

Détecteur de masse (MSD) Agilent série 5977B

Manuel d'utilisation



Agilent Technologies

Notices

© Agilent Technologies, Inc. 2015

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

G7077-93003

Édition

Première édition, Août 2015

Imprimé aux USA

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, quant à ce manuel et aux informations contenues dans ce dernier, notamment, mais sans s'y restreindre, toute garantie marchande et aptitude à un but particulier. 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. Tout accord séparé et écrit passé entre Agilent et l'utilisateur et comportant des clauses de garantie en contradiction avec les clauses mentionnées ci-dessus prévaut sur celles-ci.

Signalisation de la sécurité

ATTENTION

Une mention **ATTENTION** signale un danger. Si la procédure, le procédé ou les consignes ne sont pas exécutés correctement, le produit risque d'être endommagé ou les données perdues. En présence d'une mention **ATTENTION**, il ne faut continuer que si on a totalement assimilé et respecté les conditions indiquées.

AVERTISSEMENT

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

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 5977B.

1 « Introduction »

Le chapitre 1 fournit des informations générales sur les MSD de la série 5977B, 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 de GC »

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

3 « Fonctionnement en mode ionisation par impact 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 présente les tâches supplémentaires à accomplir dans le cadre du fonctionnement en mode CI.

5 « Maintenance générale »

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.

Informations sur le matériel

Un ensemble complet de manuels, vidéos, applications utilisateur et outils de développement de méthodes accompagne le matériel et le logiciel. Ils sont situés sur les supports suivants :

- Kit d'outils DVD et manuels d'utilisation des systèmes GC/MS et GC Agilent (G4600-64006)
- Clé USB contenant les manuels et informations logicielles relatifs au système GC/MS Agilent (G1701-60175)

Pour plus d'informations sur la recherche et l'installation de la documentation étiquetée sur cette clé USB e ces DVD, voir le MSD 5977B Agilent ainsi que le document de démarrage rapide MassHunter (G7077-93105).

Table des matières

1 Introduction

Version MSD série HES 5977B	12
Abréviations utilisées	13
Le MSD série HES 5977B	15
Description du matériel MSD	17
Avertissements importants relatifs à la sécurité	19
Précautions relatives à l'hydrogène	22
Précautions d'utilisation du CPG	22
Précautions	25
Attestations réglementaires et relatives à la sécurité	27
Nettoyage et recyclage du produit	30
Éclaboussures	30
Déplacement et entreposage du MSD	30
Remplacement des fusibles primaires	31

2 Installation des colonnes de GC

Colonnes	34
Installation d'une colonne capillaire dans un injecteur avec / sans division (split / splitless)	37
Pour préparer une colonne capillaire	41
Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MS à l'aide de l'écrou autoserrant de colonne	43
Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MS à l'aide d'un écrou autoserrant de colonne	48

3 Fonctionnement en mode ionisation par impact électronique (EI)

Fonctionnement du MSD depuis le système de données	54
Fonctionnement du MSD à partir du panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse	55
Configuration du MSD via l'interface utilisateur Web (WUI)	60
Modification des paramètres réseau du MSD	60
Lecture du mini affichage de l'eModule	63
DEL d'état de l'instrument du panneau avant	63
L'interface GC/MSD	64
Avant de mettre le MSD en marche	66
Mise sous vide	68
Contrôle des températures	68
Contrôle du débit de la colonne	69
Mise à pression atmosphérique du MSD	69
Affichage de la température et du vide du MSD en réglage manuel	71
Réglage des moniteurs du MSD pour qu'ils affichent l'état du vide et la température	73
Réglage des températures de l'analyseur à partir de la vue Instrument Control (Pilotage de l'instrument)	76
Réglage des températures de l'interface GC/MSD à partir de MassHunter	78
Surveillance de la pression du vide poussé	80
Étalonnage de la vitesse linéaire du débit de la colonne	83
Réglage du MSD en mode EI	86
Configuration du système de source d'ions autonettoyante en option	88

Conditionnement du système de source d'ions autonettoyante en option	89
Modification d'une méthode pour utiliser le mode de nettoyage de source d'ions autonettoyante	92
Modification d'une méthode pour désactiver le mode de nettoyage de source d'ions autonettoyante	94
Vérification de la performance du système	95
Réalisation de tests de masse élevée (MSD série 5977B)	97
Ouverture des couvercles du MSD	100
Mise à pression atmosphérique du MSD	101
Mise sous vide du MSD	104
Déplacement et entreposage du MSD	107

4 Utilisation en mode ionisation chimique (CI)

Recommandations générales	110
L'interface GC/MSD CI	111
Autotune en mode CI	114
Fonctionnement du MSD CI	116
Mise sous vide du MSD en mode ionisation chimique	117
Configuration du logiciel pour un fonctionnement en mode CI	118
Fonctionnement du module de régulation du flux de gaz réactif	120
Configuration d'un flux de gaz réactif de méthane	124
Utilisation d'autres gaz réactifs	127
Réalisation d'un autotune PCI (méthane uniquement)	131
Réalisation d'un autotune NCI (gaz réactif de méthane)	133
Vérification de la performance PCI	135

Vérification de la performance NCI 136

Surveillance de la pression du vide poussé du mode ionisation chimique 137

5 Maintenance générale

Avant de commencer 140

Maintenance du système de vide 146

Maintenance de l'analyseur 147

Ouverture de la chambre de l'analyseur 150

Dépose de la source à EI 153

Dépose du radiateur de la source à EI 155

Installation du radiateur de la source à EI 157

Démontage de la source à EI 159

Nettoyage de la source à EI 163

Montage de la source à EI 166

Dépose du filament HES 171

Installation du filament HES 173

Installation de la source à EI 174

Fixation du câblage de la source d'ions vers la carte des traversées 176

Remplacement du multiplicateur d'électrons 180

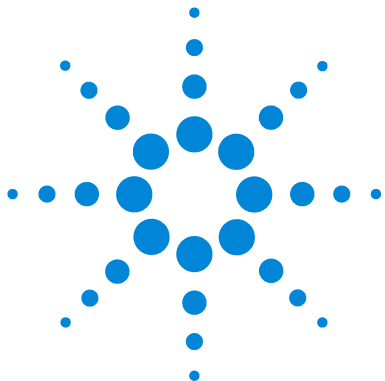
Fermeture de la chambre de l'analyseur 183

Passage de la source EI à la source à CI 185

Passage de la source à CI à la source à EI 188

6 Maintenance CI

Informations générales	192
Configuration du MSD pour un fonctionnement en mode CI	192
Installation du cône d'étanchéité de l'interface CI / d'extracteur	194
Dépose de la source à CI	196
Dépose du radiateur de la source à CI	200
Installation du radiateur de la source à CI	202
Démontage de la source à CI	203
Nettoyage la source à CI	206
Montage de la source à CI	209
Installation de la source à CI	212
Dépose du filament de la source CI	214
Installation du filament de la source CI	216



1 Introduction

Version MSD série 5977B	12
Abréviations utilisées	13
Le MSD série 5977B	15
Description du matériel MSD	17
Avertissements importants relatifs à la sécurité	19
Précautions relatives à l'hydrogène	22
Attestations réglementaires et relatives à la sécurité	27
Nettoyage et recyclage du produit	30
Éclaboussures	30
Déplacement et entreposage du MSD	30
Remplacement des fusibles primaires	31

Ce chapitre fournit des informations générales sur le MSD, 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.



Version MSD série 5977B

Les MSD série 5977B sont équipés d'une pompe turbomoléculaire (turbo) et d'un choix de quatre pompes primaires ou d'une pompe à diffusion appariée avec une pompe primaire DUO 2.5 Pfeiffer. Il y a deux types de sources EI, une source EI standard en acier inoxydable et une source EI avec extracteur disponible sur le modèle de MSD Inert Plus. Une source d'ions CI inclut un système de contrôle de flux de réactif, un système d'étalonnage CI et d'autres caractéristiques instrumentales requises. 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 à vide poussé disponibles

Dénomination du modèle	Référence produit	Description	Mode / type ionisation
Pompe à diffusion MSD 5977B	G7080B	Pompe à diffusion	Ionisation par impact électronique (EI) / acier inoxydable
Pompe turbo MSD 5977B	G7081B	Pompe turbo	Ionisation par impact électronique (EI) / acier inoxydable
MSD Inert+ 5977B Turbo EI	G7077B	MSD à pompe turbo	Ionisation par impact électronique (EI) / extracteur
MSD EI/CI 5977B	G7078B	MSD à pompe turbo	Ionisation par impact électronique (EI) / extracteur Ionisation chimique / PCI / NCI

Abréviations utilisées

Les abréviations figurant dans le [Tableau 1](#) sont utilisées dans le présent manuel. Elles sont répertoriées ici pour être consultées facilement.

Tableau 2 Abréviations

Abréviation	Définition
CA	Courant alternatif
ALS	Injecteur automatique d'échantillons liquides
BFB	Bromofluorobenzène (étalon)
CI	Ionisation chimique
CC	Courant continu
DFTPP	Décafluorotriphénylphosphine (étalon)
DIP	Sonde d'introduction directe (acronyme de Direct Insertion Probe)
DS	Système de données
EI	Ionisation par impact électronique
EM	Multiplicateur d'électrons (détecteur, acronyme de Electron Multiplier)
EMV	Tension du multiplicateur d'électrons (acronyme de Electron Multiplier Voltage)
EPC	Régulation pneumatique électronique
eV	Électron-volt
CPG	Chromatographe en phase gazeuse
HED	Dynode à haute énergie (acronyme de High-Energy Dynode), qualifie le détecteur et son alimentation
Inert	Source EI standard fabriquée à base de matières inertes
Inert+	Source EI avec extracteur fabriquée à base de matières inertes
DI	Diamètre intérieur
LAN	Réseau local
m/z	Ratio masse/charge

Tableau 2 Abréviations (continued)

Abréviation	Définition
Débitmètre massique	Débitmètre massique
MSD	Détecteur de masse
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 (étalon)
Quad	Filtre de masse quadripolaire
RF	Radiofréquence
RFPA	Amplificateur d'alimentation RF
Torr	Unité de pression, 1 mmHg
Turbo	Turbomoléculaire, pompe turbomoléculaire

Le MSD série 5977B

Le MSD série 5977B est un détecteur de chromatographe en phase gazeuse capillaire autonome à utiliser avec un chromatographe à phase gazeuse série 7890B ou 7820 Agilent (Tableau 3). Caractéristiques principales du MSD :

- Interface utilisateur WEB (WUI) pour la surveillance et le fonctionnement au niveau local du MSD
- Une pompe de vide turbo avec une des quatre différentes pompes primaires
- Une pompe de vide à diffusion avec une pompe primaire DUO 2.5 Pfeiffer
- Trois types différents de sources à ionisation par impact électronique (EI) MSD chauffés indépendamment disponibles : une source standard en acier inoxydable et matière inerte, et une source avec extracteur.
- Mise à niveau possible sur le terrain aux modes d'ionisation chimique (PCI/NCI) disponibles qui ajoutent une source d'ionisation chimique (CI), un contrôleur et des tubes de gaz réactif, et un étalonnage de réglage CI.
- 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

Description physique

Le boîtier du MSD série 5977B mesure environ 41 cm de hauteur, 30 cm de largeur et 54 cm de profondeur. Le poids est de 39 kg pour les modèles de pompe à diffusion, de 44 kg pour le cadre central de pompe turbomoléculaire EI standard et de 46 kg pour le cadre central de pompe turbomoléculaire EI/CI. La pompe primaire pèse 11 kg supplémentaires (pompe standard) et est généralement située sur le sol derrière le MSD.

Les composants basiques de l'instrument sont : les ensembles de cadre / couvercle, le système de vide, l'interface de chromatographe en phase gazeuse, l'électronique et l'analyseur.

Dépressiomètre

Le MSD peut être équipé (ou commandé) avec un dépressiomètre d'ions. Le logiciel d'acquisition GCMS MassHunter peut être utilisé pour lire la pression (vide poussé) dans le module d'extraction sous vide. 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 Fonctionnalités du MSD série 5977B

Fonctionnalité		
Pompe secondaire	À diffusion	Turbo
Débit de colonne optimal, He, ml/min	1	1 à 2
Flux gazeux maximum recommandé (ml/min)*	1,5	4
Flux gazeux maximum (ml/min)†	2	6,5
DI max. de colonne	0,25 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)
CI‡	Non	Oui
Sources inertes disponibles	Oui	Oui
Compatibilité CPG	Série 7890	Série 7890
Cône d'étanchéité d'interface séparée	Non	Non
Pompes primaires disponibles	Pfeiffer Duo 2.5	Pfeiffer Duo 2.5, MVP-070-3, MVP-070-3C, IDP3 24 V
DIP** (sonde non Agilent)	Oui	Oui

* Flux gazeux total dans le MSD : débit de colonne plus débit de gaz réactifs (le cas échéant) Basé sur l'utilisation de gaz hélium. Pour les autres gaz, le flux maximal variera.

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

‡ Les modèles de pompe turbo peuvent être mises à niveau sur le terrain à CI.

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

Description du matériel MSD

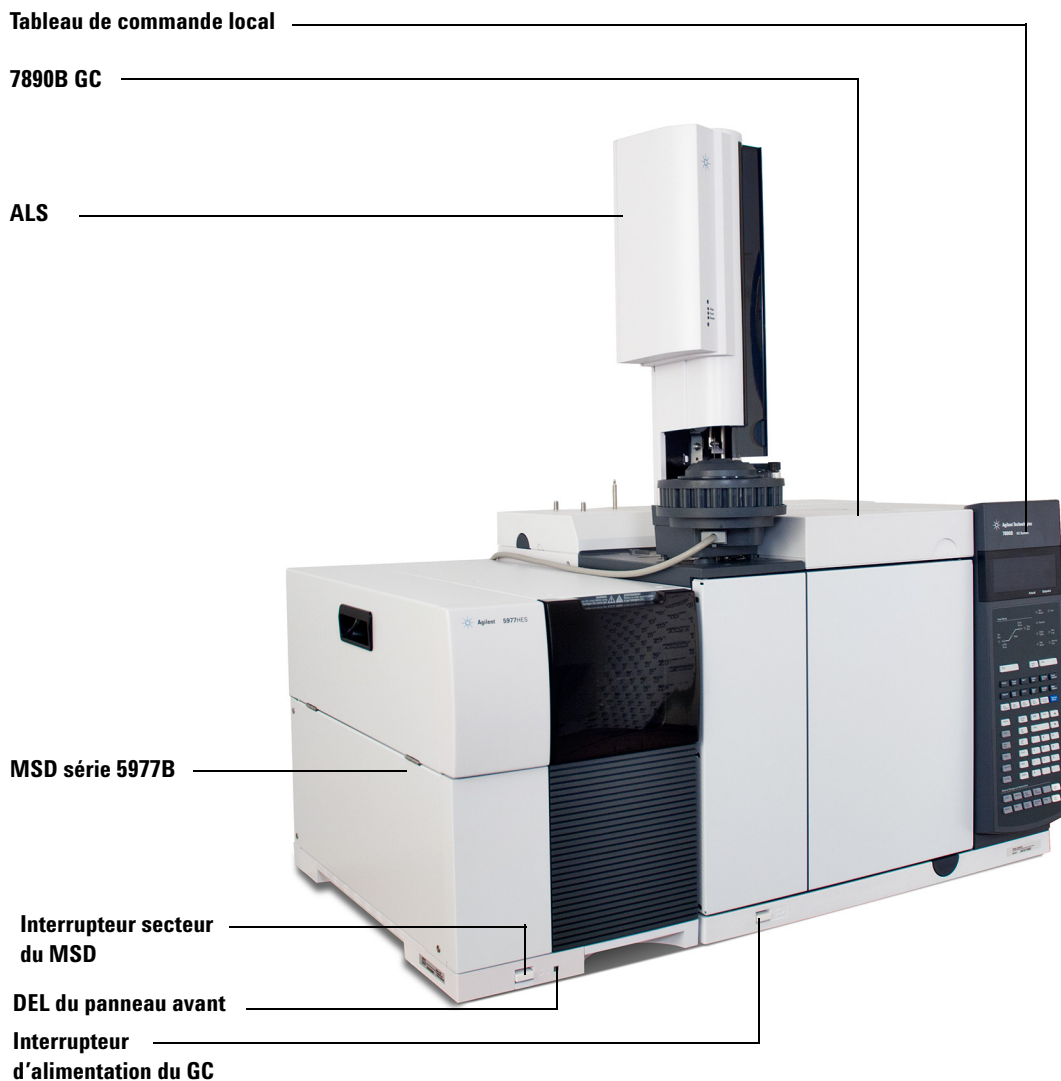


Figure 1 Système GC/MSD série 5977B, illustré avec le chromatographe en phase gazeuse 7890B Agilent

Dans ce manuel, le terme « MSD CI » fait référence aux MSD G7078B et G7077B MSD qui ont été mis à niveau sur le terrain pour le fonctionnement CI. Sauf indication contraire, ceci est également valable pour le module de régulation des gaz de ces instruments.

La mise à niveau du matériel CI est conçue pour que le MSD fournisse des spectres d'ionisation chimique classique de haute qualité comportant des ions adduits moléculaires. Plusieurs gaz réactifs peuvent être utilisés. Pour plus d'informations, voir **Chapitre 4**, « Utilisation en mode ionisation chimique (CI) ».

La mise à niveau sur le terrain du système CI série 5977B s'ajoute au MSD série 5977B.

- Interface CPG/MSD EI/CI,
- Source d'ions CI avec le nouveau cône d'étanchéité d'interface commune pouvant être utilisée avec une source EI avec extracteur.
- Module de régulation de débit des gaz réactifs
- Alimentation HED bipolaire pour fonctionner en modes PCI et NCI.

Un purificateur de gaz méthane/isobutane (fourni) est **indispensable**. Cette cartouche élimine l'oxygène, l'eau, les hydrocarbures et les composés soufrés.

Un contrôleur de jauge à vide poussé (G3397B) est intégré au système. Son utilisation est **requis** pour le MSD CI et recommandée pour l'EI également.

Le système MSD CI a été optimisé de manière à obtenir les pressions relativement élevées nécessaires dans la source CI, tout en maintenant un vide poussé dans le quadripôle et le 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 joint isolant à ressort s'adapte sur l'extrémité de l'interface GC/MSD.

Faire les allers et retours entre les sources d'ions CI et EI prend moins d'une heure, bien qu'une attente de 1 ou 2 heures soit nécessaire pour purger les lignes de gaz réactif et élever l'eau et les autres contaminants. Pour passer de la PCI à la NCI, il faut environ 2 heures, car la source d'ions 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.

Si l'interrupteur d'alimentation est en position marche, des tensions potentiellement dangereuses sont présentes également au niveau des parties suivantes :

- Toutes les cartes électroniques de l'instrument
- Les fils et câbles internes connectés à ces cartes
- Les fils de tout système de chauffage (four, détecteur, injecteur ou boîte de vanne)

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.

Si l'un des fusibles primaires est en panne, le MSD sera déjà éteint, mais pour des raisons de sécurité, il est nécessaire d'éteindre le MSD et de débrancher le câble d'alimentation. Il n'est pas nécessaire de laisser l'air entrer dans la chambre de l'analyseur.

AVERTISSEMENT

Ne jamais remplacer les fusibles primaires alors que le MSD est branché à une source d'alimentation.

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 pas toucher aux circuits sauf en cas d'absolue nécessité. S'il est nécessaire de les manipuler, porter un bracelet antistatique mis à la terre et prendre d'autres mesures de précautions antistatiques.

De nombreuses parties sont dangereusement chaudes

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

- Les injecteurs du chromatographe en phase gazeuse
- Le four du chromatographe en phase gazeuse et son contenu, y compris les écrous de colonne fixant la colonne à un injecteur de chromatographe en phase gazeuse, l'interface GC/MS ou le détecteur de chromatographe en phase gazeuse
- Le détecteur du chromatographe en phase gazeuse
- Le compartiment de vannes du chromatographe en phase gazeuse
- Pompe primaire
- La pompe à diffusion
- La source d'ions chauffée du MSD, l'interface et le quadripôle

Il faut toujours laisser refroidir ces zones du système jusqu'à ce qu'elles soient à température ambiante avant de travailler dessus. Elles se refroidiront plus vite si la température de la zone chauffée est déjà réglée sur la température ambiante. Mettre la zone hors tension une fois qu'elle a atteint la valeur de consigne. S'il est nécessaire d'effectuer des opérations de maintenance sur des parties très chaudes, utiliser une clé et porter des gants. Dans la mesure du possible, laisser refroidir la partie de l'instrument avec laquelle on effectue des opérations de maintenance avant de commencer à travailler dessus.

AVERTISSEMENT

Être prudent lorsqu'on travaille derrière l'instrument. Pendant les cycles de refroidissement, le CPG évacue des gaz chauds susceptibles d'occasionner des brûlures.

AVERTISSEMENT

L'isolant situé autour des injecteurs, détecteurs, boîte de vanne et bagues isolantes du chromatographe en phase gazeuse est constitué de fibres céramiques réfractaires. Pour éviter d'inhaler des particules de fibres, il est recommandé de respecter les consignes de sécurité suivantes : ventiler la zone de travail ; porter des gants, des manches longues, lunettes de protection et un appareil respiratoire jetable de protection contre les poussières/buée ; mettre au rebut l'isolant dans un sac plastique fermé ; se laver les mains à l'eau et au savon doux après avoir manipulé l'isolant.

Le bac d'écoulement d'huile sous la pompe primaire standard peut entraîner 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) placés sous, sur ou autour de la pompe primaire font naître un risque d'incendie. Veiller à ce que le bac reste propre et ne pas y laisser des objets absorbants comme des serviettes en papier.

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 confiné dans un espace fermé peut entraîner des risques d'incendie ou d'explosion. À chaque utilisation d'hydrogène, vérifier l'étanchéité des raccords, des canalisations et des vannes avant de se 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. L'hydrogène est potentiellement explosif et présente 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.
- L'hydrogène brûle avec une flamme non éclairante qui peut être invisible en cas de lumière éblouissante.

Précautions d'utilisation du CPG

Lorsque le gaz vecteur utilisé est l'hydrogène, enlever 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 :

- Combustion d'hydrogène qui fuit
- Combustion due à une expansion rapide d'hydrogène à partir d'une bouteille à haute pression
- L'accumulation d'hydrogène dans le four du chromatographe en phase gazeuse et la combustion ultérieure (voir la documentation du chromatographe en phase gazeuse et son étiquette située en haut de la porte du four)
- L'accumulation d'hydrogène dans le MSD et la combustion ultérieure

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 3](#) à la page 23) 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. Il existe un alu de sécurité qui fermera le flux de gaz vecteur en cas d'arrêt de la pompe primaire d'un MSD. En conséquence, en cas d'échec de cette fonctionnalité, de l'hydrogène peut s'accumuler lentement dans le spectromètre de masse.

Tableau 4 Circonstances permettant l'accumulation de l'hydrogène (continué)

Circonstances	Résultats
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 chromatographe en phase gazeuse série 7890 équipé d'un système de régulation électronique de pression (EPC) est arrêté, l'EPC coupe le débit du gaz vecteur. Si le flux vecteur d'un chromatographe en phase gazeuse n'est pas sous le contrôle de l'EPC, le flux augmente à 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 chromatographes en phase gazeuse, la coupure de l'alimentation électrique peut entraîner l'augmentation du flux 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

Lors du travail sur un système CPG/MSD utilisant l'hydrogène comme gaz vecteur, prendre 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. Éviter 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.

Il faut également retirer le couvercle en plastique de la fenêtre en verre située à l'avant du MSD série 5977B. Précautions concernant le chromatographe en phase gazeuse

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.
- Fermer l'hydrogène à sa source chaque fois que le MSD est mis à la pression atmosphérique ; toutefois, veiller à ne pas chauffer la colonne capillaire sans gaz vecteur.
- Fermer l'hydrogène à sa source chaque fois que les vannes d'arrêt du MSD sont fermées ; toutefois, veiller à ne pas chauffer la colonne capillaire sans gaz vecteur.
- Fermer 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, effectuer la procédure suivante :
 - 1 Couper immédiatement l'hydrogène à sa source.
 - 2 Mettre le chromatographe en phase gazeuse hors tension.
 - 3 Mettre le MSD hors tension et le laisser refroidir pendant 1 heure.
 - 4 Éliminer **toutes** les sources potentielles d'inflammation présentes dans la salle.
 - 5 Mettre l'enceinte à vide du MSD à la pression atmosphérique.
 - 6 Patienter 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, contrôler 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, vérifier toujours que le système ne comporte pas de fuite. Toujours s'assurer que l'émission de la pompe primaire et les événements d'injecteur du chromatographe en phase gazeuse sont mis à pression atmosphérique dans une hotte aspirante.

Attestations réglementaires et relatives à la sécurité

Le MSD série 5977B respecte les normes de sécurité suivantes :

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

Le MSD série 5977B 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 

This ISM device complies with Canadian ICES-001. Cet appareil ISM est conforme à la norme NMB-001 du Canada.



Le MSD série 5977B est conçu et fabriqué selon un système d'assurance qualité certifié ISO 9001.

Le MSD série 5977B est conforme à la directive RoHS.

Informations

Le MSD série 5977B 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.

Confier l'entretien à un technicien qualifié. La substitution de pièces ou toutes modifications non autorisées sur l'instrument peuvent entraîner des risques pour la sécurité.

Symboles

Les avertissements formulés dans le manuel ou sur l'instrument doivent être respectés pendant toutes les phases d'utilisation, d'entretien et de réparation de cet instrument. La non-observation de ces consignes constitue une violation des normes de sécurité relatives à la conception et à l'utilisation normale de l'instrument. Agilent Technologies décline toute responsabilité en cas de non-respect de ces exigences de la part du client.

Pour plus d'informations, consulter les instructions correspondantes.



Indique une surface chaude.



Indique des tensions dangereuses.



Indique une borne de mise à la terre.



Indique un risque d'explosion.



Indique un risque radioactif.



Indique un risque de décharge électrique.



Indique que l'utilisateur ne doit pas éliminer ce produit électrique/électronique avec les déchets ménagers domestiques.



Compatibilité électromagnétique

Cet appareil est conforme aux exigences de la norme CISPR 11.

Le fonctionnement est soumis aux deux conditions suivantes :

- Cet appareil ne doit pas provoquer d'interférences dangereuses.
- Cet appareil doit accepter toute interférence reçue, y compris des interférences qui peuvent provoquer un fonctionnement non désiré.

Si cet appareil cause des interférences nuisibles à la réception des signaux de radio ou de télévision, ce qui peut être déterminé en allumant et en éteignant l'appareil, il est recommandé d'essayer de corriger ces interférences par l'un des moyens suivants :

- 1 Déplacer la radio ou l'antenne.
- 2 Éloigner l'appareil de la radio ou de l'antenne.
- 3 Brancher l'appareil dans une autre prise de courant pour que l'appareil et la radio ou télévision soient sur des circuits électriques séparés.
- 4 S'assurer que tous les périphériques sont également homologués.
- 5 S'assurer que les câbles servant à raccorder l'appareil aux périphériques sont appropriés.
- 6 Pour obtenir de l'aide, consulter le fournisseur du matériel, Agilent Technologies, ou un technicien expérimenté.
- 7 Toutes transformations ou modifications non expressément autorisées par Agilent Technologies sont susceptibles d'entraîner la révocation de l'autorisation d'utilisation de l'appareil.

Déclaration d'émissions sonores

Pression acoustique

Pression acoustique $L_p < 70$ dB selon EN 27779:1991.

Pression acoustique $L_p < 70$ dB selon EN ISO 3744:1995.

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

Matériel nécessaire

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

La cause la plus probable de panne des fusibles primaires est un problème au niveau de la pompe primaire. Si les fusibles primaires du MSD sont en panne, vérifier la pompe primaire.

Procédure

- 1 Mettre à pression atmosphérique le MSD et débrancher le câble d'alimentation de la prise électrique.

Si l'un des fusibles primaires est en panne, le MSD sera déjà éteint, mais pour des raisons de sécurité, il est nécessaire d'éteindre le MSD et de débrancher le câble d'alimentation. Il n'est pas nécessaire de laisser l'air entrer dans la chambre de l'analyseur.

AVERTISSEMENT

Ne jamais remplacer les fusibles primaires alors que le MSD est branché à une source d'alimentation.

AVERTISSEMENT

Si de l'hydrogène est utilisé comme gaz vecteur d'un chromatographe en phase gazeuse, une panne de courant peut entraîner une accumulation dans la chambre de l'analyseur. Dans ce cas, d'autres précautions sont nécessaires. Voir la section « Précautions relatives à l'hydrogène » à la page 22.

- 2 Tourner l'un des porte-fusibles (Figure 2 à la page 32) dans le sens inverse des aiguilles d'une montre jusqu'à ce qu'il sorte. Les porte-fusibles sont à ressort.
- 3 Sortir l'ancien fusible du porte-fusible.
- 4 Installer un nouveau fusible dans le porte-fusible.
- 5 Réinstaller le porte-fusible.

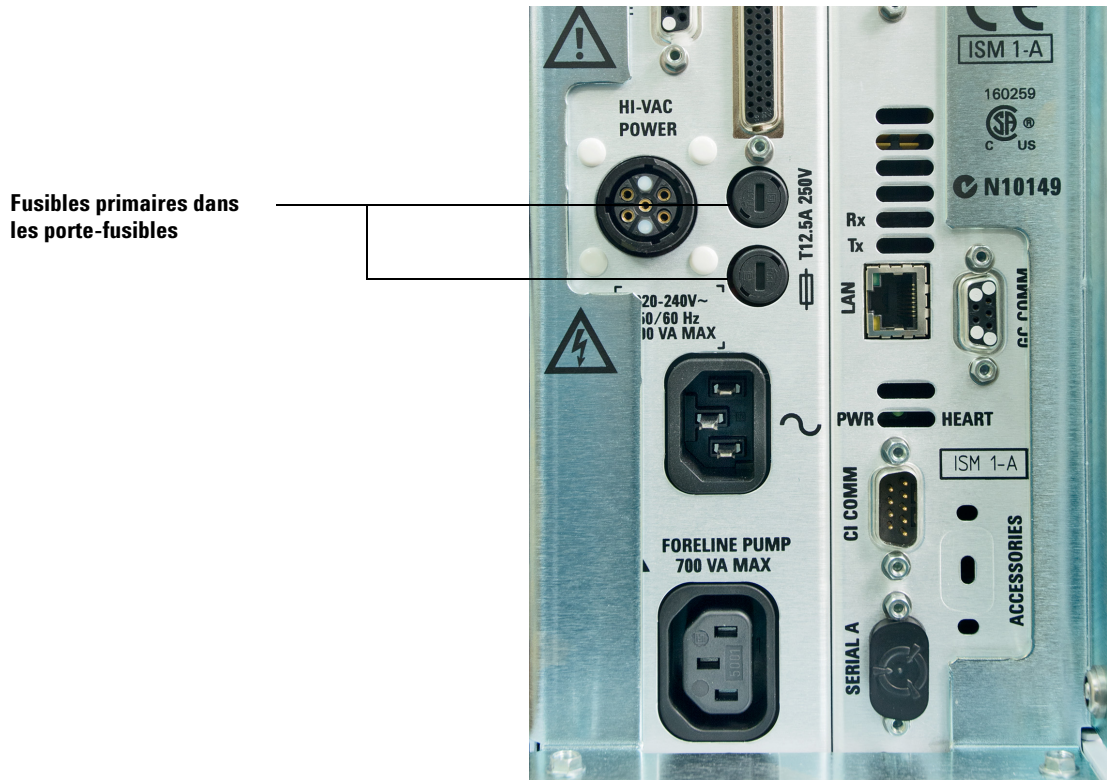
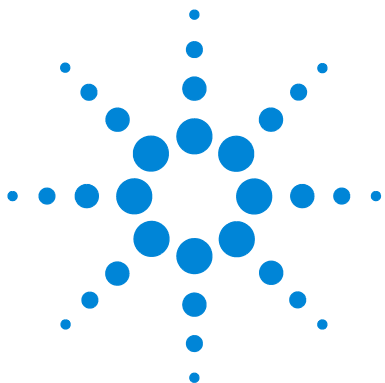


Figure 2 Fusibles primaires

- 6 Répéter les étapes 3 à 5 pour l'autre fusible. Toujours remplacer les deux fusibles.
- 7 Rebrancher le câble d'alimentation du MSD à la prise électrique.
- 8 Mettre le MSD sous vide.



2 Installation des colonnes de GC

Colonnes 34

Installation d'une colonne capillaire dans un injecteur avec / sans division
(split / splitless) 37

Pour préparer une colonne capillaire 41

Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MS à l'aide de
l'écrou autoserrant de colonne 43

Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MS à l'aide d'un
écrou autoserrant de colonne 48

Avant de pouvoir utiliser le système GC/MSD, il faut sélectionner, installer et préparer une colonne de GC. Ce chapitre explique comment installer et préparer une colonne. Pour choisir une colonne convenable et son débit, il faut connaître la version du système de vide du MSD.



Colonnes

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

Au cours du réglage ou de l'acquisition des données, le débit de la colonne dans le MSD ne doit pas excéder le débit maximum recommandé. Par conséquent, il y a des limites à la longueur de la colonne et à son débit. Un débit supérieur à la valeur recommandée entraînera la dégradation des performances relatives aux spectres de masse et à la sensibilité.

Il est à noter également que le débit de la colonne varie beaucoup avec la température du four. Voir la section « [Étalonnage de la vitesse linéaire du débit de la colonne](#) » à la page 83 pour savoir comment mesurer le débit instantané de la colonne. Utiliser le logiciel de calcul de débit et le [Tableau 4](#) pour déterminer si une colonne donnée aura un débit acceptable avec une pression en tête de colonne réaliste.

