
2	Vis plates dorée
3	Prise d'interface
4	Corps de la source
5	Cylindre modulable

Tableau 24 Liste des pièces de la source EI standard ou inerte (Figure 15) (suite)


Référence de l'article	Description de l'article
6	Plaque-tiroir
7	Filament (4 tours)
8	Rondelle ressort
9	Isolant de lentille
10	Lentille d'entrée
11	Lentille de focalisation des ions
12	Isolant de repoussoir
13	Repoussoir
14	Rondelle plate
15	Rondelle ressort belleville
16	Écrou de repoussoir
17	Bloc de chauffage de la source
18	Cartouche de bloc repoussoir

Pour démonter la source EI de l'extracteur

Fournitures nécessaires

- Gants, propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Tournevis à six pans, 1,5 mm (8710-1570)
- Tournevis à six pans, 2,0 mm (8710-1804)
- Clé à fourche, 10 mm (8710-2353)

Procédure

- 1 Déposer la source ionique. Voir la section Cf. « Pour déposer la source EI », page 130.
- 2 Déposer les filaments en retirant les deux vis plates dorées, puis en séparant les filaments de la source. Voir la section [Figure 16](#), page 137.
- 3  Serrer les deux vis dorées plates du bloc de chauffage de la source et séparer le repoussoir du corps de la source. Le repoussoir est constitué du bloc de chauffage de la source, du corps du repoussoir et des pièces connexes.
- 4 Dévisser les vis plates dorées situées sur la partie latérale du corps de la source.
- 5 Appuyer sur la lentille d'entrée et la lentille de focalisation des ions pour les retirer du corps de la source.
- 6 Démonter la lentille de l'extracteur et l'isolant.
- 7 Séparer la lentille d'entrée et la lentille de focalisation des ions de l'isolant de lentille.
- 8 Démonter l'écrou du repoussoir, les rondelles et les isolants du bloc de chauffage de la source, puis démonter le repoussoir.

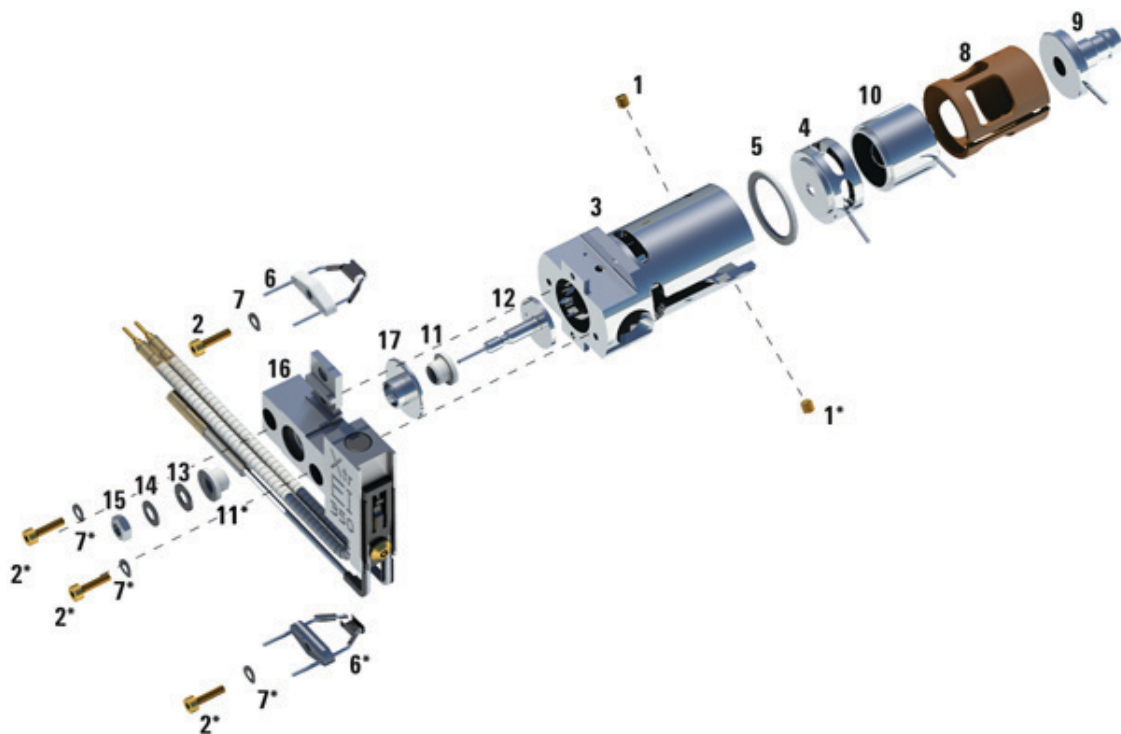


Figure 16 Démontage de la source EI de l'extracteur.

Tableau 25 Liste des pièces de la source de l'extracteur [Figure 16](#)

Référence de l'article	Description de l'article
1	Vis de fixation
2	Vis
3	Corps de la source
4	Lentille d'extracteur
5	Isolant de lentille d'extracteur

Tableau 25 Liste des pièces de la source de l'extracteur [Figure 16](#) (suite)

Référence de l'article	Description de l'article
6	Filaments
7	Rondelle ressort
8	Isolant de lentille
9	Lentille d'entrée
10	Lentille de focalisation des ions
11	Isolant du repoussoir
12	Repoussoir
13	Rondelle plate
14	Rondelle ressort Belleville
15	Écrou de repoussoir
16	Bloc de chauffage de la source
17	Isolant

Pour nettoyer la source EI

Fournitures nécessaires

- Papier de verre (5061-5896)
- Poudre d'alumine abrasive (8660-0791)
- Feuille d'aluminium, nettoyage
- Tissus, nettoyage (05980-60051)
- Écouvillons en coton (5080-5400)
- Béchers de verre, 500 ml
- Gants, propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Solvants
 - Acétone, qualité réactive
 - Méthanol, qualité réactive
 - Chlorure de méthylène, qualité réactive
- Bain ultrasonique

Préparation

1 Démontez la source ionique. Voir la section « Pour démonter la source EI standard ou inerte », page 133 ou « Pour démonter la source EI de l'extracteur », page 136.



2 Rassemblez les pièces suivantes d'une source EI standard ou inerte pour les nettoyer : (Figure 17, page 141)

- Repoussoir
- Prise d'interface
- Corps de la source
- Plaque-tiroir
- Cylindre modulable
- Lentille de focalisation des ions
- Lentille d'entrée

3 Rassembler les pièces suivantes de la source EI d'un extracteur :
(Figure 17, page 141)

- Repoussoir
- Isolant
- Corps de la source
- Lentille d'extracteur
- Lentille de focalisation des ions
- Lentille d'entrée

Il s'agit des pièces en contact avec l'échantillon ou le faisceau d'ions.
En principe, les autres pièces ne requièrent pas de nettoyage.

ATTENTION

Si les isolants sont sales, les nettoyer avec un coton-tige imbibé de méthanol de qualité réactive. Si cela ne suffit pas à nettoyer les isolants, il convient de les remplacer. Ne nettoyez pas les isolants à l'aide de produits abrasifs ni d'ultrasons.