Tableau 4 Flux gazeux

Fonctionnalité		
Pompe secondaire	À diffusion	Turbo
Débit de colonne optimal, He, ml/min	1	1 à 2
Débit gazeux max. recommandé, ml/min*	1,5	4
Flux gazeux maximum (ml/min)†	2	6,5
DI max. de colonne	0,53 mm (30 m)	0,53 mm (30 m)
Fonction CI	Non	Oui

* Flux gazeux total dans le MSD : débit de colonne plus débit de gaz réactifs (le cas échéant)
Basé sur l'utilisation de gaz hélium. Pour les autres gaz, le flux maximal variera.

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

Préparation des colonnes

Il est très important de conditionner une colonne avant de la connecter à l'interface GC/MSD. Voir la section « Pour préparer une colonne capillaire » à la page 41.

Une petite portion de la phase stationnaire de la colonne capillaire est souvent emportée par le gaz vecteur. Ce phénomène est appelé ressuage de 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 de colonne est le plus souvent observé dans les colonnes neuves ou mal réticulées. Il est exacerbé s'il y a des traces d'oxygène dans le gaz vecteur lorsque la colonne est chauffée. Pour réduire la perte de phase stationnaire, toutes les colonnes capillaires doivent être conditionnées avant d'être installées dans l'interface GC/MSD.

Préparation des ferrules

Le chauffage des ferrules à plusieurs reprises, à leur température de fonctionnement maximale, avant leur installation, permet de réduire le ressuage chimique provenant des ferrules. Les ferrules cycliques thermiques à leurs températures de fonctionnement maximales, avant d'exécuter l'application, aideront à réduire les fuites de l'ensemble.

Conseils et astuces

- Les procédures d'installation de la colonne des MSD de série 5977B peuvent être différentes de celles des MSD précédents. L'utilisation de la procédure d'un autre instrument peut ne **pas** fonctionner et endommager la colonne ou le MSD.
- Utiliser toujours un gaz vecteur pur à 99,9995 % minimum.
- En raison de la dilatation thermique, les ferrules peuvent se desserrer après quelques cycles de chauffage-refroidissement. Vérifier le serrage après deux ou trois cycles de chauffage ou utiliser les écrous autoserrants de colonne.
- Toujours porter des gants de nylon pour manipuler les colonnes, en particulier au niveau de l'extrémité qui doit être insérée dans l'interface GC/MSD.

2 Installation des colonnes de GC

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](#) » à la page 22.

AVERTISSEMENT

Toujours porter des lunettes de protection lors de la manipulation des colonnes capillaires. Agir avec précaution pour éviter de se perforer la peau avec l'extrémité d'une colonne.

Installation d'une colonne capillaire dans un injecteur avec / sans division (split / splitless)



Matériel nécessaire

- 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, en 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 d'injecteur (5181-8830 pour les séries 7890 et 7820 Agilent)
- Loupe
- Septum (peut être un septum d'injecteur utilisé, ancien)

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

AVERTISSEMENT

Le chromatographe en phase gazeuse fonctionne à haute température. Afin d'éviter les brûlures, ne toucher aucune pièce du chromatographe en phase gazeuse à moins d'être sûr qu'elles sont suffisamment refroidies.

AVERTISSEMENT

Toujours porter des lunettes de protection lors de la manipulation des colonnes capillaires. Agir avec précaution pour éviter de se perforer la peau avec l'extrémité d'une colonne.

ATTENTION

Porter toujours des gants propres durant la manipulation des pièces qui se logent dans le chromatographe en phase gazeuse ou dans les chambres de l'analyseur.

Procédure

- 1 Refroidir le four et l'injecteur jusqu'à la température ambiante.
- 2 Muni(e) de gants propres, appuyer sur la colonne dans le septum (cela exerce un peu de pression). Puis, faire l'écrou de colonne et la ferrule préparée sur le côté libre de la colonne (Figure 3). Le côté conique de la ferrule doit être orienté vers l'extérieur de l'écrou de colonne.

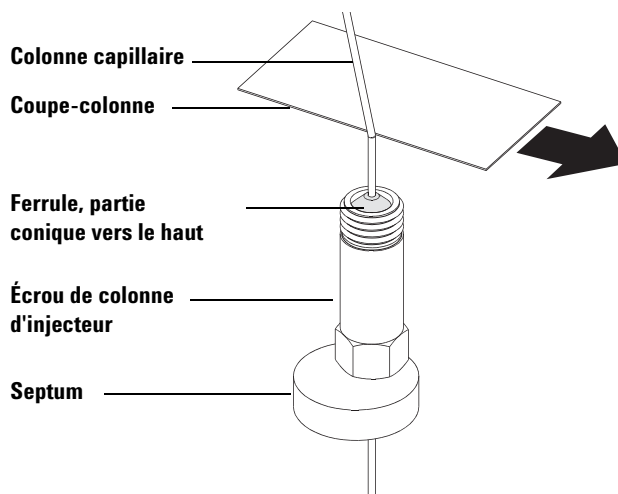


Figure 3 Préparation d'une colonne capillaire pour son installation

- 3 Utiliser le coupe-colonne pour entailler la colonne à 2 cm ou plus de l'extrémité.
- 4 Tout en maintenant la colonne, détacher l'extrémité de la colonne au niveau de l'entaille.
- 5 Examiner l'extrémité pour s'assurer qu'elle ne comporte ni bavures ni irrégularités. Si la cassure n'est pas propre ni régulière, recommencer les étapes 3 et 4.

- 6 Nettoyer l'extérieur de l'extrémité libre de la colonne avec un chiffon sans fibre humidifié de méthanol.
- 7 Positionner la colonne pour qu'elle dépasse de 4 à 6 mm de l'extrémité de la ferrule (Figure 4).

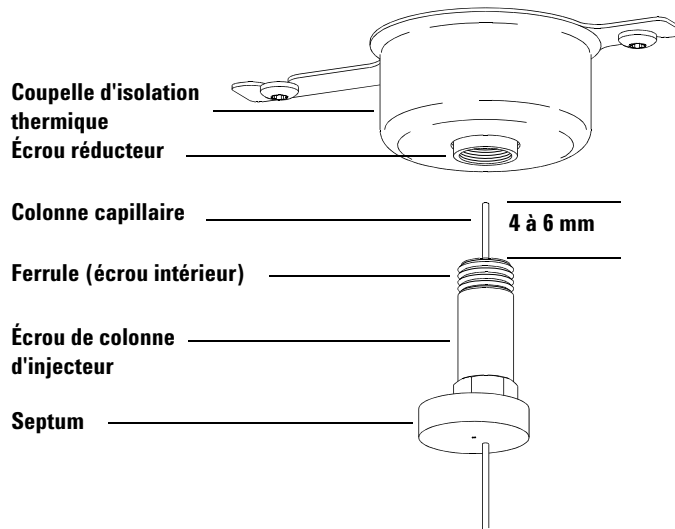


Figure 4 Installation d'une colonne capillaire dans un injecteur avec/sans division (split/splitless)

- 8 Faire glisser le septum jusqu'en bas de l'écrou pour fixer la bonne longueur d'insertion de colonne.
- 9 Insérer la colonne dans l'injecteur.
- 10 Faire glisser l'écrou vers le haut de la colonne au niveau de la base de l'injecteur et le serrer à la main.
- 11 Ajuster la position de la colonne afin que le septum soit au même niveau que le bas de l'écrou de colonne.
- 12 Serrer l'écrou de colonne 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.

2 Installation des colonnes de GC

Voir aussi

Pour en savoir plus sur l'installation d'une colonne capillaire, se reporter au document *Optimisation des injections sans division sur le chromatographe en phase gazeuse pour des analyses par les spectromètres de masse de hautes performances*, numéro de publication Agilent Technologies 5988-9944EN.

Pour préparer une colonne capillaire



Matériel nécessaire

- Gaz vecteur (pur à 99,9995 % ou plus)
- 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 chromatographe en phase gazeuse fonctionne à haute température. Afin d'éviter les brûlures, ne toucher aucune des pièces du chromatographe en phase gazeuse à moins d'être sûr qu'elles sont suffisamment refroidies.

Procédure

- 1 Installer la colonne dans l'injecteur du chromatographe en phase gazeuse. (Voir « [Installation d'une colonne capillaire dans un injecteur avec / sans division \(split / splitless\)](#) » à la page 37.)
- 2 Régler la vitesse minimale sur 30 cm/s ou sur la valeur recommandée par le fabricant de la colonne. Laisser le gaz vecteur circuler à travers la colonne à température ambiante pendant 15 à 30 minutes pour éliminer l'air.
- 3 Programmer le four pour qu'il passe de la température ambiante jusqu'au seuil de température maximal pour la colonne.
- 4 Augmenter la température à un taux de 10 à 15 °C/min.
- 5 Maintenir la température maximale pendant 30 minutes.

ATTENTION

Ne jamais dépasser la température de colonne maximale, que ce soit dans l'interface GC/MS, le four du chromatographe en phase gazeuse ou l'injecteur.

2 Installation des colonnes de GC

- 6 Régler la température du four du chromatographe en phase gazeuse sur 30 °C et attendre que ce dernier soit prêt.
- 7 Fixer la colonne dans l'interface GC. (Voir « Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MS à l'aide de l'écrou autoserrant de colonne » à la page 43.)

Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MS à l'aide de l'écrou autoserrant de colonne



Cette procédure est destinée à l'installation d'une colonne capillaire directement dans l'analyseur à l'aide de l'écrou autoserrant de colonne recommandé par Agilent.

Chromatographe en phase gazeuse série 7890 Agilent

Matériel nécessaire

- Cône d'étanchéité l'interface commune (G3870-20542) à utiliser avec des sources Inert+ et CI lorsqu'une ligne de transfert CI est installée (voir [Figure 5](#))
- Ressort du cône d'étanchéité (G7005-20024)
- Coupe-colonne, en céramique (5181-8836) ou diamant (5183-4620)
- Torche
- Loupe
- Gants, propres
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Écrou autoserrant de colonne pour interface GC\MS (5190-5233)
- Ferrules, Vespel
 - 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)
- Septum (peut être un septum d'injecteur utilisé, ancien)
- Lunettes de protection

ATTENTION

Porter toujours des gants propres durant la manipulation des pièces qui se logent dans le chromatographe en phase gazeuse ou dans les chambres de l'analyseur.

Procédure

- 1 Conditionner la colonne. (Voir « Pour préparer une colonne capillaire » à la page 41.)

AVERTISSEMENT

L'analyseur, l'interface GC/MS et d'autres composants de la chambre de l'analyseur fonctionnent à de très hautes températures. Ne pas toucher les pièces à moins d'être sûr qu'elles sont suffisamment refroidies.

AVERTISSEMENT

Des tensions dangereuses, pouvant causer des blessures mortelles, sont présentes dans la chambre de l'analyseur. Ne jamais ouvrir la porte de la chambre de l'analyseur, quelle qu'en soit la raison. Si l'accès est requis, un technicien de maintenance spécialisé doit tout d'abord débrancher l'instrument de la source d'alimentation secteur.

- 2 Si Quick Swap n'est pas utilisé, mettre à pression atmosphérique le spectromètre de masse. Pour mettre le spectromètre de masse à pression atmosphérique, voir « Mise à pression atmosphérique du MSD » à la page 101.

AVERTISSEMENT

Le chromatographe en phase gazeuse fonctionne à haute température. Afin d'éviter les brûlures, ne toucher aucune des pièces du chromatographe en phase gazeuse à moins d'être sûr qu'elles sont suffisamment refroidies.

- 3 Enfiler l'extrémité libre de la colonne à travers un écrou d'interface et une ferrule conditionnée. L'extrémité conique de la ferrule doit pointer vers l'écrou.
- 4 Utiliser le coupe-colonne pour entailler la colonne à 2 cm de son extrémité.
- 5 Tout en maintenant la colonne contre le coupe-colonne avec le pouce, couper la colonne avec la lame du coupe-colonne.

- 6 Examiner l'extrémité pour s'assurer qu'elle ne comporte ni bavures ni irrégularités. Si la cassure n'est pas propre ni régulière, recommencer les étapes 4 et 5.
- 7 Essuyer l'extrémité avec de l'alcool.
- 8 Faites glisser la colonne dans l'interface GC/MS. Régler la colonne afin qu'elle étende cette distance spécifiée depuis l'extrémité de la ligne de transfert.

Pour l'installation d'une source EI (Figure 5), la colonne s'étend de 1 à 3 mm.

Pour une installation de source CI, la colonne s'étend d'environ 1 mm.

Utiliser la torche et la loupe, si nécessaire, pour voir l'extrémité de la colonne à l'intérieur de la chambre de l'analyseur. Ne pas utiliser de doigt pour toucher l'extrémité de la colonne.



Figure 5 Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MS pour une source EI.

- 9 Serrer l'écrou à la main. S'assurer que la position de la colonne ne change pas lors du serrage de l'écrou.
- 10 Serrer l'écrou dans le sens des aiguilles d'une montre. Continuer à serrer jusqu'à sentir la ferrule enserrer la colonne.

2 Installation des colonnes de GC

- 11 Vérifier le four du chromatographe en phase gazeuse pour s'assurer que la colonne ne touche pas les parois du four.



Figure 6 Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MS

ATTENTION

Faire attention lors du positionnement de la pointe d'isolement sur l'extrémité de l'interface GC/MS afin d'éviter d'endommager la colonne.

- 12 Installer la pointe d'isolement sur l'extrémité de l'interface GC/MS. Pour l'interface GC/MS du CI et l'interface GC/MS de l'EI avec une source EI d'extracteur (Figure 5), installer le ressort de cône d'étanchéité, puis aligner et faire glisser doucement la pointe avec l'écrou à tête moletée sur l'extrémité de la colonne et visser l'écrou à tête moletée sur l'extrémité de l'interface. Pour l'interface GC/MS de l'EI avec une source EI standard ou inerte, un cône d'étanchéité n'est pas nécessaire.
- 13 Vérifier **doucement** l'alignement de la source d'ions et du cône d'étanchéité de l'interface.

Lorsque la source d'ions est alignée correctement, il est possible de fermer entièrement la chambre avant de l'analyseur sans aucune résistance hormis la mise en tension du ressort d'appui du cône d'étanchéité de l'interface.

ATTENTION

Forcer la porte de 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.

- 14 Il est possible d'aligner la source d'ions et le ressort de cône d'étanchéité de l'interface en faisant osciller la plaque sur ses charnières. En cas d'impossibilité de fermer correctement la porte, prendre contact avec un représentant du service après-vente Agilent Technologies.
- 15 Refermer la porte de la chambre de l'analyseur. (Voir « Fermeture de la chambre de l'analyseur » à la page 183.)

Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MS à l'aide d'un écrou autoserrant de colonne



Cette procédure est destinée à l'installation d'une colonne capillaire directement dans l'analyseur. Cette procédure concerne l'installation d'une colonne capillaire directement dans l'analyseur. L'écrou de colonne standard est expliqué ici et l'écrou autoserrant de colonne est expliqué dans la section suivante.

Matériel nécessaire

- Cône d'étanchéité l'interface commune (G3870-20542) à utiliser avec des sources Inert+ et CI lorsqu'une ligne de transfert CI est installée (voir Figure 5)
- Ressort du cône d'étanchéité (G7005-20024)
- Coupe-colonne, en céramique (5181-8836) ou diamant (5183-4620)
- Torche
- Loupe
- Gants, propres
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Écrou de colonne d'interface (05988-20066)
- 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)
- Septum (peut être un septum d'injecteur utilisé, ancien)
- Lunettes de protection
- Clé plate, 1/4 et 5/16 de pouce (8710-0510)

Procédure

ATTENTION

Porter toujours des gants propres durant la manipulation des pièces qui se logent dans le chromatographe en phase gazeuse ou dans les chambres de l'analyseur.

AVERTISSEMENT

L'analyseur, l'interface GC/MS et d'autres composants de la chambre de l'analyseur fonctionnent à de très hautes températures. Ne pas toucher les pièces à moins d'être sûr qu'elles sont suffisamment refroidies.

- 1 Conditionner la colonne. (Voir « [Pour préparer une colonne capillaire](#) » à la page 41.)
- 2 Mettre à pression atmosphérique le spectromètre de masse (voir « [Mise à pression atmosphérique du MSD](#) » à la page 101) et ouvrir la chambre avant de l'analyseur (voir « [Ouverture de la chambre de l'analyseur](#) » à la page 150). S'assurer de pouvoir voir l'extrémité de l'interface GC/MS.

AVERTISSEMENT

Le chromatographe en phase gazeuse fonctionne à haute température. Afin d'éviter les brûlures, ne toucher aucune des pièces du chromatographe en phase gazeuse à moins d'être sûr qu'elles sont suffisamment refroidies.

- 3 Déposer la pointe d'isolement de l'extrémité de l'interface GC/MS. Pour l'interface GC/MS du CI ([Figure 5](#) à la page 45), faire glisser la pointe et détacher son ressort de l'extrémité de cette interface. Pour l'interface GC/MS de l'EI, dévisser le support de joint d'étanchéité et le retirer ([Figure 5](#) à la page 45).
- 4 Enfiler l'extrémité libre de la colonne à travers un écrou d'interface et une ferrule conditionnée. L'extrémité conique de la ferrule doit pointer vers l'écrou.
- 5 Utiliser le coupe-colonne pour entailler la colonne à 2 cm de l'extrémité.
- 6 Tout en maintenant la colonne contre le coupe-colonne avec le pouce, couper la colonne avec la lame du coupe-colonne.
- 7 Examiner l'extrémité pour s'assurer qu'elle ne comporte ni bavures ni irrégularités. Si la cassure n'est pas propre ni régulière, recommencer les étapes 5 et 6.

2 Installation des colonnes de GC

- 8 Faites glisser la colonne dans l'interface GC/MS. Régler la colonne afin qu'elle étende cette distance spécifiée depuis l'extrémité de la ligne de transfert.

Pour l'installation d'une source EI (Figure 5), la colonne s'étend de 1 à 3 mm

Pour l'installation d'une source CI, la colonne s'étend d'environ 1 mm

Utiliser la torche et la loupe, si nécessaire, pour voir l'extrémité de la colonne à l'intérieur de la chambre de l'analyseur. Ne pas utiliser de doigt pour toucher l'extrémité de la colonne.

- 9 Serrer l'écrou à la main. S'assurer que le positionnement de la colonne ne change pas quand on serre l'écrou et s'assurer de ne pas trop serrer l'écrou.
- 10 Vérifier le four du chromatographe en phase gazeuse pour s'assurer que la colonne ne touche pas les parois du four.
- 11 Resserrer l'écrou d'1/4 à 1/2 tour supplémentaire.
- 12 Vérifier le serrage de l'écrou après un ou deux cycles thermiques ; resserrer encore si nécessaire.

ATTENTION

Faire attention lors du positionnement de la pointe d'isolement sur l'extrémité de l'interface GC/MS afin d'éviter d'endommager la colonne.

- 13 Installer la pointe d'isolement sur l'extrémité de l'interface GC/MS. Pour l'interface GC/MS du CI et l'interface GC/MS de l'EI avec une source EI d'extracteur (Figure 5), installer le ressort de cône d'étanchéité, puis aligner et faire glisser doucement la pointe avec l'écrou à tête moletée sur l'extrémité de la colonne et visser l'écrou à tête moletée sur l'extrémité de l'interface. Pour l'interface GC/MS de l'EI avec une source EI standard ou inerte, un cône d'étanchéité n'est pas nécessaire.
- 14 Vérifier **doucement** l'alignement de la source d'ions et du cône d'étanchéité de l'interface.

Lorsque la source d'ions est alignée correctement, il est possible de fermer entièrement la chambre avant de l'analyseur sans aucune résistance hormis la mise en tension du ressort d'appui du cône d'étanchéité de l'interface.

ATTENTION

Forcer la porte de 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.

- 15** Il est possible d'aligner la source d'ions et le ressort de cône d'étanchéité de l'interface en faisant osciller la plaque sur ses charnières. En cas d'impossibilité de fermer correctement la porte, prendre contact avec un représentant du service après-vente Agilent Technologies.
- 16** Refermer la porte de la chambre de l'analyseur. (Voir « Fermeture de la chambre de l'analyseur » à la page 183.)

2 Installation des colonnes de GC



3 Fonctionnement en mode ionisation par impact électronique (EI)

Fonctionnement du MSD depuis le système de données	54
Fonctionnement du MSD à partir du panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse	55
Configuration du MSD via l'interface utilisateur Web (WUI)	60
Lecture du mini affichage de l'eModule	63
DEL d'état de l'instrument du panneau avant	63
L'interface GC/MSD	64
Avant de mettre le MSD en marche	66
Mise sous vide	68
Contrôle des températures	68
Contrôle du débit de la colonne	69
Mise à pression atmosphérique du MSD	69
Affichage de la température et du vide du MSD en réglage manuel	71
Réglage des moniteurs du MSD pour qu'ils affichent l'état du vide et la température	73
Réglage des températures de l'analyseur à partir de la vue Instrument Control (Pilotage de l'instrument)	76
Réglage des températures de l'interface GC/MSD à partir de MassHunter	78
Surveillance de la pression du vide poussé	80
Étalonnage de la vitesse linéaire du débit de la colonne	83
Réglage du MSD en mode EI	86
Configuration du système de source d'ions autonettoyante en option	88
Conditionnement du système de source d'ions autonettoyante en option	89
Modification d'une méthode pour utiliser le mode de nettoyage de source d'ions autonettoyante	92



3 Fonctionnement en mode ionisation par impact électronique (EI)

Modification d'une méthode pour désactiver le mode de nettoyage de source d'ions autonettoyante	94
Vérification de la performance du système	95
Réalisation de tests de masse élevée (MSD série 5977B)	97
Ouverture des couvercles du MSD	100
Mise à pression atmosphérique du MSD	101
Mise sous vide du MSD	104
Déplacement et entreposage du MSD	107

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

Fonctionnement du MSD depuis le système de données

Le logiciel d'acquisition GCMS MassHunter Agilent permet d'automatiser des tâches telles que la mise sous vide, la surveillance des paramètres, le réglage des températures, le réglage et la mise à pression atmosphérique du MSD. Ces tâches sont décrites dans le présent chapitre. Les manuels et l'aide en ligne fournis avec le logiciel MassHunter contiennent des informations supplémentaires.

ATTENTION

Le logiciel et le programme sont révisés périodiquement. Si les étapes décrites dans ces procédures ne correspondent pas au logiciel MassHunter, voir les manuels et aide en ligne fournis avec le logiciel pour plus d'informations.

Fonctionnement du MSD à partir du panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse

Le panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse 7890B peut afficher la température et la pression actuelles du MSD ou démarrer une tâche sur le MSD sans passer par le logiciel d'acquisition GCMS MassHunter Agilent. Il est possible d'accéder aux fonctions, comme la mise à pression atmosphérique et le réglage des températures, directement depuis le panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse. Des fonctionnalités limitées sont disponibles à partir du panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse. Le logiciel d'acquisition MassHunter est le contrôleur disposant de toutes les fonctionnalités pour la plupart des opérations de pilotage de l'instrument.

Touche dédiée du MSD sur le panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse

La touche **MS/Aux Det** sur le panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse 7890B permet d'accéder aux paramètres de contrôle et de configuration sur le MSD. Pour les modèles 7890 plus anciens avec le programme mis à jour, cette touche est marquée **Aux Det #** et peut être remplacée par la touche **MS/Aux Det** dans les procédures suivantes.



Modification des températures du MSD à partir du panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse

- 1 Appuyer sur la touche **MS/Aux Det** pour afficher le menu du MSD 5977B.
- 2 Appuyer sur la touche vers le bas pour faire défiler jusqu'à **Quad temp (Temp quad)**, **Source temp (Temp source)** ou **Transfer line (Ligne de transfert)**.
- 3 Utiliser le clavier du chromatographe en phase gazeuse pour saisir la température souhaitée.
- 4 Appuyer sur **Enter (Entrée)** pour appliquer les modifications.

Affichage de la pression de vide et de la vitesse de la pompe turbo / pression primaire du MSD à partir du panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse

- 1 Appuyer sur la touche **MS/Aux Det** pour afficher le menu du MSD 5977B.
- 2 Appuyer sur la flèche vers le bas pour faire défiler jusqu'à **HiVac Pressure (Pression de vide poussé)** ou **Turbo Speed % of full (% de vitesse de la pompe turbo sur le total)/Foreline Pressure (Pression primaire)**.

Mise à pression atmosphérique du MSD à partir du panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse

- 1 Lors de la mise sous vide du MSD, appuyer sur **MS/Aux Det** pour revenir au menu du MSD 5977B.
- 2 Appuyer sur la flèche vers le bas pour faire défiler jusqu'à **Start MSD Vent? (Démarrer la mise à pression atmosphérique du MSD ?)**. (Appuyer sur **Off/No (Arrêt / non)** pour annuler le cycle de mise à pression atmosphérique et mettre sous vide le spectromètre de masse).
- 3 Appuyer sur **ON/Yes (Marche / oui)** pour démarrer le cycle de mise à pression atmosphérique.
- 4 Lors de l'affichage de l'invite, ouvrir la vanne de mise à la pression atmosphérique.

Mise sous vide du MSD à partir du panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse

- 1 Appuyer sur la touche **MS/Aux Det** pour afficher le menu du MSD 5977B.
- 2 Appuyer sur la flèche vers le bas pour faire défiler jusqu'à **Start MSD Pumpdown? (Démarrer l'évacuation du MSD ?)**.
- 3 Appuyer sur **ON/Yes (Marche / oui)** pour démarrer le cycle de mise sous vide.

Affichage de la version du programme du MSD à partir du panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse

- 1 Appuyer sur la touche **MS/Aux Det** pour revenir au menu du MSD 5977B.
- 2 Appuyer sur la flèche vers le bas pour faire défiler jusqu'à **Firmware (Programme)**.

Affichage du numéro de série du MSD à partir du panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse

- 1 Appuyer sur la touche **MS/Aux Det** pour revenir au menu du MSD 5977B.
- 2 Appuyer sur la flèche vers le bas pour faire défiler jusqu'à **Serial# (Numéro de série)**.

Configuration des paramètres réseau du MSD à partir du panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse

- 1 Appuyer sur **Config**, puis appuyer sur **MS/Aux Det** pour revenir au menu CONFIGURE MS DETECTOR (Configurer le détecteur de masse).
- 2 Pour configurer le paramètre **IP: (IP :)**, utiliser le clavier du chromatographe en phase gazeuse pour saisir la nouvelle adresse IP du MSD, puis appuyer sur **Enter (Entrée)** pour terminer la saisie.
- 3 Attendre que le chromatographe en phase gazeuse affiche la nouvelle adresse IP. Redémarrer le MSD ou accéder à l'adresse de la passerelle à l'aide du bouton flèche vers le bas
- 4 Appuyer sur la touche vers le bas pour faire défiler jusqu'à **GW: (GW :)** et utiliser le clavier du chromatographe en phase gazeuse pour saisir la nouvelle adresse de passerelle du réseau local, puis appuyer sur **Enter (Entrée)** pour terminer la saisie.

3 Fonctionnement en mode ionisation par impact électronique (EI)

- 5 Appuyer sur la touche vers le bas pour faire défiler jusqu'à **SW: (SW :)** et utiliser le clavier du chromatographe en phase gazeuse pour saisir le nouveau masque de sous-réseau local, puis appuyer sur **Enter (Entrée)** pour terminer la saisie.
- 6 Redémarrer le MSD. (Voir ci-dessous)

Redémarrage du MSD à partir du panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse

- 1 Appuyer sur **Config**, puis appuyer sur **MS/Aux Det** pour revenir au menu CONFIGURE MS DETECTOR (Configurer le détecteur de masse).
- 2 Appuyer sur la flèche vers le bas pour faire défiler jusqu'à **Request MSD Reboot? (Demander le redémarrage du MSD ?)**.
- 3 Appuyer sur **On/Yes (Marche / oui)** pour redémarrer le MSD et attendre que le MSD termine ce cycle avant d'essayer d'y accéder.

Activation / désactivation de BOOTP sur le MSD

Par défaut, le BOOTP est désactivé. Si le réseau local utilise un serveur BootP, l'activation de BOOTP pousse le serveur à assigner automatiquement une adresse IP au MSD.

- 1 Appuyer sur **Config**, puis appuyer sur **MS/Aux Det** pour revenir au menu CONFIGURE MS DETECTOR (Configurer le détecteur de masse).
- 2 Appuyer sur la flèche vers le bas pour faire défiler jusqu'à **MSD BOOTP (BOOTP du MSD)**.
- 3 Pour activer BOOTP, appuyer sur **On/Yes (Marche / oui)**.
Pour désactiver BOOTP, appuyer sur **Off/No (Arrêt / non)**.
- 4 Attendre que le MSD confirme la modification sur le panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse.
- 5 Redémarrer le MSD. Voir ci-dessus.

Activation / désactivation de LVDS sur le MSD

- 1 Appuyer sur **Config**, puis appuyer sur **MS/Aux Det** pour revenir au menu CONFIGURE MS DETECTOR (Configurer le détecteur de masse).
- 2 Appuyer sur la flèche vers le bas pour faire défiler jusqu'à **Lvds communication (Communication Lvds)**.
Pour activer le LVDS, appuyer sur **On/Yes (Marche / oui)**.
Pour désactiver le LVDS, appuyer sur **Off/No (Arrêt / non)**.
- 3 Attendre que le MSD confirme la modification sur le panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse.

Configuration du MSD via l'interface utilisateur Web (WUI)

Si le chromatographe en phase gazeuse ne prend pas en charge les communications LVDS avec un chromatographe en phase gazeuse Agilent, il est possible d'utiliser le WUI pour configurer les paramètres réseau du MSD. Les raisons pour lesquelles un chromatographe en phase gazeuse ne prend pas en charge la configuration des paramètres réseau d'un MSD 5977B à partir du panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse sont les suivantes :

- Le câble de communication LVDS n'existe pas entre le chromatographe en phase gazeuse et le MSD
- La communication LVDS est désactivée dans la SmartCard
- Le chromatographe en phase gazeuse n'est pas un modèle 7890 d'Agilent avec le bon programme

Modification des paramètres réseau du MSD

Cette procédure suppose que l'opérateur a accès à un PC situé sur le même sous-réseau local que le MSD.

- 1 Ouvrir le couvercle à charnières sur le MSD pour accéder à l'analyseur afin de visualiser la lecture du mini affichage de l'eModule.
- 2 Appuyer sur le bouton marche / arrêt du MSD pour démarrer l'instrument. Lorsque l'instrument a terminé son initialisation de démarrage, il affiche les informations actuelles relatives à l'adresse IP dans la lecture du mini affichage et effectue des cycles via celle-ci pendant 10 minutes.

- 3 Copier l'adresse IP, la passerelle et le masque de sous-réseau de la lecture du mini affichage.
- 4 Saisir l'adresse IP dans l'URL du navigateur Web d'un PC pour afficher la page de l'interface utilisateur Web (WUI) illustrée ici.

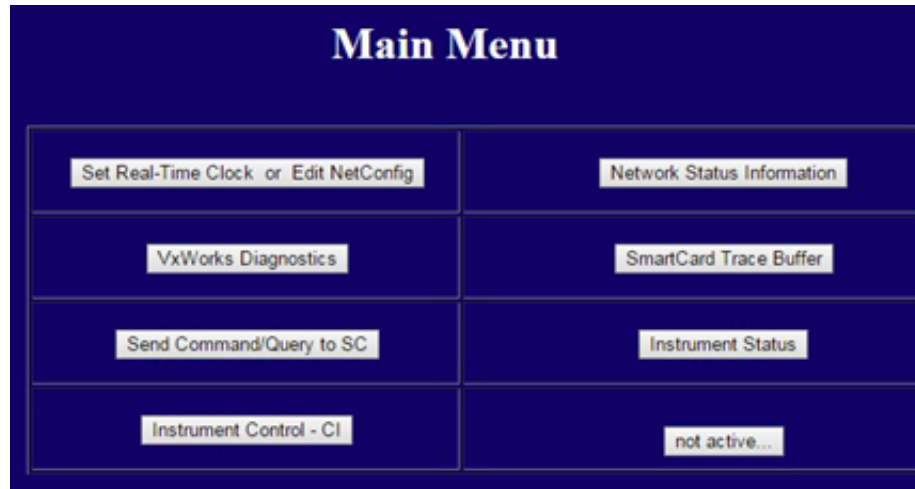


Figure 7 Interface utilisateur WEB

- 5 Cliquer sur **Set Real-Time Clock or Edit NetConfig (Définir l'heure réelle ou modifier Net Config)** et aller à la section **Edit NetConfig (MSD network configuration) (Modifier NetConfig [configuration réseau du MSD])**.

3 Fonctionnement en mode ionisation par impact électronique (EI)

Edit NetConfig (MSD network configuration)

NOTE: BOOTP = ON controls other NetConfig items below it.

==== BOOTP ==== OFF ON

MSD IP Address:

Gateway IPA:

SubNet Mask:

Figure 8 WUI Modification de NetConfig

- 6 Confirmer que **BootP** est défini sur **OFF (Désactivé)**. Si le réseau local assigne des adresses IP en utilisant un serveur BootP, cliquer sur **ON (Activer)** et ignorer l'étape suivante.
- 7 Pour mettre à jour **MSD IP address (Adresse IP du MSD)**, **Gateway IPA (IPA de la passerelle)** et **SubNet Mask (Masque de sous-réseau)**, saisir les nouvelles valeurs. Avant de cliquer sur Submit (Envoyer), il est possible de récupérer les précédents paramètres en cliquant sur **Return to Main Menu (Revenir au menu principal)**, puis de revenir ici.
- 8 Cliquer sur **Submit (Envoyer)** pour transférer cette configuration NET au MSD.