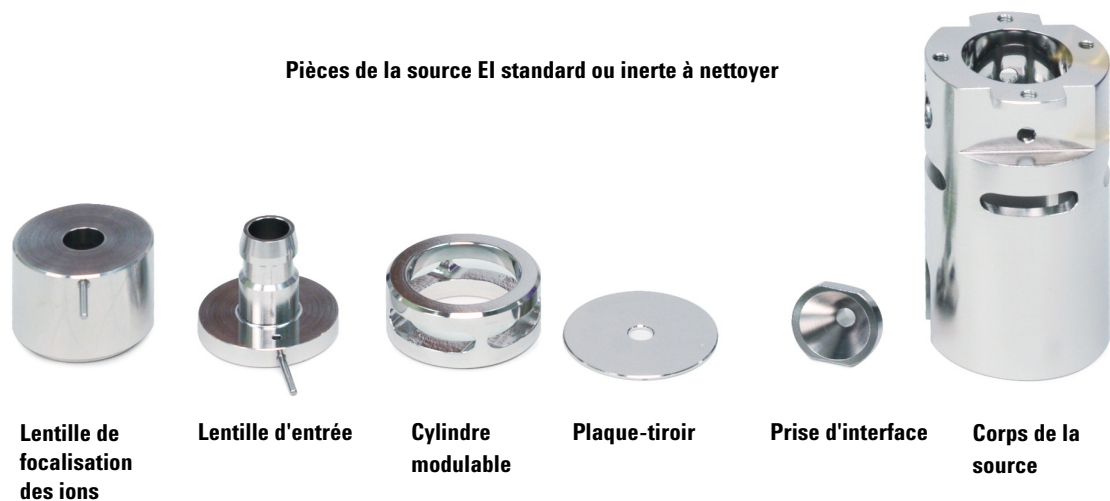


Figure 17 Pièces de la source à nettoyer

Procédure

ATTENTION

Ni les filaments, ni le chauffage de la source, ni les isolants ne peuvent être nettoyés à l'aide d'ultrasons. Remplacer ces composants en cas de contamination importante.

- 1 En cas de contamination extrême, telle qu'un reflux d'huile dans l'analyseur, envisagez sérieusement de remplacer les pièces contaminées.
- 2 Nettoyer, à l'aide de produits abrasifs, les surfaces en contact avec l'échantillon ou le faisceau d'ions.

Utiliser une pâte abrasive de poudre d'alumine et un coton-tige imbibé de méthanol de qualité réactive. Frotter suffisamment fort pour éliminer toute trace de décoloration. Le polissage des pièces n'est pas nécessaire, car les rayures mineures ne risquent pas d'altérer les performances. Procéder également au nettoyage abrasif des décolorations aux endroits de pénétration des filaments dans le corps de la source.

- 3 Rincer ensuite tous les résidus abrasifs avec du méthanol de qualité réactive.

Vérifier si **tous** les résidus abrasifs ont été correctement rincés **avant de procéder** au nettoyage par ultrasons. Si le méthanol devient trouble ou contient des particules visibles, procéder à nouveau à un triple rinçage.

- 4 Séparer les pièces ayant fait l'objet d'un nettoyage abrasif des autres pièces.
- 5 Nettoyer les pièces aux ultrasons (chaque groupe séparément) pendant 15 minutes. Les pièces particulièrement sales doivent être nettoyées à l'aide de trois solvants, dans l'ordre indiqué, en procédant à un nettoyage de 15 minutes avec chacun des trois solvants suivants :
 - Chlorure de méthylène (qualité réactive)
 - Acétone (qualité réactive)
 - Méthanol (qualité réactive)

Pour les nettoyages de routine, le méthanol est suffisant.

AVERTISSEMENT

Tous ces solvants sont dangereux. Travailler sous une hotte aspirante et prendre toutes les précautions nécessaires.

- 6 Poser les pièces sur un becher propre. **Couvrir** le becher, sans le serrer, d'une feuille d'aluminium (côté mat vers le bas).
- 7 Sécher les pièces nettoyées dans un four à 100 °C pendant 5 à 6 minutes.

AVERTISSEMENT

Laisser refroidir les pièces avant de les manipuler.

REMARQUE

Veiller à ne pas recontaminer les pièces nettoyées et séchées. Enfiler des gants neufs et propres avant de manipuler les pièces. Ne pas déposer les pièces nettoyées sur une surface sale. Ne les déposer que sur des tissus propres et non pelucheux.

Pour assembler une source EI standard ou inerte

Fournitures nécessaires

- Gants, propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Tournevis à six pans, 1,5 mm (8710-1570)
- Tournevis à six pans, 2,0 mm (8710-1804)
- Clé à fourche, 10 mm (8710-2353)

Procédure



- 1 Assembler le bloc repoussoir.
 - a Installer la cartouche du bloc repoussoir dans le bloc de chauffage de la source. Voir la section [Figure 18](#), page 145.
 - b Installer les isolants du repoussoir dans le bloc de chauffage de la source et dans la cartouche du bloc repoussoir.
 - c Installer le repoussoir avec les isolants du repoussoir, puis fixer, d'abord la rondelle plate, puis la rondelle ressort belleville, dans l'extrémité de la tige du repoussoir et sécuriser la fixation en serrant l'écrou du repoussoir.
- 2 Insérer la plaque modulaire et le cylindre modulaire dans le corps de la source. Cf. [Figure 18](#), page 145.
- 3 Assembler la lentille de focalisation des ions, la lentille d'entrée et les isolants de lentille.
- 4 Faire coulisser ces pièces assemblées dans le corps de la source.
- 5 Installer les vis qui maintiennent les lentilles en place.

ATTENTION

Éviter de serrer exagérément l'écrou du repoussoir, car les isolants en céramique du repoussoir risqueraient de casser lors du chauffage de la source. L'écrou doit être serré à la main.

- 6 Brancher la prise de l'interface.

- 7 Fixer le bloc repoussoir au corps de la source à l'aide des deux vis plates dorées et des rondelles ressort.
- 8 Fixer les filaments à l'aide des deux vis plates dorées et des rondelles ressort.

ATTENTION

Ne serrez pas la prise d'interface trop fort. Un serrage exagéré risquerait d'endommager les filets.