Une boîte de dialogue s'affiche pour confirmer que le processus de configuration réseau a commencé.

- 9 Cliquer sur **OK** pour fermer la boîte de dialogue et attendre l'invite demandant de **Manually reboot of the MSD/SmartCard to activate the new Settings (Redémarrer manuellement le MSD / la SmartCard pour activer les nouveaux paramètres)**.
- 10 Appuyer sur le bouton marche / arrêt du MSD pour redémarrer la SmartCard du MSD.

Lecture du mini affichage de l'eModule

Le mini affichage de l'eModule, accessible lorsque le couvercle de la porte de l'analyseur est ouvert, permet à l'opérateur de visualiser la configuration du réseau local de l'instrument, y compris son adresse IP, le masque de sous-réseau, la passerelle par défaut et l'adresse MAC. Il est possible de modifier cette configuration du réseau local à l'aide du panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse ou de l'interface utilisateur Web (WUI) à partir d'un navigateur Web.

DEL d'état de l'instrument du panneau avant

Par le biais de la DEL d'état de l'instrument du panneau avant, l'opérateur peut visualiser l'état actuel de l'instrument à l'aide de codages des couleurs et de si la DEL est allumée / éteinte.

Tableau 5 Codes de DEL d'état de l'instrument du panneau avant

État de l'instrument	Code de DEL
Prêt	Vert fixe
Acquisition des données	Vert clignotant (<2 s)
Non prêt	Jaune fixe
Non connecté au DS	Jaune clignotant (<2 s)
Prêt et non connecté au DS	Jaune fixe pendant 3 s, deux clignotements rapides
Démarrage (avant le chargement du programme)	Rouge clignotant (<2 s)
Défaut	Rouge fixe

L'interface GC/MSD

L'interface GC/MSD (Figure 9 à la page 65) est un guide chauffé, emprunté par la colonne capillaire et qui rejoint la source du MSD. Elle est boulonnée sur le côté droit de la chambre 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 GC/MSD passe à travers la paroi latérale du chromatographe en phase gazeuse et pénètre jusque dans le four. Cette extrémité est fileté pour permettre la connexion de la colonne avec un écrou et une ferrule. L'autre extrémité de l'interface rentre dans la source. Les derniers 1 à 2 mm de la colonne capillaire dépassent l'extrémité du tube de guidage et entre dans la chambre d'ionisation.

Une cartouche électrique chauffe l'interface GC/MSD. Normalement, le chauffage de l'interface GC/MSD est alimenté et régulé par la zone chauffée Aux #2 du chromatographe en phase gazeuse. La température de l'interface est réglable depuis le logiciel d'acquisition de données GCMS MassHunter ou depuis le chromatographe en phase gazeuse. Un capteur de thermocouple situé dans l'interface surveille la température.

L'interface GC/MSD doit être utilisée dans la plage entre 250° et 350 °C. La température de l'interface doit être légèrement supérieure à la température de four maximale du chromatographe en phase gazeuse, mais **jamais** supérieure à la température de colonne maximale.

L'interface GC/MSD peut être utilisée avec des sources d'ions EI et CI. La source d'ions avec extracteur et la source CI nécessitent un cône d'étanchéité (G3870-20542). Les sources EI standard fabriquées en acier inoxydable ou en matière inerte n'ont pas besoin d'un cône d'extrémité.

Voir aussi

« Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MS à l'aide de l'écrou autoserrant de colonne » à la page 43.

AVERTISSEMENT

L'interface GC/MSD fonctionne à haute température. La toucher lorsqu'elle est très chaude entraînera des brûlures.

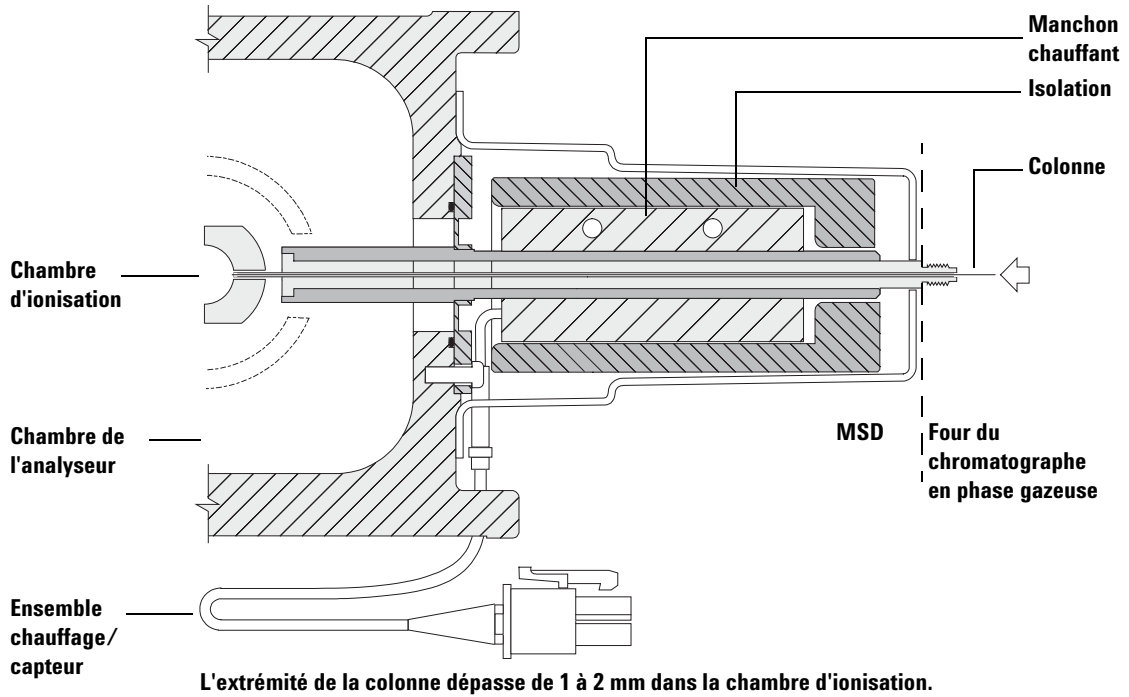


Figure 9 L'interface GC/MSD EI

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 la pression atmosphérique 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 GC/MSD pénètre dans le four du chromatographe en phase gazeuse.
- Une colonne capillaire conditionnée est installée dans l'injecteur du chromatographe en phase gazeuse et dans l'interface GC/MSD.
- Le chromatographe en phase gazeuse est en marche, mais les zones chauffées de l'interface GC/MSD, de l'injecteur et du four du chromatographe en phase gazeuse sont coupées.
- Le gaz vecteur, pur à au moins 99,9995 %, est raccordé au chromatographe en phase gazeuse via les pièges recommandés. Le régulateur, la plomberie, les pièges, le module EPC, l'injecteur et la colonne ont été vidés de tout gaz afin d'éliminer l'oxygène du système.
- Si l'hydrogène est utilisé comme gaz vecteur, le flux 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 que le MSD 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](#) » à la page 22 avant de faire fonctionner le MSD avec de l'hydrogène comme gaz vecteur.

Mise sous vide

Le système de données ou le panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse 7890B facilite la mise sous vide du MSD. Le procédé est quasiment automatisé. Une fois la vanne de mise à la pression atmosphérique fermée, mettre l'interrupteur principal en position marche (tout en appuyant sur la plaque latérale avant), le MSD se met sous vide tout seul. Le logiciel du système de données surveille et affiche l'état du système au cours de la mise sous vide. 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 GC/MSD en marche. Le MSD s'arrête de lui-même s'il ne peut pas mettre sous vide 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 la chambre de l'analyseur (le vide) sur les MSD équipés du contrôleur de micro-jauge à ionisation G3397A (en option).

Le panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse 7890B peut également afficher ces données.

Contrôle des températures

Les températures des zones chauffées du MSD sont commandées par le système informatique. Le MSD dispose de chauffages indépendants et de capteurs de température pour la source d'ions et le filtre de masse quadripolaire. 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 GC/MSD est alimenté et contrôlé par la zone chauffée Aux^o2 du chromatographe en phase gazeuse. La température de l'interface GC/MSD peut être réglée et surveillée depuis le système de données ou depuis le panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse 7890B.

Contrôle du débit de la colonne

Le flux de gaz vecteur est contrôlé par la pression de l'injecteur dans le chromatographe en phase gazeuse. Pour une pression de l'injecteur donnée, le débit de la colonne diminue parallèlement à l'augmentation de la température du four du chromatographe en phase gazeuse. Avec la régulation pneumatique électronique (EPC) et le mode de la colonne défini sur **Constant Flow (Débit constant)**, le même débit de colonne est maintenu quelle que soit la température.

Le MSD peut être utilisé pour mesurer le débit réel 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. Avec cette mesure de la durée, il est possible de calculer le débit de la colonne. Voir la section « **Étalonnage de la vitesse linéaire du débit de la colonne** » à la page 83.

Mise à pression atmosphérique du MSD

Un programme du système de données guide l'utilisateur pendant la séquence de mise à pression atmosphérique. Il coupe les chauffages du chromatographe en phase gazeuse 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 la pression atmosphérique.

Le MSD *sera* endommagé si la mise à pression atmosphérique n'est pas correcte. Si le système est mis à pression atmosphérique 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 pression atmosphérique lorsqu'elle tourne à plus de 50 % de sa vitesse de fonctionnement normal.

AVERTISSEMENT

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

3 Fonctionnement en mode ionisation par impact électronique (EI)

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 » à la page 22 avant de faire fonctionner le MSD avec de l'hydrogène comme gaz vecteur.

ATTENTION

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

Ne pas mettre à pression atmosphérique lorsque la pompe turbo tourne à plus de 50 % de sa vitesse nominale.

Ne pas dépasser le flux gazeux total maximum recommandé. Voir la section [Tableau 3](#) à la page 16.

Affichage de la température et du vide du MSD en réglage manuel

Il est également possible d'utiliser le panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse pour réaliser cette tâche. Voir la section « Fonctionnement du MSD à partir du panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse » à la page 55.

Procédure

- 1 Dans la vue **Instrument Control (Pilotage de l'instrument)**, sélectionner **Edit Tune Parameters (Modifier les paramètres de réglage)** dans le menu Instrument pour afficher la boîte de dialogue **Manual Tune (Réglage manuel)**.
- 2 Cliquer sur l'onglet **Values (Valeurs)** pour afficher les températures et le vide du MSD.

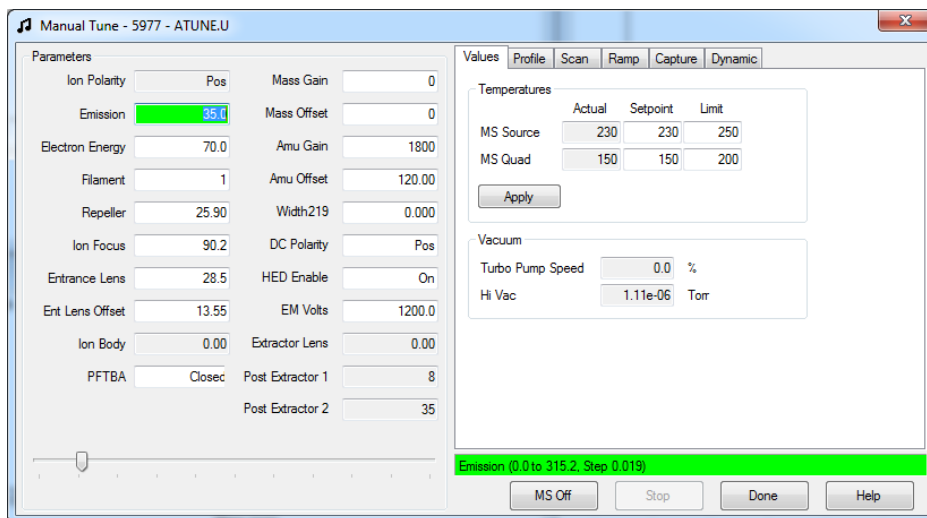


Figure 10 Onglet des valeurs du réglage manuel

- 3 Pour modifier une **Setpoint (Consigne)** ou **Limit (Limite)** de température, saisir les nouveaux paramètres, puis cliquer sur **Apply (Appliquer)**.

Il n'est pas possible de modifier les consignes ou limites de température tant que la pression primaire n'est pas inférieure à 300 mTorr ou que la pompe turbo ne fonctionne pas à une vitesse minimale de 80 %. Les chauffages du

3 Fonctionnement en mode ionisation par impact électronique (EI)

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 %.

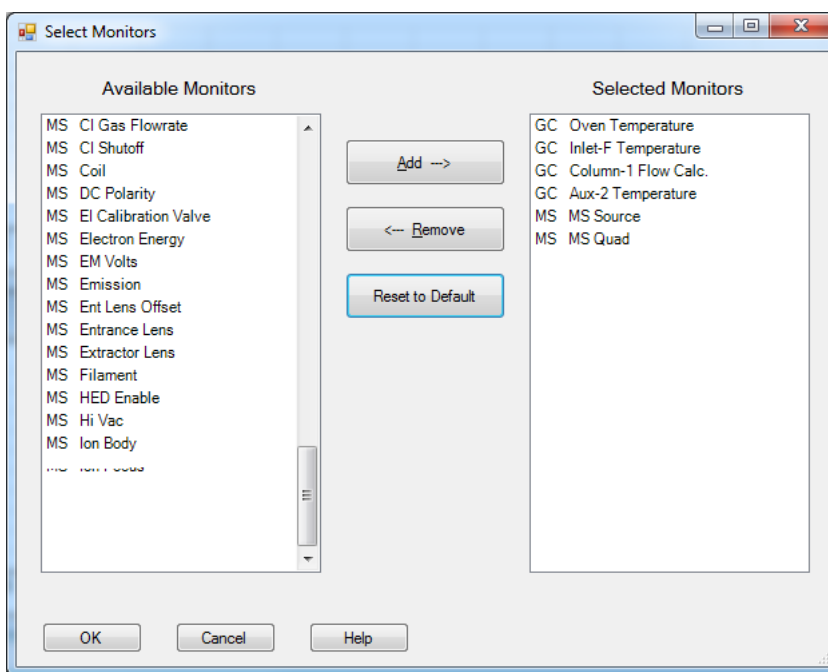
Les chauffages du MSD sont mis en marche à la fin du cycle de mise sous vide et sont coupés au début du cycle de mise à la pression atmosphérique. Les points de consigne affichés restent inchangés pendant les séquences de mise à la pression atmosphérique et de mise sous vide en dépit de la coupure des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

Réglage des moniteurs du MSD pour qu'ils affichent l'état du vide et la température

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.

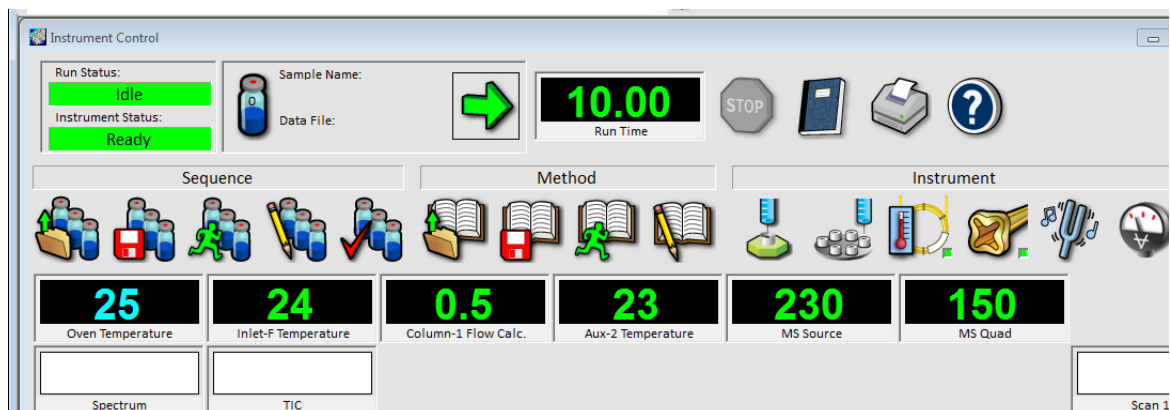
Procédure

- 1 Dans la vue **Instrument Control (Pilote de l'instrument)**, sélectionner **Edit Monitors (Modifier les moniteurs)** dans le menu **Instrument** pour afficher la boîte de dialogue **Select Monitors (Sélectionner des moniteurs)**.



3 Fonctionnement en mode ionisation par impact électronique (EI)

- 2 Dans la colonne **Available Monitors (Moniteurs disponibles)**, choisir un moniteur et cliquer sur le bouton **Add (Ajouter)** pour déplacer le moniteur sélectionné dans la colonne **Selected Monitors (Moniteurs sélectionnés)**. Répéter l'opération pour les autres moniteurs.
- 3 Cliquer sur **OK**. Les nouveaux moniteurs sont affichés les uns sur les autres dans le coin inférieur droit de la fenêtre **Instrument Control (Pilotage de l'instrument)**.
- 4 Sélectionner **Window > Arrange Monitors (Fenêtre > Positionner moniteurs)**, ou cliquer sur chaque moniteur et faites-le glisser jusqu'à la position souhaitée.



- 5 Pour régler l'alarme d'un moniteur, double-cliquer sur un moniteur affiché dans la vue Instrument Control (Pilotage de l'instrument) pour ouvrir la boîte de dialogue de ce moniteur pour le réglage des alarmes.

The screenshot shows a dialog box titled "Aux-2 Temperature". It contains the following elements:

- An "Alarm" section with a checkbox labeled "Set Alarm".
- Three input fields for alarm levels: "Alarm Level" (value: 100.00, color: Red), "Warning Level" (value: 100.00, color: Yellow), and "Below Minimum" (value: 0.00, color: Blue).
- A "Monitor Label" field containing the text "Aux-2 Temperature".
- A "CP Variable" field containing the text "GCAUX2TEMP".
- Three buttons at the bottom: "OK", "Cancel", and "Help".

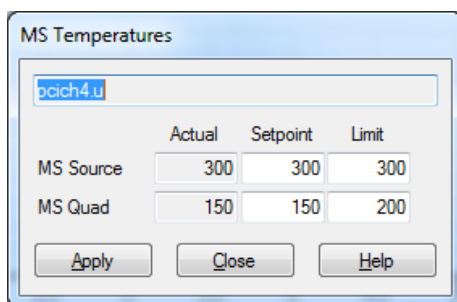
- a Cocher la case **Set Alarm (Réglage de l'alarme)**.
 - b Définir **Warning Level (Niveau d'avertissement)**, **Alarm Level (Niveau d'alarme)** et **Below Minimum (En dessous du minimum)** aux valeurs appropriées.
 - c Saisir le texte descriptif dans le champ **Monitor Label (Étiquette du moniteur)** si l'étiquette par défaut n'est pas appropriée.
 - d Cliquer sur **OK** pour terminer la configuration de l'alarme du moniteur.
- 6 Pour que ces nouveaux réglages fassent partie de la méthode, enregistrer la méthode.

Réglage des températures de l'analyseur à partir de la vue Instrument Control (Pilotage de l'instrument)

Les températures de la source d'ions et du filtre de masse quadripolaire du MSD sont enregistrées dans le fichier de réglage en cours (*.u). Lorsqu'une méthode est chargée, les valeurs de consigne du fichier de réglage associé à cette méthode sont automatiquement téléchargées.

Procédure

- 1 Dans la vue **Instrument Control (Pilotage de l'instrument)**, sélectionner **MS Temperatures (Températures du spectromètre de masse)** dans le menu **Instrument**.



- 2 Saisir les températures (filtre de masse) **MS Source (Source du spectromètre de masse)** et **MS Quad (Quad du spectromètre de masse)** dans les champs **Setpoint (Consigne)** et **Limit (Limite)**. Voir la section [Tableau 6](#).

Tableau 6 Températures de consigne recommandées

	Fonctionnement en mode EI	Mode PCI	Mode NCI
Source du spectromètre de masse	250	250	150
Quad du spectromètre de masse	150	150	150

Les températures des zones de chauffage de l'interface GC/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.

ATTENTION

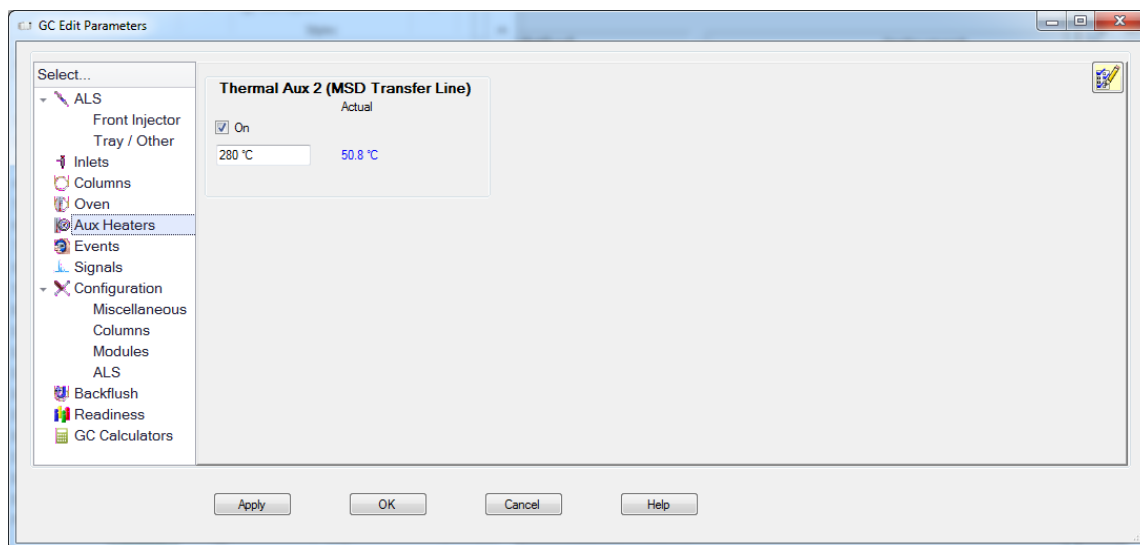
Il ne faut pas dépasser 200 °C pour le quadripôle et 350 °C pour la source.

- 3 Pour envoyer les nouveaux paramètres de température au fichier de réglage actuellement chargé et pour télécharger ces paramètres sur le MSD, cliquer sur **Apply (Appliquer)**.
- 4 Cliquer sur **OK** pour quitter la boîte de dialogue. Si des modifications ont été apportées à tout paramètre, la boîte de dialogue **Save MS Tune File (Enregistrer le fichier de réglage du spectromètre de masse)** s'affiche. Cliquer sur **OK** pour enregistrer les modifications dans le même fichier ou taper un nouveau nom de fichier, puis cliquer sur **OK**. Pour supprimer la modification apportée à tout paramètre, cliquer sur **Cancel (Annuler)**.

Réglage des températures de l'interface GC/MSD à partir de MassHunter

Procédure

- 1 À partir de la vue **Instrument Control (Pilotage de l'instrument)**, sélectionner **Instrument>GC Edit Parameters. (Instrument>chromatographe en phase gazeuse Modifier les paramètres)**.
- 2 Cliquer sur l'icône **Aux Heaters (Chauffages aux)** pour modifier la température de l'interface.



- 3 Sélectionner **On (Allumer)** pour allumer le chauffage et taper la consigne dans la colonne **Value °C (Valeur °C)**.

La consigne typique est de 280 °C.

ATTENTION

Vérifier que le gaz vecteur est en marche et que la colonne a été purgée pour éliminer l'air, avant de chauffer l'interface GC/MS ou le four du chromatographe en phase gazeuse.

Lors du réglage de la température de l'interface GC/MS, ne jamais dépasser la valeur maximale attribuée à la colonne.

- 4 Cliquer sur **Apply (Appliquer)** pour télécharger les valeurs de consigne ou cliquer sur **OK** pour télécharger les valeurs de consigne et fermer la fenêtre.
- 5 Pour que ces nouveaux réglages fassent partie de la méthode, sélectionner **Save (Enregistrer)** dans le menu Method (Méthode).

Surveillance de la pression du vide poussé

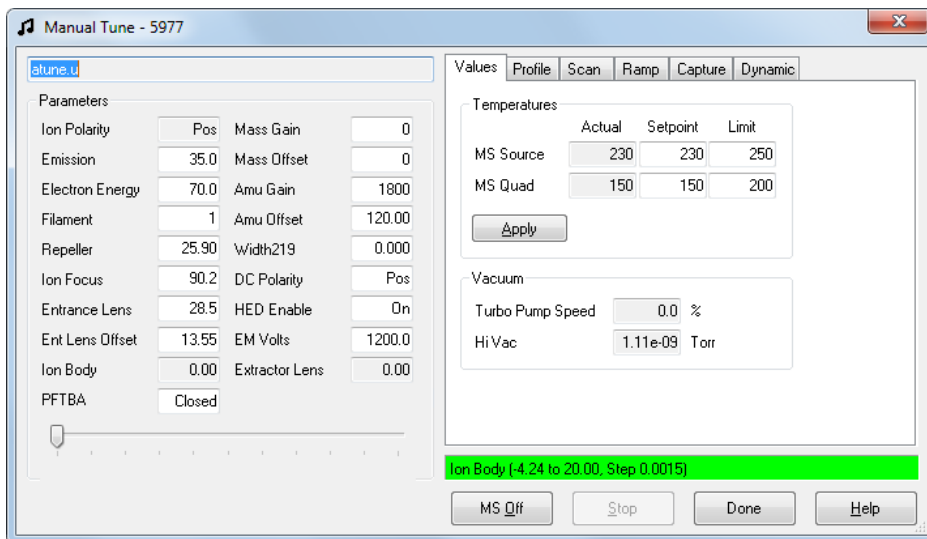
La surveillance de la pression nécessite une micro-jauge à vide à ionisation G3397A (en option).

AVERTISSEMENT

Si le gaz vecteur utilisé est l'hydrogène et qu'il existe une possibilité que de l'hydrogène se soit accumulé dans la chambre de l'analyseur, ne pas allumer la micro-jauge à ionisation. Lire la section « Précautions relatives à l'hydrogène » à la page 22 avant de faire fonctionner le MSD avec de l'hydrogène comme gaz vecteur.

Procédure

- 1 Démarrer et mettre le MSD sous vide (« *Mise sous vide du MSD* » à la page 104).
- 2 Dans la vue Tune and Vacuum Control (Réglage et contrôle du vide), sélectionner **Turn Vacuum Gauge on/off (Dépressiomètre rotatif marche / arrêt)** dans le menu **Vacuum (Vide)**.
- 3 Sélectionner **Manual Tune (Réglage manuel)** dans le menu **Parameters (Paramètres)** pour afficher la boîte de dialogue Manual Tune (Réglage manuel).
- 4 Sélectionner l'onglet **Values (Valeurs)** pour afficher la mesure du vide poussé.



La plus grande influence sur la pression de fonctionnement en mode EI est le flux de gaz vecteur (colonne). Le **Tableau 7** à la page 81 dresse la liste des pressions typiques d'hélium pour divers flux de gaz vecteur. Ces pressions sont approximatives et peuvent varier d'un instrument à l'autre jusqu'à 30 %.

Tableau 7 Mesure du dépressiomètre d'ions

Débit de colonne, ml/min	Mesure facultative de la jauge, torr Pompe turbo	Mesure de la jauge, torr Pompe à diffusion	Mesure de la jauge primaire, mTorr Pompe à diffusion
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

3 Fonctionnement en mode ionisation par impact électronique (EI)

Tableau 7 Mesure du dépressiomètre d'ions (continued)

Débit de colonne, ml/min	Mesure facultative de la jauge, torr Pompe <i>turbo</i>	Mesure de la jauge, torr Pompe à <i>diffusion</i>	Mesure de la jauge primaire, mTorr Pompe à <i>diffusion</i>
4	2,48E-05		
6	3,75E-05		

Si la pression est constamment supérieure aux valeurs listées, voir l'aide en ligne du logiciel Acquisition GCMS MassHunter pour savoir comment résoudre les problèmes de fuite d'air et autres problèmes liés au vide.

La vue **Instrument Control (Pilotage de l'instrument)** permet d'installer un moniteur de spectromètre de masse pour afficher cette mesure de vide. Il est également possible de mesurer le vide sur le panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse série 7890B ou à partir de l'écran Manual Tune (Réglage manuel).

Étalonnage de la vitesse linéaire du débit de la colonne

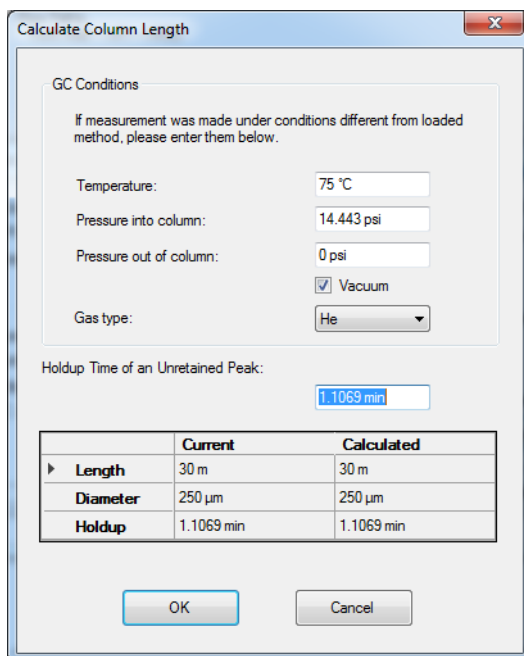
Les colonnes capillaires doivent être étalonnées avant de les utiliser avec le spectromètre de masse.

Procédure

- 1 Régler l'acquisition des données sur l'injection manuelle sans division (splitless) et configurer un tracé en temps réel pour surveiller la valeur m/z 28.
- 2 Appuyer sur [**Prep Run**] (**Prép analyse**) sur le clavier du chromatographe en phase gazeuse.
- 3 Injecter 1 μ L d'air dans l'injecteur du chromatographe en phase gazeuse, puis appuyer sur [**Start Run**] (**Commencer analyse**).
- 4 Attendre qu'un pic soit élué à m/z 28. Noter le temps de rétention.
- 5 Dans la vue **Instrument Control (Pilotage de l'instrument)**, sélectionner **GC Parameters (Paramètres du chromatographe en phase gazeuse)** dans le menu **Instrument**.
- 6 Sélectionner l'onglet **Configuration**, puis sélectionner l'onglet **Columns (Colonnes)**.
- 7 Sélectionner la colonne installée dans le tableau.
- 8 Cliquer sur le bouton **Calibrate (Étalonner)** pour afficher la boîte de dialogue **Calibrate Column (Étalonner la colonne)**.

3 Fonctionnement en mode ionisation par impact électronique (EI)

- 9 Cliquer sur le bouton **Calc Length (Longueur de calc)** dans la section **If unretained peak holdup time is known (Si le temps mort du pic non retenu est connu)** pour afficher **Calculate Column Length (Calculer la longueur de la colonne)**.



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: 14.443 psi

Pressure out of column: 0 psi

Vacuum

Gas type: He

Holdup Time of an Unretained Peak: 1.1069 min

	Current	Calculated
▶ Length	30 m	30 m
Diameter	250 µm	250 µm
Holdup	1.1069 min	1.1069 min

OK Cancel

- 10 Vérifier que les paramètres listés (température, pression d'entrée et de sortie, type de gaz) sont bien ceux utilisés dans la méthode déterminant le temps mort. Changer les paramètres qui sont différents de ceux utilisés dans la méthode.
- 11 Saisir le temps de rétention enregistré dans le champ **Holdup Time (Temps mort)**. Déplacer le curseur vers 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 l'écran **Calibrate Columns (Étalonner colonnes)** 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.

Calcul de la vitesse linéaire moyenne

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

où :

L = longueur de la colonne en mètres

t = temps de rétention en secondes

Calcul du débit volumétrique

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

où :

D = diamètre interne de la colonne en millimètres

L = longueur de la colonne en mètres

t = temps de rétention en minutes

Réglage du MSD en mode EI

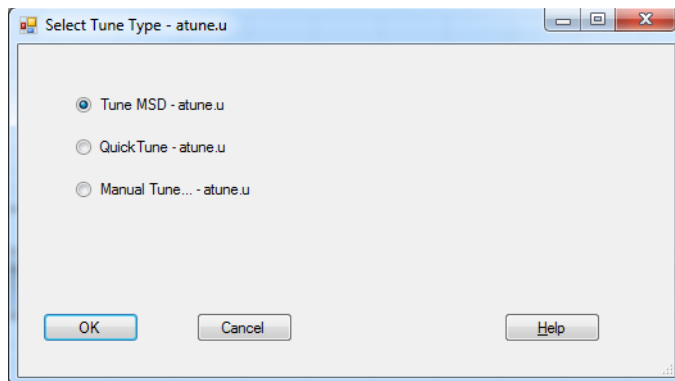
Il est également possible d'utiliser le panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse 7890B pour exécuter l'autotune qui est actuellement chargé dans MassHunter. Voir la section « [Fonctionnement du MSD à partir du panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse](#) » à la page 55.

Procédure

- 1 Charger la méthode qui sera utilisée pour l'acquisition des données.
- 2 Dans la vue **Instrument Control (Pilotage de l'instrument)**, vérifier si le bon fichier de réglage s'affiche dans la barre de titre. Pour la plupart des applications, le fichier d'autoréglage ATUNE.U (**Autotune**) donne les meilleurs résultats. Voir le guide de sélection de source EI série 5977 Agilent (réf. : 5991-2106EN)
- 3 Pour sélectionner un fichier de réglage différent, sélectionner **MS Tune File (Fichier de réglage de spectromètre de masse)** dans le menu **Instrument** pour afficher la boîte de dialogue **Select Tune File** (Sélectionner le fichier de réglage). La zone **Settings (Réglages)** affiche les paramètres importants d'un fichier de réglage sélectionné.