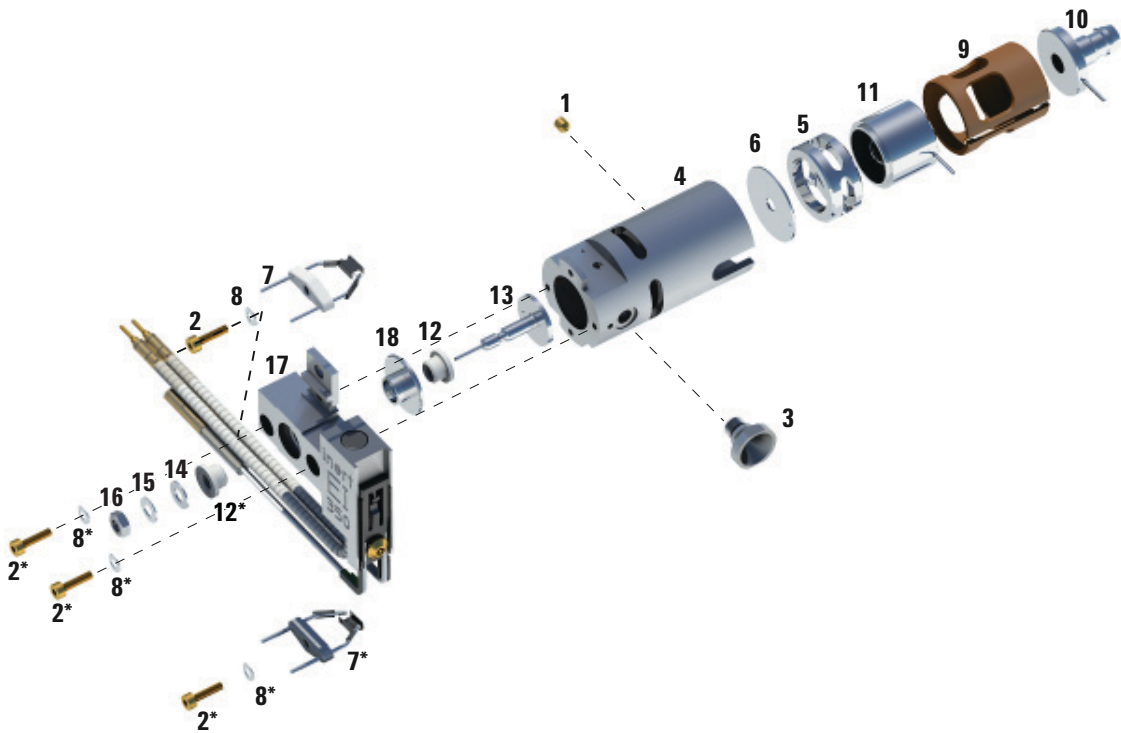


Figure 18 Assemblage de la source EI standard ou inerte

Tableau 26 Liste des pièces de la source EI standard ou inerte (Figure 18)

Référence de l'article	Description de l'article
1	Vis de fixation
2	Vis de fixation
3	Prise d'interface
4	Corps de la source
5	Cylindre modulable
6	Plaque-tiroir
7	Filament (4 tours)
8	Rondelle ressort
9	Isolant de lentille
10	Lentille d'entrée
11	Lentille de focalisation des ions
12	Isolant du repoussoir
13	Repoussoir
14	Rondelle ressort Belleville
15	Rondelle plate
16	Écrou de repoussoir
17	Bloc de chauffage de la source
18	Cartouche du bloc repoussoir

Pour assembler la source EI de l'extracteur

Fournitures nécessaires

- Gants, propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Tournevis à six pans, 1.5 mm (8710-1570)
- Tournevis à six pans, 2.0 mm (8710-1804)
- Clé à fourche, 10 mm (8710-2353)

Procédure



- 1 Faire glisser la rondelle en céramique dans le corps de la source.
- 2 Insérer la lentille de l'extracteur dans le corps de la source, en commençant par le côté plat (Figure 19).
- 3 Insérez la lentille d'entrée et la lentille de focalisation des ions dans l'isolant dans l'ordre indiqué (Figure 19).
- 4 Faire glisser l'isolant contenant la lentille de focalisation des ions et la lentille d'entrée dans le corps de la source, en plaçant la lentille de focalisation des ions contre la lentille de l'extracteur (Figure 19).
- 5 Serrer les deux vis plates dorées de fixation des lentilles.
- 6 Assembler le bloc repoussoir.
 - a Installer la cartouche du bloc repoussoir dans le bloc de chauffage de la source. Voir la section Figure 18, page 145.
 - b Installer les isolants du repoussoir dans le bloc de chauffage de la source et dans la cartouche du bloc repoussoir.
 - c Installer le repoussoir avec les isolants du repoussoir, puis fixer, d'abord la rondelle plate, puis la rondelle ressort belleville dans l'extrémité de la tige du repoussoir et sécuriser la fixation en serrant l'écrou du repoussoir.

ATTENTION

Éviter de serrer exagérément l'écrou du repoussoir, car les isolants en céramique du repoussoir risqueraient de casser lors du chauffage de la source. L'écrou doit être serré à la main.

5 Maintenance courante

- 7 Fixer le bloc repoussoir au corps de la source à l'aide des deux vis plates dorées et des rondelles ressort.
- 8 Fixer les filaments à l'aide des deux vis plates dorées et des rondelles ressort.

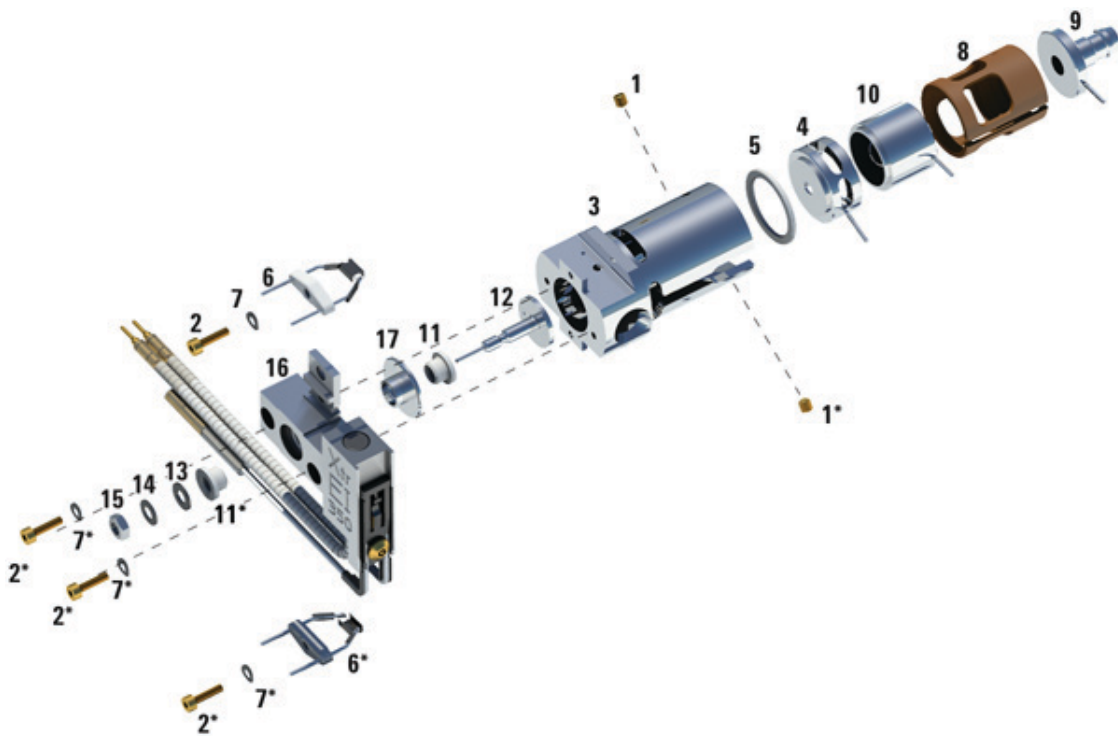


Figure 19 Assemblage de la source EI de l'extracteur

Tableau 27 Liste des pièces de la source [Figure 19](#)

Référence de l'article	Description de l'article
1	Vis de fixation
2	Vis
3	Corps de la source
4	Lentille d'extracteur
5	Isolant de lentille d'extracteur
6	Filaments
7	Rondelle ressort
8	Isolant de lentille
9	Lentille d'entrée
10	Lentille de focalisation des ions
11	Isolant du repoussoir
12	Repoussoir
13	Rondelle plate
14	Rondelle ressort Belleville
15	Écrou de repoussoir
16	Bloc de chauffage de la source
17	Cartouche du bloc repoussoir

Pour remplacer un filament dans une source EI

Fournitures nécessaires

- Ensemble de filaments (G2590-60053)
- Gants, propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Tournevis à six pans, 1,5 mm (8710-1570)

Procédure

- 1 Mettre le MSD à l'air. Cf. « [Mise à l'air du MSD](#) », page 55.

AVERTISSEMENT

L'analyseur fonctionne à haute température. Ne pas y toucher tant qu'il n'est pas certain qu'il a suffisamment refroidi.

- 2 Ouvrir l'enceinte de l'analyseur. Cf. « [Ouverture de l'enceinte de l'analyseur](#) », page 78.
- 3 Dépot de la source ionique. Cf. « [Pour déposer la source EI](#) », page 130.
- 4 Dévisser la vis plate dorée et la rondelle du ou des filaments.

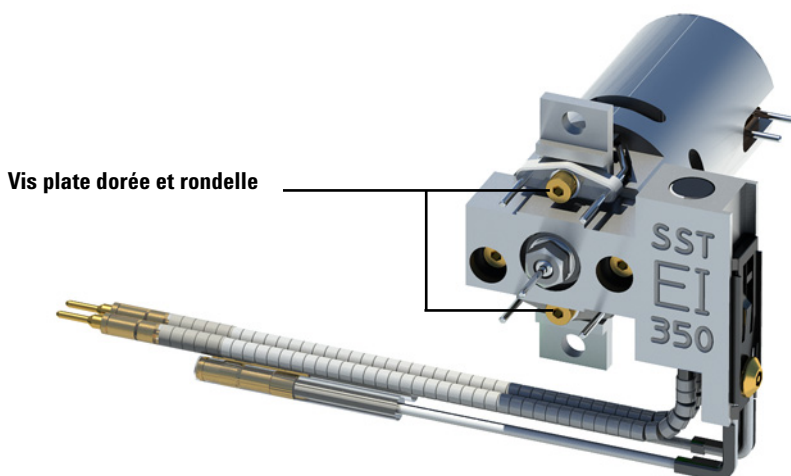


Figure 20 Remplacement du filament

- 5 Sécuriser le ou les nouveaux filaments avec la vis plate dorée et la rondelle.
- 6 Après l'installation du filament, vérifier qu'il ne repose pas sur le corps de la source.
- 7 Installer la source ionique. Voir la section « [Pour installer la source EI](#) », page 152.
- 8 Refermer l'enceinte de l'analyseur. Voir la section « [Pour fermer l'enceinte de l'analyseur](#) », page 81.
- 9 Évacuer le MSD. Voir la section « [Pour mettre le MSD sous vide en mode EI](#) », page 85.
- 10 Définir le réglage automatique du MSD. Voir la section « [Pour régler le MSD en mode EI](#) », page 69.
- 11 Dans la boîte de dialogue de réglage manuel « Manual Tune », le paramètre **Filament** permet de saisir les chiffres **1** ou **2** pour définir le nombre de filaments. Quel que soit le nombre de filaments impliqués dans le réglage automatique précédent, saisir l'autre nombre de filaments.
- 12 Redéfinir le réglage automatique du MSD.
- 13 Saisir le nombre de filaments donnant le meilleur résultat.

Si vous décidez d'utiliser le premier nombre de filaments, relancer le réglage automatique pour s'assurer que les paramètres de réglage sont compatibles avec le filament.

- 14 Dans le menu **File**, sélectionner **Save Tune Parameters** pour enregistrer les paramètres de réglage.

Pour installer la source EI

Fournitures nécessaires

- Gants, propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Pince, long-bec (8710-1094)

Procédure



- 1 Glisser la source dans le radiateur.

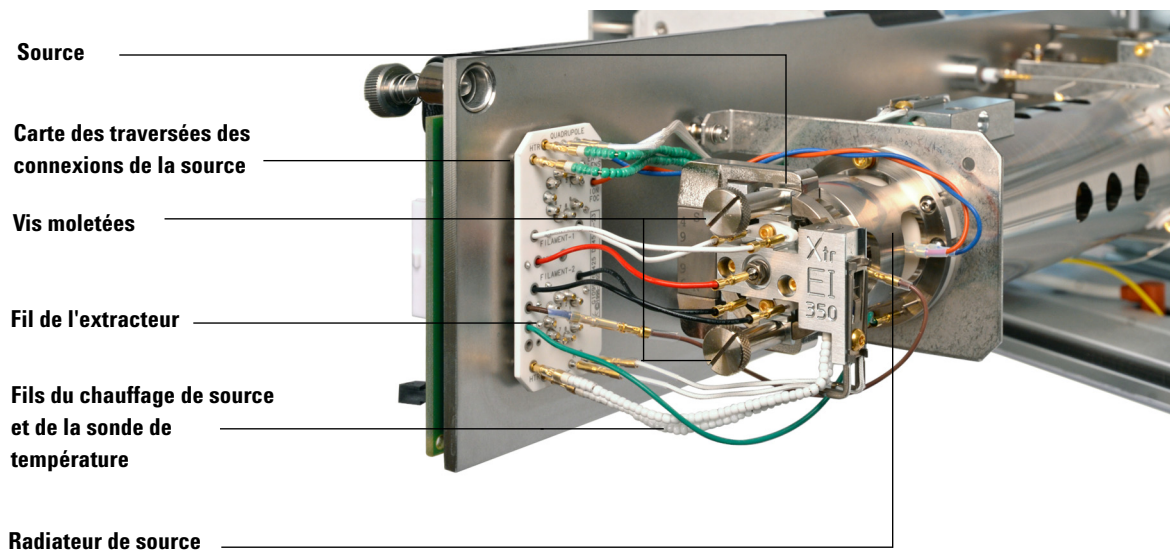


Figure 21 Installation de la source EI

- 2 Remettre les vis moletées en place et les serrer à la main. Ne pas serrer les vis moletées trop fort.
- 3 Rebrancher les fils de la source comme illustré à la section [Figure 8](#), page 83.
- 4 Refermer l'enceinte de l'analyseur. Voir la section « [Pour fermer l'enceinte de l'analyseur](#) », page 81.

Pour remplacer l'avertisseur du multiplicateur d'électrons

Fournitures nécessaires

- Avertisseur du multiplicateur d'électrons (G3170-80103)
- Gants, propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)

Procédure



- 1 Mettre le MSD à l'air. Cf. « Mise à la pression atmosphérique du MSD », page 76.
- 2 Ouvrir l'enceinte de l'analyseur. Voir la section « Ouverture de l'enceinte de l'analyseur », page 78.
- 3 Ouvrir la rondelle de fixation. Soulever le bras de l'attache vers le haut, puis éloignez l'attache de l'avertisseur du multiplicateur d'électrons.