Le fichier de réglage doit correspondre au type de source dans l'analyseur. Si une source à EI est utilisée, sélectionner un fichier de réglage créé pour une source à EI. Voir le guide de sélection de source EI série 5977 Agilent (réf. : 5991-2106EN)

- 4 Cliquer sur l'**icône du spectromètre de masse Tune** (Réglage du spectromètre de masse) pour afficher la boîte de dialogue **Select Tune Type (Sélectionner le type de réglage)**.



- 5 Sélectionner **Tune MSD (Régler le MSD)** pour réaliser un autotune complet ou sélectionner **Quick Tune (Réglage rapide)** pour régler la largeur de pic, la masse exacte et l'abondance, sans modifier les rapports d'intensité des ions.
- 6 Cliquer sur **OK** pour fermer cette boîte de dialogue et démarrer le réglage. Si les températures du MSD ne sont pas stables, il y aura une invite demandant d'attendre ou de passer outre l'attente en cliquant sur **Override (Passer outre)**.
- 7 Attendre que le réglage soit terminé et générer le rapport.
- 8 Pour évaluer les résultats du réglage, sélectionner **Evaluate Tune (Évaluer le réglage)** dans le menu **Checkout (Contrôle)** dans la vue **Instrument Control (Pilote de l'instrument)**.

Pour afficher l'historique des résultats de réglage, dans la vue **Instrument Control (Pilote de l'instrument)**, sélectionner **Checkout>View Previous Tunes... (Contrôle>Afficher les réglages précédents...)**.

Pour régler manuellement le MSD ou réaliser des autotunes spéciaux, à partir du menu **View (Afficher)**, sélectionner la vue **Tune and Vacuum Control (Réglage et contrôle du vide)**. Consulter les manuels ou l'aide en ligne fournis avec le logiciel d'acquisition GCMS MassHunter pour plus d'informations sur le réglage.

Configuration du système de source d'ions autonettoyante en option

- 1 Sélectionner **Instrument > GC Parameters (Instrument > Paramètres du chromatographe en phase gazeuse)** depuis le panneau **Instrument Control (Pilotage de l'instrument)**.
- 2 Cliquer sur l'icône **Configuration**, puis sélectionner l'onglet **Modules** pour afficher l'écran.

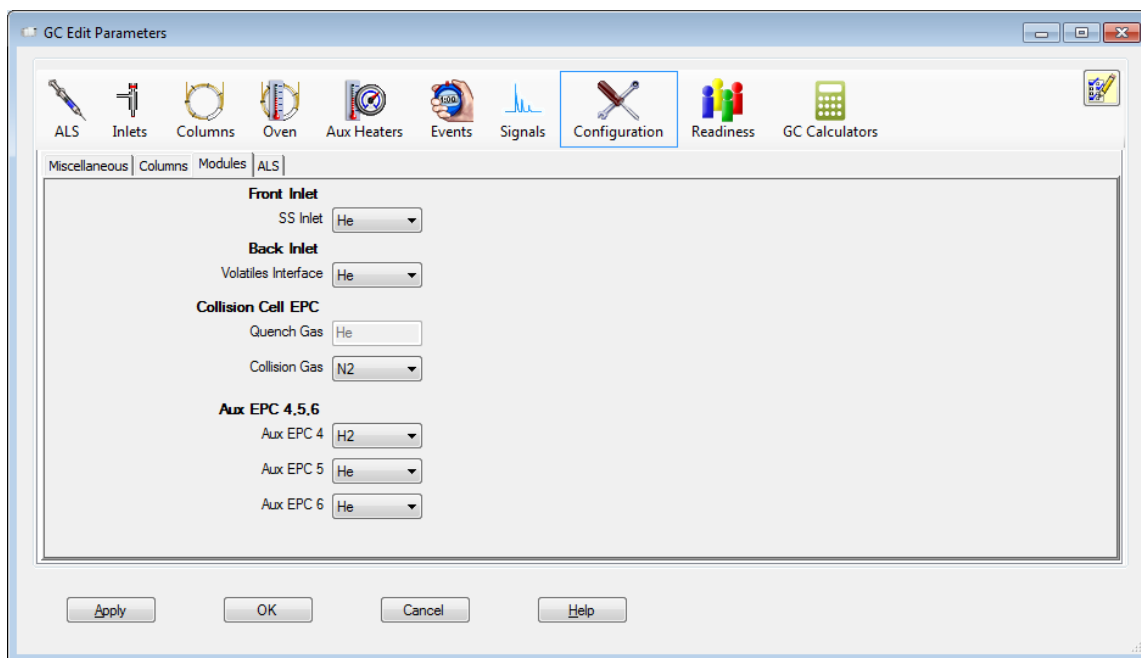


Figure 11 Configuration des gaz Aux EPC 4, 5, 6 du système de source d'ions autonettoyante

- 3 Sélectionner **H2** pour **Aux EPC 4**, sélectionner **He** pour **Aux EPC 5** et sélectionner **He** pour **Aux EPC 6**.
- 4 Cliquer sur **OK** pour enregistrer la configuration.

Conditionnement du système de source d'ions autonettoyante en option

Après l'installation, ou après une longue période de non-utilisation, conditionner le système de source d'ions autonettoyant avec le système GC/MS à la température et au vide décrits ici.

- 1 Dans le panneau Instrument Control (Pilotage de l'instrument) d'acquisition MassHunter, sélectionner **Instrument > GC Parameters (Instrument > Paramètres du chromatographe en phase gazeuse)**.
- 2 Cliquer sur l'icône **Columns (Colonnes)** pour afficher l'écran de saisie des paramètres de commande pour la colonne et les modules de flux Aux.

Cet exemple utilise un module de flux Aux EPC avec les ports 4, 5, 6 plombés pour le contrôle de la source d'ions autonettoyante. Le port à numéro bas dispose du **H2** plombé, le port moyen dispose du **He** plombé et le port à numéro élevé est un événement de purge. Le système peut être également utiliser les Aux EPC 1, 2, 3 ou Aux EPC 7, 8, 9 comme unité Aux EPC plombée pour le service de source d'ions autonettoyante.

3 Fonctionnement en mode ionisation par impact électronique (EI)

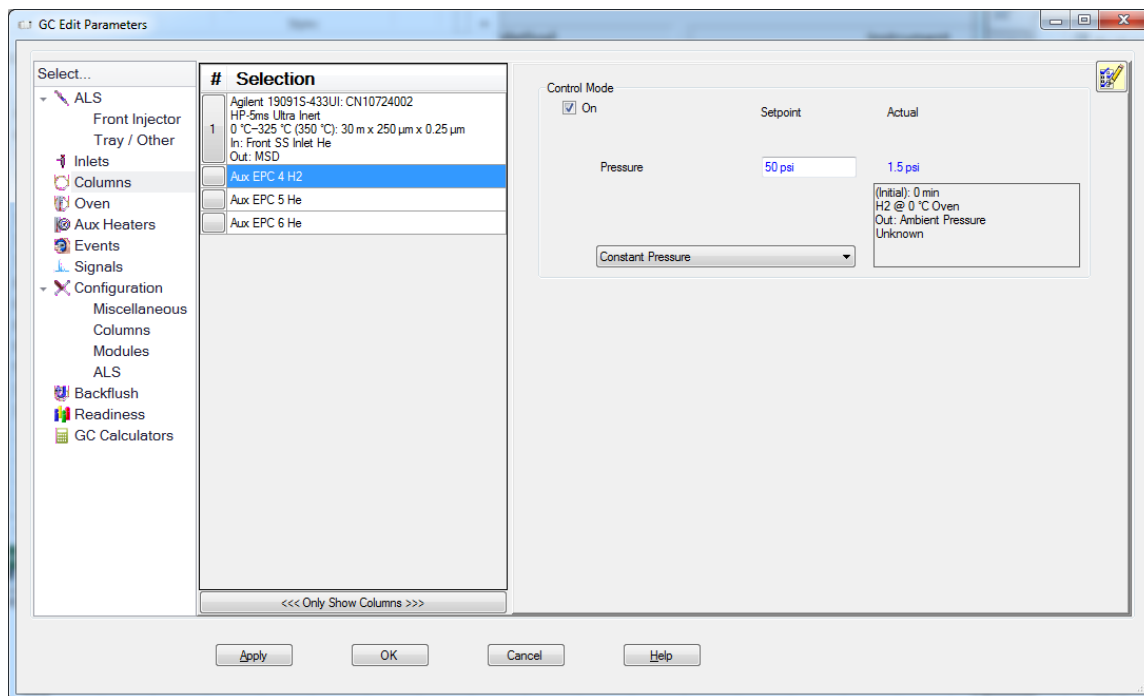


Figure 12 Réglage du flux du gaz à source d'ions autonettoyante

- 3 Dans la zone **Selection (Sélection)** à gauche, sélectionner **Aux EPC 4 H2**. Voir la section **Figure 12**. Activer la pression et régler à 345 kPa (50 psi) dans le mode **Constant Pressure (Pression constante)**.
- 4 Sélectionner **Aux EPC 5 He** et désactiver la pression.
- 5 Sélectionner **Aux EPC 6 He**. Activer la pression et régler à 21 kPa (3 psi) dans le mode **Constant Pressure (Pression constante)**.
- 6 Sélectionner l'icône **Aux Heaters (Chauffages aux)**, allumer le chauffage de la ligne de transfert du spectromètre de masse et le régler à 250 °C.
- 7 Régler la température de fonctionnement de la source du spectromètre de masse à la valeur analytique normale.

- 8 Profiler trois masses cibles.
 - a À partir de Instrument Control (Pilotage de l'instrument), aller à **Instrument > MS Tune (Réglage du spectromètre de masse)**.
 - b Sélectionner l'onglet **Manual Tune (Réglage manuel)**.
 - c Sélectionner l'onglet **Profile (Profil)**.
 - d Saisir trois (3) masses pour profiler trois ions. (Le choix des ions n'est pas important. L'objectif est d'utiliser la caractéristique de profil pour garder le filament dessus lors du premier nettoyage de source.)
 - e Cliquer sur **MS On (Spectromètre de masse allumé)**.
 - f Cliquer sur **Start (Démarrer)** pour nettoyer la source.
- 9 Continuer à profiler les ions cibles pendant environ 3 heures.
- 10 Après 3 heures, cliquer sur **Stop (Arrêter)** pour arrêter le profilage.
- 11 Avant d'analyser un échantillon, réaliser un autotune.

Modification d'une méthode pour utiliser le mode de nettoyage de source d'ions autonettoyante

Modifier toutes les méthodes qui nécessitent le fonctionnement en mode Source d'ions autonettoyante avec ces paramètres de chromatographe en phase gazeuse.

- 1 Dans le panneau Instrument Control (Pilotage de l'instrument) d'acquisition MassHunter, sélectionner **Instrument > GC Parameters (Instrument > Paramètres du chromatographe en phase gazeuse)**.
- 2 Cliquer sur l'icône **Columns (Colonnes)** pour afficher l'écran de saisie des paramètres de commande pour la colonne et les modules de flux Aux.

Cet exemple utilise un module de flux Aux EPC avec les ports 4, 5, 6 plombés pour le contrôle de la source d'ions autonettoyante. Le port à numéro bas dispose du **H2** plombé, le port moyen dispose du **He** plombé et le port à numéro élevé est un événement de purge. Le système peut être également utiliser les Aux EPC 1, 2, 3 ou Aux EPC 7, 8, 9 comme unité Aux EPC configurée pour le service de source d'ions autonettoyante.

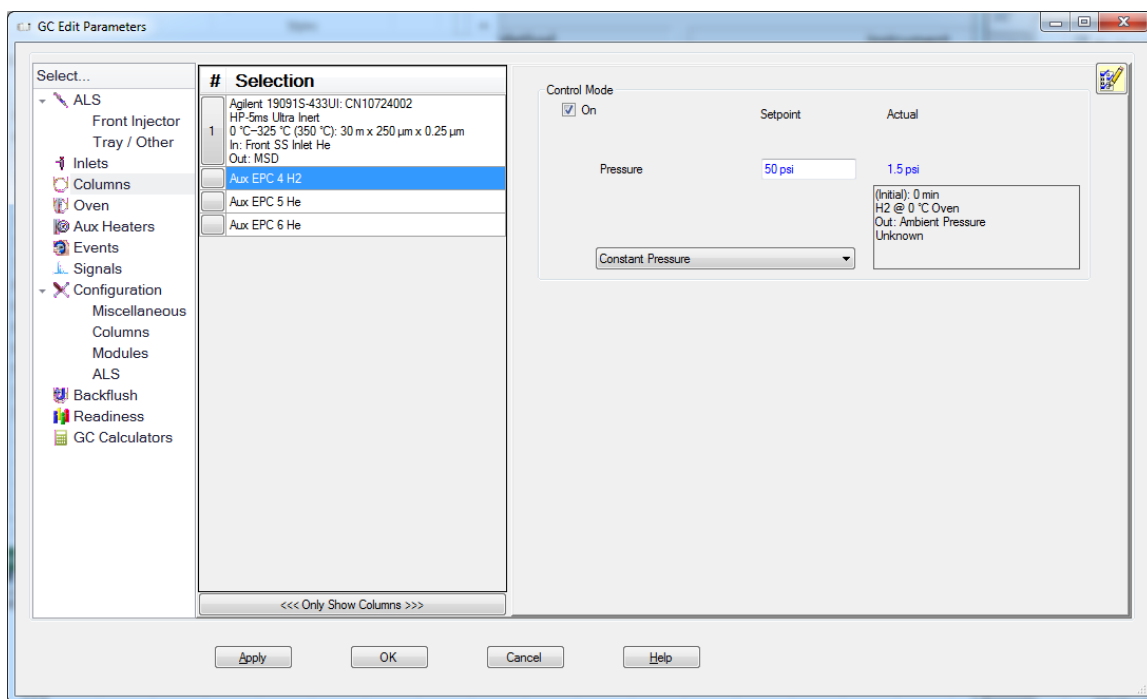


Figure 13 Réglage du flux du gaz à source d'ions autonettoyante

- 3 Dans la zone **Selection (Sélection)** à gauche, sélectionner **Aux EPC 4 H2**. Voir la section [Figure 13](#). Activer la pression et régler à 345 kPa (50 psi) dans le mode **Constant Pressure (Pression constante)**.

Il peut être nécessaire de régler la pression de l'hydrogène pour obtenir le meilleur mélange de nettoyage et de performance pour l'application.

- 4 Sélectionner **Aux EPC 5 He** et désactiver la pression.
- 5 Sélectionner **Aux EPC 6 He**. Activer la pression et régler à 21 kPa (3 psi) dans le mode **Constant Pressure (Pression constante)**.
- 6 Enregistrer la méthode.

Modification d'une méthode pour désactiver le mode de nettoyage de source d'ions autonettoyante

Modifier toutes les méthodes qui nécessitent que le mode Source d'ions autonettoyante soit fermé avec ces paramètres de chromatographe en phase gazeuse.

- 1 Avec la méthode chargée, à partir du panneau MassHunter GCMS Acquisition (Acquisition GCMS MassHunter) **Instrument Control (Pilotage de l'instrument)**, sélectionner **Instrument > GC Parameters (Paramètres du chromatographe en phase gazeuse)**.
- 2 Cliquer sur l'icône **Columns (Colonnes)** pour afficher l'écran de saisie des paramètres de commande pour la colonne et les modules de flux Aux.

Cet exemple utilise un module de flux Aux EPC avec les ports 4, 5, 6 plombés pour le contrôle de la source d'ions autonettoyante. Le port à numéro bas dispose du **H2** plombé, le port moyen dispose du **He** plombé et le port à numéro élevé est un événement de purge. Le système peut être également utiliser les Aux EPC 1, 2, 3 ou Aux EPC 7, 8, 9 comme unité Aux EPC configurée pour le service de source d'ions autonettoyante.

- 3 Dans la zone **Selection (Sélection)** à gauche, sélectionner **Aux EPC 4 H2** et désactiver la pression. (Voir [Figure 13](#) à la page 93.)
- 4 Sélectionner **Aux EPC 5 He**. Activer la pression et régler à 35 kPa (5 psi) dans le mode **Constant Pressure (Pression constante)**.
- 5 Sélectionner **Aux EPC 6 He**. Activer la pression et régler à 21 kPa (3 psi) dans le mode **Constant Pressure (Pression constante)**.
- 6 Enregistrer la méthode.

Vérification de la performance du système

Matériel nécessaire

- Contrôle OFN NCI 100 fg/μL standard pour contrôle IDL (5188-5347)
- Contrôle OFN EI 1 pg/μL standard pour contrôle de signal sur bruit (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 du chromatographe en phase gazeuse de 150 °C et un débit de colonne de 1 ml/min.
- 3 Dans la vue **Instrument Control (Pilotage de l'instrument)**, sélectionner **Checkout Tune (Réglage du contrôle)** à partir du menu Checkout (Contrôle). Le logiciel exécute alors un autoréglage et imprime le rapport.
- 4 Lorsque qu'autotune est terminé, enregistrer la méthode, puis sélectionner **Evaluate Tune (Évaluer le réglage)** à partir du menu **Checkout (Contrôle)**.

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 **Instrument Control (Pilotage de l'instrument)**, sélectionner **Sensitivity Check (Vérification de sensibilité)** dans le menu **Checkout (Contrôle)**. Le système affiche un rappel sous forme d'une boîte de dialogue **Alert (Alertee)** sur la résolution de la méthode OFN_SN et le positionnement de l'échantillon OFN dans le flacon 1 lorsqu'un injecteur automatique d'échantillons liquides est configuré.
- 3 Si nécessaire, réparer le matériel avec cette méthode et placer l'échantillon dans la position du flacon 1.
- 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.

Réalisation de tests de masse élevée (MSD série 5977B)

Matériel nécessaire

- Échantillon d'étalonnage PFHT (5188-5357)

Procédure

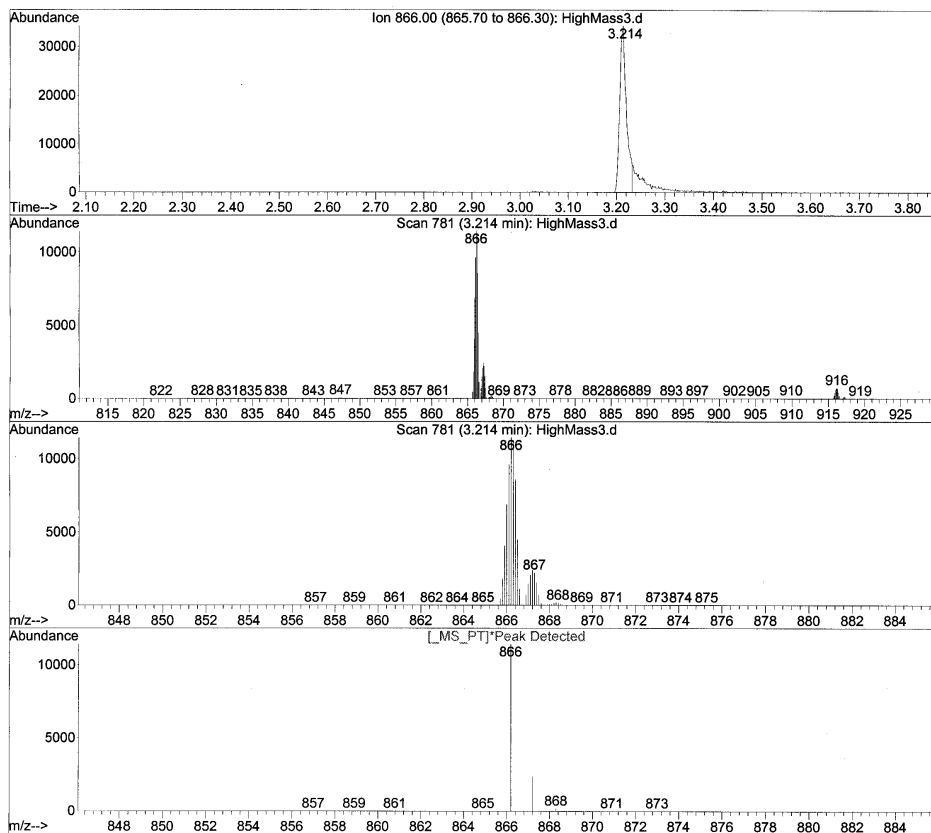
- 1 Charger le fichier de réglage ATUNE.U, puis appliquer l'autoréglage au MSD. Voir la section « Réglage du MSD en mode EI » à la page 86.
- 2 Résoudre la méthode PFHT.M sous
MassHunter\MSD\x\methods\checkout\PFHT.M
où x est le numéro d'instrument utilisé.
- 3 Mettre à jour et enregistrer la méthode.
- 4 Charger l'échantillon d'étalonnage PFHT dans un flacon et le placer dans la position 2.
- 5 Dans la vue **Instrument Control (Pilotage de l'instrument)**, sélectionner **High Mass Check (Vérification de masse élevée)** à partir du menu **Checkout (Contrôle)**.
- 6 Suivre les indications s'affichant à l'écran.
- 7 L'analyse ne prend que cinq minutes, impression du rapport comprise. Voir la section [Figure 14](#) à la page 98.

3 Fonctionnement en mode ionisation par impact électronique (EI)

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 : _[] Multiplr: 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 14 Rapport masses élevées du PFHT

Les résultats indiqueront la quantité recommandée pour régler **AMU offset (Décalage de l'unité de masse atomique)** pour une masse élevée. Si les résultats se trouvent dans 5 unités de la quantité ciblée, il n'y a aucun besoin de faire des réglages.

Réglages

- 1 Vérifier que le fichier ATUNE.U a été chargé.
- 2 Dans la vue **Instrument Control (Pilotage de l'instrument)**, sélectionner **Edit Tune Parameters (Modifier les paramètres de réglage)** dans le menu **Instrument** pour afficher la boîte de dialogue **Manual Tune (Réglage manuel)**.
- 3 Cliquer sur l'onglet **Dynamic (Dynamique)**, puis cliquer sur le sous-onglet **Amu Offset (Décalage de l'unité de masse atomique)**.
- 4 Sélectionner la case **Enable This Lens (Activer cette lentille)**.
- 5 Saisir le décalage dynamique recommandé **Voltage (V) (Tension [V])**, puis cliquer sur **OK**.
- 6 Cliquer sur **Save (Enregistrer)** pour enregistrer cette dynamique **Amu Offset (Décalage de l'unité de masse atomique)** pour la masse élevée.

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 ATUNE.U est réalisé, il remplacera cette dynamique **Amu Offset (Décalage de l'unité de masse atomique)** qui a été saisie. C'est pourquoi il peut être nécessaire de renommer le réglage.

- 7 Cliquer sur **Done (Terminé)** pour fermer la boîte de dialogue **Manual Tune (Réglage manuel)**.
- 8 Charger le PFHT.M, puis charger le fichier de réglage enregistré, puis enregistrer 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.

Ouverture des couvercles du MSD

S'il est nécessaire d'ouvrir l'un des couvercles du MSD, suivre ces procédures.

Dépose du capot à hublot de l'analyseur



Appuyer sur la zone entourée en haut de la fenêtre, incliner légèrement la fenêtre vers l'avant et lever le MSD.

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



Ouverture du couvercle de l'analyseur



Tirer la poignée sur le côté du MSD vers la gauche et le bas pour libérer le loquet magnétique et ouvrir le couvercle. Le couvercle est maintenu en place par ses charnières.

AVERTISSEMENT

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

Mise à pression atmosphérique du MSD



Procédure

Agilent recommande de créer et d'enregistrer une méthode de mise à pression atmosphérique pour garantir que des températures sûres sont appliquées à la ligne de transfert GCMS et au spectromètre de masse.

- 1 Si la communication LVDS ou DCOMM est inexistante entre le chromatographe en phase gazeuse et le spectromètre de masse, dans la vue **Instrument Control (Pilotage de l'instrument)**, sélectionner **GC Parameters (Paramètres du chromatographe en phase gazeuse)** dans le menu **Instrument** pour afficher la boîte de dialogue **GC Edit Parameters (Chromatographe en phase gazeuse Modifier les paramètres)**. Sélectionner **Oven (Four)** et régler la température du four à la température ambiante. Sélectionner également **Aux Heaters (MSD Transfer line) and Inlets (Chauffages aux [ligne de transfert du MSD] et injecteurs)** et régler ces températures à la température ambiante. Cliquer sur **OK** pour fermer la boîte de dialogue et envoyer cette température au chromatographe en phase gazeuse.

AVERTISSEMENT

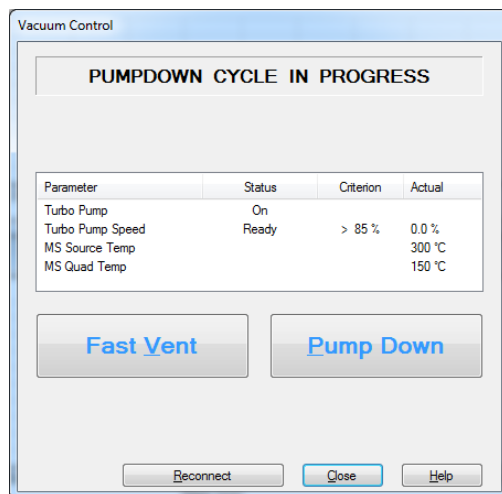
Si le gaz vecteur utilisé est l'hydrogène, le couper avant de couper l'alimentation du MSD. Si la pompe primaire est arrêtée, l'hydrogène s'accumule dans le MSD et fait naître un risque d'explosion. Lire la section « Précautions relatives à l'hydrogène » à la page 22 avant de faire fonctionner le MSD avec de l'hydrogène comme gaz vecteur.

ATTENTION

S'assurer que le four du chromatographe en phase gazeuse et l'interface GC/MS sont refroidis avant d'éteindre le flux de gaz vecteur afin d'éviter d'endommager la colonne.

3 Fonctionnement en mode ionisation par impact électronique (EI)

- 2 Dans la vue **Instrument Control (Pilotage de l'instrument)**, menu **Instrument**, sélectionner **MS Vacuum Control (Contrôle du vide du spectromètre de masse)** pour afficher la boîte de dialogue **Vacuum Control (Contrôle du vide)**.



- 3 Déposer le capot à hublot de l'analyseur (voir la section « Ouverture des couvercles du MSD » à la page 100).
- 4 Cliquer sur **Vent (Mettre à pression atmosphérique)** pour commencer l'arrêt automatisé du MSD. S'il existe une méthode de mise à pression atmosphérique enregistrée, les températures et les flux du MSD et du chromatographe en phase gazeuse sont contrôlés par la méthode.
- 5 Suivre les instructions qui s'affichent. Si les communications LVDS ou DCOMM sont inexistantes entre le chromatographe en phase gazeuse et le spectromètre de masse, il sera demandé d'éteindre la ligne de transfert et les chauffages du four.

- 6 Lorsque cela est demandé, tourner le bouton de la vanne de mise à la pression atmosphérique dans le sens inverse des aiguilles d'une montre **uniquement** de 3/4 ou jusqu'à entendre le sifflement de l'air entrant dans la chambre de l'analyseur.

Vanne de mise
à la pression
atmosphérique



Ne **pas** trop tourner le bouton car le joint torique sortirait de sa gorge. Ne pas oublier de fermer la vanne de mise à la pression atmosphérique avant la mise sous vide.

Mise sous vide du MSD

Il est également possible d'utiliser le panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse 7890B pour réaliser cette tâche. Voir la section « Fonctionnement du MSD à partir du panneau de commande du chromatographe en phase gazeuse » à la page 55.

AVERTISSEMENT

S'assurer que toutes les conditions indiquées dans l'introduction du présent chapitre (page 64) sont vérifiées avant de commencer la procédure d'évacuation du MSD. Le non-respect de ces consignes risque d'entraîner des blessures.

AVERTISSEMENT

Si le gaz vecteur utilisé est l'hydrogène, ne l'ouvrir que lorsque que le MSD 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 » à la page 22 avant de faire fonctionner le MSD avec de l'hydrogène comme gaz vecteur.

ATTENTION

Agilent déconseille d'utiliser l'hydrogène en tant que gaz porteur sur les systèmes équipés d'une pompe à évacuation initiale IDP3.

Procédure

- 1 Déposer le capot à hublot de l'analyseur (voir la section « Ouverture des couvercles du MSD » à la page 100).
- 2 Fermer la vanne de mise à la pression atmosphérique en tournant le bouton dans le sens des aiguilles d'une montre. .



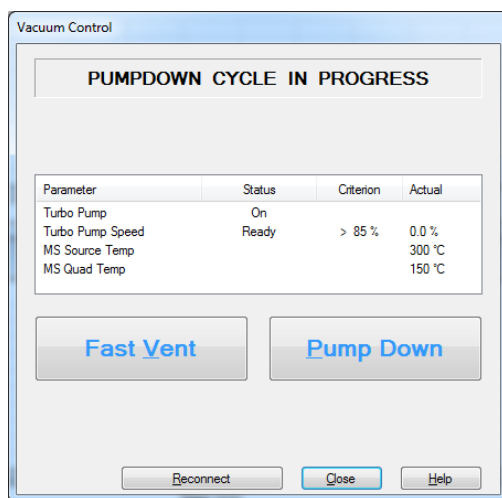
Vanne de mise à la pression atmosphérique



- 3 Rebrancher le cordon secteur du MSD.
- 4 Appuyer sur le bouton **Power on (Mise sous tension)** à l'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 la pression atmosphérique.

- 6 Démarrer le programme d'acquisition GCMS MassHunter.
- 7 Dans la vue **Instrument Control (Pilotage de l'instrument)**, à partir du menu Instrument, sélectionner **MS Vacuum Control (Contrôle du vide du spectromètre de masse)** pour afficher la boîte de dialogue **Vacuum Control (Contrôle du vide)**.
- 8 Dans la vue **Instrument Control (Pilotage de l'instrument)**, menu **Instrument**, sélectionner **MS (Spectromètre de masse) Vacuum Control (Contrôle du vide)** pour afficher la boîte de dialogue **Vacuum Control (Contrôle du vide)**.
- 9 Cliquer sur **Pump Down (Mettre sous vide)** dans la boîte de dialogue **Vacuum Control (Contrôle du vide)** et suivre les invites du système.



3 Fonctionnement en mode ionisation par impact électronique (EI)

ATTENTION

N'allumer aucune zone chauffée du chromatographe en phase gazeuse avant la mise en route du flux de gaz vecteur. Le chauffage d'une colonne sans flux de gaz vecteur endommage la colonne.

- 10 À l'invite du logiciel, mettre le chauffage de l'interface GC/MSD et le four du chromatographe en phase gazeuse en marche. Cliquer sur **OK** lorsque c'est fait.

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 Après l'affichage du message **Okay to run (Prêt pour analyse)**, attendre 2 heures pour 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.

Déplacement et entreposage du MSD

Matériel nécessaire

- 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 pression atmosphérique (voir « Mise à pression atmosphérique du MSD » à la page 101).
- 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 la pression atmosphérique.
- 4 Séparer le MSD du chromatographe en phase gazeuse (consulter le Manuel de résolution des problèmes et de maintenance du MSD série 5977B intitulé « 5977B Series MSD Troubleshooting and Maintenance Manual »).
- 5 Débrancher le câble du chauffage de l'interface GC/MSD (côté chromatographe en phase gazeuse).
- 6 Ouvrir le capot de l'analyseur (voir « Ouverture des couvercles du MSD » à la page 100).
- 7 Serrer manuellement les vis moletées de la plaque latérale.

Vis moletée avant

Vis moletée
arrière



3 Fonctionnement en mode ionisation par impact électronique (EI)

ATTENTION

Ne pas serrer pas les vis moletées trop fort. Un serrage exagéré endommage les filets des taraudages de la chambre 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 la chambre 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)

Recommandations générales	110
L'interface GC/MSD CI	111
Autotune en mode CI	114
Fonctionnement du MSD CI	116
Mise sous vide du MSD en mode ionisation chimique	117
Configuration du logiciel pour un fonctionnement en mode CI	118
Fonctionnement du module de régulation du flux de gaz réactif	120
Configuration d'un flux de gaz réactif de méthane	124
Utilisation d'autres gaz réactifs	127
Réalisation d'un autotune PCI (méthane uniquement)	131
Réalisation d'un autotune NCI (gaz réactif de méthane)	133
Vérification de la performance PCI	135
Vérification de la performance NCI	136
Surveillance de la pression du vide poussé du mode ionisation chimique	137

Ce chapitre donne les informations et instructions nécessaires pour utiliser le MSD CI série 5977B en mode ionisation chimique (CI). La plupart des informations contenues dans le chapitre précédent sont également pertinentes.

Le contenu concerne surtout l'ionisation chimique avec du méthane mais une rubrique traite de l'utilisation d'autres gaz réactifs.

Le logiciel présente des instructions relatives à la configuration du flux de gaz réactif et aux réglages Autotune CI. Les réglages Autotune s'appliquent à la CI positive (PCI), avec le méthane comme gaz réactif, et à la CI négative (NCI) avec tout autre gaz réactif.



Recommandations générales

- Utiliser toujours du méthane (et autres gaz réactifs si nécessaire) le pur possible. La pureté du méthane doit être d'au moins 99,9995 %.
- Avant de mettre le système GC/MSD en configuration CI, toujours vérifier qu'il fonctionne correctement en EI. Voir la section « [Vérification de la performance du système](#) » à la page 95.
- Vérifier que la source CI et le cône d'étanchéité de l'interface GC/MSD sont installés.
- Contrôler l'absence de fuite d'air sur le circuit du gaz réactif. Cela est établi en mode PCI, en repérant un pic à m/z 32 après le pré réglage du méthane.
- Vérifier que l'insert d'injection du gaz réactif est bien équipé de purificateurs de gaz (ne s'applique pas à l'ammoniac).