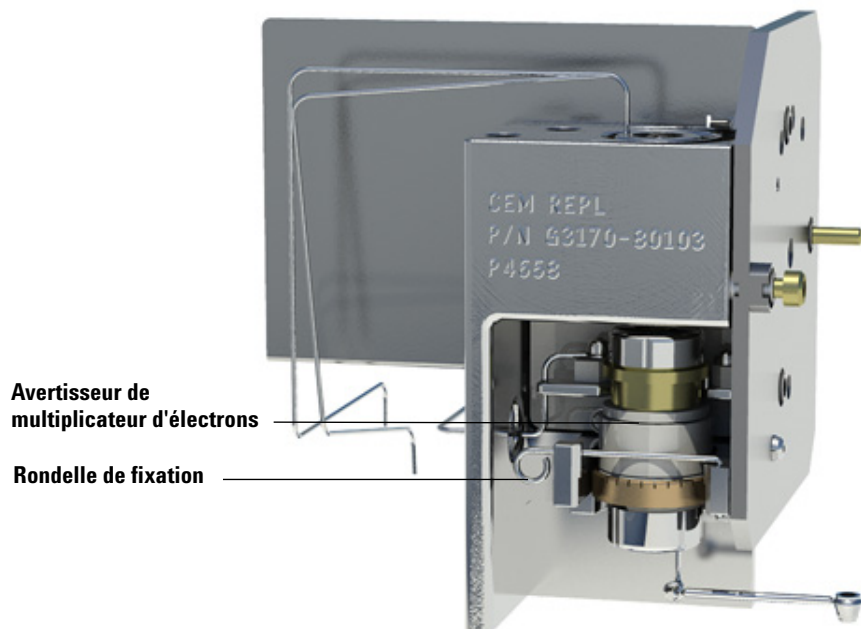


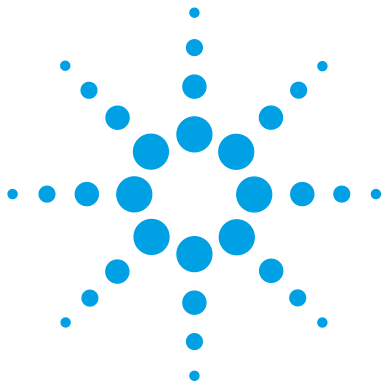
Figure 22 Avertisseur de multiplicateur d'électrons

5 Maintenance courante

- 4 Déposer l'avertisseur du multiplicateur d'électrons.
- 5 Installer le nouvel avertisseur du multiplicateur d'électrons.
- 6 Fermer la rondelle de fixation.

La broche de signal de l'avertisseur doit rester **à l'extérieur** de la boucle dans la bande de frottement. **Ne pas** placer la broche de signal à l'intérieur de la boucle dans la bande de frottement. Une installation incorrecte peut réduire la sensibilité ou arrêter le signal.

- 7 Refermer l'enceinte de l'analyseur. Voir la section « [Pour fermer l'enceinte de l'analyseur](#) », page 81.
- 8 Évacuer le MSD. Voir la section « [Pour mettre le MSD sous vide en mode EI](#) », page 85.



6 Maintenance CI

- Informations générales 156
- Pour configurer le MSD pour un fonctionnement en mode CI 156
- Pour installer le cône d'étanchéité de l'interface CI/Xtr 157
- Pour déposer la source CI 159
- Pour démonter la source CI 161
- Pour nettoyer la source CI 164
- Pour assembler la source CI 166
- Pour installer la source CI 169
- Pour remplacer un filament dans une source CI 170

Le présent chapitre décrit les procédures de maintenance ainsi que les besoins spécifiques des MSD série 5977 équipés pour l'ionisation chimique (CI).



Informations générales

Nettoyage de la source d'ions

L'effet principal du fonctionnement du MSD en mode CI est la nécessité d'effectuer plus fréquemment le nettoyage de la source. Lorsqu'elle fonctionne en mode CI, la chambre d'ionisation de la source est soumise à une contamination plus rapide qu'en mode EI, en raison de la pression plus élevée nécessaire pour l'ionisation chimique.

AVERTISSEMENT

Effectuer toutes les procédures de maintenance nécessitant des solvants dangereux sous une hotte aspirante. Veiller à utiliser le MSD dans une pièce bien ventilée.

Ammoniac

L'ammoniac utilisé comme gaz réactif augmente la fréquence d'entretien de la pompe primaire. L'ammoniac attaque l'huile de la pompe primaire qui se dégrade plus rapidement. C'est pourquoi l'huile de la pompe primaire standard doit être contrôlée et remplacée plus fréquemment.

Il faut toujours purger le MSD avec du méthane après avoir utilisé l'ammoniac.

S'assurer que la bouteille d'ammoniac est toujours placée verticalement. Si ce n'est pas le cas, de l'ammoniac liquéfié pourrait pénétrer dans le module de régulation des gaz.

Pour configurer le MSD pour un fonctionnement en mode CI

La configuration de l'appareil pour le fonctionnement en CI demande une attention particulière pour éviter les contaminations et les fuites d'air.

Instructions générales

- Avant la mise à l'air du système CPG/MSD en mode EI, vérifier qu'il fonctionne correctement. Voir la section « [Pour vérifier les performances du système](#) », page 71.
- S'assurer que les lignes d'alimentation en gaz réactif sont équipées d'un purificateur de gaz (excepté pour l'ammoniac).
- Utiliser des gaz réactifs de très grande pureté ; 99,99% ou mieux pour le méthane et la pureté la plus élevée possible pour les autres gaz réactifs.

Pour installer le cône d'étanchéité de l'interface CI/Xtr

Fournitures nécessaires

- Cône d'étanchéité de l'interface (G1999-60412)

Pour pouvoir fonctionner en mode CI, le cône d'étanchéité de l'interface doit être en place.

ATTENTION

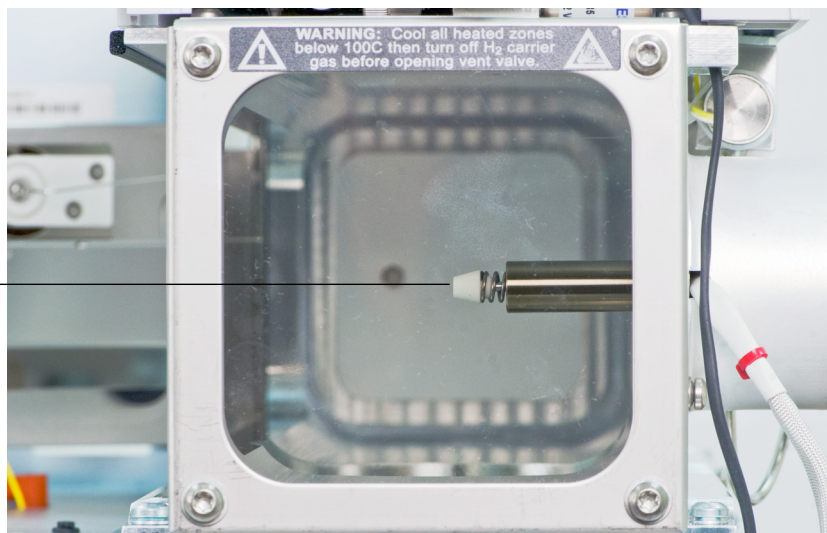
Toute décharge statique sur les composants de l'analyseur est transmise à la carte latérale où elle peut endommager des composants sensibles. Porter un bracelet antistatique mis à la terre et prendre toutes les autres précautions anti-ESD **avant** d'ouvrir l'enceinte de l'analyseur.