L'interface GC/MSD CI

L'interface GC/MSD CI (Figure 15 à la page 112) est un guide chauffé, emprunté par la colonne capillaire et qui rejoint la source du MSD. Il est boulonné au côté droit de la chambre de l'analyseur, avec un joint torique, et dispose d'un capot protecteur qui doit être laissé en place.

Une extrémité de l'interface passe à travers le côté du chromatographe en phase gazeuse et continue dans le four. Elle est filetée pour permettre la connexion de la colonne avec un écrou et une ferrule. L'autre extrémité de l'interface rentre dans la source. Les derniers 1 à 2 mm de la colonne capillaire dépassent l'extrémité du tube de guidage et entre dans la chambre d'ionisation.

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 joint à ressort empêche les gaz réactifs de fuir de la source d'ions de l'ionisation chimique au niveau de l'extrémité. Le gaz réactif entre dans le corps de l'interface et se mélange avec le gaz vecteur et l'échantillon dans la source.

Une cartouche électrique chauffe l'interface GC/MSD. Normalement, le chauffage de l'interface GC/MSD est alimenté et régulé par la zone chauffée Aux #2 du chromatographe en phase gazeuse. La température de l'interface est réglable depuis le logiciel d'acquisition de données GCMS MassHunter ou depuis le chromatographe en phase gazeuse. Un capteur (thermocouple) situé dans l'interface surveille la température.

Cette interface est également utilisée pour le fonctionnement en EI des MSD CI. Le joint d'extrémité d'ionisation chimique, nécessaire au fonctionnement de l'ionisation chimique, peut rester en place lorsque la source d'ions avec extracteur à impact électronique est utilisée. Il est facilement remplacé par la source à impact électronique standard ou inerte.

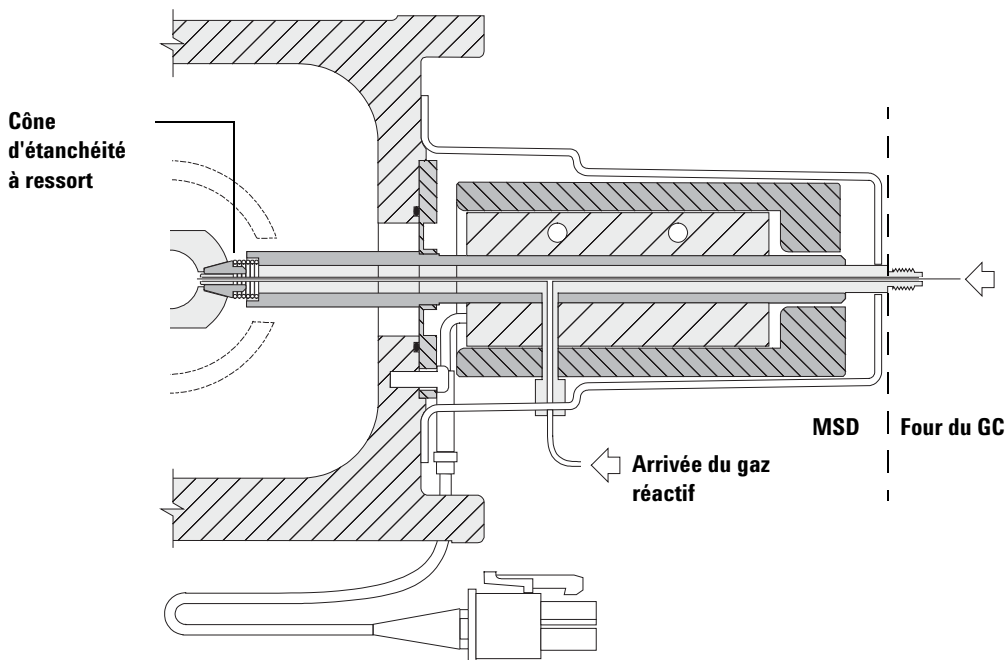
L'interface fonctionne dans la gamme de température comprise entre 250 C et 350 °C. Suite à cette restriction, la température de l'interface doit être légèrement supérieure à la température maximale du four du chromatographe en phase gazeuse mais **jamais** supérieure à la température de colonne maximale.

ATTENTION

Ne jamais dépasser la température maximale autorisée pour la colonne dans l'interface GC/MSD, le four du chromatographe en phase gazeuse et l'injecteur.

AVERTISSEMENT

L'interface GC/MSD fonctionne à haute température. La toucher lorsqu'elle est très chaude entraînera des brûlures.



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

Figure 15 L'interface GC/MSD CI

Voir aussi

« Installation d'une colonne capillaire dans un injecteur avec / sans division (split / splitless) » à la page 37

« Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MS à l'aide de l'écrou autoserrant de colonne » à la page 43

« Installation d'une colonne capillaire dans l'interface GC/MS à l'aide d'un écrou autoserrant de colonne » à la page 48

Autotune en mode CI

Après avoir réglé le flux de gaz réactif, il faut régler les lentilles et les appareils électroniques du MSD. Voir la section « [Réglages du gaz réactif](#) » à la page 115. 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 GC/MSD au moyen du module de régulation des flux.

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 aucun critère de performance associé au réglage. Si le réglage Autotune CI se déroule complètement, il est réussi.

Si la tension du multiplicateur « EMVolts » est au-dessus de 2 600 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 « [Vérification de la performance du système](#) » à la page 95. Commencer par régler le MSD en PCI, même si la NCI doit être utilisée ensuite.

Tableau 8 Réglages du gaz réactif

Gaz réactif	Méthane		Isobutane		Ammoniac		EI
	Positive	Négative	Positive	Négative	Positive	Négative	
Polarité ionique	Positive	Négative	Positive	Négative	Positive	Négative	S/O
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 lentille d'entrée	20 V	20 V	20 V	20 V	20 V	20 V	25 V
Volts EM	1 200	1 400	1 200	1 400	1 200	1 400	1 300
Vanne d'arrêt	Ouverte	Ouverte	Ouverte	Ouverte	Ouverte	Ouverte	Fermée
Gaz sélectionné	A	A	B	B	B	B	Aucun
Flux conseillé	20%	40%	20%	40%	20%	40%	S/O
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
Autotune	Oui	Oui	Non	Oui	Non	Oui	Oui

S/O : sans objet

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 flux gazeux, la température de source (Tableau 9) et l'énergie des électrons peuvent nécessiter une optimisation en fonction de l'analyte.

Tableau 9 Températures pour le fonctionnement en mode CI

	Source d'ions	Quadripôle	Interface GC/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 flux de méthane).
- Dire si une fuite d'air grossière est présente en surveillant les ions à un rapport m/z de 19 (eau protonée) et de 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 flux de gaz réactif suivants au cours du démarrage du système :

- En mode PCI, régler le flux de gaz réactif sur 20 (1 ml/min)
- En mode NCI, régler le flux de gaz réactif sur 40 (2 ml/min)

Mise sous vide du MSD en mode ionisation chimique

Cette procédure suppose que l'instrument sera finalement l'ionisation chimique positive réglée en utilisant le méthane après que le système soit stable.

Procédure

- 1 Suivre les instructions du MSD EI Voir la section « **Mise sous vide du MSD** » à la page 104.

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

- 2 Dans la boîte de dialogue **Manual Tune (Réglage manuel)**, cliquer sur l'onglet **Values (Valeurs)** pour surveiller que la pression diminue (option de jauge de vide poussé installée).
- 3 Dans la boîte de dialogue **Manual Tune (Réglage manuel)**, cliquer sur l'onglet **CI Gas (Gaz d'ionisation chimique)**, puis dans la zone **Valve Settings (Réglages de la vanne)**, fermer la **Gas Valve A (Vanne de gaz A)**, la **Gas Valve B (Vanne de gaz B)** et la **ShutOff Valve (Vanne d'arrêt)**.
- 4 Vérifier si **PCICH4.U** est chargé (en haut à gauche dans la boîte de dialogue **Manual Tune (Réglage manuel)**), puis cliquer sur l'onglet **Values (Valeurs)** 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 GC/MSD à 280 °C.
- 6 Régler **Gas A (methane) (Gaz A [méthane])** à 20 %.
- 7 Laisser le système étuver avec ce balayage gazeux pendant au moins 2 heures. Si NCI est exécuté, pour une meilleure sensibilité, effectuer l'étuvage du MSD pendant la nuit.

Configuration du logiciel pour un fonctionnement en mode CI

ATTENTION

Toujours vérifier la performance du GC/MS en mode EI avant de passer au mode CI.

Procédure

- 1 À partir de la vue **Tune and Vacuum Control (Réglage et contrôle du vide)**, sélectionner **Load Tune Parameters (Charger les paramètres de réglage)** dans le menu **File (Fichier)** et charger 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 10](#) pour connaître les valeurs par défaut de la boîte des limites des réglages. Ces limites ne sont utilisées que par l'Autotune. Elles ne doivent **pas** être confondues avec les paramètres définis dans Edit MS Parameters (Modifier les paramètres du spectromètre de masse) ou avec celles figurant dans le rapport de réglage.

Tableau 10 Limites de contrôle du réglage par défaut, pour le réglage Autotune CI seulement

Gaz réactif	Méthane		Isobutane		Ammoniac	
	Positive	Négative	Positive	Négative	Positive	Négative
Abondance cible	1x10 ⁶	1x10 ⁶	S/O	1x10 ⁶	S/O	1x10 ⁶
Largeur de pic cible	0,6	0,6	S/O	0,6	S/O	0,6
Repousseur maximum	4	4	S/O	4	S/O	4
Courant d'émission maximum, µA	240	50	S/O	50	S/O	50
Énergie des électrons max, eV	240	240	S/O	240	S/O	240

Remarques pour le Tableau 10 :

- **S/O** Sans objet. 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.
- **Ion polarity (Polarité ionique)** Toujours commencer par la PCI/méthane, puis basculer sur la polarité ionique et le gaz réactif souhaités.
- **Abundance target (Abondance cible)** Augmenter ou diminuer pour obtenir l'abondance de signal souhaitée. Une abondance de signal élevée engendre aussi une abondance de bruit élevée. Ce paramètre est réglé pour l'acquisition des données en modifiant la tension EMV dans la méthode.
- **Peakwidth target (Largeur de pic cible)** Des valeurs de largeur de pic cible élevées donnent une meilleure sensibilité tandis que des valeurs basses offrent une meilleure résolution.
- **Maximum emission current (Courant d'émission maximum)** La valeur optimale du courant d'émission maximum en mode NCI est très spécifique au composé et doit être sélectionnée empiriquement. Le courant d'émission optimum pour les pesticides par exemple peut être d'environ 200 μA .

Fonctionnement du module de régulation du flux de gaz réactif

ATTENTION

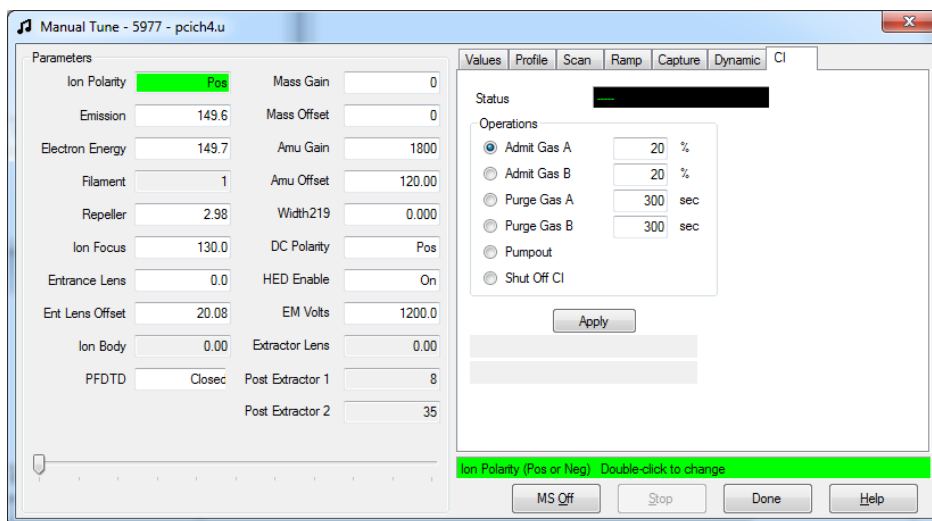
Après le passage du système du mode EI au mode CI, ou après mise à pression atmosphérique pour toute autre raison, le spectromètre de masse doit être étuvé pendant au moins 2 heures avant le réglage.

ATTENTION

Poursuivre le réglage Autotune CI en présence d'une fuite d'air ou de grandes quantités d'eau dans le spectromètre de masse entrainera une contamination **sevère** de la source. Si cela se produit, il est nécessaire de **mettre le spectromètre de masse à pression atmosphérique** et de **nettoyer la source d'ions**.

Procédure

- 1 Dans la boîte de dialogue **Manual Tune (Réglage manuel)**, cliquer sur l'onglet **CI Gas (Gaz d'ionisation chimique)** pour accéder aux réglages de paramètre pour le contrôle du flux gazeux d'ionisation chimique.



- 2 Dans la zone **Operations (Fonctionnement)**, sélectionner admit a reagent gas (autoriser un gaz réactif) pour le fichier de réglage actuel.

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 valeur de consigne du flux de gaz réactif dans le champ **Flow (Flux)**. Cette valeur correspond au pourcentage du flux maximum. Le flux recommandé est de 20 % pour une source PCI et de 40 % pour une source NCI.

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

- 4 Pour démarrer le flux de gaz réactif, sélectionner **Shutoff Valve (Vanne d'arrêt)**.

Le système arrête le flux gazeux actuel tout en laissant la vanne d'arrêt (Figure 16 à la page 122) 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 flux gazeux

Le module de régulation du flux de gaz réactif en mode CI régule le flux de gaz réactif dans l'interface GC/MSD en mode CI. Le module de flux comprend un débitmètre massique (MFC), des vannes de sélection de gaz, une vanne d'étalonnage CI, une vanne d'arrêt, des circuits électroniques de commande et un ensemble de tuyauterie. Voir Figure 16 et Tableau 11 à la page 123.

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 (Gaz A)** et **Gas B (Gaz B)**. Si le second gaz n'est pas utilisé, il faut obturer le raccord **OTHER (AUTRE)** 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 contrôle du flux par l'atmosphère tandis que le MSD est mis à pression atmosphérique ou par PFTBA lors de l'ionisation chimique.

4 Utilisation en mode ionisation chimique (CI)

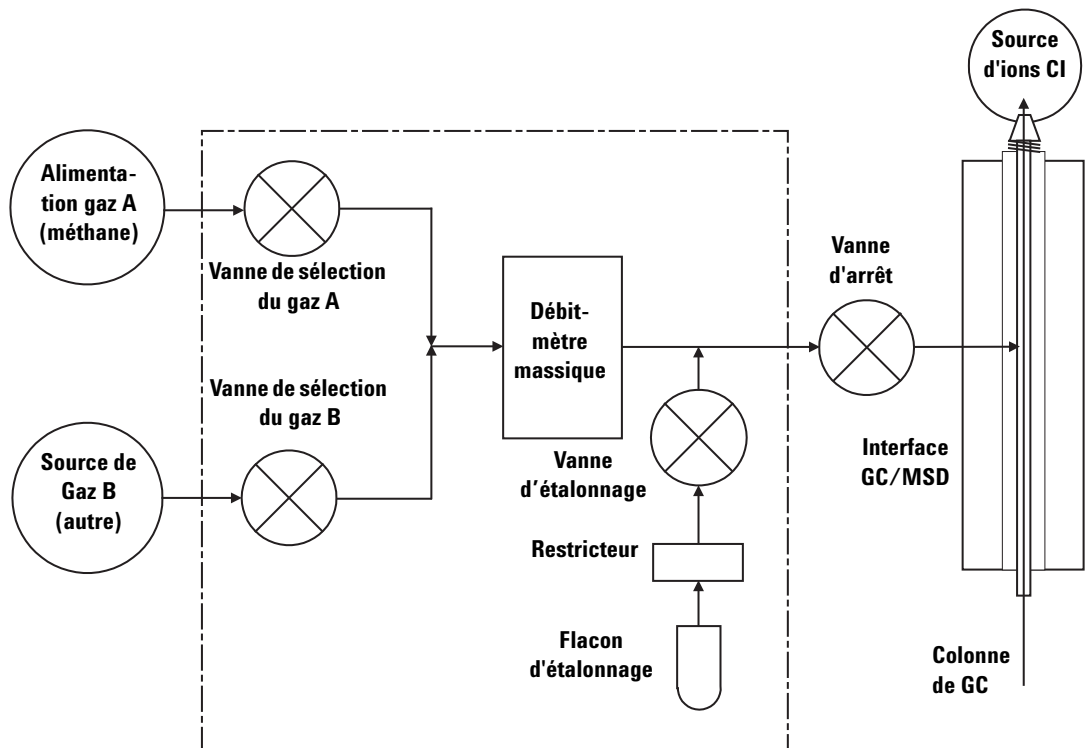


Figure 16 Schéma du module de régulation de flux de gaz réactif

Tableau 11 Tableau d'état du module de régulation du flux

Résultat	Flux gaz A	Flux gaz B	Balayage avec gaz A	Balayage avec gaz B	Évacuation du module de régulation	Veille, mis à pression atmosphérique ou mode à impact électronique
Gaz A	Ouvert(e)	Fermé(e)	Ouvert(e)	Fermé(e)	Fermé(e)	Fermé(e)
Gaz B	Fermé(e)	Ouvert(e)	Fermé(e)	Ouvert(e)	Fermé(e)	Fermé(e)
Débitmètre massique	Ouvert → consigne	Ouvert → consigne	Ouvert → 100 %	Ouvert → 100 %	Ouvert → 100 %	Fermé → 0 %
Vanne d'arrêt	Ouverte	Ouverte	Ouverte	Ouverte	Ouverte	Fermée

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

Configuration d'un flux de gaz réactif de méthane

Le flux de gaz réactif doit être réglé pour obtenir une stabilité maximale avant de commencer le réglage du système CI. Effectuer la configuration *initiale* 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.

e réglage du flux de gaz réactif de méthane est un procédé en trois étapes : réglage de régulation du flux, préréglage sur les ions de gaz réactif et réglage du flux 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 En utilisant une source à impact électronique, réaliser l'autotune standard, enregistrer le rapport et noter la pression indiquée. Voir la section « Réglage du MSD en mode EI » à la page 86.
- 2 Mettre le système à pression atmosphérique. Voir la section « Mise à pression atmosphérique du MSD » à la page 69.
- 3 Installer la source CI. Voir la section « Installation de la source à CI » à la page 212.
- 4 Évacuer le système. Voir la section « Mise sous vide du MSD en mode ionisation chimique » à la page 117.
- 5 Patienter jusqu'à ce que la pression soit proche de la pression précédemment enregistrée pour l'autotune à impact électronique. Voir la section « Surveillance de la pression du vide poussé du mode ionisation chimique » à la page 137.
- 6 Sélectionner **Bake out MSD (Effectuer l'étuvage du MSD)** dans la vue **Manual Tune (Réglage manuel)**, dans le menu **Execute (Exécuter)**, pour afficher la boîte de dialogue **Specify Bake Out parameters (Spécifier les paramètres d'étuvage)**. Régler une durée minimale de 2 heures, régler les autres paramètres, puis cliquer sur **OK** pour commencer l'étuvage.

ATTENTION

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

Poursuivre le réglage Autotune CI en présence d'une fuite d'air ou de grandes quantités d'eau dans le MSD entrainera une contamination **sévère** de la source. Si cela se produit, il est nécessaire de **mettre le MSD à pression atmosphérique** et de **nettoyer la source**.

-
- 7** Sélectionner **Methane Pretune (Préréglage du méthane)** dans le menu Setup (Configuration), puis suivre les invites du système. Pour plus d'informations, consulter l'aide en ligne MassHunter.

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

- 8** Examiner le balayage du profil affiché des ions réactifs.
- Il ne doit y avoir aucun pic visible à un rapport m/z de 32. Un pic ici indique une fuite d'air. Réparer la fuite d'air avant de continuer. Faire fonctionner le MSD en mode CI avec une fuite d'air contamine très rapidement la source.
 - Le pic à un rapport m/z de 19 (eau protonée) est inférieur à 50 % du pic à un rapport m/z de 17.
- 9** Lorsqu'on y est invité, cliquer sur **OK** pour effectuer le réglage du flux de méthane.

4 Utilisation en mode ionisation chimique (CI)

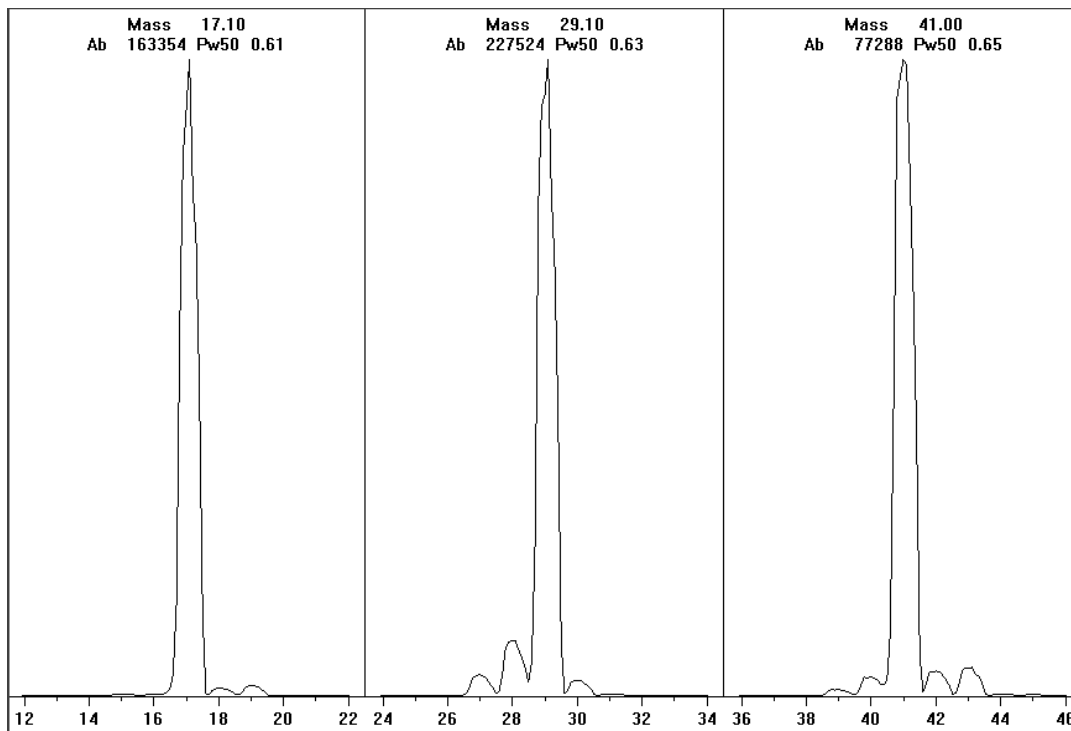


Figure 17 L'ion réactif se balaye après un très long étuvage.

Préréglage de méthane après plus d'un jour d'étuvage

Noter la faible abondance du rapport m/z de 19 et l'absence de tout pic visible à un rapport m/z de 32. Le MSD affichera probablement plus d'eau au début, mais l'abondance du rapport m/z de 19 doit être inférieure à 50 % du rapport m/z de 17.

Utilisation d'autres gaz réactifs

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

ATTENTION

Ne pas utiliser de protoxyde d'azote comme gaz réactif. Il écourte radicalement la durée de vie du filament.

Le remplacement du méthane, comme gaz réactif, par de l'isobutane ou de l'ammoniac modifie la chimie du processus d'ionisation et produit des ions différents. Les principales réactions d'ionisation chimique rencontrées sont décrites dans le Guide des concepts série 5977B. Si on n'a aucune expérience de l'ionisation chimique, nous recommandons de consulter ce document avant de poursuivre.

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 12](#).

4 Utilisation en mode ionisation chimique (CI)

Tableau 12 Gaz réactifs

Gaz réactif/mode	Masse des ions réactifs	PFDTD ions de référence	Ions régl. du flux : Rapport Pompe turbo EI/PCI/NCI MSD Flux recommandé : 20 % PCI 40 % NCI
PCI/Méthane	17, 29, 41 [*]	41, 267, 599	28/27 : 1,5 à 5,0
NCI/Méthane	17, 35, 235 [†]	185, 351, 449	S/O
PCI/Isobutane	39, 43, 57	S/O	57/43 : 5,0 à 30,0
NCI/Isobutane	17, 35, 235	185, 351, 449	S/O
PCI/Ammoniac	18, 35, 52	S/O	35/18 : 0,1 à 1,0
NCI/Ammoniac	17, 35, 235	185, 351, 517	S/O

* 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 flux du gaz réactif. Régler le flux à 40 % pour NCI et ajuster si nécessaire afin d'obtenir des résultats acceptables pour l'application en particulier.

CI avec l'isobutane

L'isobutane (C₄H₁₀) est couramment utilisé en ionisation chimique lorsqu'une moindre fragmentation est souhaitée dans le spectre d'ionisation chimique. En effet, l'isobutane a une affinité pour les protons supérieure à celle du méthane, ce qui réduit la quantité d'énergie transférée au cours de la réaction d'ionisation.

L'addition et le transfert d'électrons sont les mécanismes d'ionisation les plus souvent rencontrés avec l'isobutane. L'échantillon lui-même influence le mécanisme dominant.

CI avec l'ammoniac

L'ammoniac (NH_3) est couramment utilisé en ionisation chimique lorsqu'une moindre fragmentation est souhaitée dans le spectre d'ionisation chimique. En effet, l'ammoniac a une affinité pour les protons supérieure à celle du méthane, ce qui réduit la quantité d'énergie transférée au cours de la réaction d'ionisation.

Parce que de nombreux composés d'intérêt ont une affinité pour les protons insuffisante, les spectres d'ionisation chimique avec l'ammoniac proviennent souvent de l'addition de NH_4^+ puis, dans certains cas, de la perte subséquente d'eau. Les ions principaux des spectres d'ions avec le réactif ammoniac se trouvent à m/z 18, 35, et 52, correspondant à NH_4^+ , $\text{NH}_4(\text{NH}_3)^+$, et $\text{NH}_4(\text{NH}_3)_2^+$.

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

Procédure

- 1 Réaliser un autotune d'ionisation chimique positif standard avec du méthane et du PFDTD. Voir la section « [Réalisation d'un autotune PCI \(méthane uniquement\)](#) » à la page 131.
- 2 Dans la vue Tune and Vacuum Control (Réglage et contrôle du vide) dans le menu **Tune (Réglage)**, cliquer sur **Tune Wizard (Assistant de réglage)** et, lorsqu'on y est invité, sélectionner **Isobutane** ou **Ammonia (Ammoniac)**. Cela adapte les menus au gaz choisi et sélectionne automatiquement les conditions de réglage par défaut correspondantes.
- 3 Lorsqu'on y est invité, sélectionner **Gas B (Gaz B)**. (l'orifice où l'isobutane ou l'ammoniac passe). Continuer jusqu'aux invites de l'assistant de réglage, puis régler le flux gazeux à 20 %.

Si un fichier de réglage 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 Cliquer sur **Isobutane** (ou **Ammoniac**) dans **Flow Adjust (Réglage du flux)** dans le menu **Execute (Exécuter)**.

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 le fonctionnement de l'ionisation chimique à l'aide de

4 Utilisation en mode ionisation chimique (CI)

l'ammoniac, se reporter à la note d'application Agilent *Implementation of Ammonia Reagent Gas for Chemical Ionization on the 5975 Series MSDs (Mise en œuvre du gaz réactif d'ammoniac pour l'ionisation chimique sur les MSD de série 5975)* (5989-5170EN).

ATTENTION

L'utilisation de l'ammoniac a une influence sur les périodicités de maintenance du MSD. Pour de plus amples informations, voir la section « [Maintenance CI](#) » à la page 191.

ATTENTION

La pression de l'alimentation en ammoniac doit être inférieure à 5 psig. Des pressions supérieures peuvent entraîner la condensation de l'ammoniac (de gazeux, il devient liquide).

Toujours garder le réservoir d'ammoniac en position verticale, sous le niveau du module de flux. Enrouler le tube d'alimentation de l'ammoniac en faisant plusieurs boucles verticales autour d'une bouteille ou d'un bidon. Cela permettra de maintenir tout ammoniac liquide hors du module de flux.

L'ammoniac tend à détériorer les fluides et les joints d'étanchéité de la pompe de vide. Avec l'ammoniac en CI, il est nécessaire d'augmenter la fréquence de la maintenance du système de vide. (Voir le Manuel de résolution des problèmes et de maintenance des MSD de série 5977B intitulé *5977B 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. L'ammoniac est alors en quantité suffisante pour obtenir une bonne ionisation chimique tout en minimisant ses effets négatifs.

CI avec le dioxyde de carbone

Le dioxyde de carbone est souvent utilisé comme gaz réactif pour l'ionisation chimique. Il présente les avantages indéniables d'être disponible et sûr.

Réalisation d'un autotune PCI (méthane uniquement)

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.

Ne procéder à un réglage qu'en cas d'absolue nécessité ; cela minimisera le bruit de fond du PFDTD et permettra de prévenir la contamination de la source.

Procédure

- 1 Commencer par vérifier que le MSD fonctionne correctement en mode EI. Voir la section « [Vérification de la performance du système](#) » à la page 95.
- 2 Charger le fichier de réglage **PCICH4.U** ou un fichier de réglage existant pour le gaz réactif utilisé.

Si un fichier de réglage 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 « [Configuration d'un flux de gaz réactif de méthane](#) » à la page 124.
- 5 Dans le menu **Tune (Réglage)**, cliquer sur **CI Autotune (Autotune CI)**.

Il n'y a aucun critère de performance associé au réglage. Si l'autotune se termine, il est réputé réussi (voir [Figure 18](#) à la page 132). 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'autotune PCI](#) » à la page 132.

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

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

4 Utilisation en mode ionisation chimique (CI)

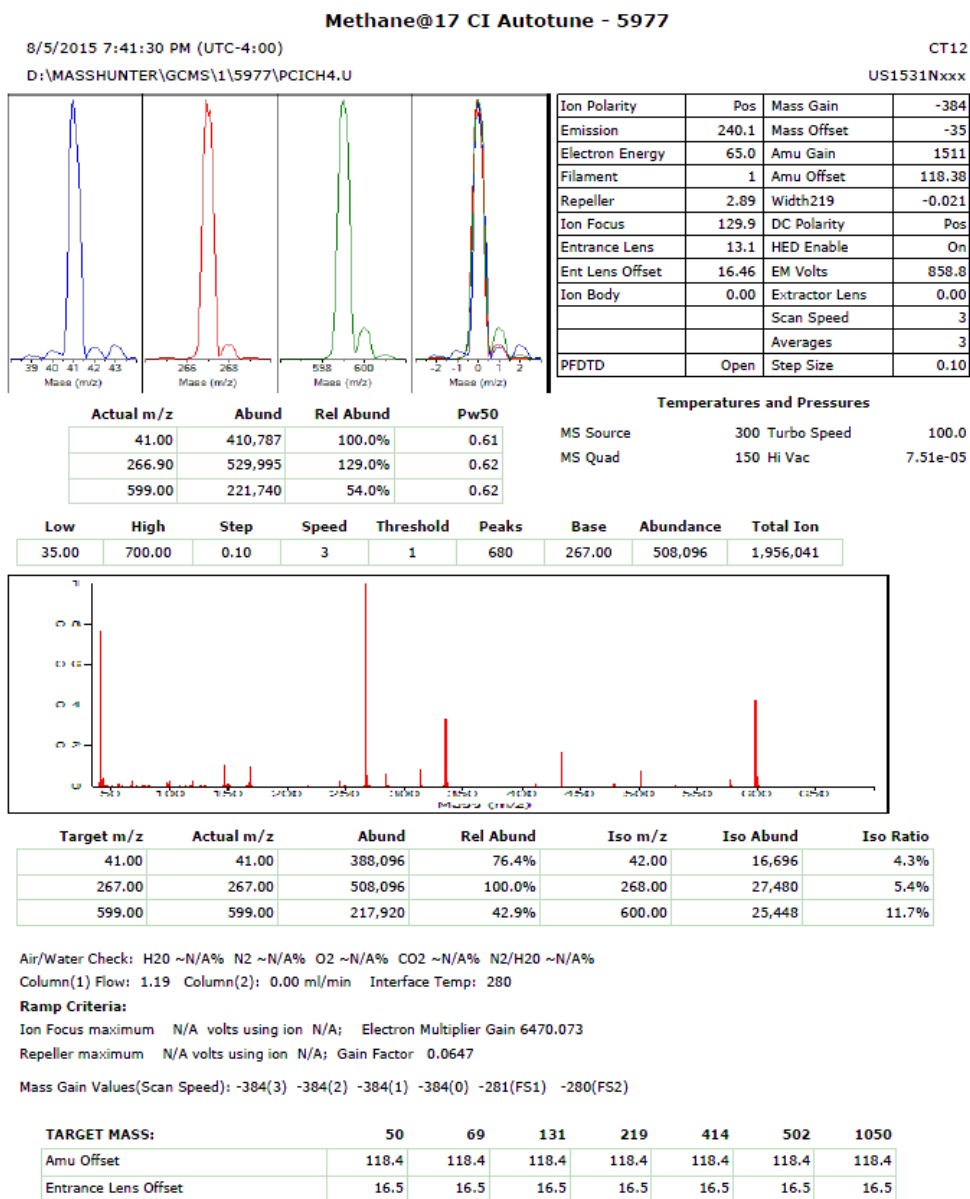


Figure 18 Rapport d'autotune PCI

Réalisation d'un autotune NCI (gaz réactif de méthane)

ATTENTION

Avant de passer le système en mode CI, toujours vérifier qu'il fonctionne correctement en EI. Voir la section « [Vérification de la performance du système](#) » à la page 95. Toujours commencer par configurer le MSD CI en PCI/Méthane, même si un gaz réactif différent ou le mode NCI doivent être utilisés ensuite.