Procédure



- 1 Vérifier la mise en place de la source CI ou EI Etr. Le cône d'étanchéité ne peut pas être installé en présence d'une source SST EI standard ou d'une source EI inerte installée.
- 2 Sortir le cône d'étanchéité CI/Xtr de la boîte de stockage de la source et le placer sur l'extrémité de l'interface.

Cône d'étanchéité CI/Xtr



3 **Contrôler** avec soin l'alignement entre l'analyseur et l'interface.

Lorsque l'analyseur est aligné correctement, il est possible de le refermer entièrement sans aucune résistance hormis la mise en tension du ressort d'appui du cône d'étanchéité de l'interface.

ATTENTION

Forcer l'analyseur à se fermer avec un alignement défectueux endommagera le cône d'étanchéité ou l'interface ou bien la source, ou encore cela empêchera une bonne étanchéité de la plaque latérale.

4 Il est possible d'aligner l'analyseur et l'interface en faisant osciller la plaque sur ses charnières. En cas d'impossibilité de fermer correctement l'analyseur, prendre contact avec un représentant du service après-vente Agilent Technologies.

Pour déposer la source CI

Fournitures nécessaires

- Gants, propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Pince, long-bec (8710-1094)

Procédure



- 1 Mettre le MSD à l'air. Voir la section « Mise à la pression atmosphérique du MSD », page 76.
- 2 Ouvrir l'enceinte de l'analyseur. Voir la section « Ouverture de l'enceinte de l'analyseur », page 78.

Ne pas oublier de porter le bracelet antistatique ni de prendre les précautions anti-ESD recommandées avant de toucher les composants de l'analyseur.

- 3 Débrancher les 7 fils de la source. Utiliser les pinces pour retirer les connecteurs métalliques de la source. Ne pas plier les fils plus que nécessaire. Voir la section [Tableau 28](#) pour accéder aux codes de couleur des fils,

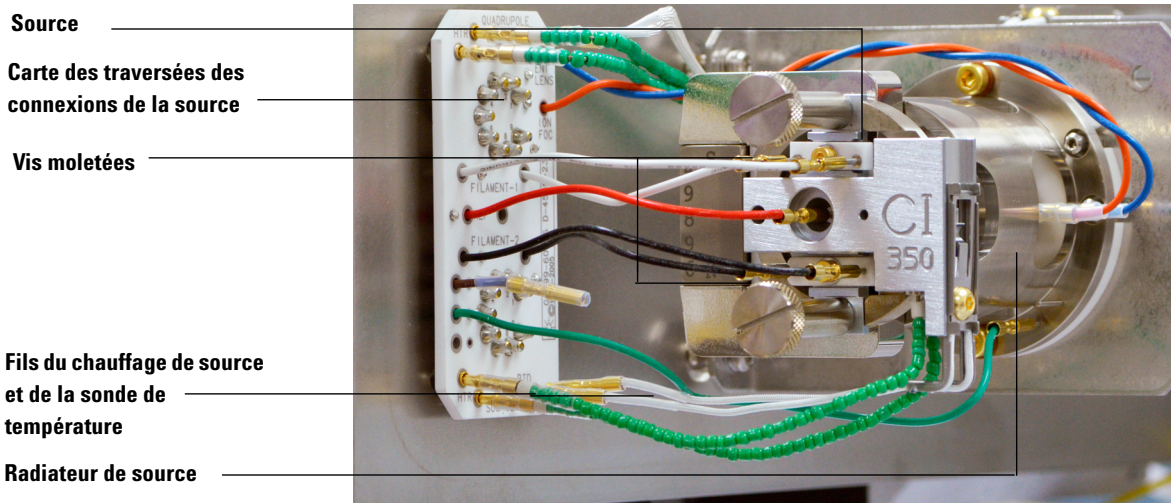


Tableau 28 Fils de connexion standard de la source CI

Couleur de fil	Connecté à	Nombre de conducteurs
Bleu	Lentille d'entrée	1
Orange	Lentille de focalisation des ions	1
Blanc	Filament 1 (filament de dessus)	2
Rouge	Repoussoir	1
Noir	Filament 2 (filament de dessous)	2

- 4 Suivre le trajet des fils du chauffage de la source et de la sonde de température jusqu'à la carte des traversées électriques. Utiliser les pinces pour déposer les connecteurs métalliques afin de retirer ces quatre fils de la carte des traversées électriques.

ATTENTION

Tirer sur les connecteurs et non sur les fils.

- 5 Déposer les vis moletées de fixation de la source.
- 6 Sortir la source du radiateur.

AVERTISSEMENT

L'analyseur fonctionne à haute température. Ne pas y toucher sans être certain qu'il a suffisamment refroidi.

Pour démonter la source CI

Fournitures nécessaires

- Gants, propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Tournevis à six pans, 1,5 mm (8710-1570)
- Tournevis à six pans, 2,0 mm (8710-1804)
- Clé à fourche, 10 mm (8710-2353)

Procédure



- 1 Déposer la source ionique. Voir la section « Pour déposer la source CI », page 159.
- 2 Retirer les filaments. Voir la section [Figure 23](#), page 162
- 3 Séparer le bloc repoussoir du corps de la source. Le repoussoir est constitué du bloc de chauffage de la source, du corps du repoussoir et des pièces connexes.
- 4 Retirer le repoussoir et l'isolant en céramique, puis les séparer.
- 5 Dévisser les vis des lentilles.
- 6 Sortir le jeu de lentilles de la source.
- 7 Retirer la plaque-tiroir et le cylindre modulable du corps de la source.
- 8 Séparer la lentille de focalisation des ions, la lentille d'entrée et l'isolant.

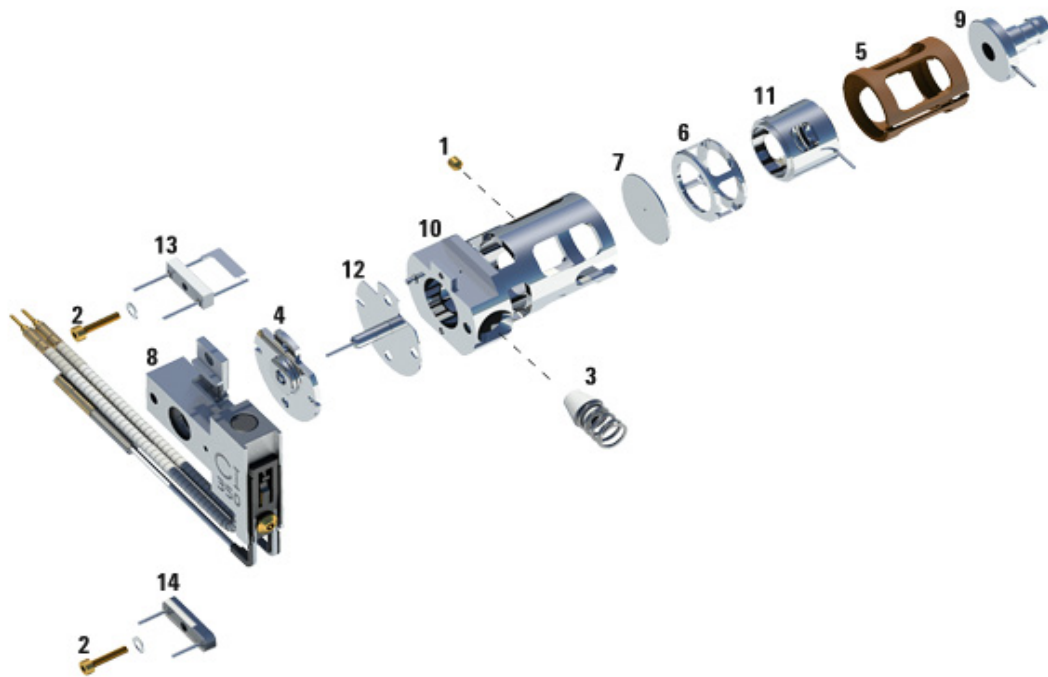


Figure 23 Démontage de la source CI

Tableau 29 Liste des pièces de la source CI (Figure 23)

Référence de l'article	Description de l'article
1	Vis de fixation
2	Vis de filament
3	Cône d'étanchéité de l'interface CI
4	Isolant de repoussoir CI
5	Isolant de lentille CI
6	Cylindre modulable CI

Tableau 29 Liste des pièces de la source CI (Figure 23)

Référence de l'article	Description de l'article
7	Plaque-tiroir CI
8	Bloc de chauffage de la source CI
9	Lentille d'entrée
10	Corps de la source CI
11	Lentille de focalisation des ions CI
12	Repoussoir CI
13	Filament CI
14	Filament factice

Pour nettoyer la source CI

Fournitures nécessaires

- Papier de verre (5061-5896)
- Poudre d'alumine abrasive (8660-0791)
- feuille d'aluminium, nettoyage
- Tissus, nettoyage (05980-60051)
- Ecouvillons en coton (5080-5400)
- Béchers de verre, 500 ml
- Gants, propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Solvants
 - Acétone, qualité réactive
 - Méthanol, qualité réactive
 - Chlorure de méthylène, qualité réactive
- Bain ultrasonique

Préparation

- 1 Démontez la source ionique. Voir la section « [Pour démonter la source CI](#) », page 161.
- 2 Rassemblez les pièces à nettoyer suivantes d'une source CI : (Figure 24, page 165)
 - Repoussoir
 - Corps de la source
 - Plaque-tiroir
 - Cylindre modulable
 - Lentille de focalisation des ions
 - Lentille d'entrée

Il s'agit des pièces en contact avec l'échantillon ou le faisceau d'ions. En principe, les autres pièces ne requièrent pas de nettoyage.



- 3 Nettoyer les pièces en suivant la description présentée à la section « Pour nettoyer la source EI », page 139.

ATTENTION

Si les isolants sont sales, les nettoyer avec un coton-tige imbibé de méthanol de qualité réactive. Si cela ne suffit pas à nettoyer les isolants, il convient de les remplacer. Ne nettoyez pas les isolants à l'aide de produits abrasifs ni d'ultrasons.

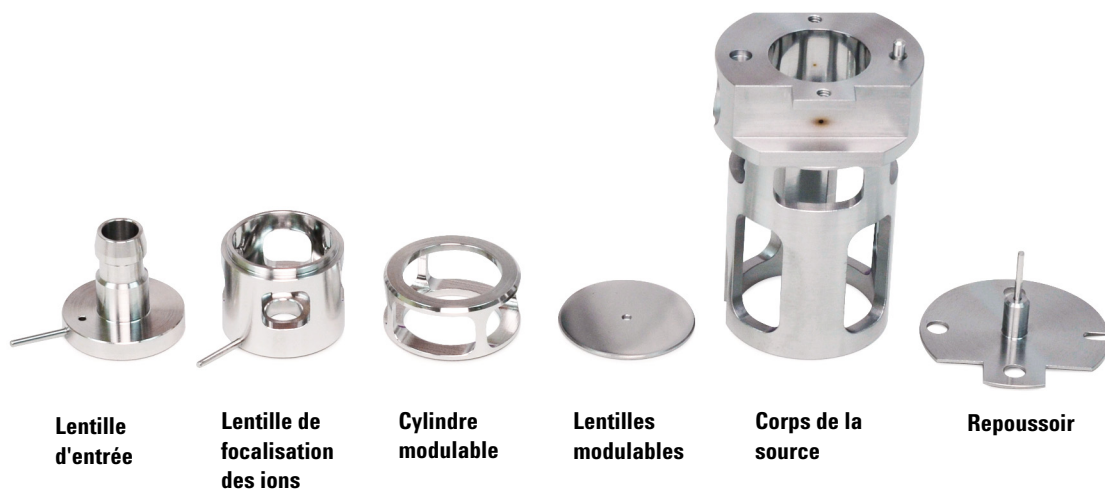


Figure 24 Pièces de la source CI à nettoyer

Pour assembler la source CI

Fournitures nécessaires

- Gants, propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Tournevis à six pans, 1.5 mm (8710-1570)
- Tournevis à six pans, 2.0 mm (8710-1804)
- Clé à fourche, 10 mm (8710-2353)

Procédure



- 1 Assembler la lentille de focalisation des ions, la lentille d'entrée et les isolants de l'avertisseur de multiplicateur d'électrons/lentille.
- 2 Faire glisser la plaque-tiroir et le cylindre modulable dans le corps de la source (Figure 25, page 167).
- 3 Faire glisser les pièces assemblées de lentille dans le corps de la source.
- 4 Serrer les vis de fixation des lentilles.
- 5 Installer le repoussoir, les isolants du repoussoir, la rondelle, l'écrou du repoussoir et le bloc de chauffage de la source sur le corps de la source.

ATTENTION

Éviter de serrer exagérément l'écrou du repoussoir, car les isolants en céramique du repoussoir risqueraient de casser lors du chauffage de la source. L'écrou doit être serré à la main.

- 6 Réinstaller les filaments à l'aide de la vis plate dorée et de la rondelle ressort

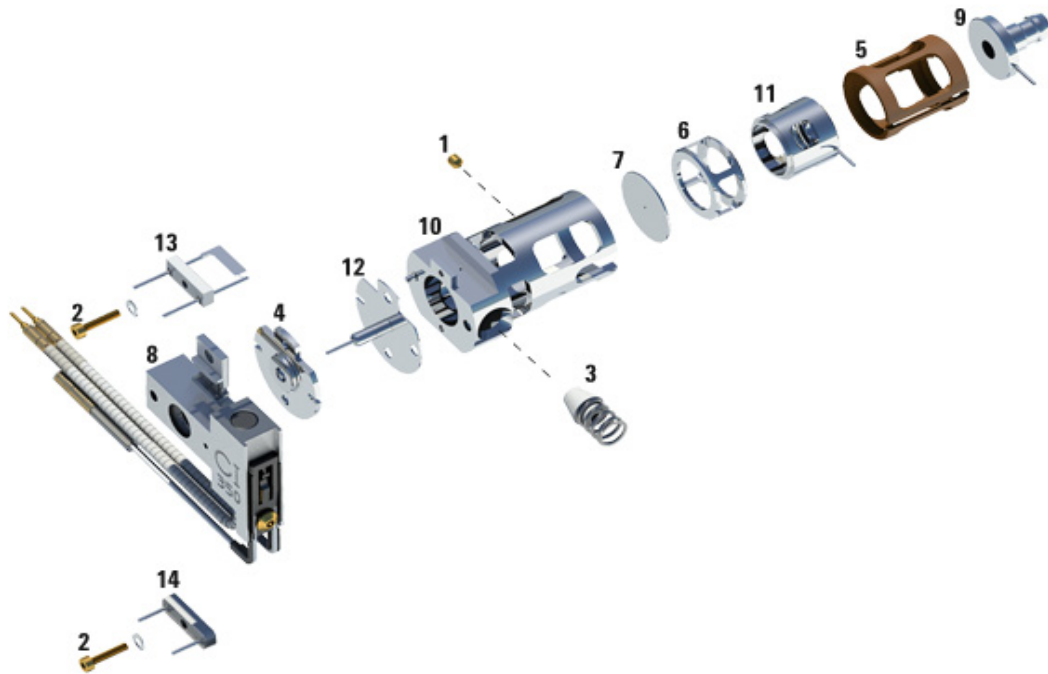


Figure 25 Assemblage de la source CI

Tableau 30 Liste des pièces de la source CI (Figure 25)