Procédure

- 1 Depuis la vue Tune and Vacuum Control (Réglage et contrôle du vide), charger le fichier **NCICH4.U** (ou un autre fichier de réglage existant pour le gaz réactif utilisé).
- 2 Dans le menu Setup (Configuration), sélectionner le **CI Tune Wizard (Assistant de réglage CI)** et suivre les invites du système.

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 Tune (Réglage), cliquer sur **CI Autotune** (Autotune CI).

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 aucun critère de performance associé au réglage. Si l'autotune se termine, il est réputé réussi (voir [Figure 19](#) à la page 134). 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.

4 Utilisation en mode ionisation chimique (CI)

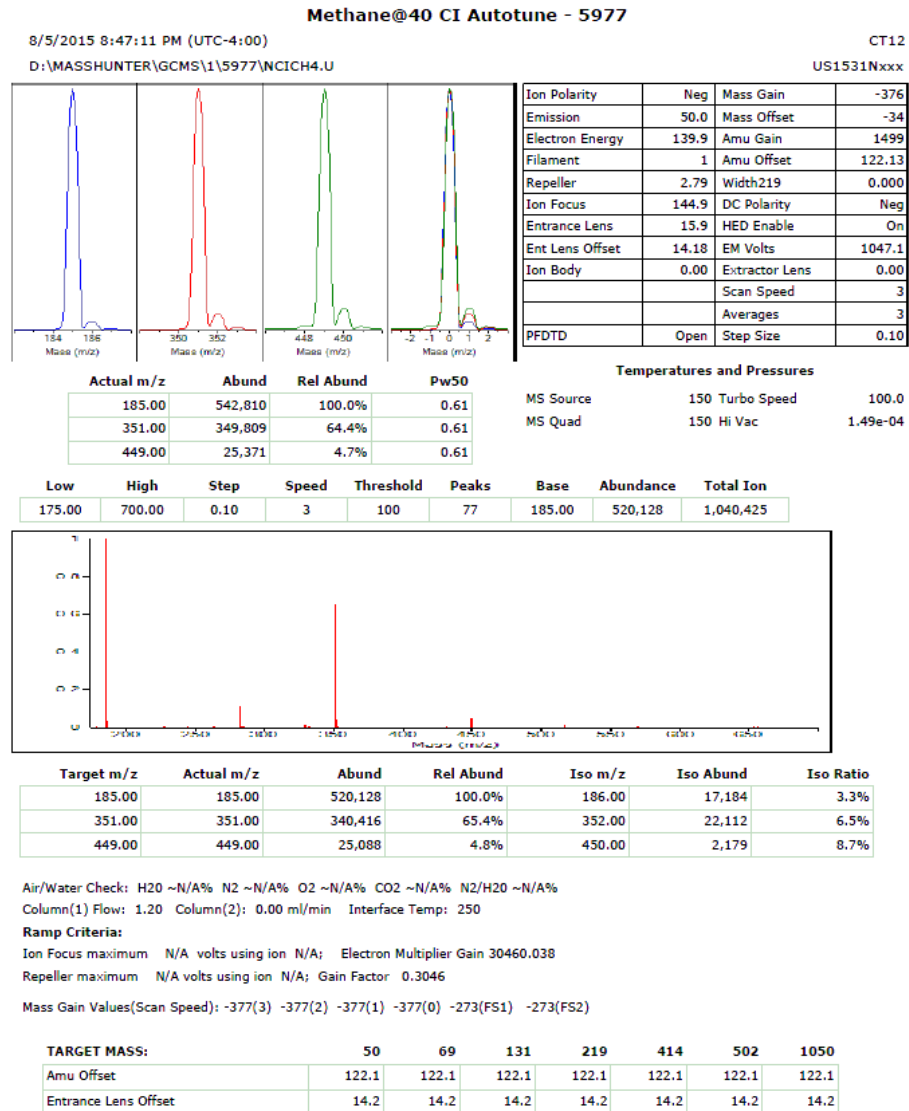


Figure 19 Autotune NCI

Vérification de la performance PCI

Matériel nécessaire

- 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 « [Vérification de la performance du système](#) » à la page 95. 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 (Gaz A)** et régler le flux à 20 %.
- 4 Dans la vue **Tune and Vacuum Control (Réglage et contrôle du vide)**, réaliser la configuration CI. Voir la section « [Réalisation d'un autotune PCI \(méthane uniquement\)](#) » à la page 131.
- 5 Exécuter l'autoréglage CI. Voir la section « [Autotune en mode CI](#) » à la page 114.
- 6 Exécuter la méthode de mesure de la sensibilité **BENZ_PCI.M** avec 1 μl 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.

Vérification de la performance NCI

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

Matériel nécessaire

- 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 « Vérification de la performance du système » à la page 95. Commencer par régler le MSD en PCI, même si la NCI doit être utilisée ensuite.

Procédure

- 1 Vérifier que le MSD fonctionne correctement en mode EI.
- 2 Charger le fichier de réglage **NCICH4.U** et accepter les consignes de température.
- 3 Sélectionner **Gas A (Gaz A)** et régler le flux à 40 %.
- 4 Lancer un autoréglage CI depuis la vue de réglage « Tune and Vacuum Control ». Voir la section « Réalisation d'un autotune NCI (gaz réactif de méthane) » à la page 133.

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 2 μl 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.

Surveillance de la pression du vide poussé du mode ionisation chimique

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 section « **Précautions relatives à l'hydrogène** » à la page 22 avant de faire fonctionner le MSD avec de l'hydrogène comme gaz vecteur.

Procédure

- 1 Démarrer et mettre sous vide le MSD. Voir la section « [Mise sous vide du MSD en mode ionisation chimique](#) » à la page 117.
- 2 Dans la vue **Tune and Vacuum Control (Réglage et contrôle du vide)**, sélectionner **Turn Vacuum Gauge on/off (Dépressiomètre rotatif marche / arrêt)** dans le menu **Vacuum (Vide)**.
- 3 La vue **Instrument Control (Pilotage de l'instrument)** permet de surveiller la pression en configurant une fenêtre de surveillance. 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'allumera pas si la pression présente dans le MSD est supérieure à 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.

La plus grande influence sur la pression de fonctionnement est le flux de gaz vecteur (colonne). Le [Tableau 13](#) à la page 138 dresse la liste des pressions typiques d'hélium pour divers flux de gaz vecteur. La valeur de ces pressions est approximative et varie d'un instrument à l'autre.

Mesures de pression typiques

Utilisation du dépressiomètre à micro-ions 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 (voir [Tableau 13](#) à la page 138). Elles ont été prises dans les conditions indiquées ci-après. À noter que ce sont des températures typiques en PCI :

Température de la source 250 °C

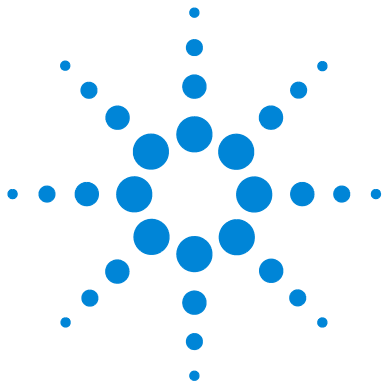
4 Utilisation en mode ionisation chimique (CI)

Température du quad 150 °C
Température de l'interface 280 °C
Flux de gaz vecteur, hélium 1 ml/min

Tableau 13 Réglages du débitmètre massique et mesures de pression types

Débitmètre massique (%)	Pression (torr)	
	Méthane MSD EI/PCI/NCI (Pompe turbo)	Ammoniac MSD EI/PCI/NCI (Pompe turbo)
10	$5,5 \times 10^{-5}$	$5,0 \times 10^{-5}$
15	$8,0 \times 10^{-5}$	$7,0 \times 10^{-5}$
20	$1,0 \times 10^{-4}$	$8,5 \times 10^{-5}$
25	$1,2 \times 10^{-4}$	$1,0 \times 10^{-4}$
30	$1,5 \times 10^{-4}$	$1,2 \times 10^{-4}$
35	$2,0 \times 10^{-4}$	$1,5 \times 10^{-4}$
40	$2,5 \times 10^{-4}$	$2,0 \times 10^{-4}$

Se familiariser avec les mesures obtenues au cours du fonctionnement **du** système et noter d'éventuels **changements** qui peuvent indiquer un problème de vide ou de flux gazeux. Les mesures varient normalement de 30 % d'un MSD et contrôleur de jauge à l'autre.



5 Maintenance générale

Avant de commencer	140
Maintenance du système de vide	146
Maintenance de l'analyseur	147
Ouverture de la chambre de l'analyseur	150
Dépose de la source à EI	153
Démontage de la source à EI standard ou inerte	156
Démontage de la source d'ions avec extracteur à EI	159
Nettoyage de la source à EI	162
Montage de la source à EI standard ou inerte	167
Montage de la source d'ions avec extracteur à EI	170
Remplacement d'un filament dans une source à EI	173
Installation de la source à EI	175
Fixation du câblage de la source d'ions vers la carte des traversées	176
Remplacement du multiplicateur d'électrons	179
Fermeture de la chambre de l'analyseur	182
Passage de la source à EI standard / inerte / avec extracteur à la source à CI	184
Passage de la source à CI à la source à EI standard / inerte / avec extracteur	185



Avant de commencer

L'utilisateur peut effectuer lui-même une grande partie de la maintenance du MSD. Pour la sécurité, lire toutes les informations présentées dans cette introduction avant de commencer toute opération de maintenance.

Tableau 15 Calendrier de maintenance

Tâche	Toutes les semaines	Tous les 6 mois	Chaque année	Le cas échéant
Réglage du MSD				X
Vérifier le niveau d'huile de la pompe primaire	X			
Vérifier le ou les flacons d'étalonnage		X		
Remplacer l'huile de la pompe primaire*		X		
Remplacement de l'huile de pompe à diffusion			X	
Contrôle de la pompe primaire sèche				X
Remplacement du cône d'étanchéité sec de la pompe primaire			X	
Remplacement du filtre d'évacuation de la pompe primaire				X
Nettoyer la source				X
Contrôle du ou des pièges du gaz vecteur du CPG et du MSD				X
Remplacer les 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
Remplacer les consommables gaz du chromatographe en phase gazeuse.				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 prévue

Les tâches de maintenance courantes sont énumérées dans le [Tableau 15](#). L'exécution de ces tâches au moment prévu peut réduire les problèmes de fonctionnement, prolonger la longévité du système et diminuer les coûts de fonctionnement globaux.

Tenir un historique de la performance du système (rapports de réglage) et des opérations de maintenance effectuées. Cela permet d'identifier plus facilement un fonctionnement qui s'écarte de la normale pour prendre des mesures correctives appropriées.

Outils, pièces détachées et consommables

Certains des outils, des pièces détachées et des fournitures nécessaires sont inclus dans les kits d'entretien livrés avec le chromatographe en phase gazeuse, le MSD ou les outils du MSD. Quant à ceux qui ne le sont pas, il faut les fournir soi-même. Chaque procédure de maintenance inclut une liste de matériaux requis pour cette procédure.

Précautions liées à la haute tension

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 d'alimentation de la pompe)

Normalement, toutes ces parties sont protégées par des capots de sécurité. 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. Ne retirer aucun des capots protecteurs des circuits électroniques durant ces procédures. 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. Parmi ces parties, on peut citer notamment :

- Injecteur du chromatographe en phase gazeuse
- Four du chromatographe en phase gazeuse et son contenu
- Détecteur du chromatographe en phase gazeuse
- Compartiment de vannes du chromatographe en phase gazeuse
- Pompe primaire
- Source d'ions chauffée du MSD, interface et quadripôle

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 GC/MSD est alimenté par une zone chauffée du chromatographe en phase gazeuse. Le chauffage de l'interface peut être alimenté et atteindre une température dangereuse très élevée, même si le MSD est arrêté. L'interface GC/MSD est bien isolée. Après la mise hors tension, elle refroidit très lentement.

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. Utiliser les mêmes précautions avec ces pièces. Pour en savoir plus, consulter la documentation fournie par le chromatographe en phase gazeuse.

Résidu chimique

Seule une petite portion de l'échantillon est ionisée par la source. La majorité d'un échantillon passe dans la source sans être ionisée. Elle est éliminée par le système de vide. En conséquence, les émissions de la pompe primaire contiennent des traces du gaz vecteur et des échantillons. 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 piège **aucun** autre composé chimique. 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 à huile fourni avec la pompe primaire standard ne retient que l'huile de la pompe. 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.

Nettoyage de la source

Lorsque le MS fonctionne en mode CI, il est nécessaire de nettoyer la source plus fréquemment. En mode CI, la chambre de la source est davantage sujette à la contamination qu'en mode EI en raison des pressions de source plus élevées requises en mode CI.

AVERTISSEMENT Toujours effectuer les procédures de maintenance nécessitant des solvants dangereux sous une hotte à fumée. S'assurer de faire fonctionner le MS dans une salle bien ventilée.

Décharges électrostatiques

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

Maintenance périodique

Comme stipulé précédemment, [Tableau 15](#) à la page 140 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 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) de l'huile de pompe à diffusion,
- remplacement (annuel) des joints de la pompe primaire

En cas de non-respect du calendrier de ces tâches, la performance de l'instrument peut s'en trouver affectée. Cela risque également d'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. Voir le *manuel de maintenance et de résolution des problèmes du MSD série 5977B* et l'aide en ligne dans le logiciel d'acquisition GCMS MassHunter pour reconnaître les symptômes indiquant que ce type de maintenance est requis.

Pour plus d'informations

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 5977B, intitulé « *5977B Series MSD Maintenance and Troubleshooting* ».

La plupart des procédures de ce chapitre sont illustrées avec des vidéo clips sur les manuels d'utilisation du chromatographe en phase gazeuse et GC/MS Agilent ainsi que sur les DVD outils, et la clé USB des manuels et des informations sur le logiciel GC/MS Agilent.

Maintenance de l'analyseur

Planification

Aucun des composants de l'analyseur ne nécessite une maintenance périodique. Certaines tâches cependant doivent être exécutées lorsque le comportement du MSD le justifie. Ces tâches sont les suivantes :

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

Le *manuel de maintenance et de résolution des problèmes du MSD série 5977B Agilent* présente les symptômes indiquant le besoin de maintenance de l'analyseur. La documentation sur la résolution des problèmes contenue dans l'aide en ligne du logiciel MassHunter fournit des informations plus complètes.

Précautions

Propreté

Garder les composants propres durant la maintenance de l'analyseur. La maintenance de l'analyseur implique d'ouvrir la chambre de l'analyseur et de déposer les pièces détachées de l'analyseur. Pendant les procédures de maintenance de l'analyseur, s'assurer d'éviter de contaminer l'analyseur ou l'intérieur de la chambre de l'analyseur. Porter des gants propres pendant toutes les procédures de maintenance de l'analyseur. Après le nettoyage, les pièces détachées doivent être entièrement étuvées avant d'être réinstallées. Après le nettoyage, les pièces détachées de l'analyseur doivent être placées sur des vêtements sans fibre propres.

ATTENTION

Veiller à effectuer correctement la maintenance de l'analyseur pour ne pas introduire de contaminants dans le MSD.

AVERTISSEMENT

L'analyseur fonctionne à haute température. Ne pas toucher les pièces à moins d'être sûr qu'elles sont suffisamment refroidies.

Certaines pièces détachées peuvent être endommagées par la décharge électrostatique.

Les fils, contacts et câbles connectés aux composants de l'analyseur peuvent être porteurs de décharges électrostatiques (ESD) dans les cartes de circuits électroniques 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 dommages causés par les ESD n'altèrent pas immédiatement le fonctionnement mais dégradent progressivement la performance et la stabilité. Pour de plus amples informations, voir la section [page 145](#).

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 [page 145](#)) et prendre toutes les autres précautions anti-ESD *avant* d'ouvrir la chambre de l'analyseur.

Certaines pièces détachées de l'analyseur ne doivent pas être manipulées.

Le filtre de masse (quadripôle) ne nécessite pas une maintenance périodique. En général, le filtre de masse ne doit jamais être dérangé. En cas de contamination extrême, il peut être nettoyé mais uniquement par un technicien Agilent qualifié. Il ne faut jamais toucher l'isolant en céramique du dynode haute énergie.

ATTENTION

Si le nettoyage ou la manipulation du filtre de masse sont effectués de manière incorrecte, cela peut l'endommager et avoir des effets négatifs graves sur la performance de l'instrument. Ne pas toucher l'isolant en céramique du dynode haute énergie.

Pour plus d'informations

Pour plus d'informations sur l'architecture et le fonctionnement des composants de l'analyseur, consulter le *Manuel de résolution des problèmes et de maintenance des MSD série 5977B*, intitulé « 5977B Series MSD Maintenance and Troubleshooting ».

De nombreuses procédures de ce chapitre sont illustrées avec des clips vidéo.

Ouverture de la chambre de l'analyseur



La chambre de l'analyseur doit uniquement être ouverte pour nettoyer ou remplacer la source d'ions, changer le multiplicateur d'électrons du détecteur ou un filament.

Matériel nécessaire

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

ATTENTION

Les décharges électrostatiques des composants de l'analyseur sont conduites dans la carte pilote du quadripôle où elles peuvent endommager des composants sensibles. Porter un bracelet antistatique relié à la terre et prendre les précautions anti-ESD recommandées (voir « [Décharges électrostatiques](#) » à la page 145) avant de toucher les composants de l'analyseur.

Procédure

- 1 Mettre le spectromètre de masse à pression atmosphérique. (Voir « [Mise sous vide](#) » à la page 68.)
- 2 Ouvrir le panneau latéral gauche. (Voir « [Ouverture de la chambre de l'analyseur](#) » à la page 150.)

AVERTISSEMENT

L'analyseur, l'interface GC/MS et d'autres composants de la chambre de l'analyseur fonctionnent à de très hautes températures. Ne pas toucher les pièces à moins d'être sûr qu'elles sont suffisamment refroidies.

ATTENTION

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

- 3 Desserrer les vis moletées du plateau latéral avant de l'analyseur (Figure 20) si elles sont serrées.

La vis moletée inférieure sur le plateau latéral avant de l'analyseur doit être desserrée lors de l'utilisation normale. Cette vis est serrée uniquement pour le transport. La vis moletée supérieure du plateau latéral avant doit uniquement être serrée si de l'hydrogène ou d'autres substances inflammables ou toxiques sont utilisées comme gaz vecteur, ou pendant le fonctionnement en mode CI.

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 spectromètre de masse est à la pression atmosphérique. Vérifier que les vis moletées avant et arrière sont toutes deux complètement desserrées.

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

5 Maintenance générale

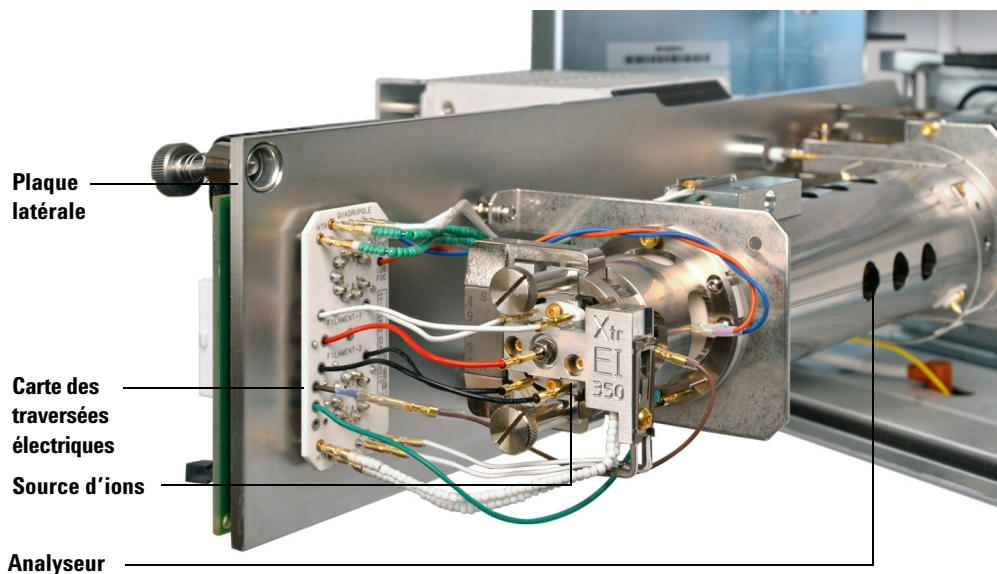


Figure 20 La chambre de l'analyseur

Dépose de la source à EI



Matériel nécessaire

- Gants propres, sans fibre
 - 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 pression atmosphérique du MSD](#) » à la page 101.

AVERTISSEMENT

Les analyseurs, l'interface GC/MS et d'autres composants de la chambre de l'analyseur fonctionnent à de très hautes températures. Ne pas toucher les pièces à moins d'être sûr qu'elles sont suffisamment refroidies.

ATTENTION

Toujours porter des gants propres lors d'un travail dans la chambre de l'analyseur afin d'éviter toute contamination.

- 2 Ouvrir la chambre de l'analyseur. Voir la section « [Mise sous vide du MSD](#) » à la page 104.

ATTENTION

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

ATTENTION

Lors du débranchement des fils, tirer sur les connecteurs et non sur les fils.

- 3 Si une source à EI standard ou inerte est utilisée, débrancher les sept fils de la source d'ions. Ne pas plier les fils plus que nécessaire (voir [Figure 21](#) à la page 155 et [Tableau 16](#)).

Tableau 16 Fils de la source à EI standard et inerte

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	Repousseur	1
Noir	Filament 2 (filament de dessous)	2

- 4 Si une source d'ions avec extracteur à EI est utilisée, débrancher les huit fils de la source d'ions. Ne pas plier les fils plus que nécessaire (voir [Figure 21](#) à la page 155 et [Tableau 17](#)).

Tableau 17 Fils de la source à EI (inert+) avec extracteur

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	Repousseur	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.

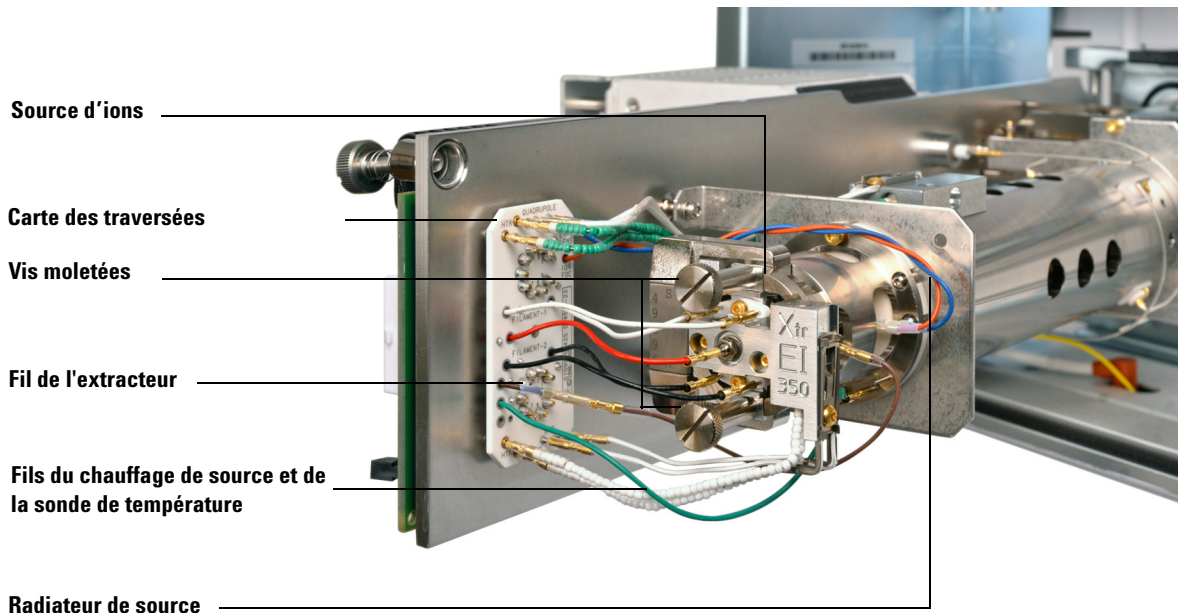


Figure 21 Dépose de la source à EI

Démontage de la source à EI standard ou inerte



Matériel nécessaire

- Gants propres, sans fibre
 - 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 Retirer la source d'ions. Voir la section « [Dépose de la source à EI](#) » à la page 153.
- 2 Déposer les deux vis plaqué or des filaments et déposer les filaments de la source. Voir la section [Figure 22](#) à la page 157.
- 3 Desserrer les deux vis plaqué or de l'unité chauffante de la source et séparer le repousseur de la source. Le repousseur est constitué du bloc de chauffage de la source, du corps du repousseur et des pièces connexes.
- 4 Déposer l'écrou et les rondelles du repousseur, puis déposer le repousseur de l'unité chauffante de la source.
- 5 Déposer les isolants ainsi que l'insert du bloc du repousseur de l'unité chauffante de la source.
- 6 Dévisser les vis plates dorées situées sur la partie latérale du corps de la source.
- 7 Pousser sur le disque d'extraction pour déposer la lentille d'entrée, la lentille de focalisation d'ions, le cylindre d'extraction et le disque d'extraction de l'autre extrémité de la source.
- 8 Dévisser le cône d'interface. Une clé à fourche de 10 mm s'adapte aux rondelles plates sur le cône d'interface.
- 9 Déposer la lentille d'entrée et la lentille de focalisation d'ions de l'isolant de lentille.

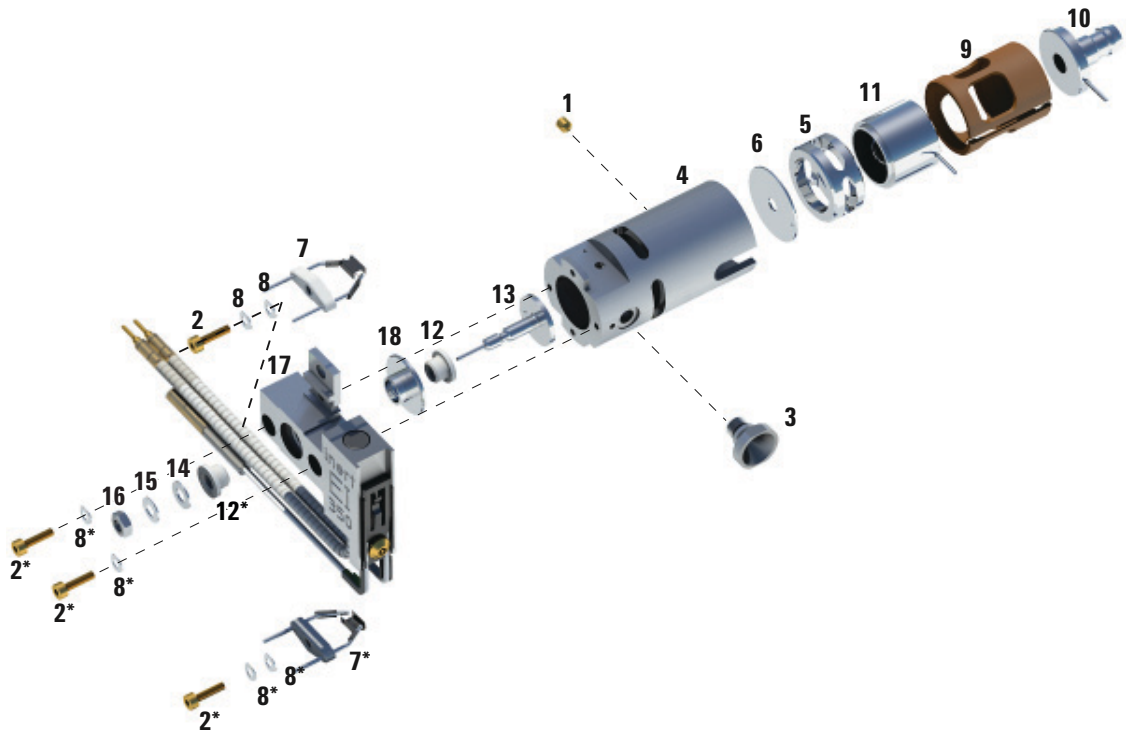


Figure 22 Démontage de la source à EI standard ou inerte

Tableau 18 Liste des pièces détachées de la source à EI standard ou inerte (Figure 22)

Référence de l'article	Description de l'article	Référence (SSL)	Référence (Inert)
1	Filets de vis plaqué or	G1999-20022	G1999-20022
2	Vis plaqué or	G3870-20021	G3870-20021
3	Prise d'interface	G1099-20136	G1099-20136
4	Source	G1099-20130	G2589-20043
5	Cylindre modulable	G1072-20008	G1072-20008
6	Plaque-tiroir	05971-20134	G2589-20100

5 Maintenance générale

Tableau 18 Liste des pièces détachées de la source à EI standard ou inerte (Figure 22) (continued)

Référence de l'article	Description de l'article	Référence (SSL)	Référence (Inert)
7	Filament (4 tours)	G7005-60061	G7005-60061
8	Rondelle ressort	3050-1374	3050-1374
8	Rondelle plate	3050-0982	3050-0982
9	Isolant de lentille	G3170-20530	G3170-20530
10	Lentille d'entrée	G3170-20126	G3170-20126
11	Lentille de focalisation d'ions	05971-20143	05971-20143
12	Isolant de repousseur	G1099-20133	G1099-20133
13	Repousseur	G3870-60172	G3870-60173
14	Rondelle plate	3050-0627	3050-0627
15	Rondelle ressort Belleville	3050-1301	3050-1301
16	Écrou de repousseur	0535-0071	0535-0071
17	Bloc de chauffage de la source	G3870-60180	G3870-60179
18	Cartouche du bloc repousseur	G3870-20135	G3870-20135

Démontage de la source d'ions avec extracteur à EI

Matériel nécessaire



- Gants propres, sans fibre
 - 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 Retirer la source d'ions. Voir la section « [Dépose de la source à EI](#) » à la page 153.
- 2 Déposer les filaments en déposant deux vis plaqué or et en séparant les filaments de la source. Voir la section [Figure 23](#) à la page 160.
- 3 Desserrer les deux vis plaqué or de l'unité chauffante sur la source et séparer le repousseur de la source. Le repousseur est constitué du bloc de chauffage de la source, du corps du repousseur et des pièces connexes.
- 4 Dévisser les filets de la vis plaqué or situés sur la partie latérale de la source.
- 5 Tirer la lentille d'entrée et la lentille de focalisation d'ions afin de les déposer de la source.
- 6 Déposer la lentille d'extracteur et l'isolant.
- 7 Séparer la lentille d'entrée et la lentille de focalisation d'ions de l'isolant de lentille.
- 8 Déposer l'écrou et les rondelles du repousseur ainsi que les isolants de l'unité chauffante de la source, puis déposer le repousseur.

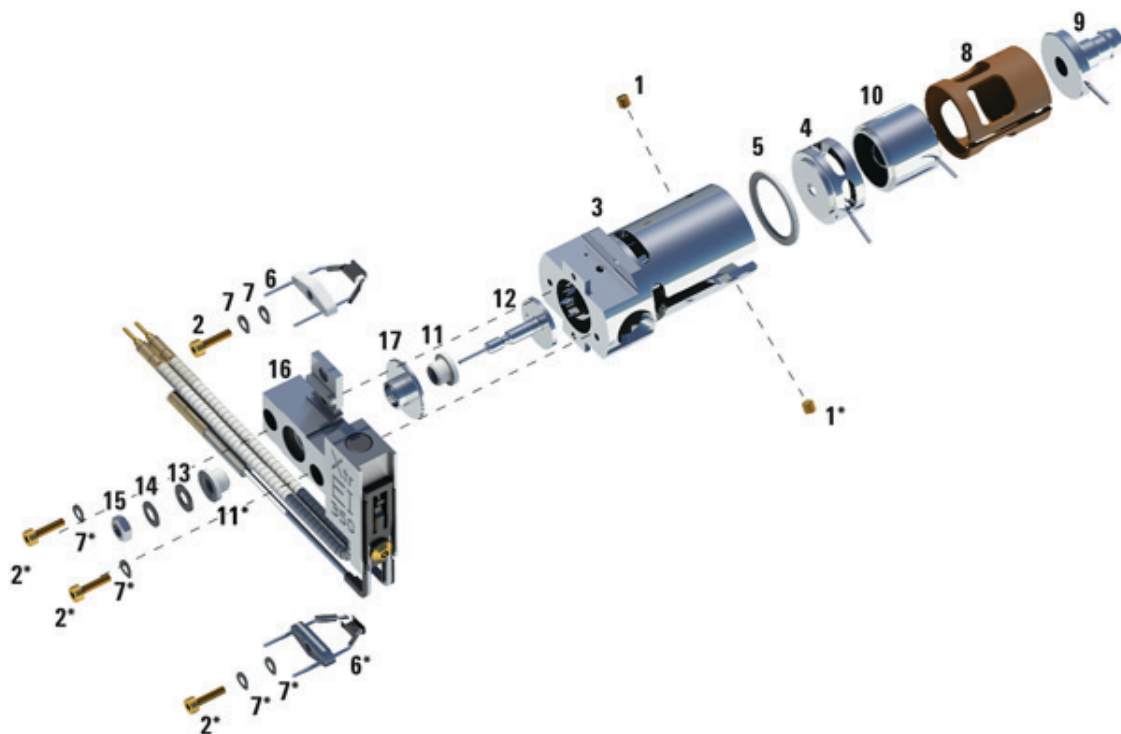


Figure 23 Démontage de la source d'ions avec extracteur à EI

Tableau 19 Liste des pièces de la source à d'ions avec extracteur (Figure 23)

Référence de l'article	Description de l'article	Référence
1	Filets de la vis	G3870-20446
2	Vis	G3870-20021
3	Source	G3870-20440
4	Lentille d'extracteur	G3870-20444
5	Isolant de lentille d'extracteur	G3870-20445
6	Filaments	G7005-60061

Tableau 19 Liste des pièces de la source à d'ions avec extracteur (Figure 23) (continued)

Référence de l'article	Description de l'article	Référence
7	Rondelle ressort	3050-1301
7	Rondelle plate	3050-0982
8	Isolant de lentille	G3870-20530
9	Lentille d'entrée	G3170-20126
10	Lentille de focalisation d'ions	05971-20143
11	Isolant de repousseur	G3870-20133
12	Repousseur	G3870-60171
13	Rondelle plate	3050-0891
14	Rondelle ressort Belleville	3050-1301
15	Écrou de repousseur	0535-0071
16	Bloc de chauffage de la source	G3870-60177
17	Isolant	G1099-20133

Nettoyage de la source à EI



Matériel nécessaire

- Papier abrasif (5061-5896)
- Poudre abrasive d'alumine (8660-0791)
- Papier aluminium propre
- Chiffons propres (05980-60051)
- Cotons-tiges, (5080-5400)
- Béchers en verre, 500 ml
- Gants propres, sans fibre
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Solvants
 - Acétone, qualité réactive
 - Méthanol, qualité réactive
 - Chlorure de méthylène, qualité réactive
- Bain à ultra-sons

Préparation

- 1 Démontage de la source Voir « Démontage de la source à EI standard ou inerte » à la page 156 ou « Démontage de la source d'ions avec extracteur à EI » à la page 159.
- 2 Récupérer les pièces détachées suivantes à nettoyer d'une source à EI standard ou inerte : (Voir **Figure 24** à la page 164.)
 - Repousseur
 - Prise d'interface
 - Source
 - Plaque-tiroir
 - Cylindre modulable
 - Lentille de focalisation d'ions
 - Lentille d'entrée

3 Récupérer les pièces détachées suivantes à nettoyer d'une source d'ions avec extracteur à EI : (Voir Figure 24 à la page 164.)