Référence de l'article	Description de l'article
1	Vis de fixation
2	Vis de filament
3	Cône d'étanchéité de l'interface CI
4	Isolant du repoussoir CI
5	Isolant de lentille CI
6	Cylindre modulable CI

Tableau 30 Liste des pièces de la source CI (Figure 25)

Référence de l'article	Description de l'article
7	Plaque-tiroir CI
8	Bloc de chauffage de la source CI
9	Lentille d'entrée
10	Corps de la source CI
11	Lentille de focalisation des ions CI
12	Repoussoir CI
13	Filament CI
14	Filament factice

Pour installer la source CI

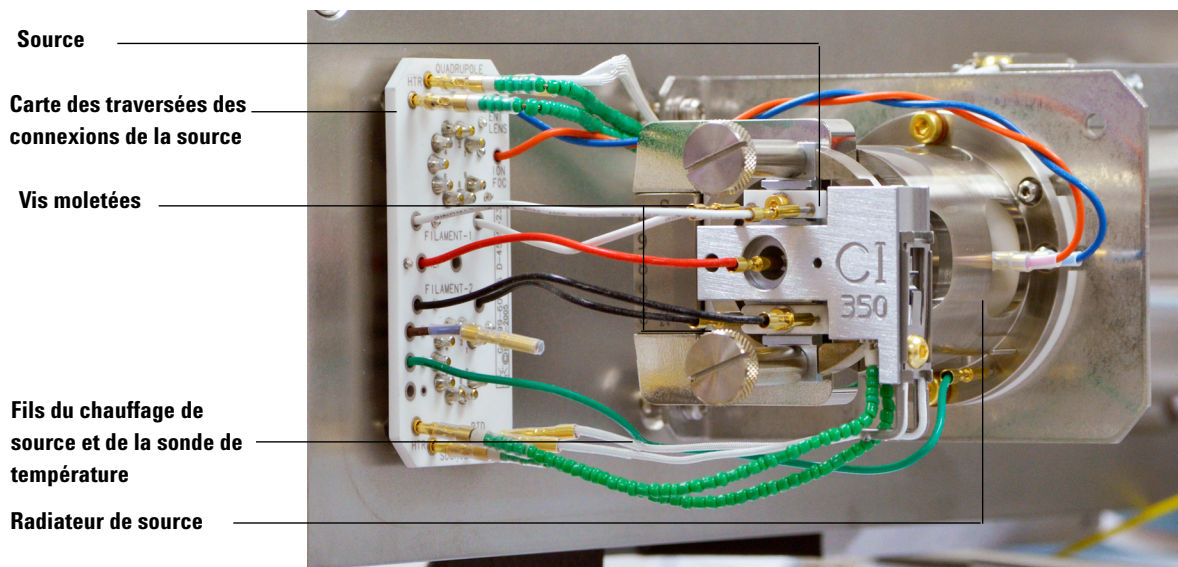
Fournitures nécessaires

- Gants, propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Pince, long-bec (8710-1094)

Procédure



- 1 Glisser la source dans le radiateur.



- 2 Remettre les vis moletées en place et les serrer à la main. Ne pas serrer les vis moletées trop fort.
- 3 Rebrancher les fils de la source comme illustré à la section « Pour fermer l'enceinte de l'analyseur », page 81.
- 4 Refermer l'enceinte de l'analyseur. Voir la section « Pour fermer l'enceinte de l'analyseur », page 81.

Pour remplacer un filament dans une source CI

Fournitures nécessaires

- Ensemble de filaments (G2590-60053)
- Gants, propres, non pelucheux
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Tournevis à six pans, 1,5 mm (8710-1570)

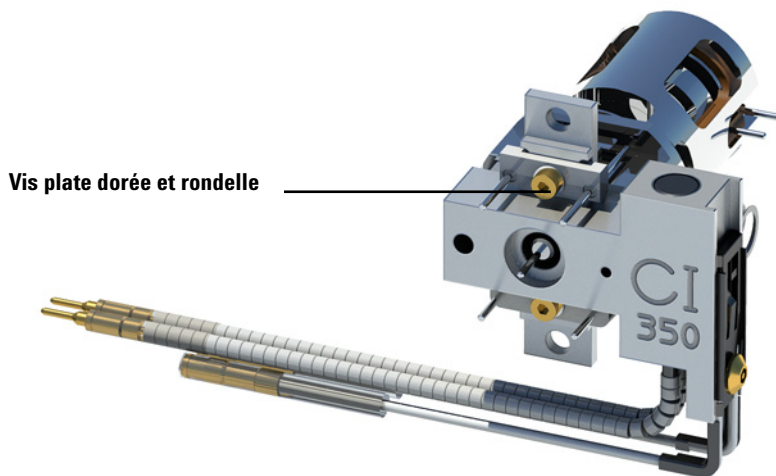
Procédure

- 1 Mettre le MSD à l'air. Cf. « [Mise à l'air du MSD](#) », page 55.

AVERTISSEMENT

L'analyseur fonctionne à haute température. Ne pas y toucher sans être certain qu'il a suffisamment refroidi.

- 2 Ouvrir l'enceinte de l'analyseur. Cf. « [Ouverture de l'enceinte de l'analyseur](#) », page 78.
- 3 Déposer la source ionique. Cf. « [Pour déposer la source CI](#) », page 159.
- 4 Dévisser la vis plate dorée et la rondelle du filament.



- 5 Sécuriser le nouveau filament avec la vis plate dorée et la rondelle.
- 6 Après l'installation du filament, vérifier qu'il ne repose pas sur le corps de la source.
- 7 Installer la source ionique. Voir la section « [Pour installer la source CI](#) », page 169.
- 8 Refermer l'enceinte de l'analyseur. Voir la section « [Pour fermer l'enceinte de l'analyseur](#) », page 81.
- 9 Mettre le MSD sous vide. Voir la section « [Pour mettre le MSD sous vide en mode CI](#) », page 98.
- 10 Lancer la procédure d'autoréglage en PCI/méthane. Voir la section « [Pour exécuter un autoréglage en PCI \(méthane seulement\)](#) », page 112.
- 11 Dans le menu **File**, sélectionner **Save Tune Parameters** pour enregistrer les paramètres de réglage.



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

Imprimé aux États-Unis, mai 2013



G3870-93003