- Repousseur
- Isolant
- Source
- Lentille d'extracteur
- Lentille de focalisation d'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 pas nettoyer les isolants à l'aide de produits abrasifs ni d'ultrasons.



Figure 24 Pièces de la source à nettoyer

Procédure

ATTENTION

Les filaments, l'ensemble de chauffage de la source et les isolants ne peuvent pas être nettoyés par ultrasons. Remplacer ces composants en cas de contamination majeure.

- 1 Si la contamination est grave (par exemple, rétrodiffusion d'huile dans l'analyseur), envisager sérieusement de remplacer les pièces contaminées.
- 2 Nettoyer à l'abrasif les surfaces en contact avec l'échantillon ou le faisceau d'ions.

Utiliser une suspension abrasive de poudre d'alumine et de méthanol de qualité réactive sur un coton-tige. Appliquer une force suffisante pour éliminer toutes les décolorations. Le polissage des pièces n'est pas nécessaire ; de petites rayures n'altéreront pas les performances. Nettoyer également à l'abrasif les décolorations où des électrons des filaments entrent dans le corps de source.

- 3 Éliminer tous les résidus abrasifs en les rinçant avec du méthanol de qualité réactive.

Vérifier que **tous** les résidus abrasifs ont bien été éliminés **avant** de procéder au nettoyage par ultrasons. Si le méthanol se trouble ou contient des particules visibles, rincer de nouveau trois fois.

- 4 Séparer les pièces qui ont été nettoyées à l'abrasif des pièces qui ne l'ont pas été.
- 5 Nettoyer ultrasoniquement les pièces détachées (chaque groupe séparément) pendant 15 minutes. Pour les pièces détachées sales, utiliser les trois solvants dans l'ordre indiqué, en nettoyant pendant 15 minutes avec chacun des solvants suivants :
 - Chlorure de méthylène (qualité réactive)
 - Acétone (qualité réactive)
 - Méthanol (qualité réactive)

Pour le nettoyage de routine, il est suffisant de nettoyer avec du méthanol.

AVERTISSEMENT

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

5 Maintenance générale

- 6 Déposer les pièces dans un bécher propre. Couvrir le bécher avec du papier aluminium propre, **sans serrer les bords** et avec la face brillante tournée vers le haut.
- 7 Sécher les pièces nettoyées dans un four à 100 °C pendant 5 à 6 minutes.

AVERTISSEMENT

Laisser les pièces détachées refroidir avant de les manipuler.

REMARQUE

S'assurer d'éviter de recontaminer les pièces détachées nettoyées et sèches. Porter des gants de nettoyage neufs avant de manipuler les pièces détachées. Ne pas poser les pièces détachées nettoyées sur une surface sale. Les poser uniquement sur des vêtements sans fibre propres.

Montage de la source à EI standard ou inerte

Matériel nécessaire

- Gants propres, sans fibre
 - 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 Monter le repousseur.
 - a Installer la cartouche du bloc repousseur dans le bloc de chauffage de la source. (Voir [Figure 25](#) à la page 168.)
 - b Installer les isolants du repousseur dans le bloc de chauffage de la source et dans la cartouche du bloc repousseur.
 - 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 le disque d'extraction et le cylindre d'extraction dans la source. (Voir [Figure 25](#) à la page 168.)
- 3 Assembler la lentille de focalisation des ions, la lentille d'entrée et les isolants de lentille.
- 4 Faire glisser les pièces détachées montées dans la source.
- 5 Serrer les vis de fixation des lentilles.

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 Installer le cône d'interface.

5 Maintenance générale

- 7 Fixer le bloc repousseur 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 pas serrer excessivement le cône d'interface. Un serrage excessif peut endommager les filetages.

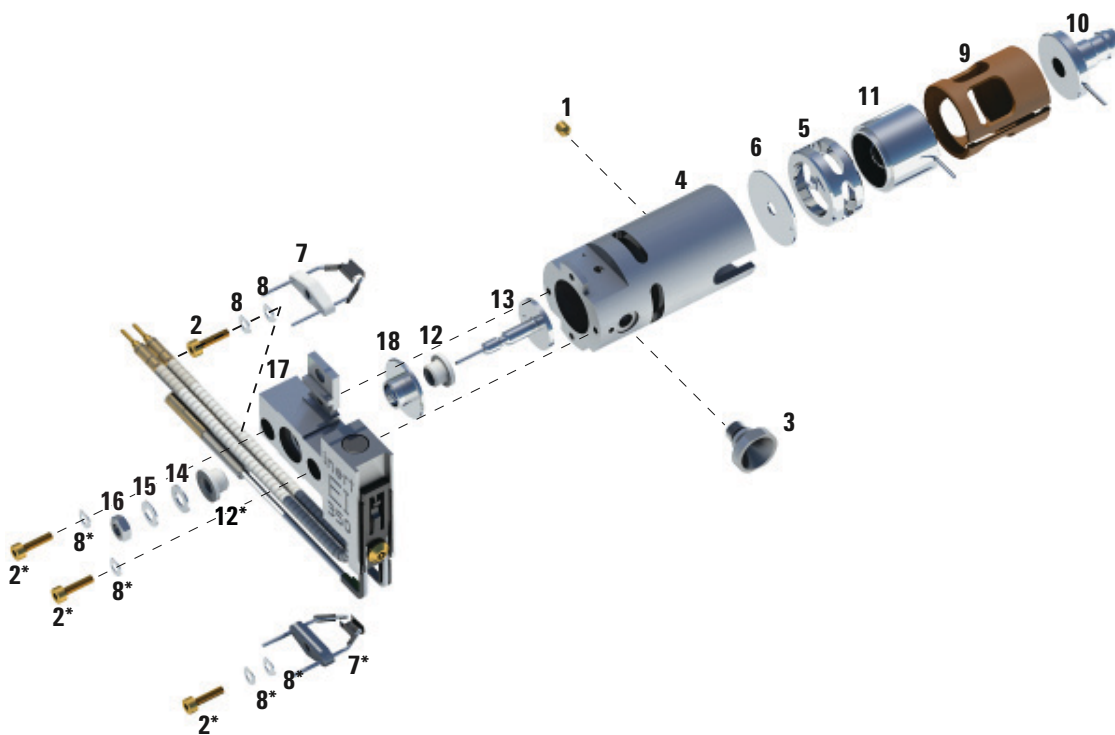


Figure 25 Montage de la source à EI standard ou inerte

Tableau 20 Liste des pièces détachées de la source à EI standard ou inerte (Figure 25)

Référence de l'article	Description de l'article	Référence (SSL)	Référence (Inert)
1	Filets de vis plaqué or	G1999-20022	G1999-20022
2	Vis plaqué or	G3870-20021	G3870-20021
3	Prise d'interface	G1099-20136	G1099-20136
4	Source	G1099-20130	G2589-20043
5	Cylindre modulable	G1072-20008	G1072-20008
6	Plaque-tiroir	05971-20134	G2589-20100
7	Filament (4 tours)	G7005-60061	G7005-60061
8	Rondelle ressort	3050-1374	3050-1374
8	Rondelle plate	3050-0982	3050-0982
9	Isolant de lentille	G3170-20530	G3170-20530
10	Lentille d'entrée	G3170-20126	G3170-20126
11	Lentille de focalisation d'ions	05971-20143	05971-20143
12	Isolant de repousseur	G1099-20133	G1099-20133
13	Repousseur	G3870-60172	G3870-60173
14	Rondelle plate	3050-0627	3050-0627
15	Rondelle ressort Belleville	3050-1301	3050-1301
16	Écrou de repousseur	0535-0071	0535-0071
17	Bloc de chauffage de la source	G3870-60180	G3870-60179
18	Cartouche du bloc repousseur	G3870-20135	G3870-20135

Montage de la source d'ions avec extracteur à EI



Matériel nécessaire

- Gants propres, sans fibre
 - 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 montée dans la source.
- 2 Insérer la lentille d'extracteur dans la source, côté plat en premier (voir [Figure 26](#) à la page 171).
- 3 Insérer la lentille d'entrée et la lentille de focalisation d'ions dans l'isolant dans l'ordre indiqué ([Figure 26](#) à la page 171).
- 4 Faire glisser l'isolant contenant la focalisation d'ions et la lentille d'entrée dans la source, avec la lentille de focalisation d'ions contre la lentille d'extracteur (voir [Figure 26](#) à la page 171).
- 5 Installer les deux filets de la vis plaqué or qui maintiennent les lentilles en place.
- 6 Monter le repousseur.
 - a Installer la cartouche du bloc repousseur dans le bloc de chauffage de la source. (Voir [Figure 25](#) à la page 168.)
 - b Installer les isolants du repousseur dans le bloc de chauffage de la source et dans la cartouche du bloc repousseur.
 - 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 simplement être serré à la main.

- 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.

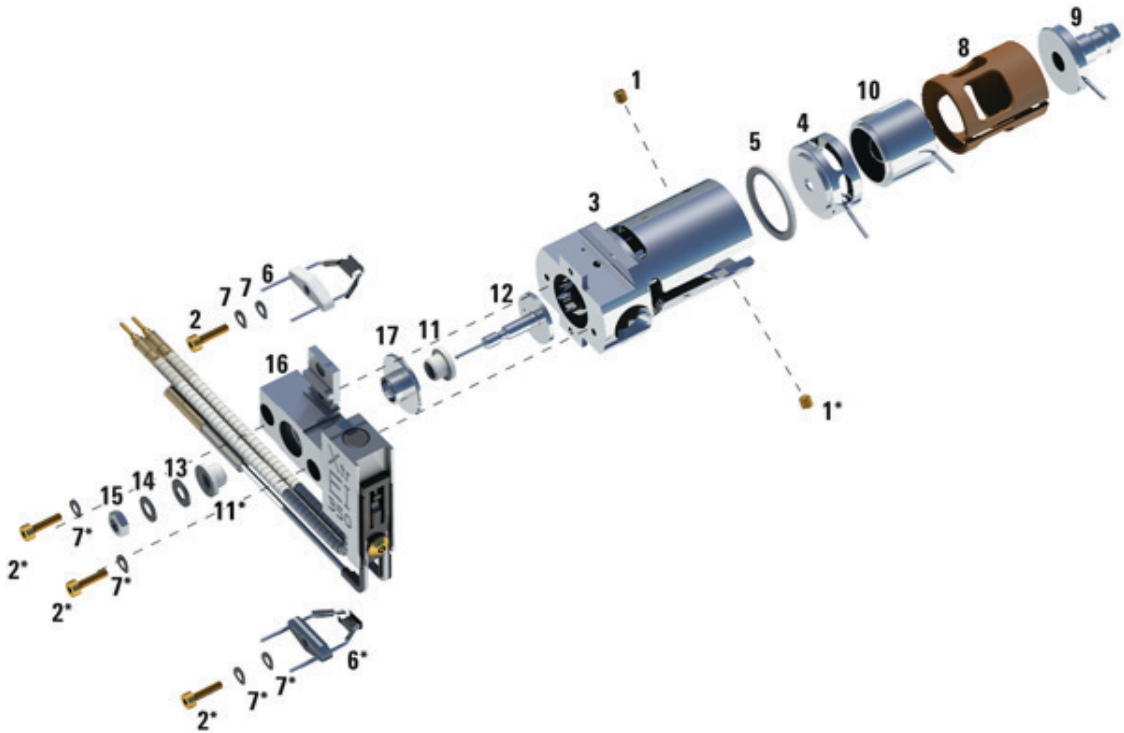


Figure 26 Montage de la source d'ions avec extracteur à EI

Tableau 21 Liste des pièces de la source d'ions avec extracteur à EI (Figure 26)

Référence de l'article	Description de l'article	Référence
1	Filets de la vis	G3870-20446
2	Vis	G3870-20021
3	Source	G3870-20440
4	Lentille d'extracteur	G3870-20444
5	Isolant de lentille d'extracteur	G3870-20445
6	Filaments	G7005-60061
7	Rondelle ressort	3050-1301
7	Rondelle plate	3050-0982
8	Isolant de lentille	G3870-20530
9	Lentille d'entrée	G3170-20126
10	Lentille de focalisation d'ions	05971-20143
11	Isolant de repousseur	G3870-20133
12	Repousseur	G3870-60171
13	Rondelle plate	3050-0891
14	Rondelle ressort Belleville	3050-1301
15	Écrou de repousseur	0535-0071
16	Bloc de chauffage de la source	G3870-60177
17	Isolant	G1099-20133

Remplacement d'un filament dans une source à EI

Matériel nécessaire

- Ensemble filament, EI (G7005-60061)
- Gants propres, sans fibre
 - 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. Voir la section « Mise à pression atmosphérique du MSD » à la page 69.

AVERTISSEMENT

L'analyseur fonctionne à haute température. Ne pas toucher les pièces à moins d'être sûr qu'elles sont suffisamment refroidies.

- 2 Ouvrir la chambre de l'analyseur. Voir la section « Mise sous vide du MSD » à la page 104.
- 3 Retirer la source d'ions. Voir la section « Dépose de la source à EI » à la page 153.
- 4 Déposer la vis plaqué or et la rondelle du (des) filament(s).

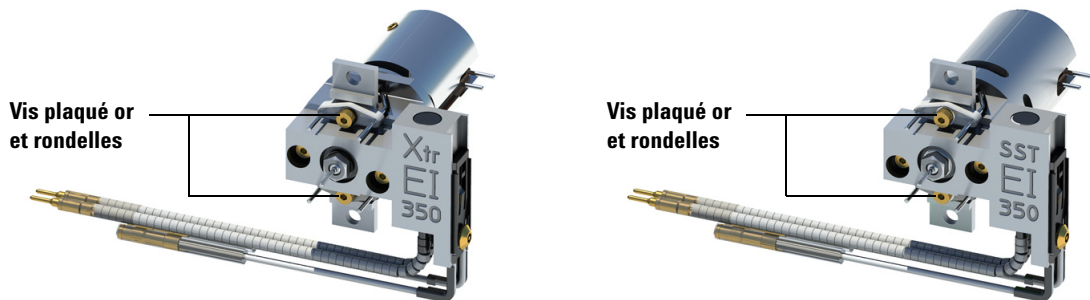


Figure 27 Changement du filament

- 5 Fixer le(s) nouveau(x) filament(s) avec la vis plaqué or et la rondelle.
- 6 Après l'installation du filament, vérifier qu'il n'est pas mis à la masse par la source.
- 7 Installer la source ionique. Voir la section « Installation de la source à EI » à la page 175.
- 8 Refermer la chambre de l'analyseur. Voir la section « Mise sous vide du MSD » à la page 104.
- 9 Mettre le MSD sous vide. Voir la section « Mise sous vide du MSD » à la page 104.
- 10 Effectuer un autotune du MSD. Voir la section « Réglage du MSD en mode EI » à la page 86.
- 11 Dans la boîte de dialogue Manual Tune (Réglage manuel), le paramètre **Filament** permet de saisir **1** ou **2** pour le numéro de filament. Que le numéro soit présent ou non lors de l'autotune précédent, saisir l'autre numéro de filament.
- 12 Effectuer à nouveau un autotune du MSD.
- 13 Saisir le numéro de filament qui a donné les meilleurs résultats.

Si on décide d'utiliser le numéro de filament, exécuter à nouveau un autotune afin de s'assurer que les paramètres de réglage sont compatibles avec le filament.
- 14 Sélectionner **Save Tune Parameters (Enregistrer les paramètres de réglage)** dans le menu **File (Fichier)**.

Installation de la source à EI



Matériel nécessaire

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

Procédure

- 1 Glisser la source dans le radiateur.

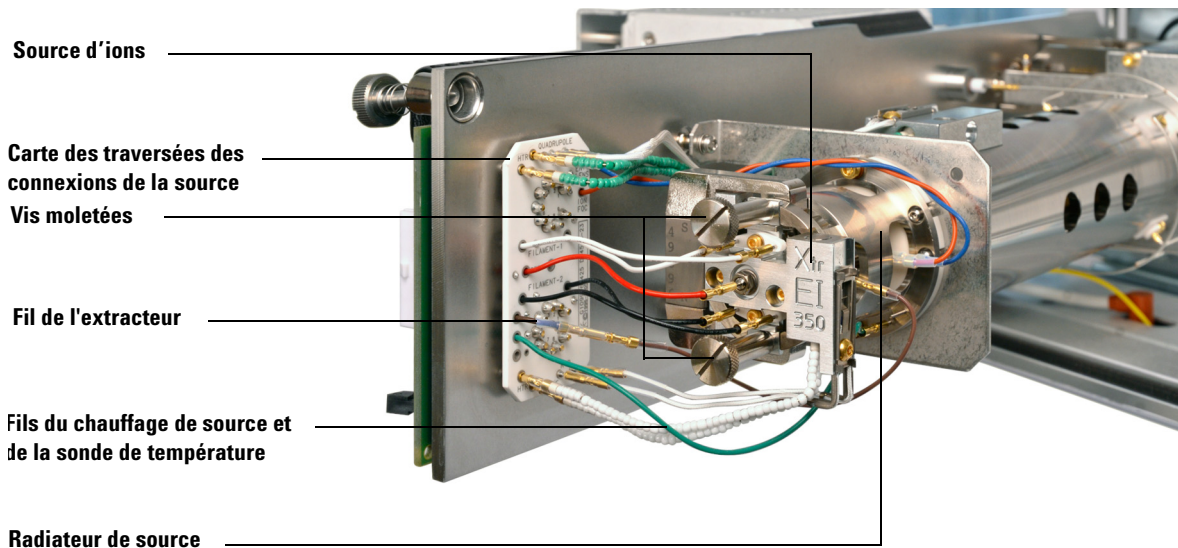


Figure 28 Installation de la source à EI

- 2 Remettre les vis moletées en place et les serrer à la main. Ne pas serrer les vis moletées trop fort.
- 3 Brancher les fils de la source comme illustré à la section **Figure 30** à la page 178.
- 4 Refermer la chambre de l'analyseur. Voir la section « Mise sous vide du MSD » à la page 104.

Fixation du câblage de la source d'ions vers la carte des traversées



Matériel nécessaire

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

Procédure

Fixer les fils électriques internes avant de l'analyseur aux broches spécifiées dans [Tableau 22](#) à la page 176.

Le [Tableau 22](#) décrit le brochage complet du câblage illustré par les [Figure 29](#) à la page 177 et [Figure 30](#) à la page 178. Dans le tableau, « CT » désigne la carte des traversées électriques placée à proximité de la source.

Tableau 22 Câblage de la carte de la source à EI

Description du fil	Étiquette de la carte des traversées électriques	Se branche à la source / au quadripôle
Isolant en perles vertes (2)	CT, en haut à gauche (HTR)	Chauffage du quadripôle
Blanc avec gaine tressée (2)	Carte, en haut (RTD)	Sonde temp. quadripôle
Blanc (2)	CT, centre (FILAMENT-1)	Filament 1 (haut)
Rouge (1)	CT, centre gauche (REP)	Repousseur
Noir (2)	CT, centre (FILAMENT-2)	Filament 2 (bas)
Orange (1)	CT, en haut à gauche (ION FOC)	Lentille de focalisation d'ions
Bleu (1)	Carte, en haut à droite (ENT LENS)	Lentille d'entrée
Isolant en perles blanches (2)	CT, en bas à gauche (HTR)	Chauffage source
Blanc (2)	CT, en bas (RTD)	Sonde temp. source
Marron (1)	Carte, milieu gauche	Lentille d'extracteur (Source à Ei d'extracteur uniquement)

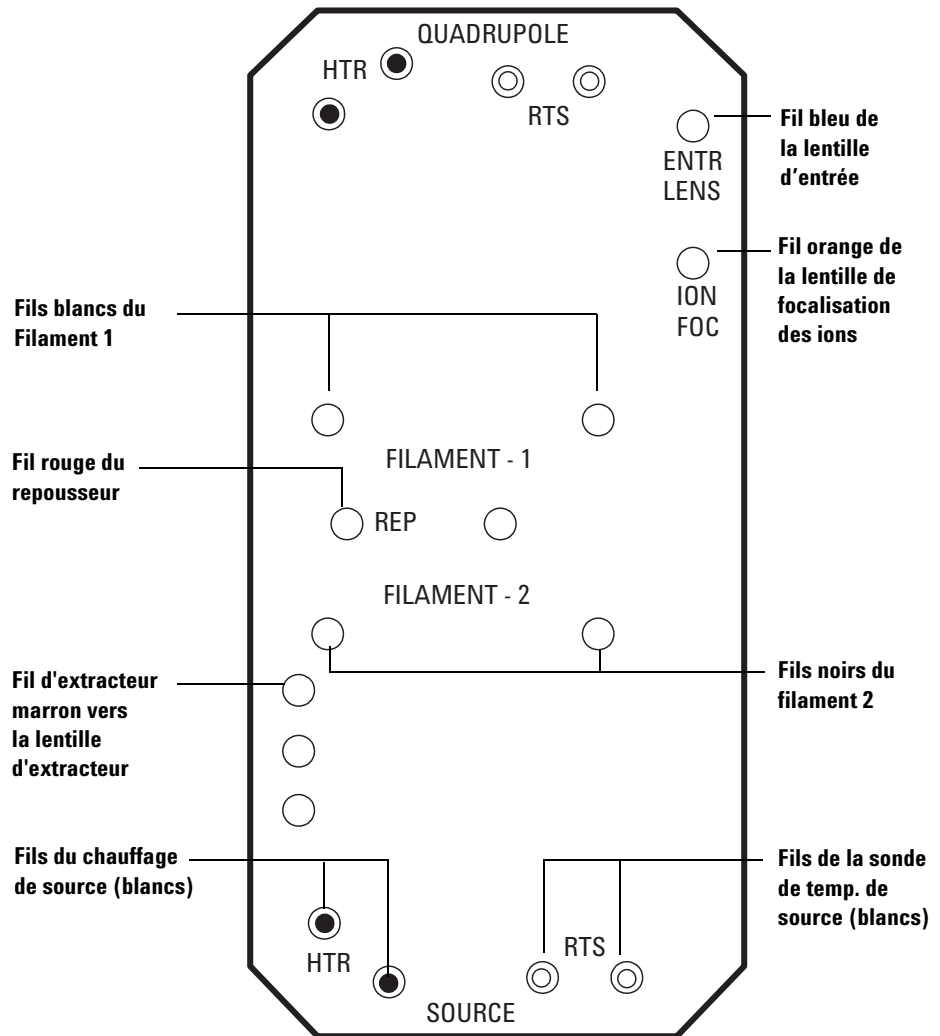


Figure 29 Câblage de la carte des traversées électriques

5 Maintenance générale

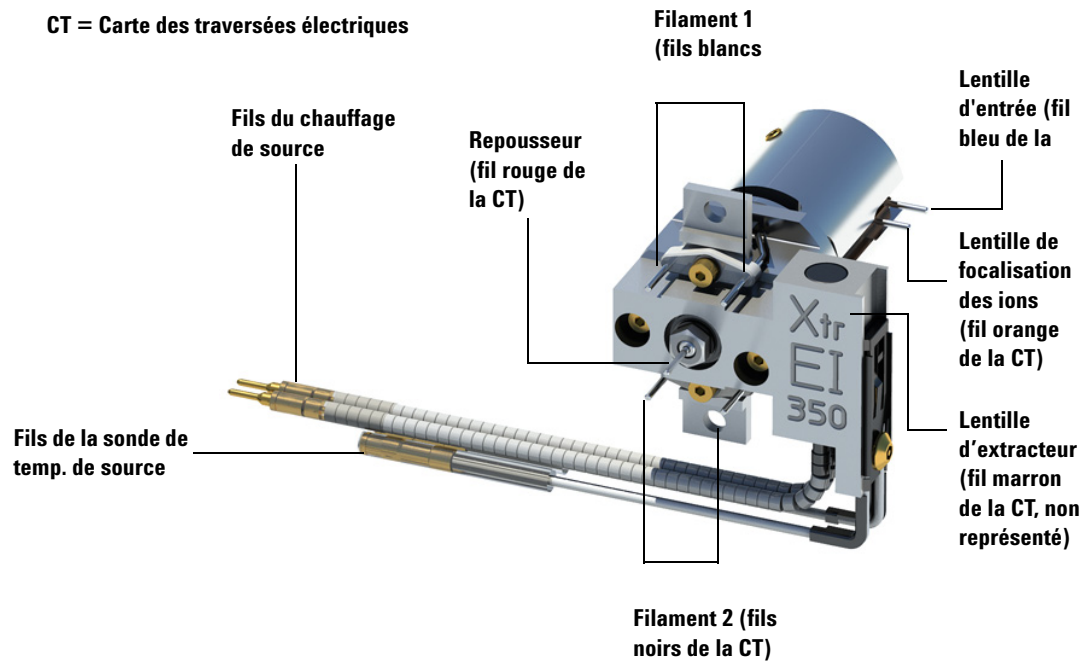


Figure 30 Câblage de la source

Remplacement du multiplicateur d'électrons



La référence du multiplicateur d'électrons de rechange de ce détecteur de série 2 est estampillée sur la face avant du détecteur. Dans MassHunter, il est possible de déterminer quelle série de détecteur on a sans devoir vérifier directement le détecteur. La série du détecteur est indiquée sous le nom de « Triple Axis Series 2 » (Série 2 triple axes) dans l'onglet du détecteur, dans la section du détecteur de la deuxième page du rapport de réglage et dans la fenêtre de la mise sous vide.

Matériel nécessaire

- Multiplicateur d'électrons (détecteur de série 2 G7002-80103)
- Gants propres, sans fibre
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Pince, long-bec (8710-1094)

Procédure

- 1 Mettre le spectromètre de masse à pression atmosphérique. (Voir « Mise à pression atmosphérique du MSD » à la page 101.)

AVERTISSEMENT

L'analyseur, l'interface GC/MS et d'autres composants de la chambre de l'analyseur fonctionnent à de très hautes températures. Ne pas toucher les pièces à moins d'être sûr qu'elles sont suffisamment refroidies.

ATTENTION

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

5 Maintenance générale

- 2 Ouvrir la chambre de l'analyseur. (Voir « Ouverture de la chambre de l'analyseur » à la page 150.)
- 3 Ouvrir le clip de maintien (Figure 31). Lever le bras du clip et balancer le clip loin du multiplicateur d'électrons.
- 4 Déposer le multiplicateur d'électrons
- 5 Faire glisser le fil de transmission bleu du connecteur dans la plaque latérale.
- 6 Retenir le nouveau multiplicateur avec le fil de signal bleu et fixer le fil de transmission au connecteur dans la plaque latérale.
- 7 Faire glisser le multiplicateur d'électrons en place.
- 8 Fermer le clip de maintien.
- 9 Fermer la chambre arrière de l'analyseur. (Voir « Fermeture de la chambre de l'analyseur » à la page 182.)

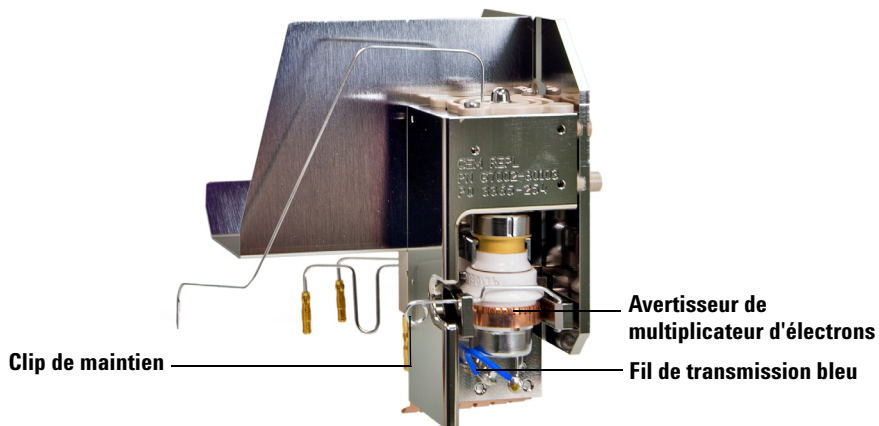


Figure 31 Remplacement du multiplicateur d'électrons (série 2)



Figure 32 Multiplicateur d'électrons de série 2

Fermeture de la chambre de l'analyseur

Procédure



- 1 Vérifier que tous les fils internes de l'analyseur sont bien fixés. Le câblage n'est pas le même pour les sources à EI et à CI. Le câblage est décrit dans « Fixation du câblage de la source d'ions vers la carte des traversées » à la page 176.

Contrôler le joint torique de la plaque latérale.

Vérifier que le joint torique est *très* légèrement lubrifié avec de la graisse à vide poussé 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 consignes de lubrification, se reporter au *5977 Series MS Troubleshooting and Maintenance Manual (Manuel de résolution des problèmes et de maintenance des spectromètres de masse de série 5977)*.)

ATTENTION

Ne pas forcer la porte de l'analyseur lors de la fermeture, sinon il y a un risque d'endommager la cellule de collision ou le quadripôle.

- 2 Fermer la plaque latérale de l'analyseur.

Le post-filtre situé sur la sortie du quadripôle aide à positionner la cellule de collision lorsque la porte de l'analyseur est fermée. Lors de la fermeture, la porte doit donner une résistance minimale alors que le quadripôle ferme la cellule de collision. L'analyseur doit glisser en place avec une pression minimale.

- 3 Vérifier que la vanne de mise à la pression atmosphérique est bien fermée.
- 4 Si de l'hydrogène ou une autre substance inflammable ou toxique est utilisée comme gaz vecteur, serrer à la main *doucement* la vis moletée supérieure sur la plaque latérale avant de l'analyseur.
- 5 Mettre le spectromètre de masse sous vide. (Voir « Mise sous vide du MSD » à la page 104.)

AVERTISSEMENT

La vis moletée supérieure doit être serrée si de l'hydrogène (ou un autre gaz dangereux) est utilisé comme gaz vecteur du chromatographe en phase gazeuse. 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.

- 6 Une fois que le spectromètre de masse est mis sous vide, fermer le capot gauche de l'analyseur et remplacer le capot à hublot
- 7 Régler le spectromètre de masse.

Passage de la source à EI standard / inerte / avec extracteur à la source à 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 pression atmosphérique du MSD](#) » à la page 101.
- 2 Ouvrir l'analyseur. Voir la section « [Mise sous vide du MSD](#) » à la page 104.
- 3 Déposer la source EI. Voir la section « [Dépose de la source à EI](#) » à la page 153.
- 4 En cas de dépose d'une source d'extracteur, déposer le fil marron de l'extracteur de la carte des traversées électriques et le conserver avec la source d'ions avec extracteur à EI. Voir la section [Figure 30](#) à la page 178.

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 « [Décharges électrostatiques](#) » à la page 145. Prendre toutes les précautions anti-ESD **avant** d'ouvrir la chambre de l'analyseur.

- 5 Installer la source CI. Voir la section « [Installation de la source à CI](#) » à la page 212.
- 6 Installer le cône d'étanchéité CI / d'interface d'extracteur s'il n'est pas déjà installé (réf. G3870-20542). Voir la section « [Installation du cône d'étanchéité de l'interface CI / d'extracteur](#) » à la page 194.
- 7 Fermer l'analyseur. Voir la section « [Mise sous vide du MSD](#) » à la page 104.
- 8 Mettre le MSD sous vide. Voir la section « [Mise sous vide du MSD en mode ionisation chimique](#) » à la page 117.

Passage de la source à CI à la source à EI standard / inerte / avec extracteur

Procédure

ATTENTION

Toujours porter des gants propres pour toucher l'analyseur ou toute autre pièce qui se positionne à l'intérieur de la chambre de l'analyseur.

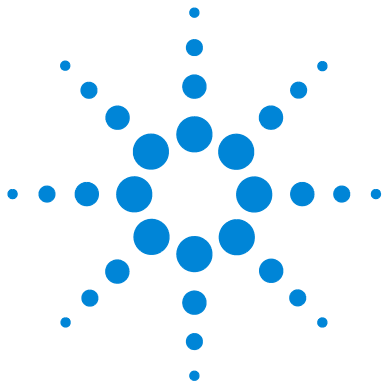
ATTENTION

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** d'ouvrir la chambre de l'analyseur.

Voir la section « [Décharges électrostatiques](#) » à la page 145.

- 1 Mettre le MSD à la pression atmosphérique depuis la vue de réglage « Tune and Vacuum Control ». Voir la section « [Mise à pression atmosphérique du MSD](#) » à la page 101. Le logiciel invite l'utilisateur à effectuer les actions nécessaires.
- 2 Ouvrir l'analyseur. Voir la section « [Mise sous vide du MSD](#) » à la page 104.
- 3 Déposer le cône d'étanchéité de l'interface en cas de passage à une source standard ou inerte. Voir la section « [Installation du cône d'étanchéité de l'interface CI / d'extracteur](#) » à la page 194.
- 4 Installer la source EI. Voir la section « [Installation de la source à EI](#) » à la page 175.
- 5 En installant une source d'ions avec extracteur, trouver le fil marron d'extracteur conservé et le brancher à la lentille d'extracteur et à la carte de source.
- 6 Placer la source CI et le cône d'étanchéité dans la boîte de stockage.
- 7 Mettre le MSD sous vide. Voir la section « [Mise sous vide du MSD](#) » à la page 104.
- 8 Charger le fichier de réglage EI.

5 Maintenance générale



6 Maintenance CI

Informations générales	192
Installation du cône d'étanchéité de l'interface CI / d'extracteur	194
Dépose de la source à CI	196
Démontage de la source à CI	203
Nettoyage la source à CI	206
Montage de la source à CI	209
Installation de la source à CI	212
Dépose du filament de la source CI	214
Installation du filament de la source CI	216

Ce chapitre décrit les procédures de maintenance ainsi que les exigences qui sont propres aux MSD série 5977B équipés du matériel d'ionisation chimique.



Informations générales

Nettoyage de la source

L'effet principal du fonctionnement du MSD en mode CI est la nécessité d'effectuer plus fréquemment le nettoyage de la source. En mode CI, la chambre de la source est davantage sujette à la contamination qu'en mode EI en raison des pressions de source plus élevées requises en mode CI.

AVERTISSEMENT

Toujours effectuer les procédures de maintenance nécessitant des solvants dangereux sous une hotte à fumée. Veiller à utiliser le MSD dans une pièce bien ventilée.

Ammoniac

L'ammoniac, utilisé comme gaz réactif, augmente les besoins de maintenance de la pompe primaire. L'ammoniac détériore plus rapidement l'huile de la pompe primaire. En conséquence, l'huile de la pompe de vide primaire standard doit être vérifiée et remplacée plus souvent.

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

Vérifier que le réservoir d'ammoniac est bien en position verticale.

Cela permet de prévenir l'écoulement d'ammoniac liquide dans le module de flux.

Configuration du 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.

Recommandations

- Avant de mettre à pression atmosphérique en mode EI pour l'installation de la source à CI, vérifier si le système GC/MSD fonctionne correctement. Voir la section « [Vérification de la performance du système](#) » à la page 95.
- 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.

Installation du cône d'étanchéité de l'interface CI / d'extracteur

Matériel nécessaire



- Cône d'étanchéité de l'interface (G3870-20542)

Le cône d'étanchéité d'interface doit être en place pour la source à CI et la source d'extraction.

ATTENTION

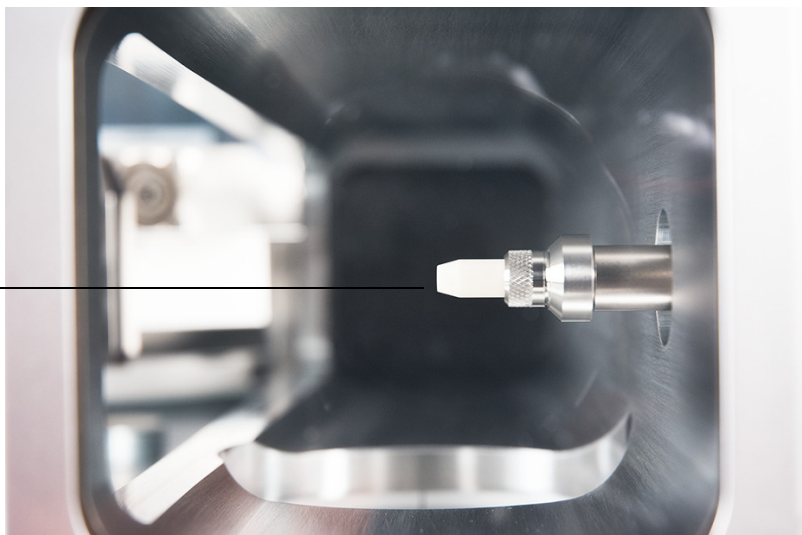
Toute décharge statique sur les composants de l'analyseur est transmise à la carte latérale où elle peut endommager des composants sensibles. Porter un bracelet antistatique mis à la terre et prendre toutes les autres précautions anti-ESD **avant** d'ouvrir la chambre de l'analyseur.

Procédure

- 1 Vérifier si la source d'ions avec extracteur EI ou la source à CI est installée. Ce cône d'étanchéité ne doit pas être installé lorsqu'une source EI standard en inox ou une source EI inerte est installée.

- 2 Déposer le cône d'étanchéité CI / avec extracteur de la boîte de rangement de source d'ions et le placer sur l'extrémité de l'interface.

Cône d'étanchéité CI /
d'extracteur



- 3 Vérifier *doucement* l'alignement de l'analyseur et de 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 empêche 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.

Dépose de la source à CI



Matériel nécessaire

- Gants propres, sans fibre
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Brucelles (8710-2460)

Procédure

- 1 Mettre le spectromètre de masse à pression atmosphérique. (Voir « [Mise à pression atmosphérique du MSD](#) » à la page 101.)

AVERTISSEMENT

Les analyseurs, l'interface GC/MS et d'autres composants de la chambre de l'analyseur fonctionnent à de très hautes températures. Ne pas toucher les pièces à moins d'être sûr qu'elles sont suffisamment refroidies.

ATTENTION

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

- 2 Ouvrir la chambre de l'analyseur. (Voir « [Ouverture de la chambre de l'analyseur](#) » à la page 150.)

ATTENTION

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

ATTENTION

Lors du débranchement des fils, tirer sur les connecteurs et non sur les fils.

- 3 Débrancher les fils de la lentille d'entrée, de focalisation des ions, du repousseur et du filament de la source d'ions. Ne pas plier les fils plus que nécessaire ([Tableau 21](#) à la page 197).

Suivre le trajet des fils du chauffage de la source et de la sonde de température jusqu'à la carte des traversées électriques, et les débrancher ici (Tableau 21 à la page 197).

Tableau 21 Câblage de la carte de la source à CI

Description du fil	Étiquette de la carte des traversées électriques	Se branche à la source / au quadripôle
Isolant en perles vertes (2)	CT, en haut à gauche (HTR)	Chauffage du quadripôle
Blanc avec gaine tressée (2)	Carte, en haut (RTD)	Sonde temp. quadripôle
Blanc (2)	CT, centre (FILAMENT-1)	Filament 1 (haut)
Rouge (1)	CT, centre gauche (REP)	Repousseur
Noir (2)	CT, centre (FILAMENT-2)	Filament factice 2 (bas)
Orange (1)	CT, en haut à gauche (ION FOC)	Lentille de focalisation d'ions
Bleu (1)	Carte, en haut à droite (ENT LENS)	Lentille d'entrée
Isolant en perles blanches (2)	CT, en bas à gauche (HTR)	Chauffage source
Blanc (2)	CT, en bas (RTD)	Sonde temp. source

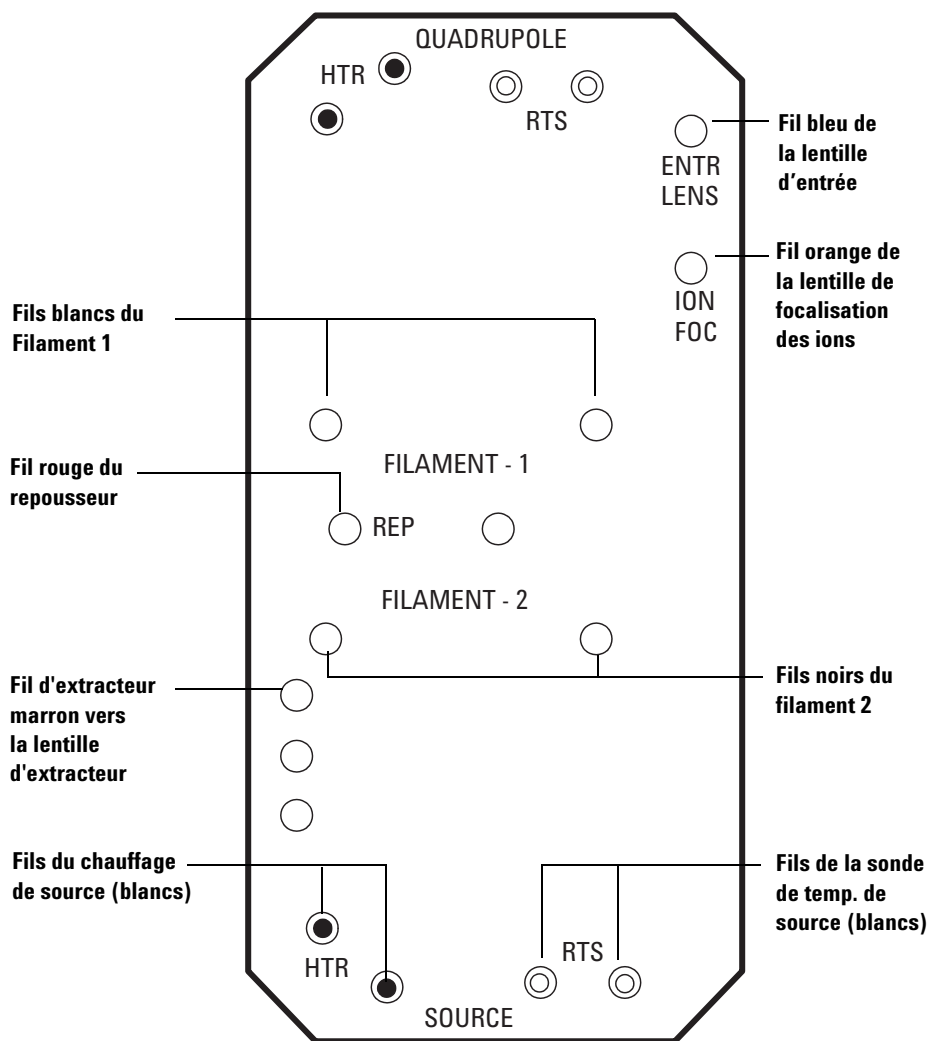


Figure 36 Câblage de la carte des traversées électriques

Voir Figure 37 à la page 199 pour une image du bon câblage.

- 4 Déposer les deux vis moletées qui maintiennent la source d'ions en place.

- 5 Sortir la source d'ions du radiateur de source et la placer dans sa boîte de rangement.

CT = Carte des traversées électriques

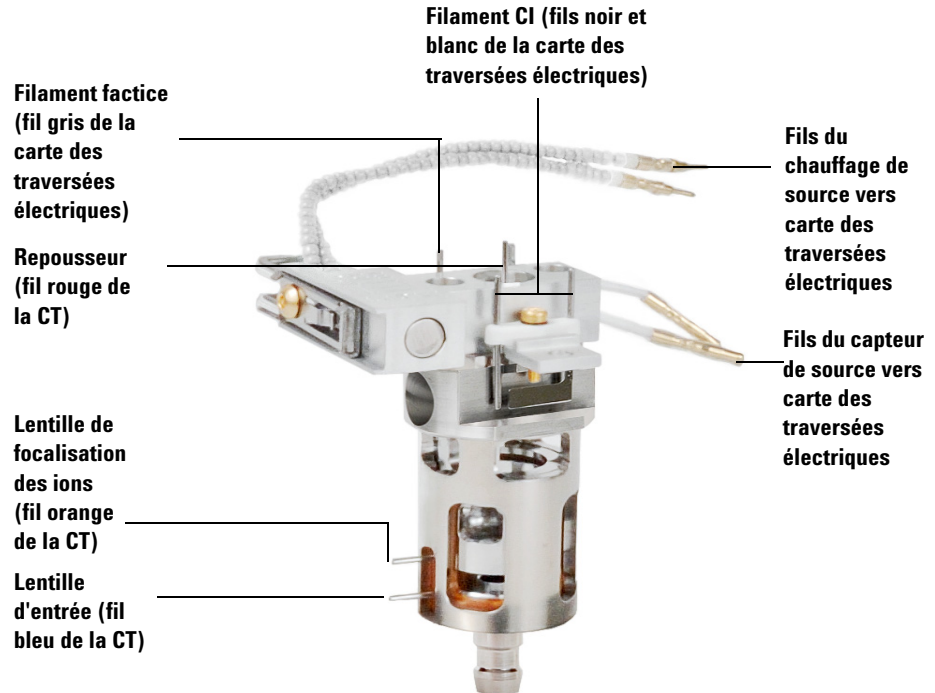


Figure 37 Câblage de la source à CI

Démontage de la source à CI



Matériel nécessaire

- Gants propres, sans fibre
 - 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)
- Tourne-écrou, 5,5 mm (8710-1220)
- Brucelles (8710-2460)

Procédure

- 1 Retirer la source CI. (Voir « Dépose de la source à CI » à la page 196.)
- 2 Retirer les filaments. (Voir « Dépose du filament de la source CI » à la page 214.)
- 3 Séparer le chauffage de source de la source. Le chauffage de la source est constitué du bloc de chauffage de la source, du repousseur et des pièces détachées connexes. (Voir [Figure 39](#).)
- 4 Démontez l'ensemble repousseur en retirant l'isolant en céramique du repousseur. (Voir [Figure 39](#).)
- 5 Retirer les filets de la vis en maintenant les lentilles dans la source.
- 6 Sortir les lentilles de la source et séparer l'isolant de lentille, la lentille de focalisation d'ions, le cylindre d'extraction, la lentille d'extraction et la lentille d'entrée. (Voir [Figure 39](#).)

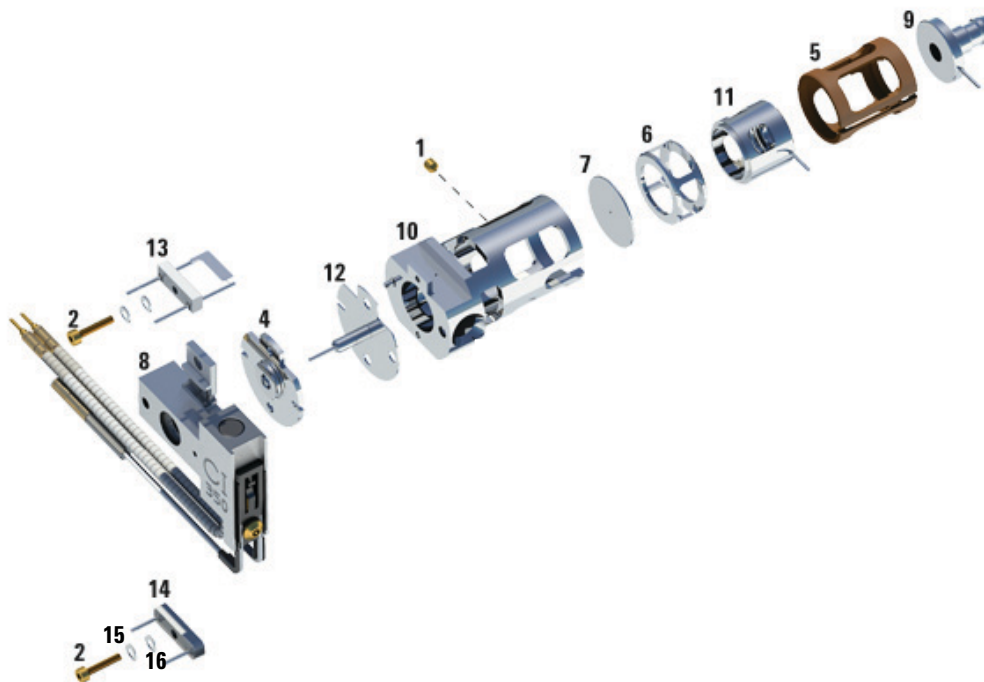


Figure 38 Démontage de la source à CI

Tableau 22 Liste des pièces de la source à CI (Figure 39)

Référence de l'article	Description de l'article	Référence
1	Filets de la vis	G1999-20022
2	Vis de filament	G1999-20021
3	Cône d'étanchéité de l'interface CI	G3870-20542
4	Isolant de repousseur CI	G1999-20433
5	Isolant de lentille CI	G3170-20540
6	Cylindre modulable CI	G1999-20444
7	Plaque-tiroir CI	G1999-20446
8	Bloc de chauffage de la source à CI	G3870-60415

Tableau 22 Liste des pièces de la source à CI (Figure 39) (continued)

Référence de l'article	Description de l'article	Référence
9	Lentille d'entrée	G3170-20126
10	Source à CI	G3170-20430
11	Lentille de focalisation des ions CI	G1999-20443
12	Repousseur CI	G1999-20432
13	Filament CI	G7005-60072
14	Filament factice	G1999-60454
15	Rondelle courbée	3050-9082
16	Rondelle plate	3050-1374

Nettoyage la source à CI



Matériel nécessaire

- Papier abrasif (5061-5896)
- Poudre abrasive d'alumine (8660-0791)
- Papier aluminium propre
- Chiffons propres (05980-60051)
- Cotons-tiges, (5080-5400)
- Béchers en verre, 500 ml
- Gants propres, sans fibre
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Solvants
 - Acétone, qualité réactive
 - Méthanol, qualité réactive
 - Chlorure de méthylène, qualité réactive
- Bain à ultra-sons

Préparation

- 1 Démontage de la source Voir la section « Démontage de la source à CI » à la page 203.
- 2 Récupérer les pièces détachées suivantes à nettoyer d'une source à CI : (Figure 40 à la page 207)
 - Repousseur
 - Source
 - Plaque-tiroir
 - Cylindre modulable
 - Lentille de focalisation d'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 à l'aide d'un coton-tige imbibé de méthanol de qualité réactive. Si cela ne suffit pas à nettoyer les isolants, il convient de les remplacer. Ne pas nettoyer les isolants à l'aide de produits abrasifs ni d'ultrasons.

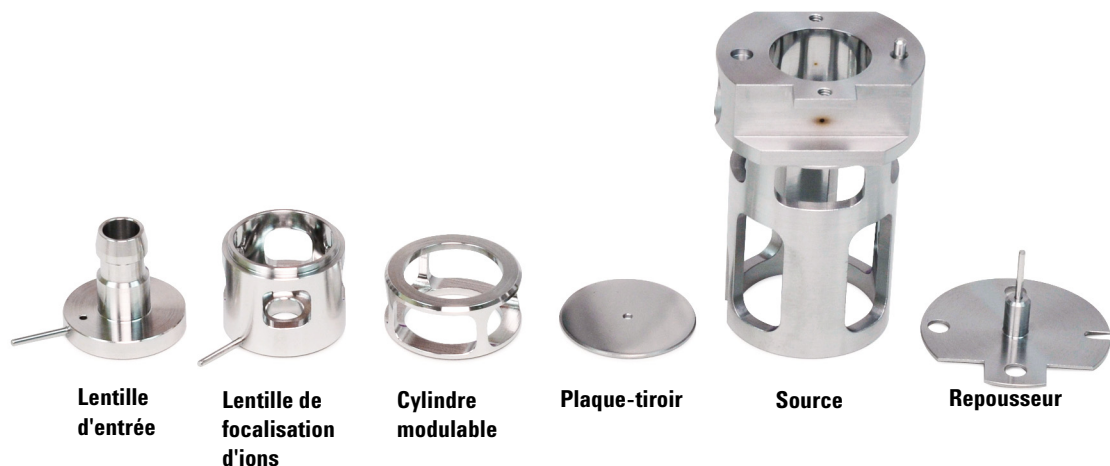


Figure 39 Pièces de source d'ions CI à nettoyer

Procédure

- 1 Si la contamination est grave (par exemple, rétrodiffusion d'huile dans l'analyseur), envisager sérieusement de remplacer les pièces contaminées.
- 2 Nettoyer à l'abrasif les surfaces en contact avec l'échantillon ou le faisceau d'ions.

Utiliser une suspension abrasive de poudre d'alumine et de méthanol de qualité réactive sur un coton-tige. Appliquer une force suffisante pour éliminer toutes les décolorations. Le polissage des pièces n'est pas nécessaire ; de petites rayures n'altéreront pas les performances. Nettoyer également à l'abrasif les décolorations où des électrons des filaments entrent dans le corps de source.

- 3 Éliminer tous les résidus abrasifs en les rinçant avec du méthanol de qualité réactive.

Vérifier que **tous** les résidus abrasifs ont bien été éliminés **avant** de procéder au nettoyage par ultrasons. Si le méthanol se trouble ou contient des particules visibles, rincer de nouveau trois fois.

- 4 Séparer les pièces qui ont été nettoyées à l'abrasif des pièces qui ne l'ont pas été.
- 5 Nettoyer ultrasoniquement les pièces détachées (chaque groupe séparément) pendant 15 minutes. Pour les pièces détachées sales, utiliser les trois solvants dans l'ordre indiqué, en nettoyant pendant 15 minutes avec chacun des solvants suivants :
- Chlorure de méthylène (qualité réactive)
 - Acétone (qualité réactive)
 - Méthanol (qualité réactive)

Pour le nettoyage de routine, il est suffisant de nettoyer avec du méthanol.

AVERTISSEMENT

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

- 6 Déposer les pièces dans un béccher propre. Couvrir le béccher avec du papier aluminium propre, **sans serrer les bords** et avec la face brillante tournée vers le haut.
- 7 Sécher les pièces détachées nettoyées dans un four à 100 °C pendant cinq à six minutes.

AVERTISSEMENT

Laisser les pièces détachées refroidir avant de les manipuler.

REMARQUE

S'assurer d'éviter de contaminer les pièces détachées nettoyées et sèches. Porter des gants de nettoyage neufs avant de manipuler les pièces détachées. Ne pas poser les pièces détachées nettoyées sur une surface sale. Les poser uniquement sur des vêtements sans fibre propres.

Montage de la source à CI



Matériel nécessaire

- Gants propres, sans fibre
 - 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

ATTENTION

Toujours porter des gants propres lors d'un travail dans la chambre de l'analyseur afin d'éviter toute contamination.

- 1 Monter la lentille de focalisation d'ions, la lentille d'entrée et l'isolant de lentille (Figure 41).
- 2 Faire glisser le disque d'extraction et le cylindre d'extraction dans la source (Figure 41).
- 3 Faire glisser les pièces détachées montées lors de l'étape 1 dans la source.
- 4 Serrer les vis de fixation des lentilles.
- 5 Fixer le disque en céramique au repousseur et le placer sur la source.

ATTENTION

Ne pas trop serrer l'écrou du repousseur durant l'installation, sinon cela risque d'endommager l'isolant du repousseur en céramique lorsque la source s'échauffe. L'écrou doit être serré à la main.

- 6 Placer l'unité chauffante sur la source.
- 7 Réinstaller le filament factice et le filament, puis fixer avec les filets de la vis.

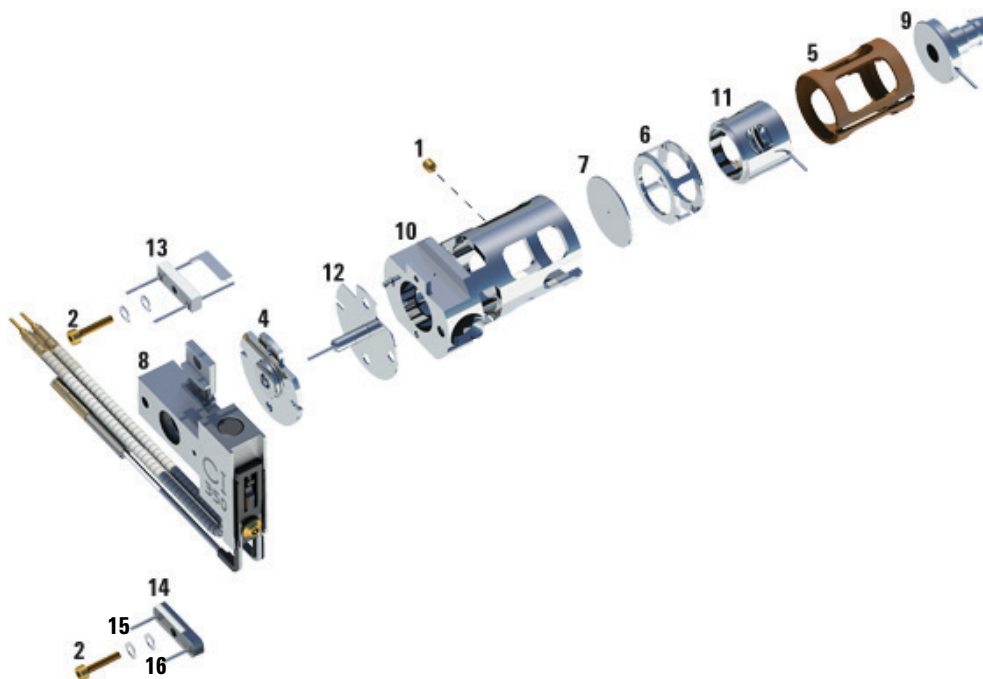


Figure 40 Montage de la source à CI

Tableau 23 Liste des pièces de la source à CI (Figure 41)

Référence de l'article	Description de l'article	Référence
1	Filets de la vis	G1999-20022
2	Vis de filament	G1999-20021
3	Cône d'étanchéité de l'interface CI	G3870-20542
4	Isolant de repousseur CI	G1999-20433
5	Isolant de lentille CI	G3170-20540
6	Cylindre modulable CI	G1999-20444
7	Plaque-tiroir CI	G1999-20446
8	Bloc de chauffage de la source à CI	G3870-60415

Tableau 23 Liste des pièces de la source à CI (Figure 41) (continued)

Référence de l'article	Description de l'article	Référence
9	Lentille d'entrée	G3170-20126
10	Source à CI	G3170-20430
11	Lentille de focalisation des ions CI	G1999-20443
12	Repousseur CI	G1999-20432
13	Filament CI	G7005-60072
14	Filament factice	G1999-60454
15	Rondelle courbée	3050-9082
16	Rondelle plate	3050-1374

Installation de la source à CI

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 la chambre de l'analyseur.

Procédure



- 1 Mettre le spectromètre de masse à pression atmosphérique. (Voir « Mise à pression atmosphérique du MSD » à la page 101.)
- 2 Ouvrir la chambre avant de l'analyseur. (Voir « Ouverture de la chambre de l'analyseur » à la page 150.)
- 3 Faire glisser la source à CI dans le radiateur.
- 4 Installer les vis moletées (Figure 42).
- 5 Brancher les connexions comme illustré à la section « Mise sous vide du MSD » à la page 104.

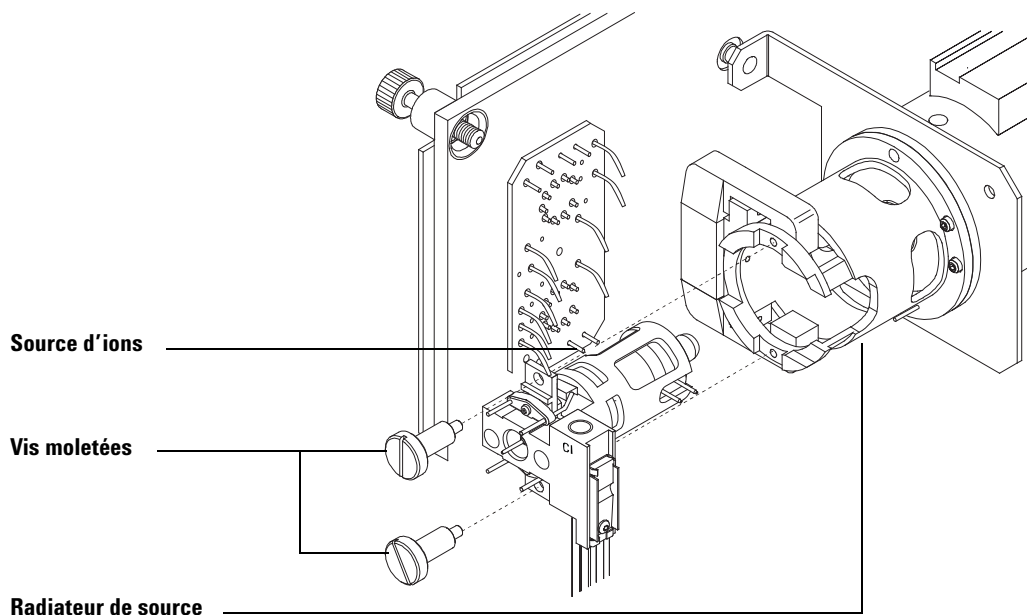


Figure 41 Installation de la source CI

- 6** Fermer la porte de l'analyseur. (Voir « Mise sous vide du MSD en mode ionisation chimique » à la page 117.)
- 7** Mettre le spectromètre de masse sous vide. (Voir « Mise sous vide du MSD en mode ionisation chimique » à la page 117.)
- 8** Régler le spectromètre de masse. (Voir « Autotune en mode CI » à la page 114.)

Dépose du filament de la source CI



Matériel nécessaire

- Gants propres, sans fibre
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Tournevis à six pans, 1,5 mm (8710-1570)
- Brucelles (8710-2460)

Procédure

- 1 Mettre le spectromètre de masse à pression atmosphérique. (Voir « Mise à pression atmosphérique du MSD » à la page 101.)

ATTENTION

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

- 2 Ouvrir la chambre avant de l'analyseur. (Voir « Mise sous vide du MSD » à la page 104.)
- 3 Retirer la source d'ions. (Voir « Dépose de la source à CI » à la page 196.)
- 4 Retirer la vis en maintenant le filament dans le corps de source d'ions. (Voir Figure 43.)
- 5 Faites coulisser le filament hors de l'ensemble de la source. (Voir Figure 43.)

AVERTISSEMENT

L'analyseur, l'interface GC/MS et d'autres composants de la chambre de l'analyseur fonctionnent à de très hautes températures. Ne pas toucher les pièces à moins d'être sûr qu'elles sont suffisamment refroidies.

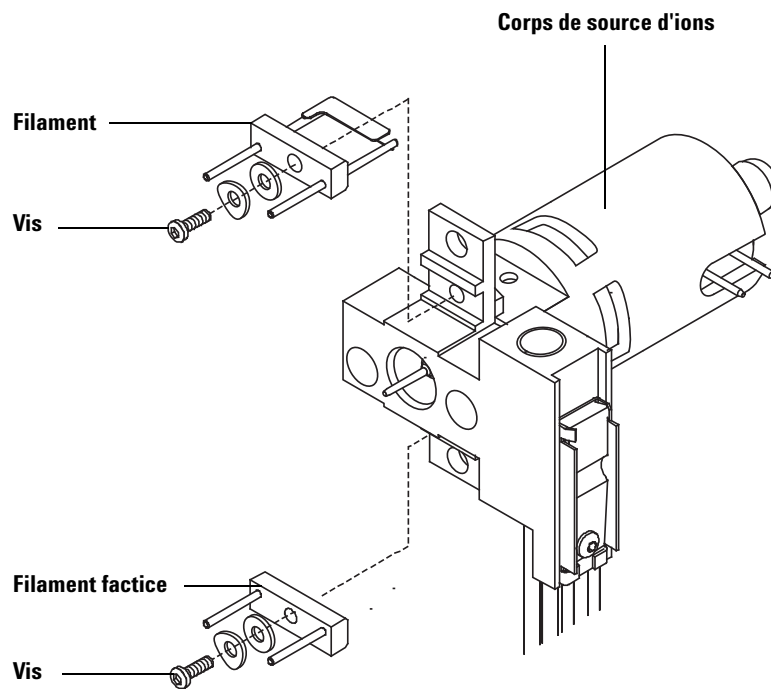


Figure 42 Changement du filament CI

Installation du filament de la source CI



Matériel nécessaire

- Ensemble filament, lot de 2, CI (G7005-60072)
- Gants propres, sans fibre
 - Grande taille (8650-0030)
 - Petite taille (8650-0029)
- Brucelles (8710-2460)

Procédure

- 1 Retirer l'ancien filament. (Voir « [Dépose du filament de la source CI](#) » à la page 214.)
- 2 Placez le nouveau filament en position dans le corps de source d'ions. (Voir [Figure 43](#).)
- 3 Fixez le filament dans le corps de source d'ions avec la vis.
- 4 Après l'installation du filament, vérifiez qu'il n'est pas mis à la masse par le corps de source.
- 5 Réinstaller la source. (Voir « [Installation de la source à CI](#) » à la page 212 ou « [Informations générales](#) » à la page 192.)
- 6 Chambre série 5977B. (Voir « [Mise sous vide du MSD](#) » à la page 104.)
- 7 Mettre le spectromètre de masse sous vide. (Voir « [Mise sous vide du MSD](#) » à la page 104.)
- 8 Effectuer l'autotune du spectromètre de masse.



Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

Imprimé aux États-Unis, Août 2015



G7077-93003